

UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Faculdade de Ciências e Tecnologia

Departamento de Ciência dos Materiais

Produção e Caracterização de Compósitos Inteligentes

por

Ricardo Luís Espingardas do Nascimento

Dissertação apresentada na Faculdade de Ciências e Tecnologia da
Universidade Nova de Lisboa para obtenção de grau de mestre em
Engenharia dos Materiais

Orientadores:

Professor Doutor Francisco Manuel Braz Fernandes

Professor Doutor Alexandre Velhinho

Lisboa

2009

AGRADECIMENTOS

Devo agradecer aos meus orientadores o Professor Doutor Francisco Manuel Braz Fernandes e o Professor Doutor Alexandre Velhinho, para os quais vai o meu reconhecimento pela compreensão e ajuda sempre que foi preciso.

Para desenvolver este projecto tive o apoio do Mestre João Canejo, ao qual estou grato por todos os esclarecimentos prestados.

Agradecer também à minha família pelo apoio durante esta longa etapa académica.

Por último o meu obrigado à Sandra pelo auxílio, compreensão e teimosia. Só com ela foi possível avançar e encerrar esta etapa da minha vida.

SUMÁRIO

Com este projecto pretende-se produzir e caracterizar Compósitos Inteligentes, tendo como base as fibras de níquel titânio, com efeito de memória de forma.

Como matriz serão utilizadas resinas epoxídicas.

O compósito deverá ser de fibras contínuas e alinhadas, com a capacidade de recuperar a forma, baseando-se nas características da liga metálica Ni-Ti, nomeadamente na transição Martensite – Austenite.

Quanto à caracterização serão utilizados ensaios de calorimetria diferencial de varrimento (DSC), ensaios de tracção, ensaios de *Pull Out* e ensaios de flexão.

Os provetes desenvolvidos caracterizam-se, de um modo geral, por terem boa capacidade de recuperação, espessura reduzida, bom alinhamento das fibras, matrizes compactas e interfaces fortes.

SUMMARY

With this Project we intend to product and characterise smart compounds alloys, based in NiTiNol, with shape memory characteristics.

Epoxy materials were used as matrix for the composites.

The composite should be with continues and aligned fibbers, with the capacity of regain the initial shape, based on the characteristics of the metal alloy Ni-Ti, more specifically the martensitic – austenitic transition.

Regarding the characterization process, we will use differential scanning calorimetry (DSC), uniaxial tensile test; pull out test and flexion test.

The developed compounds are characterized by good recovery capability, being slim, having a god fibber alignment, having a solid matrix and a strong interface.

SIGLAS E ABREVIATURAS

Af – Temperatura a partir da qual se dá como finalizada a transformação de martensite para austenite.

As – Temperatura a partir da qual se inicia a transformação de martensite para austenite.

DSC – Calorimetria Diferencial de Varrimento

E_T – Intervalo de temperaturas de transformação

H_T – Histerese de transformação

HF – Ácido fluorídrico

HNO_3 – Ácido nítrico

MDSC – Calorimetria diferencial de varrimento modulada

Mf – Temperatura a partir da qual se dá como finalizada a transformação de austenite em martensite.

Ms – Temperatura a partir da qual se inicia a transformação de austenite para martensite.

NiTinol – *Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratories*

PE – Polietileno

PP – Polipropileno

PVC – Policloreto de vinil

Rf – Temperatura a partir da qual se dá como finalizada a transformação da fase R.

Rs – Temperatura a partir da qual se inicia a transformação da fase R.

RTM – *Resin Transfer Moulding*

SMAHs - *Shape memory alloy hybrid composite*

SMA – *Shape memory alloys*

T_0 – Temperatura crítica

T_{pc} – Temperatura de pós-cura

V_f – Volume de fibras

ÍNDICE GERAL

AGRADECIMENTOS	2
SUMÁRIO	3
SUMMARY	4
SIGLAS E ABREVIATURAS	5
ÍNDICE DE FIGURAS	9
ÍNDICE DE TABELAS	11
ÍNDICE DE TABELAS	11
ÍNDICE DE GRÁFICOS	12
ÍNDICE DE GRÁFICOS	12
1. INTRODUÇÃO	14
1.1. O SURGIMENTO DAS LIGAS DE MEMÓRIA DE FORMA	15
1.2. LIGAS DE MEMÓRIA DE FORMA	16
1.3. EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA	24
1.4. COMPÓSITOS	27
1.5. COMPÓSITOS INTELIGENTES	43
2. MATERIAIS E MÉTODOS	45
2.1. REFORÇOS – LIGAS DE NITINOL	48
2.2. MATRIZES	53
2.2.1. RESINA EPOXY	53
2.2.2. COLA EPOXÍDICA	56
2.2.3. POLIPROPILENO	58

2.3. MATERIAIS DESENVOLVIDOS.....	59
2.3.1. LIGA M DE NITINOL, LAMINADA.....	59
2.3.2. LIGA M DE NITINOL, LAMINADA E RECOZIDA	61
2.3.3. RESINA EPOXY E LIGA DE COBRE	62
2.3.4. RESINA EPOXY E LIGA H DE NITINOL, COM 10 MM DE ESPESSURA	67
2.3.5. RESINA EPOXY E LIGA H DE NITINOL, COM 1 MM DE ESPESSURA	69
2.3.6. RESINA EPOXY E LIGA DE COBRE	70
2.3.7. RESINA EPOXY E LIGA M DE NITINOL.....	75
2.3.8. PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS, COM UMA CAMADA DE REFORÇO DE LIGA M, EM MATRIZ DE PÓLIPROPILENO	77
2.3.9. PRODUÇÃO DE LÂMINAS COMPÓSITAS, COM MOLDE DE PP E COLA EPOXÍDICA.....	78
2.3.10. COLA EPOXÍDICA E LIGA M LAMINADA E LAMINADA/RECOZIDA	79
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	81
3.1. LIGA H DE NITINOL (AMOSTRA 1).....	81
3.2. LIGA M DE NITINOL (AMOSTRA 2)	85
3.3. RESINA EPOXY (AMOSTRA 3).....	88
3.4. COLA EPOXÍDICA (AMOSTRA 4)	91
3.5. LIGA M DE NITINOL, LAMINADA (AMOSTRA 5).....	93
3.6. LIGA M DE NITINOL, LAMINADA E RECOZIDA (AMOSTRA 6).....	95
3.7. RESINA EPOXY E LIGA DE COBRE (AMOSTRAS 7).....	97
3.8. RESINA EPOXY E LIGA DE COBRE (AMOSTRAS 8).....	97
3.9. RESINA EPOXY E LIGA H (AMOSTRA 9).....	98
3.10. RESINA EPOXY E LIGA H (AMOSTRA 10).....	100

3.11. RESINA EPOXY E LIGA DE COBRE (AMOSTRA 11)	100
3.12. RESINA EPOXY E LIGA M (AMOSTRA 12)	101
3.13. RESINA EPOXY E LIGA M (AMOSTRA 13)	102
3.14. COLA EPOXÍDICA E LIGA DE COBRE (AMOSTRA 14).....	103
3.15. COLA EPOXÍDICA E LIGA M (AMOSTRA 15).....	103
3.16. COLA EPOXÍDICA E LIGA M (AMOSTRA 16).....	103
3.17. COLA EPOXÍDICA E LIGA M DE NITINOL, LAMINADA (AMOSTRA 17).....	105
3.18. COLA EPOXÍDICA E LIGA M DE NITINOL, LAMINADA (AMOSTRA 18).....	105
3.19. COLA EPOXÍDICA E LIGA M DE NITINOL, LAMINADA E RECOZIDA (AMOSTRA 19).....	107
3.20. COLA EPOXÍDICA E LIGA M DE NITINOL, LAMINADA E RECOZIDA (AMOSTRA 20).....	107
3.21. COLA EPOXÍDICA E LIGA M DE NITINOL, LAMINADA E RECOZIDA (AMOSTRA 21).....	108
3.22. COMPÓSITO COM UMA CAMADA DE REFORÇO DE LIGA M, EM MATRIZ DE POLIPROPILENO	112
4. CONCLUSÕES	115
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	121
6. ANEXOS.....	124

ÍNDICE DE FIGURAS

FIG. 1 – DA ESQUERDA PARA A DIREITA TEMOS: ESTRUTURA DA AUSTENITE (B2) E ESTRUTURA DA MARTENSITE (B19').	16
FIG. 2 – DIAGRAMA DE EQUILÍBRIO Ni-Ti.	17
FIG. 3 – ESTRUTURA B2 PASSA PARA ESTRUTURA ROMBOÉDRICA (FASE R).	18
FIG. 4 – DETALHE DO DIAGRAMA DE EQUILÍBRIO Ni-Ti.	19
FIG. 5 – VARIAÇÃO DA TEMPERATURA T_0 EM FUNÇÃO DA SUA COMPOSIÇÃO.	19
FIG. 6 – REPRESENTAÇÃO DOS LIMITES DOS DOMÍNIOS DOS FENÓMENOS DA LIGA DE NITINOL.	20
FIG. 7 - CURVAS DE TENSÃO/EXTENSÃO REPRESENTANDO A DEFORMAÇÃO DA AUSTENITE POR ESCORREGAMENTO DE DESLOCAÇÕES (A); A DEFORMAÇÃO DA MARTENSITE (B); A DEFORMAÇÃO SUPERELÁSTICA DA AUSTENITE (C).	21
FIG. 8 – ESQUEMA DE FUNCIONAMENTO DA MEMÓRIA DE FORMA.	24
FIG. 9 – CICLO DE CARREGAMENTO DE UMA LIGA COM MEMÓRIA DE FORMA.	25
FIG. 10 - HISTERESE NUMA LIGA COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA.	25
FIG. 11 – HISTERESE E A DEFORMAÇÃO RECUPERÁVEL EM DIFERENTES LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA.	26
FIG. 12 – CARRO EM MATERIAL COMPÓSITO.	28
FIG. 13 – PRESENÇA DE COMPÓSITOS NOS AVIÕES DA AIRBUS, AO LONGO DO TEMPO	28
FIG. 14 - DA ESQUERDA PARA A DIREITA: FIBRAS UNIDIRECCIONAIS CONTÍNUAS, FIBRAS DESCONTÍNUAS ORIENTADAS DE MODO ALEATÓRIO; FIBRAS UNIDIRECCIONAIS TECIDAS ORTOGONALMENTE.	30
FIG. 15 – ENSAIOS DE TRACÇÃO DE DIFERENTES MATERIAIS.	33
FIG. 16– ESQUEMA REPRESENTATIVO DO PROCESSO MANUAL.	35
FIG. 17- ESQUEMA REPRESENTATIVO DO PROCESSO DE <i>SPRAY</i>	35
FIG. 18- ESQUEMA REPRESENTATIVO DO PROCESSO EM AUTOCLAVE.	36
FIG. 19- ESQUEMA REPRESENTATIVO DO PROCESSO DE RTM.	36
FIG. 20– ESQUEMA REPRESENTATIVO DOS EIXOS DE COORDENADAS.	37
FIG. 21– INFLUENCIA DOS TIPOS DE REFORÇO NAS CARACTERÍSTICAS DO COMPÓSITO.	38
FIG. 22– ESQUEMA REPRESENTATIVO DA ESTRUTURA DE UM COMPÓSITO.	38
FIG. 23– REPRESENTAÇÃO DE UMA SITUAÇÃO DE TRACÇÃO TRANSVERSAL EM RELAÇÃO AOS REFORÇOS.	39

FIG. 24– MOLDE PARA UMA FOICE DA IDADE DO BRONZE.	41
FIG. 25– ESQUEMA DO INTERIOR DE UM DSC (S- AMOSTRA E R- REFERENCIA) E UM TERMOGRAMA DE UMA RESINA.	46
FIG. 26 - IMAGEM DO APARELHO DE DSC UTILIZADO.	47
FIG. 27– MAQUINA DE TRACÇÃO SHIMADZU AG-IS.	47
FIG. 28 – ESQUEMA REPRESENTATIVO DO PROCESSO DE LAMINAGEM.	60
FIG. 29 – LAMINADOR.	60
FIG. 30 – ESQUEMA DO MOLDE E DO MECANISMO DE PRÉ-TENSÃO.	63
FIG. 31 – FOTOS DO MOLDE FABRICADO.	64
FIG. 32– ESQUEMA REPRESENTATIVO DO ENSAIO DE <i>PULL OUT</i>	66
FIG. 33– ESQUEMA DE MONTAGEM DO MOLDE.	67
FIG. 34 – ESQUEMA DO MOLDE E DO MECANISMO DE PRÉ-TENSÃO.	68
FIG. 35– FOTO DA MONTAGEM USADA.	68
FIG. 36– FOTO DO MOLDE.	69
FIG. 37– IMAGENS 3D DO MOLDE EM AÇO.	71
FIG. 38– IMAGENS DO MOLDE DE AÇO FABRICADO NA <i>LUÍS DA GRAÇA, MECÂNICA DE PRECISÃO, LDA</i>	71
FIG. 39– FOTO DO MECANISMO DE PRÉ-TENSÃO.	72
FIG. 40– PRODUÇÃO DO COMPÓSITO JÁ NA FASE DE CURA.	72
FIG. 41 – ESQUEMA DO MÉTODO ADOPTADO PARA DISTRIBUIR AS CARGAS.	73
FIG. 42 - NESTA FOTO CONSEGUIE-SE OBSERVAR AS FIBRAS ALINHADAS E TENSIONADAS.	74
FIG. 43 – FASE DE DESMOLDAGEM.	74
FIG. 44 – ESQUEMA DE MONTAGEM.	76
FIG. 45– ESQUEMA DE MONTAGEM TIPO <i>SANDWICH</i>	77
FIG. 46– FOLHA DE ALINHAMENTO.	78
FIG. 47– ESQUEMA DE LIMITAÇÃO DA ARTICULAÇÃO DA GARRA.	80
FIG. 48– ESQUEMA DE MONTAGEM DA AMOSTRA EM ELEVADA FLEXÃO.	106
FIG. 49– MONTAGEM PARA FLECTIR A AMOSTRA 21.	108
FIG. 50– AMOSTRA 21, FLEXÍVEL, FINA E COM RECUPERAÇÃO DA FORMA.	117

ÍNDICE DE TABELAS

TABELA 1 – ALGUMAS VANTAGENS E DESVANTAGENS DE MATERIAIS S COMPÓSITOS.	29
TABELA 2 – MÓDULOS DE ELASTICIDADE DE DIFERENTES MATERIAIS.	31
TABELA 3 – ALGUMAS CARACTERÍSTICAS DOS POLIÉSTERES E DAS RESINAS EPOXÍDICAS.	32
TABELA 4 – VANTAGENS E DESVANTAGENS DOS POLIÉSTERES E DAS RESINAS EPOXÍDICAS.	33
TABELA 5 – TABELA RESUMO DOS PRINCIPAIS MATERIAIS.	45
TABELA 6 – TABELA RESUMO DOS MATERIAIS DERIVADOS.	45
TABELA 7 – RESUMO DAS CARACTERÍSTICAS DAS LIGAS DE Ni-Ti COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA.	50
TABELA 8 – ALGUMAS PROPRIEDADES DO PP.	58
TABELA 9 – ALGUMAS CARACTERÍSTICAS DOS MATERIAIS UTILIZADOS COMO MATRIZES NESTE PROJECTO.	59
TABELA 10 – RESULTADOS POR EFEITO DE JOULE APÓS FLEXÃO DE 10°.	101
TABELA 11 – RESULTADOS APÓS FLEXÃO DE 10°.	101
TABELA 12 – RESULTADOS POR EFEITO DE JOULE APÓS FLEXÃO DE 10°.	102
TABELA 13 – RESULTADOS APÓS FLEXÃO DE 10°.	102
TABELA 14 – RESULTADOS APÓS FLEXÃO DE 30°.	103
TABELA 15 – RESULTADOS POR EFEITO DE JOULE APÓS FLEXÃO DE 30°.	104
TABELA 16 – RESULTADOS APÓS FLEXÃO DE 30°.	109
TABELA 17 – RESULTADOS POR EFEITO DE JOULE APÓS FLEXÃO DE 30°.	109
TABELA 18 – RESULTADOS DOS SOLVENTES DE PP.	112
TABELA 19 – IDENTIFICAÇÃO DOS PROVETES E RESPECTIVOS ENSAIOS.	114
TABELA 20 – RESUMO DE ALGUNS DOS VALORES EXPERIMENTAIS.	118

ÍNDICE DE GRÁFICOS

GRÁFICO 1 – ESQUEMATIZAÇÃO DA PROGRAMAÇÃO.	52
GRÁFICO 2 – ESQUEMATIZAÇÃO DA PROGRAMAÇÃO.	54
GRÁFICO 3 – DSC DA LIGA H.	82
GRÁFICO 4 – DETALHE DO GRÁFICO 1 ONDE SE PODE OBSERVAR AS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO DA FASE R.	82
GRÁFICO 5 – PICO CORRESPONDENTE À TRANSFORMAÇÃO PARA MARTENSITE E AS CORRESPONDENTES TEMPERATURAS DE Ms E Mf, OBTIDAS PELO MÉTODO DAS TANGENTES.	83
GRÁFICO 6 – PICO CORRESPONDENTE À TRANSFORMAÇÃO PARA AUSTENITE E AS CORRESPONDENTES TEMPERATURAS DE As E Af, OBTIDAS PELO MÉTODO DAS TANGENTES.	83
GRÁFICO 7 – ENSAIO DE TRACÇÃO DA LIGA H.	84
GRÁFICO 8 – DSC DA LIGA M.	85
GRÁFICO 9 – DETALHE DOS PICOS DAS TRANSFORMAÇÕES: FASE R E FASE MARTENSÍTICA.	86
GRÁFICO 10 - DETALHE DOS PICOS DA TRANSFORMAÇÃO AUSTENÍTICA.	86
GRÁFICO 11 – ENSAIO DE TRACÇÃO DA LIGA M.	87
GRÁFICO 12 – ENSAIO DE TRACÇÃO DA LIGA M E DA LIGA H.	87
GRÁFICO 13 – ENSAIO DE DSC DA RESINA EPOXY.	88
GRÁFICO 14 – AMPLIAÇÃO DA ZONA DE TRANSIÇÃO VÍTREA DA RESINA EPOXÍDICA.	89
GRÁFICO 16 – ENSAIO DE TRACÇÃO DA RESINA EPOXY.	90
GRÁFICO 15 – ENSAIO DE FLEXÃO DA RESINA EPOXY.	90
GRÁFICO 17 – DSC DA COLA EPOXÍDICA.	91
GRÁFICO 18 – DETALHE DO DSC DA COLA EPOXÍDICA.	91
GRÁFICO 19 – ENSAIO DE TRACÇÃO DA COLA EPOXÍDICA.	92
GRÁFICO 20 – ENSAIO DE FLEXÃO DA COLA EPOXÍDICA.	93
GRÁFICO 21 – ENSAIO DE DSC DA LIGA M DEPOIS DE LAMINADA.	93
GRÁFICO 22 – TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA E DA FASE R.	94
GRÁFICO 23 – PICO CORRESPONDENTE À TRANSFORMAÇÃO AUSTENÍTICA.	94
GRÁFICO 24 – DSC DA LIGA M DE NITINOL, DEPOIS DE TER SIDO LAMINADA E RECOZIDA.	95

GRÁFICO 25 – DETALHE DAS TRANSFORMAÇÕES DA FASE MARTENSÍTICA.	96
GRÁFICO 26 – DETALHE DA TRANSFORMAÇÃO AUSTENÍTICA.	96
GRÁFICO 27 – ENSAIO DE <i>PULL OUT</i> DA AMOSTRA 8.	97
GRÁFICO 28 – À ESQUERDA DA LINHA TRACEJADA ENCONTRA-SE A REGIÃO DE TRABALHO DO COMPÓSITO... ..	98
GRÁFICO 29 – ENSAIO DE FLEXÃO DA AMOSTRA 9.	99
GRÁFICO 30 – COMPARAÇÃO DOS ENSAIOS DE FLEXÃO.	99
GRÁFICO 31 – ENSAIO DE <i>PULL OUT</i> DA AMOSTRA 10.	100
GRÁFICO 32 – INTERVALO DE TEMPERATURA DE FUNCIONAMENTO, À ESQUERDA DA LINHA TRACEJADA.	104
GRÁFICO 33 – ENSAIO DE TRACÇÃO DA AMOSTRA 18.	105
GRÁFICO 34 – ENSAIO DE FLEXÃO DA AMOSTRA 18.	106
GRÁFICO 35 – ENSAIO DE TRACÇÃO DA AMOSTRA 20.	107
GRÁFICO 36 – ENSAIO DE FLEXÃO DA AMOSTRA 21.	108
GRÁFICO 37 – A ZONA À ESQUERDA DO TRACEJADO É A REGIÃO DE TRABALHO DO COMPÓSITO.	110

1. INTRODUÇÃO

A Natureza dotou os organismos vivos de uma capacidade muito especial: a capacidade de se auto-regenerarem. Os seres vivos possuem esta habilidade e, através dela, recuperam de lesões e adaptam-se a novas circunstâncias. Exemplos disto são os arranhões na nossa pele que em pouco tempo estão sarados, deixando poucas ou nenhuma marca na pele. Aliás a pele, o maior órgão do ser humano, é toda ela um exemplo de capacidade de adaptação a novos estímulos e a alterações do exterior, quer seja a reacção ao sol ou mesmo a sua evolução durante o crescimento.

Um material com estas características possui um leque de aplicações notável; seria possível ter vigas que respondessem a alterações da estrutura, portas de automóveis capazes de eliminar as amolgadelas, vestuário capaz de alterar as suas dimensões em função da temperatura ambiente, ou mesmo a capacidade de substituir músculos, tendões ou ligamentos no Homem por matérias desta natureza [1].

Um único material com estas características ainda não é conhecido. Assim os trabalhos nesta área de investigação vão no sentido dos materiais compósitos: são os chamados Compósitos Inteligentes.

Os compósitos inteligentes podem ser fabricados com base nas ligas com memória de forma, também conhecidas por Shape Memory Alloys (SMAs).

O surgimento de materiais compósitos abriu portas para uma nova realidade, um mundo de novas oportunidades e de inovação tecnológica. Procura-se obter materiais mais fortes, mais leves, mais resistentes, materiais mais polivalentes. É no seguimento desta procura que surgem os materiais inteligentes, pois juntam as características das já muito estudadas ligas de memória de forma [2] e todas as suas capacidades, com matrizes poliméricas, cerâmicas ou metálicas, obtendo um compósito polivalente e capaz de se adaptar novas condições de funcionamento.

Com o surgimento destes novos materiais, abrem-se inúmeras janelas de oportunidade. Estes dispositivos têm aplicações na aeronáutica, medicina, construção, entre outros.

1.1. O SURGIMENTO DAS LIGAS DE MEMÓRIA DE FORMA

No início nos anos 30 foram dados os primeiros passos no caminho de desenvolver ligas de memória de forma. Foi em 1932 que A. Ölander descobriu o comportamento termoelástico numa liga de Au-Cd. Mais tarde, em 1938, Greninger & Mooradian observaram a formação e o desaparecimento da fase martensítica de uma liga de cobre e zinco simplesmente com o aumento e a diminuição da temperatura. Mas, foi em 1949, que Kurdjumov e Khandros conseguiram explicar o comportamento termoelástico associado ao efeito de memória de forma, reforçado por Chang e Read em 1951. Tinham nascido as ligas com memória de forma. ^[2] ^[3]

Quanto à liga de níquel titânio, esta foi desenvolvida em 1962, nos Naval Ordnance Laboratory e foi baptizada de NiTiNol (Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratories). Não deixa de ser curioso que, como tantas outras descobertas da ciência, tenha sido por acidente que as características de liga de memória de forma no NiTiNol foram descobertas. Uma amostra de Ni-Ti foi deformada diversas vezes e, durante uma reunião do laboratório, David Muzzey, decidiu aquecer essa amostra com o seu cachimbo durante um breve período de tempo. Para surpresa de todos os presentes a amostra recuperou a sua forma inicial. ^[3]

Actualmente são lançados para o mercado dezenas de novos produtos, de NiTiNol, todos os anos.

1.2. LIGAS DE MEMÓRIA DE FORMA

Existem algumas ligas metálicas com memória de forma. No entanto, para que estas possam chegar a ser comercializadas é importante que possuam uma boa capacidade de recuperação da deformação ou que gerem uma força significativa durante o processo de transformação de fase (8% a 10% de recuperação). Assim as ligas mais comuns no mercado são o Ni-Ti, o CuAlNi e o CuAlZn. ^[2]

Estas ligas devem as suas características de memória de forma à transição de fase martensite – austenite.

A martensite (que deve o seu nome ao metalúrgico Alemão Adolf Martens ^{[3] [4]}) nas ligas com memória de forma é termoelástica, estando na sua origem uma austenite com ordem a longa distância.

As martensites termoelásticas são caracterizadas pela baixa energia das suas interfaces e correspondente elevada mobilidade das mesmas, quando sujeitas a pequenas variações, quer de temperatura ou de tensões. Formam-se quando a energia livre da martensite é inferior à da austenite (transformação martensítica com origem austenítica). A transformação desta martensite resulta de um crescimento contínuo da fase martensítica, durante o processo de arrefecimento. Se este for interrompido, a transformação e o crescimento das plaquetas cessa. Assim que o arrefecimento prossiga, o crescimento da martensite é retomado.

A fase-mãe nas ligas Ni-Ti com memória de forma apresenta uma estrutura ordenada B2 (cúbica de corpo centrado), tal como se pode verificar na figura 1.

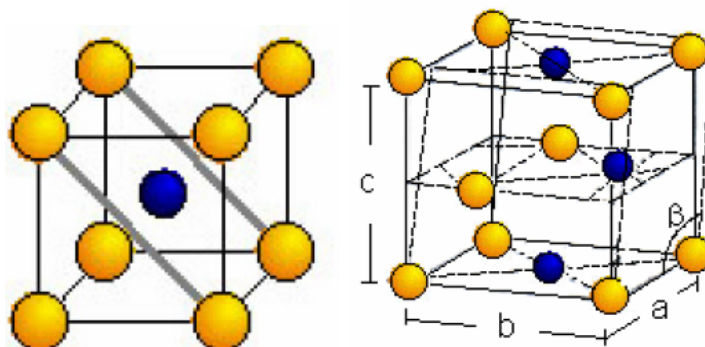


Fig. 1 – À esquerda a estrutura da Austenite (B2) e à direita e estrutura da Martensite (B19'). ^[2]

A temperatura de transição ordem – desordem é de cerca de 900 °C. A austenite apresenta uma estrutura ordenada (B2) de simetria cúbica, com um parâmetro de rede de 3,015 Å.

O NiTiInol

As ligas que actualmente levantam mais curiosidade, no que diz respeito ao efeito de memória de forma, e muito especialmente ao fenómeno da superelasticidade, são as ligas Ni-Ti, mais concretamente aquelas que possuem uma composição vizinha da equiatómica de Ni e Ti.

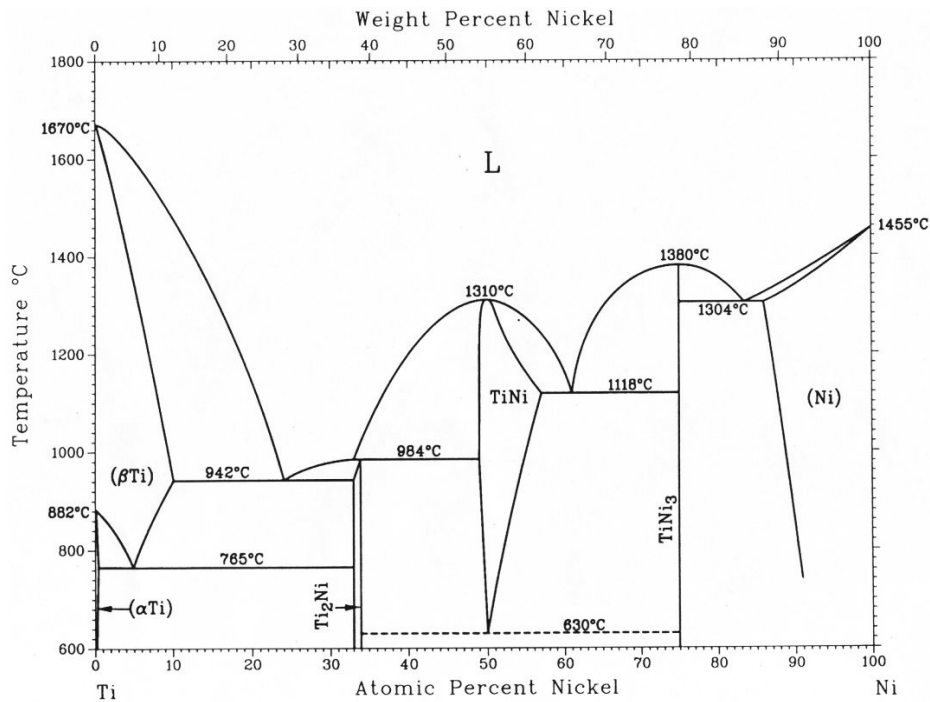


Fig. 2 – Diagrama de equilíbrio Ni-Ti. [5]

As ligas metálicas de níquel e titânio são ligas comercializadas por numerosas empresas, nomeadamente pela Memory-Metalle GmbH. Esta empresa alemã é uma referência no mercado da produção de NiTiInol, produzindo ligas metálicas com memória de forma com diversos formatos e geometrias, chegando a produzir de acordo com as especificações de cada cliente [6].

Como já foi mencionado, o efeito de memória e a superelasticidade ocorrem associados às transformações de fase martensite – austenite, ou seja, de estrutura B19', para a fase B2 ^{[2][7]}.

Verificou-se que, por vezes, esta transformação pode ainda ocorrer com um passo intermédio ^[8]. Neste passo intermédio forma-se uma fase trigonal designada de fase R, facilitada por existirem tensões internas favoráveis. A fase R possui uma estrutura romboédrica. Esta estrutura poderá ser interpretada como uma distorção, inversamente proporcional à temperatura, da rede cúbica segundo uma das diagonais principais da célula unitária cúbica da austenite, surgindo a transformação martensítica à temperatura M_s com o prosseguimento do arrefecimento ^{[8][9]}.

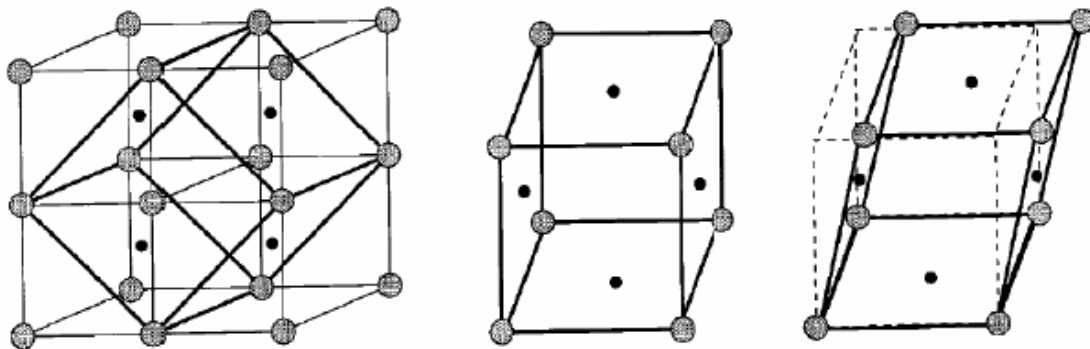


Fig. 3 – Estrutura B2 passa para estrutura romboédrica (fase R). ^[10]

O diagrama de equilíbrio Ni-Ti, da figura 4, permite-nos constatar a presença de um domínio de estabilidade da fase B2, que se caracteriza, para ligas mais ricas em Ni relativamente à composição equiatómica, por uma forte variação do limite máximo de solubilidade do Ni com a temperatura, tal como se pode observar na linha verde a tracejado na figura 4.

Para as ligas mais ricas em Ti, em relação à composição estequiométrica, a variação de solubilidade com a temperatura é muito mais reduzida; podemos verificar isto pela linha azul na figura 4.

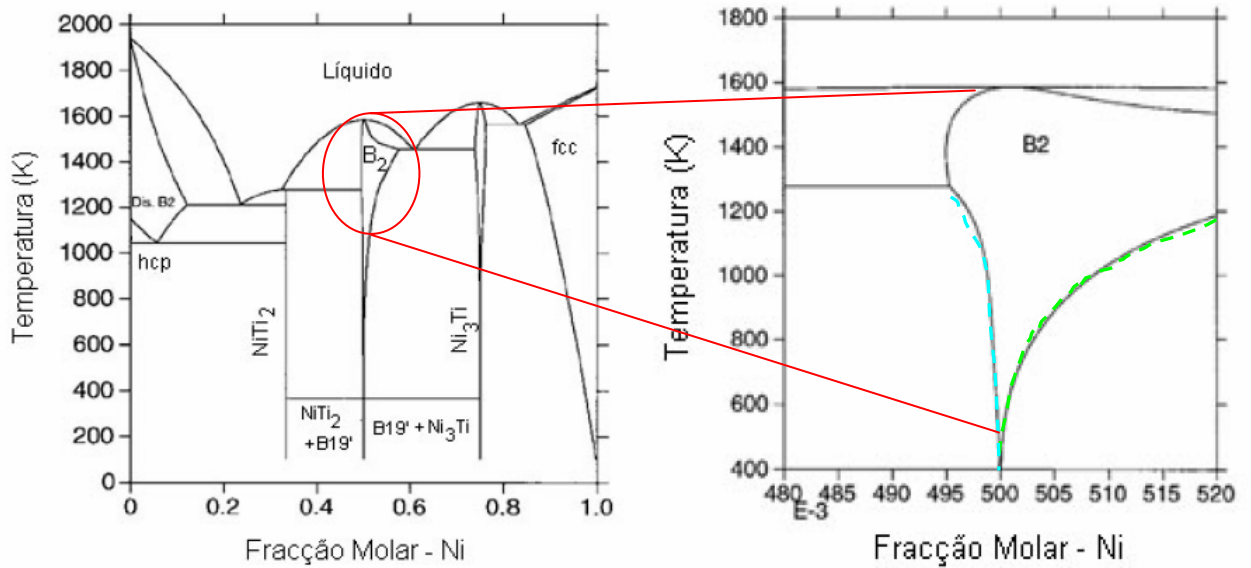


Fig. 4 – Detalhe do diagrama de equilíbrio Ni-Ti. [2]

É através desta configuração do domínio de estabilidade da austenite que é possível, para uma dada liga, a exploração da possibilidade de variação das temperaturas de transformação através de tratamentos de solubilização, seguidos de precipitação a diferentes temperaturas, pois a temperatura T_0 é fortemente dependente da composição para ligas mais ricas em Ni, relativamente à composição estequiométrica.

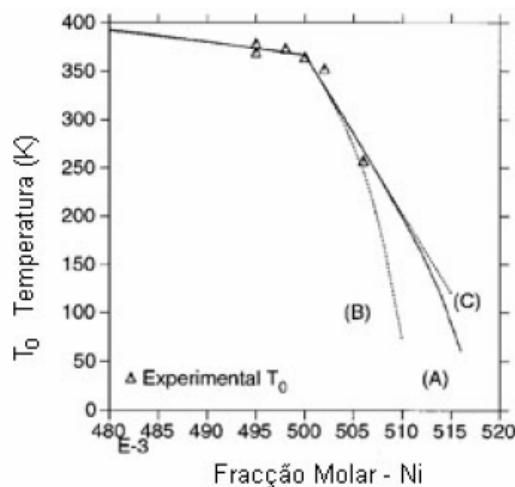


Fig. 5 – Variação da temperatura T_0 em função da sua composição. [2]

Uma liga de Ni-Ti pode ser caracterizada por um gráfico σ -T, que de um modo genérico é representado pela figura 6. Nesta figura podemos encontrar algumas linhas, que são facilmente identificadas, tais como:

- Tensão crítica para o escorregamento: valor da tensão a partir da qual ocorre deformação plástica por escorregamento de deslocações;
- Tensão crítica para induzir a martensite: valor da tensão a partir da qual se começa a formar a fase martensítica.

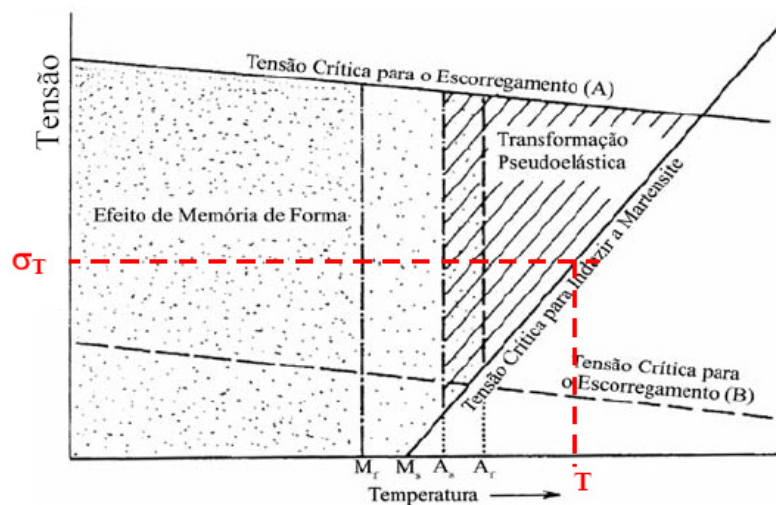


Fig. 6 – Representação dos limites dos domínios dos fenómenos da liga de NiTinol. [2]

Na figura 7 podemos verificar que, dependendo do trajecto de carregamento, relativamente aos limites abordados na figura anterior, assim obtemos resultados $\varepsilon(\sigma)$ ou $\varepsilon(T)$ completamente distintos, o que representa comportamentos igualmente distintos.

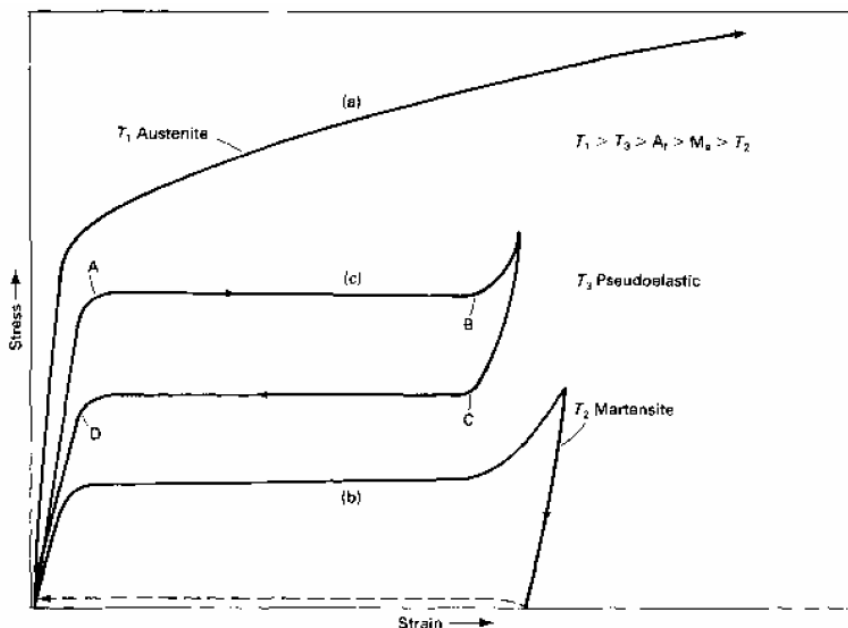


Fig. 7 - Curvas de tensão/extensão representando a deformação da austenite por escorregamento de deslocações (a); a deformação da martensite (b); a deformação superelástica da austenite (c). [2]

Uma outra característica do NiTiInol é a superelasticidade [2]. Esta característica das ligas de Ni-Ti (e de outras) demonstra-se pela capacidade que a liga tem em recuperar na totalidade, ou em grande percentagem, de grandes deformações. Tal verifica-se quando o trajecto de carregamento $\sigma(T)$ atravessa o domínio bifásico (austenite e martensite).

A superelasticidade ocorre acima da temperatura A_f , contrariamente ao efeito de memória de forma que ocorre após uma deformação abaixo de M_f seguido de aquecimento acima de A_f .

A superelasticidade não se manifesta em situações em que os valores da tensão crítica para o escorregamento de deslocações sejam muito reduzidas. Nesta situação ocorrerá o escorregamento de deslocações antes de se dar início à formação de martensite induzida por tensão.

Numa situação em que a tensão crítica para o escorregamento de deslocações tenha uma variação com a temperatura, como a que é apresentada linha "A", na figura 6, então já é possível induzir a transformação de austenite em martensite por tensão, desde que esta seja inferior à linha "A". Uma vez que a deformação

resultante do escorregamento de deslocações, nunca é recuperada por aquecimento, ou término na carga aplicada, aquando da aplicação de uma tensão, com valores acima da linha “A”, ocorre uma deformação plástica, por escorregamento de deslocações, sendo uma deformação irreversível.

Podemos ainda verificar que a uma dada temperatura T , se submetermos a liga, na fase austenítica, a uma tensão acima de um certo valor, σ_T , esta passa a martensite e durante o processo de transformação de fase há ocorrência de uma cedência a tensão quase constante, tal como está representado no segmento AB, da figura 7. Quando removemos a carga, a liga martensítica transforma-se novamente em austenite, igualmente representado na figura 7 através do segmento CD. Este processo não se deve ao aumento de temperatura mas sim por descarga da solicitação aplicada. É este processo que concede à liga a característica de superelasticidade, um fenómeno não linear, sendo por isso difícil de atribuir um valor ao módulo de Young da liga, pois este varia com a temperatura e com a deformação [2].

O fenómeno da superelasticidade pode ser identificado por duas vias genéricas.

A primeira, por aplicação de uma tensão em sentido crescente, mas em condições isotérmicas, partindo de um ponto no domínio austenítico. Neste cenário iremos obter um diagrama $\sigma-\varepsilon$, podendo retirar-se dados como:

- A deformação ε_M , correspondente à deformação reversível máxima, que pode ser obtida por transformação de fase;
- A histerese, em tensão, da transformação.

O valor limiar da tensão σ_S , valor a partir do qual a austenite não apresenta um comportamento linear elástico, ligado ao surgimento da transformação de fase.

A segunda, por arrefecimento sob uma tensão a valores constantes, partindo de um ponto no domínio austenítico. Por esta via podemos obter um gráfico $\varepsilon-T$, pelo qual se pode retirar as seguintes conclusões:

- O intervalo da transformação em temperatura é $E_T = M_s^\sigma - M_f^\sigma$
- A histerese de temperatura de transformação é $H_T = A_f^\sigma - M_s^\sigma$

Composição química do NiTiInol

As ligas de NiTiInol são usadas principalmente pelas suas características funcionais, que estão ligadas à transformação de fase (martensite-austenite), e que está, basicamente, dependente de dois factores: da temperatura e da deformação mecânica ^[11]. Ou seja, o NiTiInol pode transformar-se em martensite, partindo da austenite, por três razões:

Aumento da deformação mecânica;

Decréscimo da temperatura, abaixo da temperatura de transformação martensítica;

A combinação das duas anteriores.

Normalmente o NiTiInol é caracterizado num estado livre de tensões, medido e determinando as temperaturas A_s , A_f , M_s , M_f , R_s e R_f ^[6]. Esta caracterização pode ser realizada por diferentes processos como DSC (Calorimetria Diferencial de Varrimento), MDSC (Calorimetria diferencial de varrimento modulada), resistividade eléctrica, entre outros.

A composição de um composto inter-metálico pode ser determinada, mas levantam-se algumas questões relacionadas com a temperatura. Por exemplo: o método mais preciso para determinar a composição química é a análise química por via húmida. Este método revela a composição química com uma tolerância de 0,2 wt%, mas com esta tolerância as ligas de Ni-Ti no mercado conseguem cobrir um leque de temperaturas de transformação, A_s , de -100°C até 100°C. Ou seja, mesmo com uma precisão tão elevada, basta uma variação de 0,2 wt%, na composição para poder haver uma alteração no A_s até 200°C.

Conclui-se que apenas uma análise química a composição da liga é insuficiente. Nos dias correntes utiliza-se, como comparação de ligas, as temperaturas de transformação, A_s , isto para medições em condições controladas de temperatura e de tensões ^[11].

1.3. EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA

A transformação martensítica permite a deformação através de um mecanismo de deformação por maclagem, isto ainda abaixo da temperatura de transformação [8]. Esta deformação, que é reversível, sofre um processo de reversão quando a estrutura maclada (martensítica) se transforma na fase mãe de alta temperatura (austenite), por aquecimento.

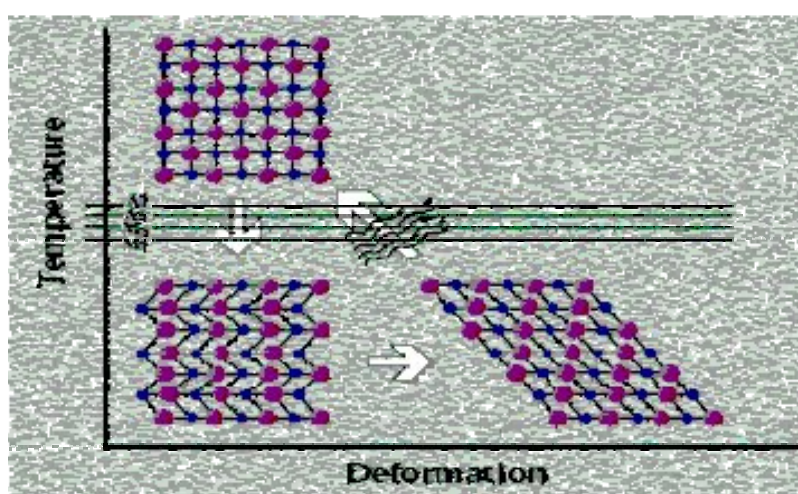


Fig. 8 – Esquema de funcionamento da memória de forma. [12]

Esta transformação martensítica tem um início e um fim, período compreendido numa gama alargada de temperaturas, embora a transformação em si ocorra num intervalo estreito de temperaturas. Não obstante, sendo esta transformação (com a martensite sob a forma de plaquetas macladas umas em relação às outras) de 1ª ordem, seria de esperar que esta ocorresse a uma temperatura fixa. Todavia verifica-se a sua ocorrência ao longo de um intervalo de temperaturas [2].

A temperatura, abaixo da qual a energia livre da martensite é inferior à da austenite, designa-se por temperatura crítica T_0 . Durante o arrefecimento, esta transformação tem início a uma temperatura ligeiramente inferior a T_0 designada por M_s (temperatura de início da transformação martensítica) e prossegue até se atingir uma temperatura M_f (temperatura de transformação final da martensite). Ao reiniciar-se o aquecimento a partir de uma temperatura inferior a M_f , a transformação inversa

só terá início a uma temperatura A_s (temperatura inicial de transformação da austenite), ficando a transformação completa à temperatura A_f (temperatura do fim da transformação da austenite).

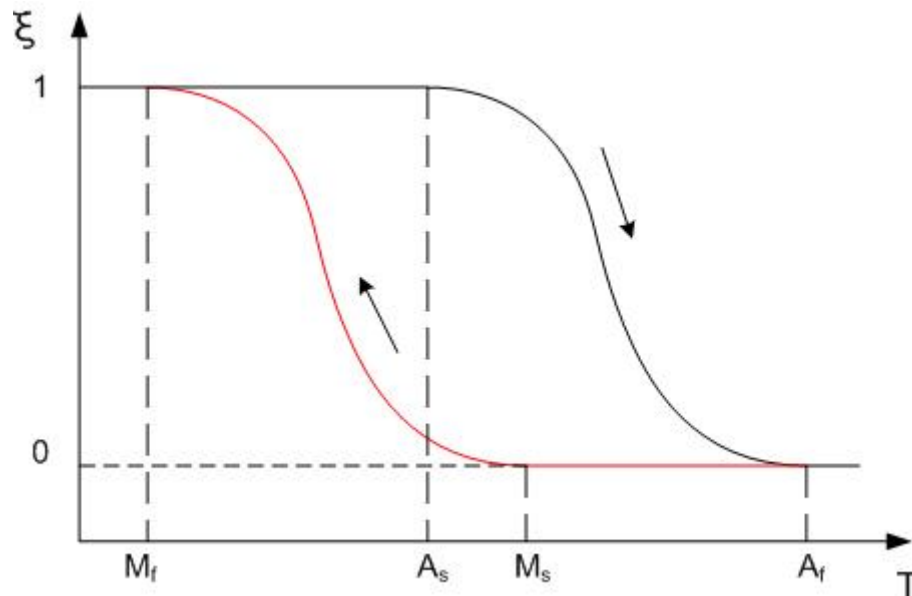


Fig. 9 – Ciclo de carregamento de uma liga com memória de forma. ^[13]

Durante este processo de mudança de fases ocorrem, como vimos anteriormente, alterações na estrutura cristalina na liga com memória de forma, o que faz com que ocorra dissipação de energia devido ao atrito interno e à formação de defeitos. Como resultado surge uma histerese associada ao processo ^[2].

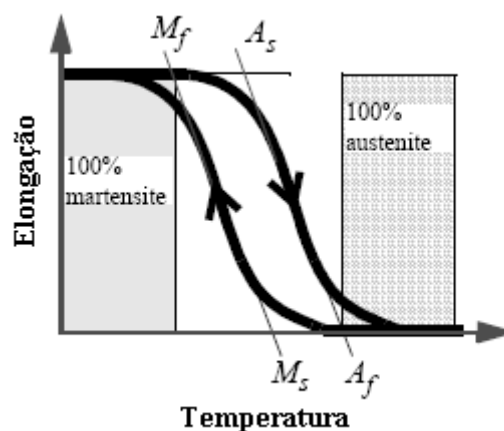


Fig. 10 - Histerese numa liga com efeito de memória de forma. ^[2]

A histerese de transformação deve-se à energia irreversivelmente dissipada sob a forma de atrito interno durante a transformação e tanto a sua importância como os valores das temperaturas de transformação variam muito significativamente de sistema para sistema, dependendo da composição da liga e do processo de fabrico, as temperaturas de transformação e, como consequência, a histerese varia. Esta está relacionada com a energia que o sistema é capaz de absorver. Existem dois tipos de histerese, a histerese mecânica e térmica, que devem esta designação ao facto de se manifestar durante transformações de fase provocadas pela aplicação de tensão ou pelo aquecimento e arrefecimento das ligas com memória de forma [14].

Nos gráficos seguintes estão representadas duas características importantes das ligas Ni-Ti: o surgimento da fase R provoca uma diminuição da histerese e diminui a percentagem de deformação máxima recuperável, por efeito de memória de forma da liga [2].

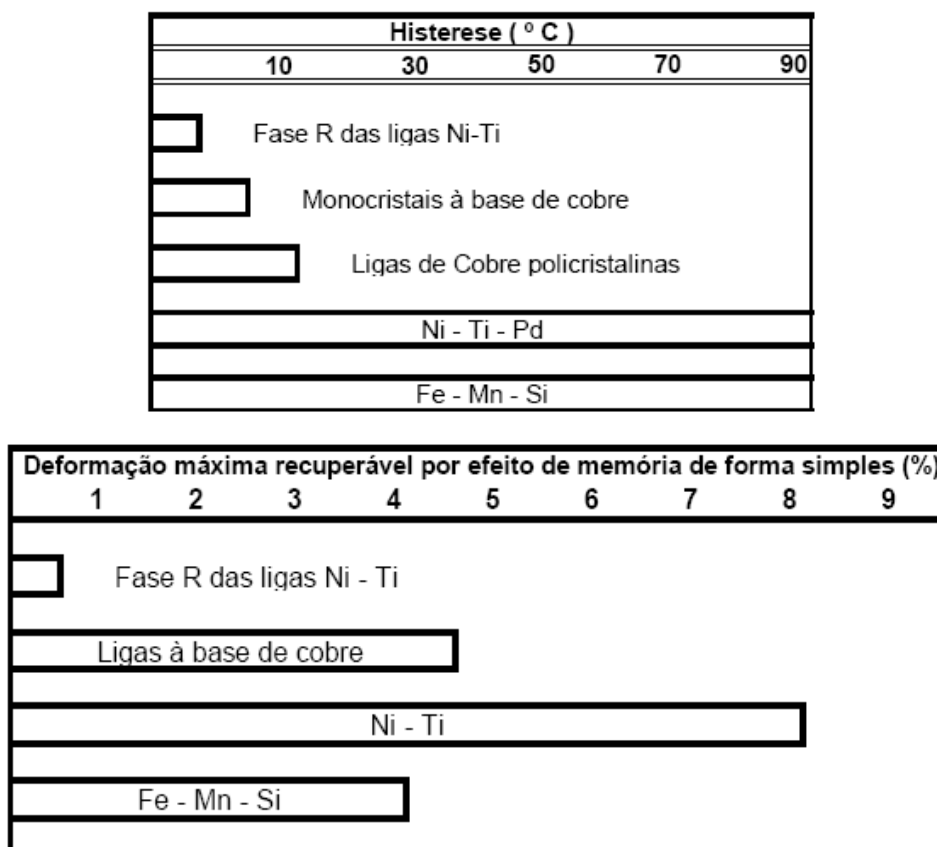


Fig. 11 – Histerese e a deformação recuperável em diferentes ligas com memória de forma. [2]

1.4. COMPÓSITOS

Um material compósito é uma combinação de dois, ou mais materiais, que sejam distintos em termos de forma e de composição química. De igual modo deverão ser imiscíveis, compatíveis quimicamente e que possuam propriedades mecânicas complementares, de modo a proporcionar ao material resultante características ímpares ^[15].

A importância dos compósitos na engenharia deve-se ao facto de se poder alcançar um material com características diferentes, numa estratégia de produção de materiais avançados por introdução das propriedades limite dos reforços que contém.

Quando pensamos nos reforços de um modo isolado constatamos a sua fragilidade, mas embebidos numa matriz de outra substância, esta irá funcionar como um adesivo fixador destes, proporcionando solidez ao conjunto; é assim a matriz a responsável por proteger as fibras do exterior evitando fracturas.

Através de materiais já conhecidos, mas com a ideia de que as características do compósito deverão ultrapassar as dos materiais iniciais, podemos “desenhar” um novo material em função das necessidades de cada aplicação. Uma janela aberta pelos compósitos foi a capacidade de se obterem materiais em que uma característica difira em função da direcção, os chamados materiais ortotrópicos. Esta é a grande liberdade do mundo dos compósitos.

No nosso dia-a-dia já lidamos com compósitos com muita naturalidade, mesmo que não nos apercebamos, eles estão presentes na nossa sociedade.

No desporto os materiais compósitos estão implementados há alguns anos; por exemplo na Fórmula 1, onde no ano de 1981 surgiu o primeiro chassi totalmente em compósito, através dos engenheiros da McLaren ^[16].



Fig. 12 – Carro em material compósito. ^[16]

O chassi da figura 12 é o Prost AP-01, em fibra de carbono/epoxy, depois de um acidente (Canadá 1997), no qual sofreu dois embates laterais nos muros de betão da pista, o primeiro dos quais a cerca de 180km/h. Num chassi em alumínio, o piloto teria certamente perdido a vida.

De igual modo, os compósitos estão presentes na indústria aeronáutica, que não seria o que é hoje se não fossem os compósitos que surgiram ao longo dos anos. Na figura 13 podemos constatar o aumento do “peso” dos compósitos em detrimento das ligas leves, ao longo do desenvolvimento de novos aparelhos.

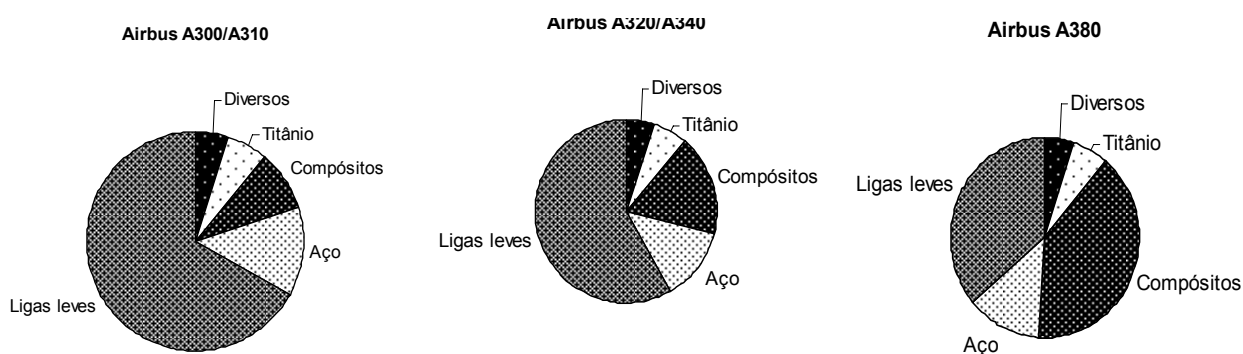


Fig. 13 – Presença de compósitos nos aviões da Airbus, ao longo do tempo. ^[16]

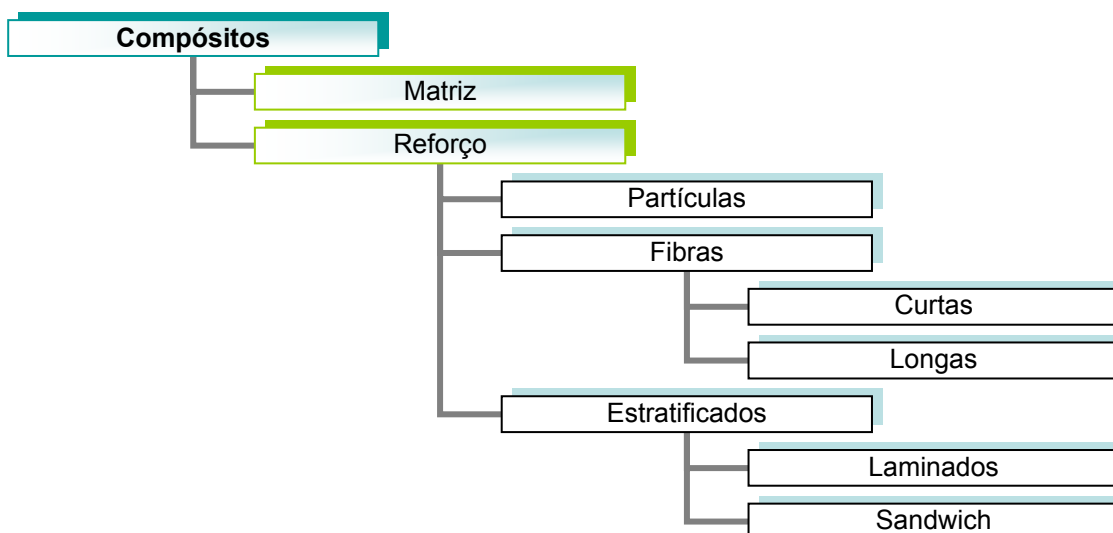
De seguida apresentamos algumas vantagens e desvantagens dos compósitos.

	Vantagens	Desvantagens
Compósitos	<p>Melhor performance para um determinado peso, o que leva a uma poupança energética</p> <p>Excelente relação peso/tensão de cedência e peso/rigidez</p> <p>Controle das propriedades mecânicas em diferentes direcções</p> <p>Boa resistência à corrosão e a ataques químicos</p>	<p>Difícil reparação</p> <p>Tempo de vida reduzido</p> <p>Cura a quente (em alguns casos) implica maquinaria especial</p> <p>Custos elevados</p>

Tabela 1 – Algumas vantagens e desvantagens de materiais s compósitos. ^[17]

Um compósito caracteriza-se por possuir duas partes distintas: a matriz e o reforço. A matriz pode ser metálica, cerâmica ou polimérica, como a usada neste trabalho. De igual modo os reforços podem ser de diferentes origens como a metálica, cerâmica, etc. Quanto à forma na qual se podem apresentar estes reforços, estes podem surgir sobre a forma de partículas (pós) ou de fibras. Estas podem ser de diferentes comprimentos, recebendo o nome de fibras curtas e longas. Em função da sua distribuição ao longo da matriz dizemos que são alinhadas ou desalinhadas ^[17].

O esquema seguinte permite classificar os compósitos:



Neste trabalho os compósitos desenvolvidos são de matriz polimérica e os reforços são metálicos, de fibras longas e alinhadas longitudinalmente ao longo da matriz.

As fibras

As fibras, mais vulgarmente usadas para reforçar matrizes poliméricas, são a fibra de vidro, a fibra de poliaramida (ou Kevlar[®], fibra polimérica de poliamida aromática com uma estrutura molecular muito rígida) e a fibra de carbono ^[18]. As fibras de vidro são as mais baratas e, por isso, as mais utilizadas. Os outros dois reforços são utilizados pela sua baixa densidade e elevada resistência mecânica. Estas podem ser longas, curtas, alinhadas ou desalinhadas, como é possível observar na figura seguinte.



Fig. 14 - Da esquerda para a direita: fibras unidirecionais contínuas, fibras descontínuas orientadas de modo aleatório; fibras unidirecionais tecidas ortogonalmente. ^[16]

É também na escolha dos reforços que os compósitos produzidos se diferenciam. Através das ligas de memória de forma podemos conseguir compósitos inteligentes, capazes de alterar a sua geometria em função da admissão de calor, que pode ser sob a forma de efeito de Joule, ar quente ou mesmo água quente.

Na tabela 2 podemos verificar as diferenças, em termos de módulos de Young, nas diferentes fibras.

Fibra		Modulo de Young (GPa)
Fio de grafite tipo Hm		414
Fibra de boro		379
Multifio de Kevlar 49		131
Multifio de vidro S		82,7
Fibra de NiTiInol	Austenite	+/- 80
	Martensite	25 a 40

Tabela 2 – Módulos de elasticidade de diferentes materiais. ^[17]

Olhando para esta tabela constata-se que o NiTiInol é a fibra que possui uma rigidez inferior, podendo concluir-se que a escolha deste reforço pressupõe uma utilização que não dê primazia à rigidez mas sim a outras características, nomeadamente a capacidade de mudar a sua geometria.

Assim sendo, a escolha da fibra terá de ser sempre em função das necessidades da aplicação. Neste projecto foram usadas fibras de NiTiInol para se criar compósitos inteligentes e, em algumas fases de teste, foram usados fios de cobre como reforço da matriz polimérica.

As propriedades mecânicas de compósitos dependem de muitos factores, como adesão matriz/fibra, fracção volumétrica de fibras ($\%V_f$), coeficiente de esbeltez das fibras (relação entre o comprimento (L), diâmetro (D)). A orientação das fibras também influencia as propriedades mecânicas dos compósitos, pois as fibras têm uma alta resistência à tracção ao longo do seu eixo longitudinal ^[19].

O aumento do teor do reforço é outro factor que pode promover um aumento nas propriedades mecânicas, embora um alto carregamento de reforço possa favorecer a aglomeração de fibras e a baixa dispersão destas na matriz ^[11].

As matrizes

A matriz de um compósito tem um forte papel na atribuição de características no mesmo. Aliás, é através da sinergia matriz/fibra que se podem alcançar resultados extraordinários nos compósitos. Exemplo disto é a resistência mecânica (UTS) do compósito, pois se um conjunto de fibras for traccionado e uma fibra for danificada, esta deixará de contribuir como transportadora de forças, sendo a sua tensão suportada pelas restantes fibras ^[18]. Ora tal não acontece se estas tiverem envoltas por uma matriz, o que se deve ao facto das matrizes serem, geralmente, dúcteis. Quando as duas faces da fibra fracturada se começam a afastar, movidas pela força de tracção, a deformação plástica que a matriz sofre origina forças tangenciais que progressivamente irão criar forças de tracção em cada segmento. Através deste mecanismo de transferência de forças uma fibra fracturada continua a contribuir para a resistência do compósito.

Quanto à escolha da melhor matriz para o compósito, o critério geral da ductilidade da matriz fornece algumas pistas, mas no entanto é através da temperatura de serviço do compósito que será escolhido o material para a matriz. Para compósitos cuja temperatura de serviço não passe o 200°C, normalmente é escolhida uma matriz polimérica. A maioria dos compósitos enquadra-se nesta classe ^[12].

Dentro das matrizes poliméricas as mais importantes são as resinas de poliéster insaturado e as resinas epoxídicas ^[15]. Neste projecto foram usadas resinas epoxídicas e matrizes de polipropileno, que vamos abordar em detalhe mais à frente. Seguidamente apresentam-se a tabela 3 e a figura 15 com algumas das propriedades das resinas de poliéster e resinas epoxídicas.

	Poliésteres	Epoxídicas
Resistência à tracção (MPa)	40-90	55-130
Módulo de elasticidade em tracção (GPa)	2,0-4,4	2,8-4,2
Resistência à flexão (MPa)	60-160	125
Resistência ao impacto (J/m)	10,6-21,2	5,3-53
Densidade	1,10-1,46	1,2-1,3

Tabela 3 – Algumas características dos poliésteres e das resinas epoxídicas. ^[15]

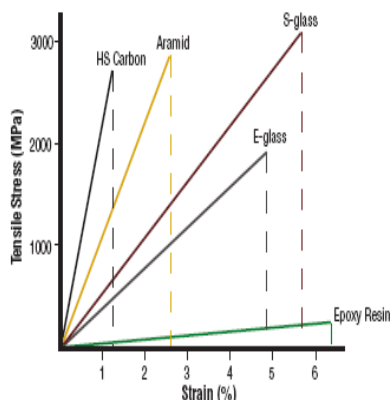


Fig. 15 – Ensaio de tracção de diferentes materiais. [16]

Os poliésteres são utilizados em grande escala, enquanto que as resinas epoxídicas são mais caras e, como tal, são usadas para fabrico de compósitos mais sofisticados. Estas últimas diferenciam-se por possuírem boas características de resistência mecânica e menor tempo de contracção após a cura, mas fica de seguida uma tabela resumo com as principais diferenças.

	Poliésteres	Epoxídicas
Vantagens	Fácil de usar Baixo custo	Óptimas características mecânicas e térmicas Elevada resistência à água Numero de utilizações limitada Longo tempo de vida em funcionamento Temperatura de funcionamento até aos 200°C Reduzido tempo de contracção após a cura
Desvantagens	Propriedades mecânicas medianas Elevado tempo de contracção após a cura Tempo de vida em funcionamento limitado	Custos elevados Processo de mistura delicado (resina e endurecedor) Material corrosivo

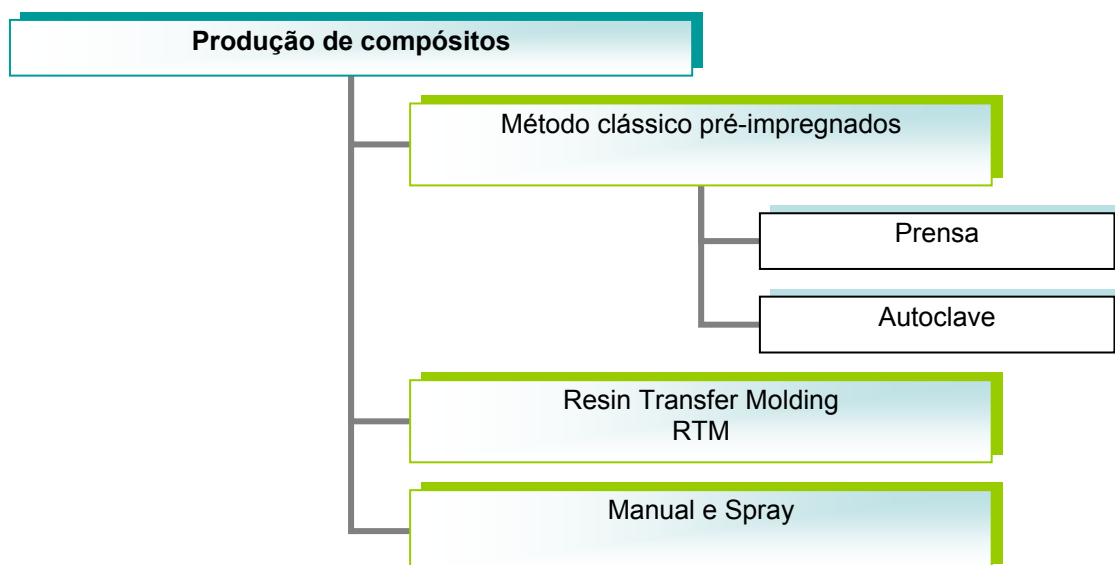
Tabela 4 – Vantagens e desvantagens dos poliésteres e das resinas epoxídicas. [16]

Neste projecto foram usados três materiais para fabricar matrizes, e todas elas poliméricas:

- Polipropileno;
- Resina epoxy da Bueheler®, mais concretamente a resina Epo-Thin™;
- Cola epoxídica Araldite®.

Mais adiante vamos ver algumas características de cada um deles.

A escolha da matriz não poderá ser indiferente do processo de fabrico que se pretende utilizar, sendo os mais comuns ^[15] ^[16]:



O processo manual é o processo de fabrico de compósitos mais simples de todos. Primeiro aplica-se um gel na superfície do molde. Seguidamente aplica-se a fibra de reforço em toda a superfície do molde, que mais tarde será coberta pela resina epoxy. Através da pressão exercida por rolos, a resina vai ser impregnada nas fibras de reforço, colocando assim matriz polimérica em redor dos reforços. Foi este processo, com algumas nuances, que foi utilizado neste projecto.

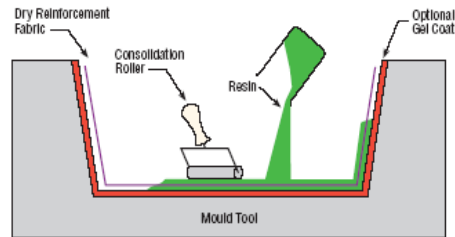


Fig. 16– Esquema representativo do processo manual. [16]

O processo de *spray* é usado no fabrico de placas ou cascas em material polimérico, reforçado com fibras. Através deste método é possível obter cascos para barcos, banheiras e outros objectos de grandes dimensões. Neste processo é projectada a resina em simultâneo com pedaços de fibras. Mais tarde a camada depositada é densificada pela passagem de um rolo. Este processo tem a vantagem de poder ser automatizado.

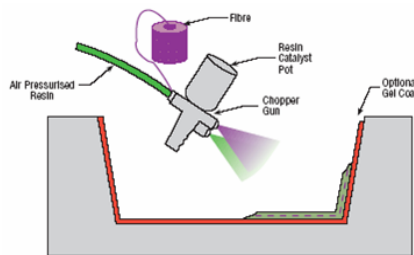


Fig. 17- Esquema representativo do processo de *spray*. [16]

O processo em autoclave é usado para elaborar compósitos de elevado desempenho, normalmente compósitos de epoxy e fibras. Neste processo utiliza-se uma tela pré-impregnada constituída por epoxy e fibras. Depois de se cortar e sobrepor a tela em função das necessidades, esta é posta em vácuo para garantir a adesão das diversas lâminas e vai para o autoclave para ser curado a elevada temperatura. Este processo é muito utilizado na indústria aeronáutica.

No processo de prensagem os reforços e a matriz são previamente misturados e depois são vazados para o molde onde serão novamente prensados e curados.

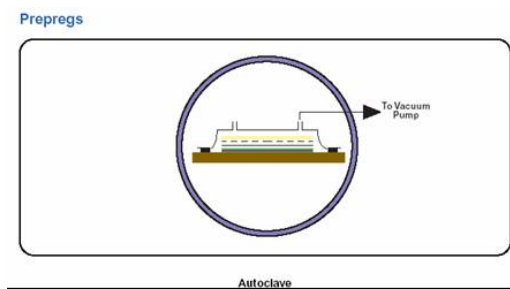


Fig. 18- Esquema representativo do processo em autoclave. [16]

Através do processo de RTM é possível uma redução de custos no fabrico de compósitos de fibras contínuas de cerca de 30%. Para além de permitir uma maior complexidade das formas, dimensões mais precisas, melhor acabamento de superfície, fibras na direcção da espessura, volume de fibras elevado até 65%, incorporação directa dos inserts, permite ainda a automatização do processo.

Primeiro há que colocar as fibras no molde e fecha-lo. Depois, através de um mecanismo de bombeamento, mistura-se a resina com o endurecedor (catalisador) e injecta-se a mistura no molde. Inicia-se então o processo de cura da epoxy e, quando este termina, o compósito está pronto para ser removido do molde. Na figura 19 podemos observar um esquema representativo deste processo.

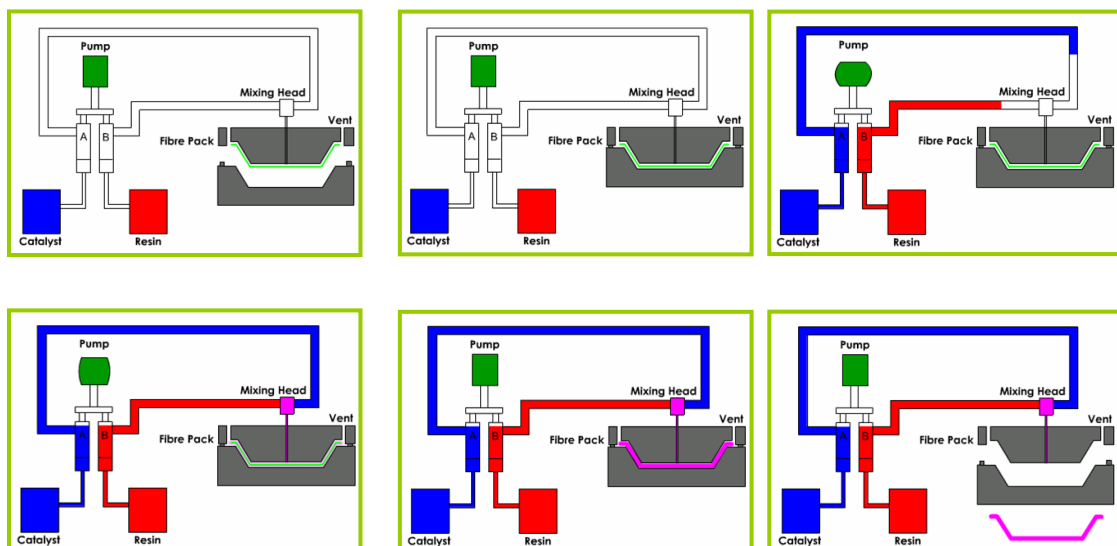


Fig. 19- Esquema representativo do processo de RTM. [16]

Condições mecânicas dos compósitos

O fabrico de compósitos está sujeito a algumas regras e leis da física, como não poderia deixar de ser. Vamos abordar algumas questões que nos poderão ajudar a prever comportamentos do compósito, ajudando a dimensionar o provete, a definir quantidades de matriz e de reforço.

Na figura seguinte podemos observar os eixos coordenados típicos de um compósito.

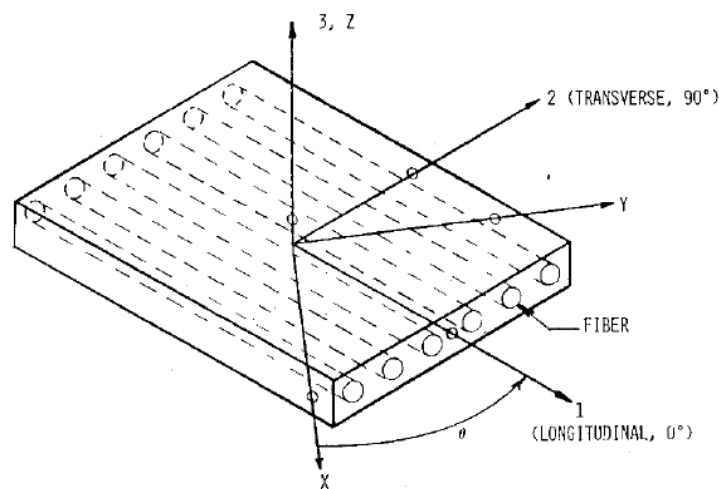


Fig. 20– Esquema representativo dos eixos de coordenadas. [20]

Neste projecto os reforços, como já foi mencionado, são fibras contínuas e alinhadas o que segundo a figura seguinte representa um número elevado de fibras mas que se reflecte numa melhoria das suas propriedades.







	System (stress direction)	Filler Shape and Orientation	Strength, σ $\times 10^{-3}$ psi	Stiffness, E $\times 10^{-6}$ psi	Ultimate Strain, ϵ , %	Volume Fraction Filler, V_f
1	unfilled resin		10-12	0.3 - 0.4	4-5	0
2	bead filled		9-10.5	1.5-1.7	2.0-2.5	0.50
3	short fibers (transverse)		5.5	1.4	0.4-0.5	0.50
4	short fibers (longitudinal)		40	4.5	0.6-1.0	0.50
5	continuous fibers (transverse)		4-6	1.8-2.1	0.4	0.60
6	continuous fibers (longitudinal)		130-160	6.3-6.8	2.0	0.60

Fig. 21– Influencia dos tipos de reforço nas características do compósito. [20]

Vamos agora considerar um provete rectangular que está a ser traccionado no sentido longitudinal, como se observa na figura 22. Neste caso, a tensão aplicada ao material provoca uma deformação uniforme, quer na matriz quer no reforço. Vamos supor que não há quebra na interface matriz/reforço. A esta situação dá pelo nome de condição de isodeformação.



Fig. 22– Esquema representativo da estrutura de um compósito. [16]

Partindo destas condições podemos rapidamente chegar à conclusão que [15]:

$$\epsilon_c = \epsilon_f = \epsilon_m$$

Condição de isodeformação: (1)

Força aplicada: $F_c = \sigma_c A = \sigma_f A_f + \sigma_m A_m$ (2)

Área total do compósito: $A = A_f + A_m$ (3)

Logo: $\sigma_c = \sigma_f \frac{A_f}{A} + \sigma_m \frac{A_m}{A} \Leftrightarrow E_c \varepsilon_c = E_f \varepsilon_f \frac{A_f}{A} + E_m \varepsilon_m \frac{A_m}{A}$ (4)

Perante estas condições de isodeformação, e com uma fracção volúmica do compósito igual a 1, temos a regra que permite fazer uma estimativa do valor do módulo de elasticidade do compósito.

Regra das misturas: $E_c = E_m V_m + E_f V_f$ (5)

Vamos agora pensar numa situação em que o compósito está a ser traccionado, mas cuja tensão é no sentido perpendicular ao das fibras de reforço, de acordo com a imagem abaixo. Nesta situação a tensão aplicada é igual na matriz e no reforço, estamos perante um cenário de isotensão ^[15].

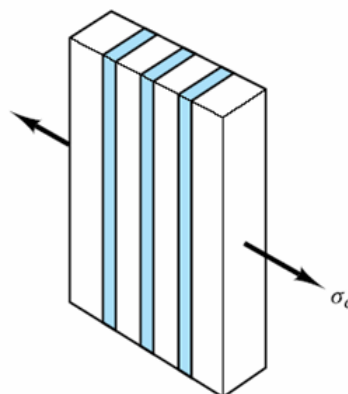


Fig. 23– Representação de uma situação de tracção transversal em relação aos reforços. ^[16]

Condição de isotensão:
$$\sigma_c = \sigma_f = \sigma_m \quad (6)$$

Extensão do compósito
(considerando que a área
perpendicular à carga não
varia após a aplicação
desta):

$$\varepsilon_c = \varepsilon_f + \varepsilon_m \Leftrightarrow \varepsilon_c = \varepsilon_f V_f + \varepsilon_m V_m \quad (7)$$

Como durante o processo
de carregamento a lei de
Hooke é válida temos:

$$\varepsilon_c = \frac{\sigma}{E_c} \varepsilon_f = \frac{\sigma}{E_f} \varepsilon_m = \frac{\sigma}{E_m} \quad (8)$$

Logo o módulo de
elasticidade transversal
do compósito é:

$$\frac{1}{E_c} = \frac{V_f}{E_f} + \frac{V_m}{E_m} \Leftrightarrow E_c = \frac{E_f E_m}{E_f V_m + E_m V_f} \quad (9)$$

Quanto ao coeficiente de
Poisson este é:

$$\nu_{LT} = V_f \nu_f + V_m \nu_m \quad (10)$$

Tecnologia de moldes

Uma peça importante no processamento destes materiais compósitos é o molde. Os moldes surgiram à mais de 5.000 anos com a necessidade de o Homem fazer armas, utilizando para isso moldes abertos onde vazava metal ^[21]. Inicialmente eram feitos de barro, terra e areia, ou tal como o povo egípcio fazia, usando cera de abelha.



Fig. 24– Molde para uma foice da Idade do Bronze. ^[22]

Nos dias que correm os moldes são de diversos materiais, desde cerâmicos a poliméricos ou metálicos. No entanto a cera (mesmo que diferente da egípcia) e a areia, continuam a ser utilizadas em grande escala.

Tradicionalmente os moldes são um componente muito dispendioso no processo de fabrico e são usados em processos de fabrico em massa, em linhas de montagem. O critério para seleccionar o material para fabrico do molde tem de ter em conta:

- Custo da matéria-prima;
- Limitação no tamanho do molde, pois determinados materiais poderão ter resistência mecânica para fabricar grandes peças;
- Acabamento superficial, em função das necessidades da aplicação e da possibilidade de maquinar a peça no fim;
- Precisão do molde, para peças mais complexas;
- Grau de porosidade, pois quanto mais poroso for o molde mais material é dispendido e pior será o acabamento superficial.

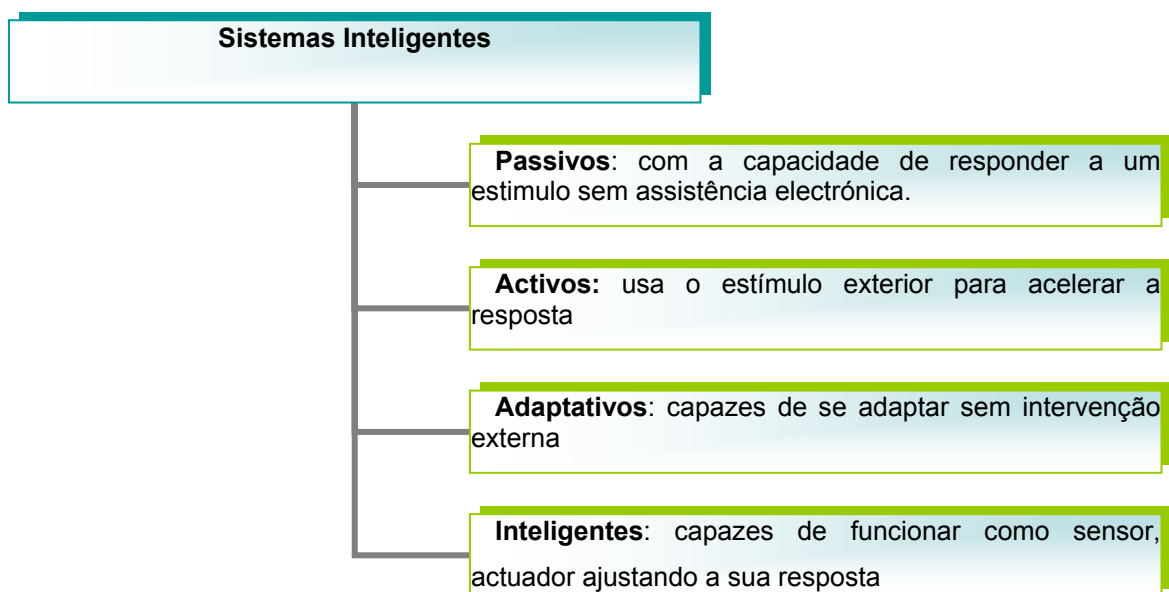
Após seleccionar o material em que será feito o molde, é necessário arquitectar o mesmo. Esta é uma fase delicada e complicada no processo. Este molde terá de produzir a peça com o maior rigor possível, minimizando a maquinagem no final. Assim sendo, é necessário entender todas as características da peça final para garantir que o molde corresponde às necessidades. É também necessário prever a desmontagem, ou seja, a peça produzida terá de ser removida do interior do molde sem que seja danificada. Para tal é necessário produzir, muitas das vezes, um molde que não seja uma única peça mas sim um conjunto de peças que se encaixam e desencaixam, permitindo uma remoção da peça sem danos estruturais. Por vezes é necessário assegurar alguns orifícios na peça final, sendo assim necessário ocupar esses espaços no molde de modo a que durante o vazamento a resina não ocupe esse espaço. Surgem assim os “machos”, as peças que garantem a não ocupação de alguns espaços pela resina vazada ^[21].

No caso de se usar mecanismos de prensagem, é necessário garantir orifícios no molde para que o ar possa sair, chamados de respiradores.

Quanto à geometria do molde, é importante evitar ângulos rectos no interior do mesmo, sendo preferível o uso de cantos arredondados e um ângulo de saída adequado para facilitar a desmoldagem. O molde deverá ser suficientemente robusto de modo a suportar a pressão hidrostática exercida pela resina, sendo por vezes necessário recorrer a fitas de aperto ou grampos para fixar as diversas partes do molde.

1.5. COMPÓSITOS INTELIGENTES

Já vimos, no capítulo anterior, as características dos compósitos. Neste capítulo vamos abordar uma classe especial de compósitos: os compósitos inteligentes. Cada vez mais estes compósitos fazem sentido sendo integrados em sistemas inteligentes. Podemos dividir estes sistemas da seguinte forma ^[23]:



Os compósitos inteligentes devem ser separados dos compósitos estruturais, pois a sua aplicação primária não é estrutural (mais leve, mais rijo ou mais flexível), mas sim como um dispositivo de forma variável, capaz de reagir, de se adaptar a uma alteração de temperatura ^[24]. São estruturas capazes de actuar como sensor, processador e actuador ^[25].

Para tal, estes compósitos são reforçados com ligas com memória de forma, neste caso ligas de Ni-Ti. Assim em função das características do reforço, é possível obter um compósito inteligente com características mecânicas também bastante interessantes, nomeadamente uma taxa de recuperação elevada, grande capacidade de deformação, pouco volume e pouco peso ^[26].

Os actuadores de NiTiInol são conhecidos pelo seu longo tempo de resposta. Esta é uma característica intrínseca destes compósitos. Assim estes compósitos não são os

ideais para aplicações em que seja necessário um controlo rápido, mas sim para situações de frequências mais reduzidas ^[23].

Podem ser usados em amortecedores para estruturas de edifícios. Num caso de tremor de terra seriam óptimos dissipadores de energia junto dos elementos estruturais de pontes e edifícios, sendo capazes de recuperar totalmente ou parcialmente dos danos infligidos ^[27].

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Tal como já foi referido atrás, neste projecto foram usados como reforços fibras de NiTiInol e para matrizes a escolha caiu sobre uma resina epoxy, uma cola epoxídica e polipropileno. Estes foram escolhidos por diversas razões, desde a utilização regular da resina epoxy para montagens metalográficas, à cola amplamente usada no dia a dia, ou pelo amplo estudo nas ligas de NiTiInol desenvolvidos no CENIMAT. Os principais materiais usados para as estruturas dos compósitos desenvolvidos neste projecto estão sumariados na tabela 5.

Material	Matriz	Reforço
Liga H de NiTiInol		X
Liga M de NiTiInol		X
Resina epoxy	X	
Cola epoxídica	X	
Polipropileno	x	
Liga de Cu (para teste)		X

Tabela 5 – Tabela resumo dos principais materiais.

Partindo destes materiais foram desenvolvidos outros, incluindo os compósitos inteligentes. Estes são o resultado de tratamentos termomecânicos e da combinação dos principais materiais. Vamos observar uma tabela com estes materiais:

Provete	Reforço	Compósito
Liga M de NiTiInol, laminada	X	
Liga M de NiTiInol, laminada e recozida	X	
Resina epoxy e liga de cobre		X
Resina epoxy e liga H de NiTiInol		X
Resina epoxy e liga M de NiTiInol		X
Cola epoxídica e liga de cobre		X
Cola epoxídica e liga M de NiTiInol		X
Cola epoxídica e liga M de NiTiInol, laminada		X
Cola epoxídica e liga M de NiTiInol, laminada e recozida		x

Tabela 6 – Tabela resumo dos materiais desenvolvidos.

Durante o processo de caracterização foram utilizadas diversas técnicas e aparelhos de medida. De seguida vamos abordar os mais significativos para este trabalho.

Calorimetria Diferencial de Varrimento

A calorimetria diferencial de varrimento é uma técnica usada para medir temperaturas de fusão, calor de fusão, energia e temperatura de reacções endo e exotérmicas, temperatura de transformação vítrea, transformações de fase e medições de calor ou capacidade calorífica. Estes valores são obtidos através da análise da energia absorvida pela amostra em comparação com uma referência. Pois os dois cadinhos são aquecidos a uma velocidade igual e como tem materiais diferentes no seu interior requerem quantidades de energia diferentes e é através deste balanço que é possível traçar os gráficos de fluxo de calor.

Na imagem seguinte podemos observar o esquema do interior do DSC onde podemos observar as resistências de aquecimento da amostra e da referência

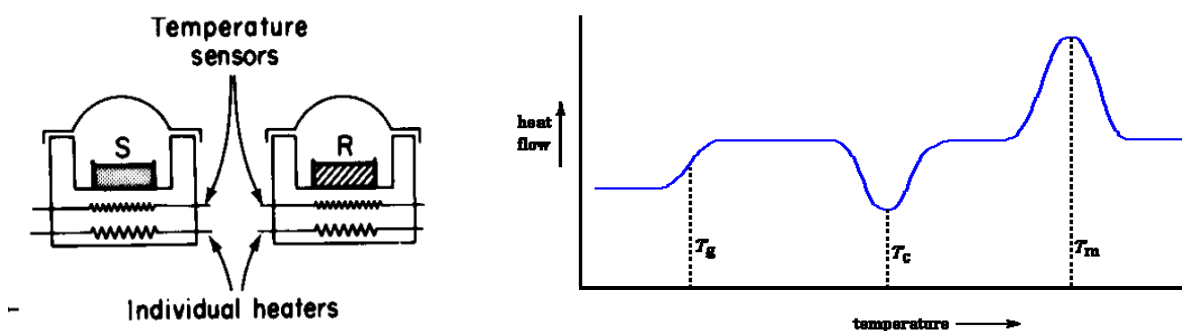


Fig. 25– Esquema do interior de um DSC (S- Amostra e R- Referencia) e um termograma de uma resina. [28]

Neste termograma estão presentes as reacções, de uma resina epoxídica, mais comuns. Um primeiro declive positivo correspondente à transição vítrea (T_g), um pico endotérmico T_c (temperatura de cristalização) e um pico exotérmico da temperatura de fusão (T_m) [28].

No laboratório do CENIMAT o aparelho de DSC é o Setaram DSC 92, que se pode visualizar na figura seguinte.

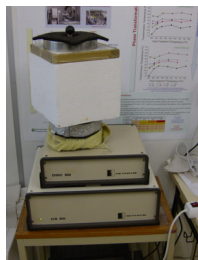


Fig. 26 - Imagem do aparelho de DSC utilizado.

Ensaio de Tracção

O ensaio de tracção consiste em submeter o material a um esforço que tende a alongá-lo, até a ruptura. Os esforços ou cargas são medidos na própria máquina de ensaio. Durante o processo o corpo é alongado longitudinalmente, à medida que o travessão se desloca e o software regista os dados. Estes ensaios permitem conhecer como os materiais reagem aos esforços de tracção, nomeadamente, o módulo de Young, a tensão de cedência e a tensão de ruptura ^[15]. Os gráficos apresentados são as curvas de tensão-extensão reais, construídas a partir das curvas nominais, usando as relações: $\epsilon_r = \ln(1 + \epsilon_c)$ e $\sigma_r = \sigma_c (1 + \epsilon_c)$. As tensões reais são ligeiramente superiores às nominais na zona plástica, pois a área instantânea vai sendo progressivamente menor.

Na figura seguinte podemos observar o aparelho utilizado no CENIMAT. Este usa duas células de carga, uma de 5000 kg e outra de 500 kg, e respectivas garras de aperto.



Fig. 27– Máquina de tracção Shimadzu AG-IS.

Partindo deste aparelho de tracção é possível efectuar alterações na sua programação e configuração de garras de modo a realizar ensaios de compressão, *Pull out* e de flexão.

Seguidamente vamos abordar as características de cada material e de cada derivado, bem como as técnicas desenvolvidas na sua caracterização e/ou produção.

2.1. Reforços – Ligas de NiTiInol

O fabricante de NiTiInol, e fornecedor das ligas com memória de forma usadas neste trabalho, Memory-Metalle GmbH, faz-se a distinção entre 7 ligas ^[11]:

- **Liga N:** liga superelástica, com uma temperatura A_f entre os -10°C e os -15°C . A liga N é muito usada em medicina, nomeadamente em instrumentos médicos e em implantes. É composta por cerca de 51,0% de Ni e 49,0% de Ti. Esta é uma liga que reage bastante a tratamentos térmicos e mecânicos.
- **Liga S:** liga superelástica, com uma temperatura A_f aproximada de 0°C . É também muito usada em medicina. A liga é composta por cerca de 50,8% de Ni e 49,2% de Ti.
- **Liga C:** liga superelástica dopada com crómio, com uma temperatura A_f entre os -10°C e os -20°C . Esta é uma liga com uma rigidez superior às anteriores, o que lhe confere outras funcionalidades, nomeadamente com “linha guia” na colocação de implantes. Possui cerca de 0,25 wt% crómio na sua composição final.
- **Liga B:** liga com memória de forma especialmente pensada para ser utilizada em aplicações no corpo humano, como tal tem uma temperatura A_f entre os 25°C e os 35°C . Na sua composição tem aproximadamente 50,2% a 50,4% de Ni.
- **Liga M:** liga com efeito de memória de forma. Tem uma temperatura A_f entre os 55°C e os 65°C . A composição ronda os 50,0% a 49,8% Ni (usada neste projecto).

- **Liga H:** liga com memória de forma. Tem um intervalo para qual se dá a transformação A_f mais elevado que os das ligas anteriores, mais concretamente entre os 95 e os 110°C. É ideal para fornecer a energia activadora por efeito de Joule. Na sua composição tem entre 49,6% a 49,4% Ni (usada neste projecto).
- **Liga S:** Também chamado de Flexinol™ Wire. É a combinação das ligas M e H e resulta num actuador com alta resistência à fadiga. A sua temperatura A_f aproxima-se dos 100°C.

Condições termomecânicas de processamento

As ligas de NiTiNol são, por norma, distribuídas em dois estados, isto no que toca aos tratamentos termomecânicos a que foram sujeitos ^[11]:

- Recozimento sob tensão (straight annealed):) esta é a situação *standard*, em que a liga é recozida de modo a ser “educada” numa geometria alinhada, direita. Para tal é usado um processo *standard*, em que o material é colocado num forno a 500°C durante um determinado período de tempo, sob uma tensão constante e longitudinal. Este processo origina um conjunto de características na liga que permitem um variado leque de aplicações.
- Recozimento de educação (shape annealed): o material é moldado, é-lhe dado uma forma inicial e, através de tratamento térmico específico, pode garantir-se que a alteração de forma será no sentido desejado. Este tratamento é realizado com moldes em aço num forno ou em banho de sais.

No entanto o NiTiNol pode também ser comercializado sob a forma de:

- Laminado a frio: esta liga de NiTiNol não foi ainda “educada”, ou seja, possui um estado encruado no que toca à sua microestrutura. Por norma é usado para se poder aplicar um tratamento térmico muito específico, podendo assim educar o material mediante as necessidades.

- Actuador: a liga que se apresenta neste estado é uma liga muito específica: o Flexinol™. O processo de fabrico só pode ser aplicado em arame e está licenciado, com exclusividade, à empresa Dynalloy, Inc.

Superfícies do NiTiInol

O fabricante do NiTiInol tem a capacidade de obter inúmeras superfícies de acabamento. No entanto, a que apresenta melhor qualidade, logo a mais aplicada, é a oxidada. Esta superfície oxidada apresenta uma cor cinzenta ou preta, resultante do contacto com o ar durante o seu tratamento termomecânico. O acabamento mais utilizado é o seu óxido nativo, que poderá ser removido mediante a aplicação, remoção essa feita através de um simples polimento ou ataque químico (*etching*)^[11].

Características do NiTiInol com memória de forma		
Propriedades Térmicas		
Ponto de fusão (°C)		+/- 1300
Densidade (g/cm ³)		6,45
Resistividade (μ Ω. cm)	Austenite	100
	Martensite	70
Condutividade térmica (W/m.K)	Austenite	18
	Martensite	8,5
Capacidade calorífica (J/kg.K)		400
Propriedades Mecânicas		
Modulo de Young (GPa)	Austenite	+/- 80
	Martensite	25 a 40
Tensão de cedência (MPa)	Austenite	195 a 690
	Martensite	70 a 140
UTS (MPa)		895
Propriedades características do efeito de memória de forma		
Temperaturas de transformação (°C)		-200 a 110
Deformação recuperável		8,5
Histerese (°C)		15 a 25
Resistência à corrosão		Excelente, idêntica aos aços inox AISI 300

Tabela 7 – Resumo das características das ligas de Ni-Ti com efeito de memória de forma. ^[2]

Determinação das temperaturas de transformação de fase das ligas de NiTiInol

A caracterização das duas ligas (H e M) de NiTiInol baseiam-se em análises de DSC e de ensaios de tracção, à semelhança do que Ya Xu, K. Otsuka, N. Toyama, H. Yoshida, H. Nagai e T. Kishi utilizaram ^[29].

Através do DSC obtivemos um gráfico do qual podemos retirar as temperaturas em que ocorrem as transformações de fase austenítica, martensítica e eventualmente da fase R.

Foi necessário preparar duas amostras de Ni-Ti para os ensaios. Cortou-se uma pequena amostra de cada uma das ligas. As amostras foram pesadas e passou-se à remoção do óxido da superfície dos arames.

Para remover o óxido presente usou-se uma solução ácida (45% ácido nítrico, 45% H₂O e 10% ácido fluorídrico) ^[30]. Sendo esta uma solução ácida, a operação decorreu com todos os cuidados e de acordo com os procedimentos para estas substâncias, nomeadamente a utilização de uma hote, bata e luvas.

Alguns segundos após mergulhar as amostras na solução, e o óxido ser removido da superfície, a amostra foi lavada com etanol e com água corrente. Depois de ser seca foi novamente pesada. Foi este valor que serviu de base aos cálculos.

As amostras estavam prontas a ser testadas no aparelho de DSC. Foi introduzido o programa para realizar um ciclo de aquecimento e arrefecimento.

Nesta programação foi necessário considerar a velocidade de aquecimento/arrefecimento (para garantir que o aparelho tinha a capacidade de debitar essa potência). Foi também necessário garantir patamares para que a temperatura estabilize e que essa temperatura não fosse pontual mas sim homogénea, em toda a amostra.

De salientar que, durante o processo de arrefecimento, para se atingir as temperaturas desejadas foi necessário recorrer a azoto líquido, pois só através deste é possível atingir temperaturas tão baixas como as programadas.

De seguida apresenta-se o gráfico (parcial) do ciclo real efectuado pelo aparelho de DSC, para a liga H.

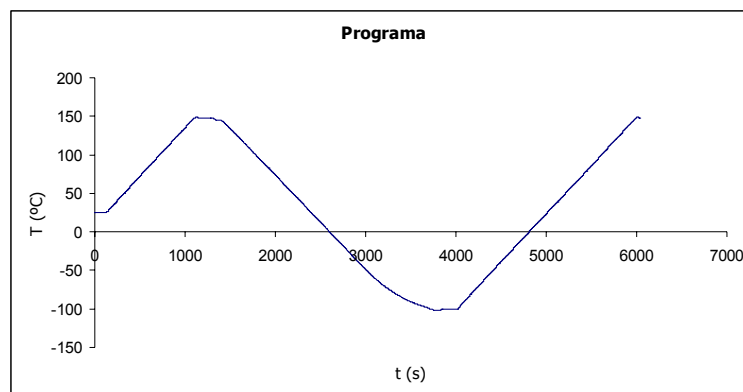


Gráfico 1 – Ciclo de DSC.

Assim a programação utilizada previa:

Velocidade de aquecimento	7,5°C/min
Velocidade de arrefecimento	7,5°C/min
Temperatura inicial	25°C
Temperatura máxima	150°C
Temperatura mínima	-100°C
Temperatura final	25°C

Ensaio de tracção das ligas de NiTiInol.

Recorrendo à máquina de tracção apresentada anteriormente, escolheu-se as garras (e a respectiva célula de carga) de aperto a utilizar, em função das características da amostra (dimensão, rigidez).

Em conjunto com esta escolha era necessário tomar medidas para evitar, ao máximo, o escorregamento do provete entre as garras da máquina. Para que tal não acontecesse foi colocado um pedaço de lixa entre as garras e a amostra.

Uma vez a amostra colocada e bem fixa na máquina foi necessário correr o software da máquina. Para tal usou-se o computador a ela acoplado, estabelecendo alguns parâmetros como o da velocidade de subida do travessão (a parte inferior da amostra está fixa e a parte superior é puxada pelo travessão móvel), que foi de 1mm/s.

2.2. Matrizes

2.2.1. Resina epoxy

A resina epoxy utilizada é a Epo-Thin, uma resina termo-endurecível da Buehler de baixa viscosidade, ajudando a obter amostras sem bolhas de ar. Possui uma boa transparência, o que permite um controlo visual da presença de bolhas e o controlo do alinhamento dos reforços.

O fabricante indica que as percentagens de mistura deverão ser de 2:1, ou seja, a mistura termo-endurecível deverá ter 67% de resina e 33% de endurecedor, isto para montagens metalográficas. O processo de cura ocorre a 27°C, aproximadamente a temperatura ambiente, durante 18 a 20 horas para uma diminuição de volume menos acentuada ^[31].

Determinação da composição da resina epoxy

Optou-se por averiguar se estas composições são as ideais, atendendo à especificidade do compósito. Pretendeu-se obter uma matriz resistente, transparente e rígida.

Assim optou-se por realizar um teste simples, para averiguar qual a composição que dava maior rigidez à matriz.

O teste de dureza de lápis ^[32] vem descrito na publicação Woodwork de Abril de 2000. Utilizando um conjunto de lápis numerados, ordenados em função da sua dureza (resultado da presença de grafite e de barro), sendo o mais duro o 9H e 9B o mais macio, passando pelo HB de dureza intermédia. Utiliza-se o mais duro e verifica-se se risca. Se riscar passa-se para o lápis seguinte. Repete-se o processo até se chegar ao lápis que não risca. Assim a esse provete é atribuída a dureza do número do primeiro lápis que não risca a sua superfície.

Para realizar este teste com uma maior precisão existe no mercado um dispositivo no qual se coloca o lápis e que risca a superfície com uma pressão constante, removendo assim o erro inerente à mão humana.

Como no nosso caso só pretendíamos uma comparação entre provetes (não classificar a dureza) utilizou-se uma versão “simplista” deste teste. Consiste em construir pequenos provetes de dimensões iguais, mas de composições diferentes. Após o processo de cura estar finalizado, pegou-se num lápis de carvão HB e realizou-se um risco de 10mm na superfície do provete. As amostras menos rígidas permitem que o lápis faça um sulco maior, de tal forma que não se consegue ver a marca do carvão e as amostras mais rígidas vê-se nitidamente um traço de carvão à superfície, sem grande profundidade.

Após ensaiar diversas misturas, a proporção que se decidiu ser a ideal foi de 71% resina e 29% endurecedor, ou seja, de 5:2.

Análise de DSC da resina epoxy

Para aferir as reacções resultantes da variação da temperatura na resina [33], utilizamos a calorimetria diferencial de varrimento.

Foi retirada uma pequena amostra do provete completamente curado com cerca de 39 mg e foi colocada dentro do cadinho, ao lado do cadinho de referência. Como se trata de um polímero, durante o processo de aquecimento foram libertados alguns vapores, como tal não se pode colocar a pequena tampa metálica do aparelho a cobrir os cadinhos, pois isto faria com que a pressão aumentasse e, eventualmente, a campânula explodisse.

Através do software do computador ligado ao aparelho de DSC, efectuou-se a programação em termos de temperaturas, velocidades e patamares, o resultado esta no gráfico seguinte.

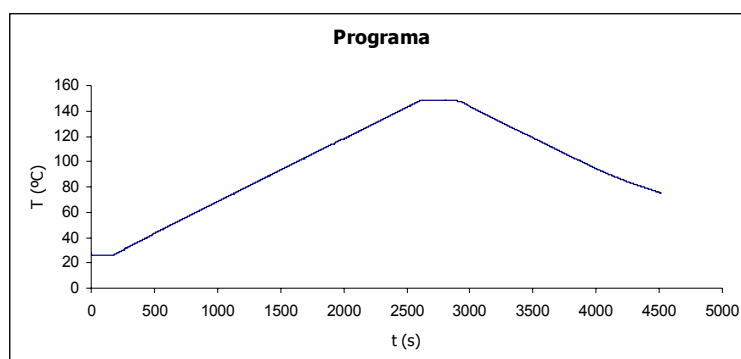


Gráfico 2 – Ensaio de DSC.

Assim a programação utilizada previa:

Velocidade de aquecimento	3°C/min
Velocidade de arrefecimento	3°C/min
Temperatura inicial	25°C
Temperatura máxima	150°C
Temperatura final	25°C

Ensaio de tracção da resina epoxy

Utilizando a mesma máquina de tracção, escolheu-se a garra com a respectiva célula de carga de 500 N, em função da dimensão e rigidez da amostra.

Após fixar a amostra na máquina, corremos o software da mesma com o auxílio de um computador, fixando a velocidade de teste em 1mm/min.

Determinação da capacidade de flexão da resina epoxy.

Para determinar a flexibilidade da resina foi utilizada a máquina de tracção, com a célula de carga de 5000 Kg. Este equipamento é bastante polivalente, sendo possível realizar este ensaio, bastando para isso utilizar o modo de compressão e um esquema de montagem adequado.

Foi necessário criar os três pontos de apoio para efectuar o ensaio. Importante nestes pontos era a sua rigidez. Esta deveria ser bastante superior à da resina para que os apoios não cedessem primeiro. Assim sendo optou-se por utilizar aço para fabricar os componentes. Os dois apoios das extremidades foram simples de se fabricar: dois paralelepípedos de aço.

Um pouco mais complexo foi o mecanismo central, a cunha. A cunha foi fabricada usando duas cantoneiras e uma placa rectangular a funcionar como estrutura de união.

Uma vez preparada a montagem, introduziram-se os dados no computador, nomeadamente a velocidade do travessão, de 5 mm/min.

2.2.2. Cola epoxídica

Quanto à cola epoxídica, a escolha recaiu sobre um produto da Ceys, o Araldite rápido. Esta cola é de cor amarela, no entanto, não sendo completamente opaca, permite visualizar o alinhamento dos reforços de NiTiInol. Segundo o fornecedor, suporta cargas até 320 kg/cm² e o processo de cura demora apenas 5 minutos. Para atingir a sua resistência máxima, o processo de cura deve prolongar-se até às 12 horas, a uma temperatura de 20 a 25° C [34].

Análise de DSC da cola epoxídica

Foi retirada uma pequena amostra completamente curada com 65,6 mg, posteriormente colocada dentro do cadinho.

Removemos, novamente, a pequena tampa metálica do aparelho usada para cobrir os cadinhos.

Através do software do computador introduziu-se a mesma programação utilizada na resina epoxy, e anteriormente descrita.

Ensaio de tracção da cola epoxídica

Recorrendo à máquina de tracção apresentada anteriormente, escolheu-se a célula de carga de 500 kg e procedeu-se à fixação do provete, usando as garras mais pequenas.

Uma vez bem fixa a amostra na máquina, foi necessário correr o software da mesma. Para tal usou-se o computador a ela acoplado, estabelecendo alguns parâmetros, como o da velocidade de subida do travessão (1mm/min).

Determinação da capacidade de flexão da cola epoxídica.

Recorrendo uma vez mais à máquina de tracção, com a célula de carga de 5000 kg, conseguimos determinar a flexibilidade da cola, com o modo de compressão, e um esquema de montagem idêntico ao usado para a resina epoxy.

Foi definida a velocidade do travessão em 5 mm/min, posteriormente introduzida no computador.

2.2.3. Polipropileno

Também se utilizou o polipropileno ((C₃H₆)_x) sob a forma de película, com espessura de 0,4mm. Estas películas de polipropileno são transparentes e são comercializadas em qualquer papelaria comum, sob a forma de folhas A4.

O polipropileno (PP) é um tipo de plástico que pode ser moldado, usando apenas aquecimento, ou seja, é um termoplástico. Possui propriedades muito semelhantes às do polietileno (PE) mas com ponto de amolecimento mais elevado ^[3]. Podemos constatar algumas das suas características na tabela seguinte.

Propriedades	Polipropileno
Peso Específico (g/cm ³)	0,91
Calor Específico (Cal/C.g)	0,46
Absorção de água 24 (%)	0,03
Resistência à Tração (10 ² kgf/cm ²)	3,5
Alongamento na Ruptura (%)	600
Módulo de Elasticidade em Tração (10 ⁴ kg/cm ²)	1,2
Módulo de Elasticidade em Flexão (10 ⁴ kg/cm ²)	1,6
Resistência ao Impacto (kgf/cm ²)	2,7~12
Dureza Rockwell	R64
Condutividade Térmica (10 ⁻⁴ cal/S.cm ² °C/cm)	2,8
Resistência a ácidos fracos	Excelente
Resistência a ácidos fortes	Atacado
Resistência a bases fracas	Excelente
Resistência a bases fortes	Muito boa
Resistência a solventes orgânicos	Excelente

Tabela 8 – Algumas propriedades do PP. ^[3]

Podemos comparar o PP com os outros dois materiais pré-definidos para a elaboração de matrizes, a resina epoxy e a cola epoxídica.

De um modo resumido temos as seguintes características dos materiais:

Polipropileno ^[3]	Resina epoxy ^[31]	Cola epoxídica ^[34]
<p>O polipropileno é um termoplástico;</p> <p>Alta resistência à fractura por flexão ou fadiga;</p> <p>Boa resistência ao impacto</p> <p>Excelente resistência química;</p> <p>Boa estabilidade térmica;</p> <p>Fácil moldagem;</p> <p>Fácil coloração;</p> <p>Baixo custo;</p>	<p>Processo de cura em 6 a 8 horas.</p> <p>Boa resistência a solventes;</p> <p>Excelente adesão;</p> <p>Baixa temperatura de cura (28°C);</p> <p>Boa fluidez;</p> <p>Reduzida contracção durante o processo de cura;</p> <p>Transparente,</p>	<p>Processo de cura entre 1 a 12 horas;</p> <p>Elevada resistência mecânica (até 320 Kg/cm²);</p> <p>Translúcido;</p> <p>Difícil de manusear pela sua viscosidade.</p>

Tabela 9 – Algumas características dos materiais utilizados como matrizes neste projecto.

2.3. Materiais desenvolvidos

2.3.1. Liga M de NiTinol, laminada

Neste projecto foi utilizada a laminagem no processo de fabrico dos compósitos. Todavia, os arames de NiTinol utilizados já tinham sido tratados pelo fabricante durante o processo de produção.

Existem diversos tratamentos mecânicos disponíveis mediante os resultados desejados ^[15]. Neste caso os arames de Ni-Ti foram laminados, à temperatura ambiente, e transformados em fita com 0,04 mm de espessura e 0,11 mm de largura, tal como está esquematizado na figura seguinte.

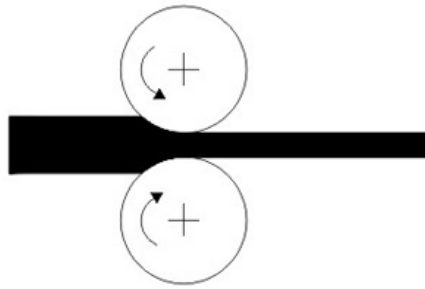


Fig. 28 – Esquema representativo do processo de laminagem. [36]

A laminagem é um processo de deformação, a quente ou a frio, do metal com o fim de alterar as suas propriedades mecânicas. Consiste em fazer passar o provete por entre dois rolos que exercem uma elevada pressão, fazendo com que a amostra altere a sua geometria, ou seja, reduz significativamente a superfície da sua secção transversal.



Fig. 29 – Laminador.

Com o intuito de produzir provetes cada vez mais finos, com o aspecto de lâminas, decidiu-se laminar o arame de NiTiInol, alcançando assim uma menor espessura mas também aumentando a área de contacto das fibras, em relação à maior superfície da matriz [37].

Os provetes de Ni-Ti, que possuíam uma microestrutura martensítica devidamente ordenada, perdem essas características, deixando de existir ordem, transformando-se numa estrutura amorfa. De igual modo, o efeito de memória de forma deixa de existir, não há transição de martensite para austenite e vice-versa.

Determinação das temperaturas de transformação de fase da liga M laminada

A caracterização da liga M laminada, foi realizada usando o DSC, partindo de uma amostra de 53,8 mg e seguindo a programação referida para as ligas de NiTiInol.

2.3.2. Liga M de NiTiInol, laminada e recozida

Como resultado do processo de laminagem da liga M atrás descrito, resultou uma alteração de geometria e conseqüente perda da memória de forma. Foi necessário realizar um tratamento térmico para recuperar o efeito de memória de forma.

A fita de NiTiInol foi tratada termicamente num forno a 400°C durante 30 minutos, e após ser retirada do forno, arrefeceu lentamente à temperatura ambiente.

Depois deste tratamento a liga recupera o efeito de memória de forma, apesar das suas temperaturas de transformação serem ligeiramente alteradas.

Para realizar este tratamento térmico foi necessário estudar e perceber o funcionamento do novo forno da Termolab.^[38]

Foi instalado um termopar dentro da câmara e foram realizados diversos testes. O forno foi programado para atingir uma determinada temperatura (setpoint), depois verificou-se, através do controlador, qual o valor atingindo pelo aparelho e realizou-se, em paralelo, uma medida de controlo, num ponto específico do interior com o termopar.

No final foi possível verificar o desfasamento do controlador (temperatura imediata e a temperatura de setpoint), bem como da homogeneidade dessa medida em função do local. Estas medições foram repetidas em diferentes pontos do interior do forno de modo a identificar as zonas quentes do forno. Podemos ver a tabela, com as diversas temperaturas, e mais detalhes no Anexo I.

Determinação das temperaturas de transformação de fase da liga M laminada e recozida

Recorreu-se novamente ao DSC para a caracterização da liga M, laminada e recozida, partindo-se de uma amostra de 43,2 mg e seguindo a programação referida para as ligas de NiTiInol.

2.3.3. Resina epoxy e liga de cobre

Produção de moldes para fabrico de compósitos, com duas camadas de reforços, em matriz de resina epoxy

Numa fase inicial do projecto verificou-se, através de diversa literatura ^[39] ^[40], quais as características que os compósitos deveriam ter quando estivessem terminados. Os principais objectivos passavam por construir um compósito de fibras contínuas e alinhadas. Para tal, optou-se por utilizar resina translúcida, pois esta permitia um controlo visual do alinhamento dos reforços, bem como o estado da interface reforço/matriz e se há ruptura dos reforços. Identificou-se a necessidade de introduzir uma pré carga nos reforços, durante o processo de fabrico, para diminuir a histerese e aumentar a capacidade de recuperação do compósito ^[40] ^[41].

Assim sendo, foi criado um molde para realizar o vazamento da resina de modo a garantir: o alinhamento dos reforços, a pré-tensão das fibras, a estanquicidade do molde, uma abertura do molde (que não danificasse o provete) e o fabrico de um provete com várias camadas de reforço.

Chegou-se assim ao esquema de construção representado na figura 30.

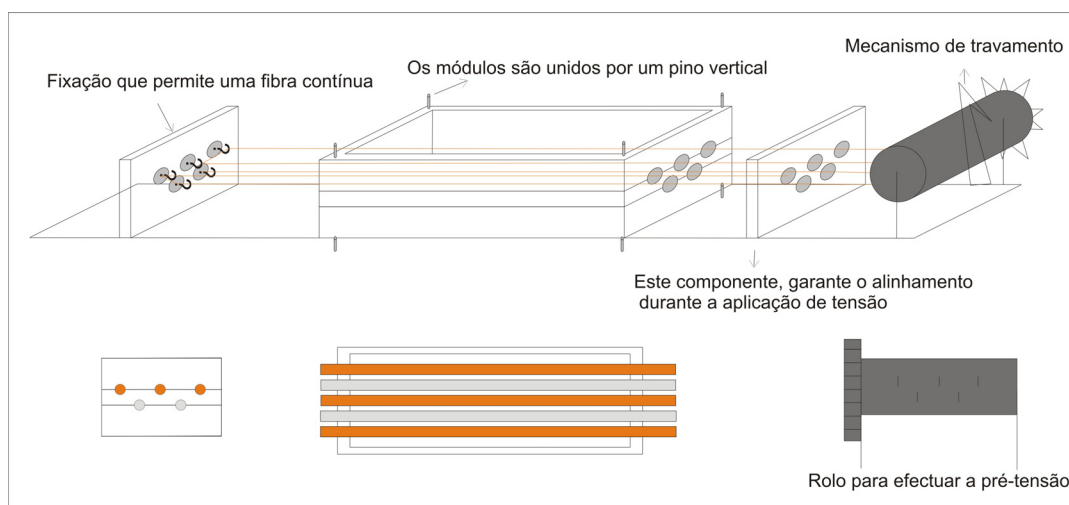


Fig. 30 – Esquema do molde e do mecanismo de pré-tensão.

Pode verificar-se que o projecto previa uma abertura simples, permitindo retirar do seu interior o provete, sem provocar danos no mesmo.

Garantiu-se o alinhamento, a pré tensão e duas camadas de reforço, ou seja, foram planeadas estratégias para atingir todos os objectivos do compósito, anteriormente referidos [42].

Como material de construção foi escolhida uma folha de alumínio com cerca de 2 mm, pois esta era fácil de manusear, quer para cortar, dobrar ou furar.

Em relação ao projecto inicial foram efectuadas algumas alterações, principalmente devido aos materiais disponíveis para trabalhar.

A caixa do molde foi formada por duas peças em forma de L, que quando unidas dão uma forma paralelepípedica ao provete. As furações no molde, que permitiram a colocação dos reforços, foram produzidas com um mini berbequim e uma broca de diâmetro muito reduzido (2 mm). O molde foi fixado à base do dispositivo e vedado em todas as suas uniões com cola quente, como se verifica na figura 38.

O dispositivo permitiu colocar um único arame de reforço, num sistema de vai e vem entre a placa de fixação, num extremidade, e o parafuso de tensão na outra extremidade. Este parafuso possui duas porcas na sua rosca para fixar o arame, num sistema de porca e contra porca.

No final o molde e a estrutura de tensão ficaram com a forma que se pode observar nas fotos seguintes.

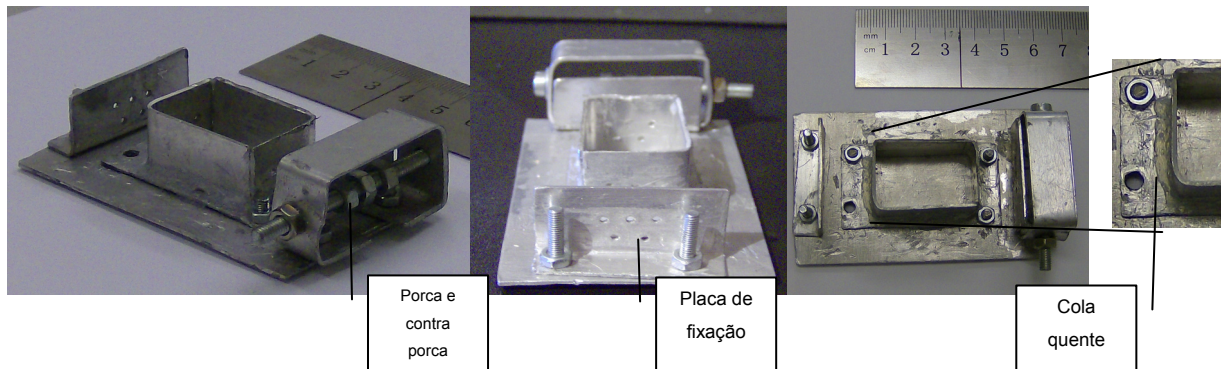


Fig. 31 – Fotos do molde fabricado.

Fabrico de compósitos, com duas camadas de reforços de cobre, em matriz resina epoxy.

Numa fase inicial foram utilizados, como reforços, fibras de cobre de modo a testar o molde e o procedimento criados, com o objectivo de reduzir os custos da utilização de NiTiInol, nomeadamente em afinações de dispositivos de pré tensionamento ou métodos de alinhamento dos reforços.

Após se verificar que o molde e os procedimentos tinham êxito, os mesmos foram utilizados no processo de fabrico de compósitos reforçados com NiTiInol.

Para produzir compósitos a partir do molde anterior, devemos:

- Fixar todas as peças do molde no seu devido lugar, verificando se a cola quente isola bem o molde;
- Lubrificar o interior do molde com vaselina, recorrendo a um cotonete, distribuindo-a de um modo uniforme;
- Seccionar cerca de 50 cm de arame (reforço do compósito);
- Fixar uma das pontas do arame no parafuso junto da placa de fixação;
- Fazer passar o arame através do orifício inferior junto do ponto de fixação;
- Atravessar o molde com o arame até chegar ao parafuso de tensão;
- Passar o arame em torno do parafuso e atravessar o molde com o arame pelo orifício inferior imediatamente ao lado;

- Repetir o processo até atravessar o molde 5 vezes, criando assim uma rede de reforços com duas fibras num plano inferior e três fibras num plano superior;
- Apertar as duas porcas do parafuso de tensão;
- Rodar o parafuso de tensão alinhando e tensionando os cinco arames de reforço;
- Preparar 12 ml de resina epoxy, numa proporção de 5 partes de resina para 2 de endurecedor, utilizando duas seringas graduadas;
- Vazar, suavemente, a resina preparada, para dentro do molde;
- Com o auxílio de uma pequena agulha retirar as bolhas que possam surgir durante o processo de vazamento;
- Deixar a resina curar pelo menos durante 48h à temperatura ambiente, num lugar arejado e longe de fontes de calor;
- Passadas as 48h de cura, a resina deverá estar sólida e com um aspecto translúcido;
- Cortar o arame junto às extremidades, ao parafuso e à placa, criando assim cinco reforços independentes;
- Remover as paredes do molde, retirando a cola quente que fixa o mesmo;
- Com o auxílio de uma espátula, separar o provete da base do molde;
- Limpar o provete de modo a remover vestígios de vaselina;
- Limpar o molde, e o restante dispositivo, num banho de acetona (solvente da resina epoxy);
- Fazer uma breve inspeção para aprovar o provete, verificando se o provete tem alguma falha na matriz, se as fibras estão alinhadas, se a interface matriz/reforço tem falhas, medir as dimensões do provete com uma craveira;
- Etiquetar e armazenar o provete.

Determinação da tensão tangencial das interfaces do compósito

Para determinar a tensão tangencial máxima que as interfaces cobre/resina conseguem aguentar utilizou-se o ensaio de *Pull Out*. Neste tipo de ensaio a matriz é fixada e a fibra é puxada, no sentido longitudinal. Assim é possível determinar a tensão necessária para quebrar a interface do compósito.

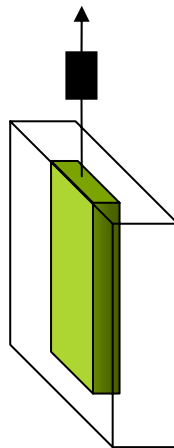


Fig. 32– Esquema representativo do ensaio de *Pull Out*.

No entanto, surgem algumas dificuldades. A primeira dificuldade passa pela fixação da matriz, pois se esta for colocada directamente na garra de fixação, a garra vai exercer um conjunto de forças tangenciais que interferem com a medição desejada. Perante esta situação foi necessário criar uma solução de fixação da matriz que não introduzisse tensões tangenciais ao conjunto.

Foi criada uma caixa em alumínio, na qual era colocado o provete. Na topo desta caixa existiam orifícios pelo qual as fibras saíam, sendo fixas na garra. Como resultado, a pressão tangencial era exercida na caixa de alumínio, que devido a sua rigidez, não transmitia estas tensões ao provete.

A única força exercida sobre o provete era uma força longitudinal em sentido oposto ao da tracção da fibra, pois era no topo do provete que existia a limitação ao seu movimento. De qualquer modo esta força não traz alterações às medições.

2.3.4. Resina epoxy e liga H de NiTinol, com 10 mm de espessura

Produção de moldes para fabrico do compósito, com uma camada de liga H, em matriz de resina epoxy ^[39]

Recorrendo a chapa de alumínio e a um pequeno disco de corte, fabricou-se um molde. Este molde tem como ponto de partida uma chapa cortada sob o formado em baixo indicado, onde se faz um ligeiro risco nas zonas a deformar mais tarde (zona a tracejado no desenho da figura 33). Após está fase, há que efectuar os furos, com um punção, de forma a permitir que o arame atravesse o molde longitudinalmente. Por fim, resta dobrar a chapa, pela zona marcada, de modo a obter um molde de formado paralelepípedo com 60 x 30 x 10 mm.

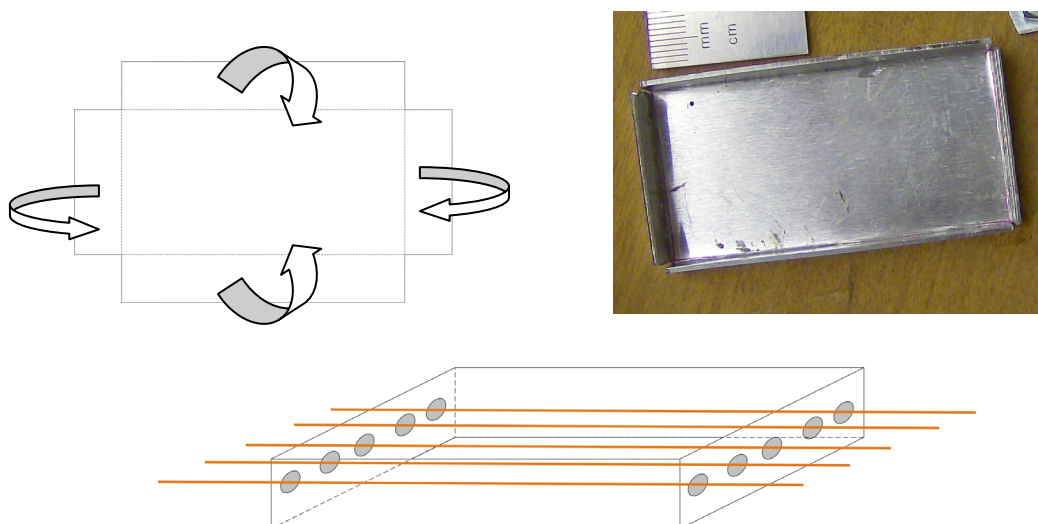


Fig. 33– Esquema de montagem do molde.

O molde é vedado nos seus vértices, com cola quente, e colocado no mecanismo de pré-tensão, anteriormente apresentado. Assim, é possível fabricar compósitos com apenas uma camada de reforço, garantido o alinhamento e a pré tensão.

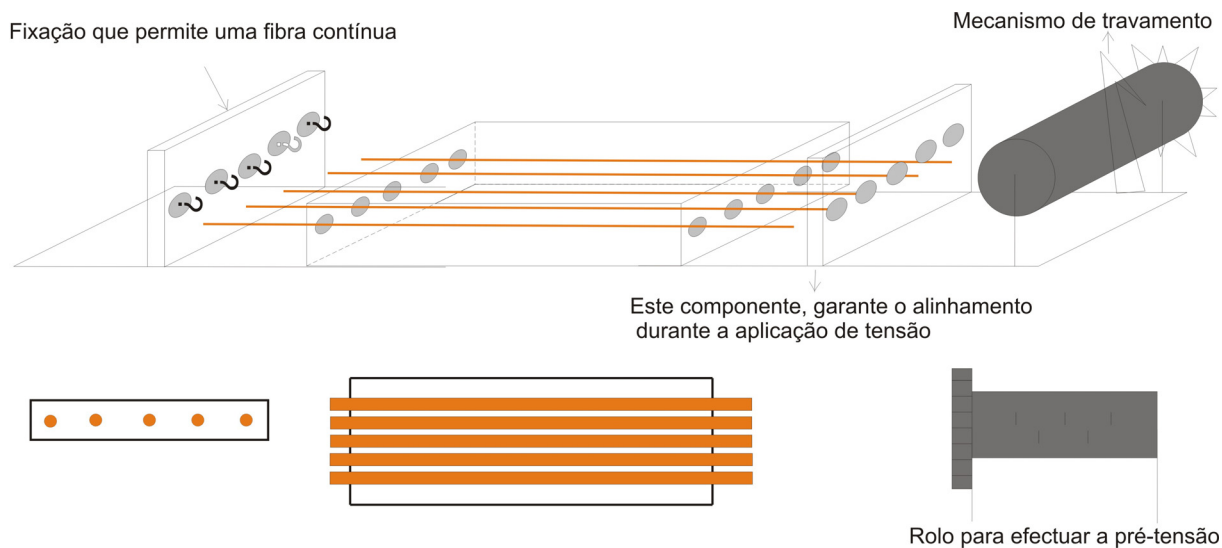


Fig. 34 – Esquema do molde e do mecanismo de pré-tensão.

Determinação da capacidade de flexão do compósito

Para determinar a flexibilidade do compósito foi novamente utilizada a máquina de tracção, seguindo-se o processo já mencionado para a flexão de amostras.

Podemos ver na figura 35, em mais detalhe, a montagem utilizada.

Podemos também observar na fotografia alguns fios eléctricos e um interruptor ligados ao compósito. Tal foi necessário para testar a capacidade do compósito voltar à sua forma original após a flexão, usando para isso uma corrente eléctrica que, por efeito de joule, activaria o dispositivo.

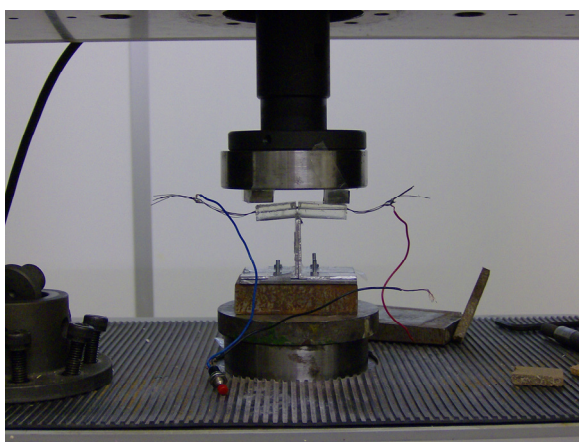


Fig. 35– Foto da montagem usada.

2.3.5. Resina epoxy e liga H de NiTinol, com 1 mm de espessura

Produção de moldes para fabrico de compósitos, com uma camada de reforços, em matriz epoxídica.

O objectivo para este molde era produzir um compósito extremamente fino, através de vazamento de resina epoxídica. Para tal, este molde teria de ser de dimensões reduzidas. O material de trabalho seria novamente o alumínio, sob a forma de chapa com 1 mm de espessura.

Este molde teria de permitir a admissão de duas fibras de reforço. Numa primeira fase o reforço seria de cobre e numa segunda fase de NiTinol.

Para poder admitir os reforços, foram feitos entalhes no alumínio para que os fios assentassem nesses recortes.

De um modo resumido, este molde era constituído por três chapas. A primeira (a maior) é de suporte. A segunda limita o molde inferiormente e é também usada para colocadas as fibras. Por fim a terceira e última chapa, que dá a altura ao molde e consequentemente ao provete. Todo este mecanismo é fixado por seis parafusos e as respectivas porcas de aperto. Existe ainda a possibilidade de colocar uma anilha entre as chapas para aumentar a altura do provete produzido, se assim for necessário, tal como se pode observar na figura 36.

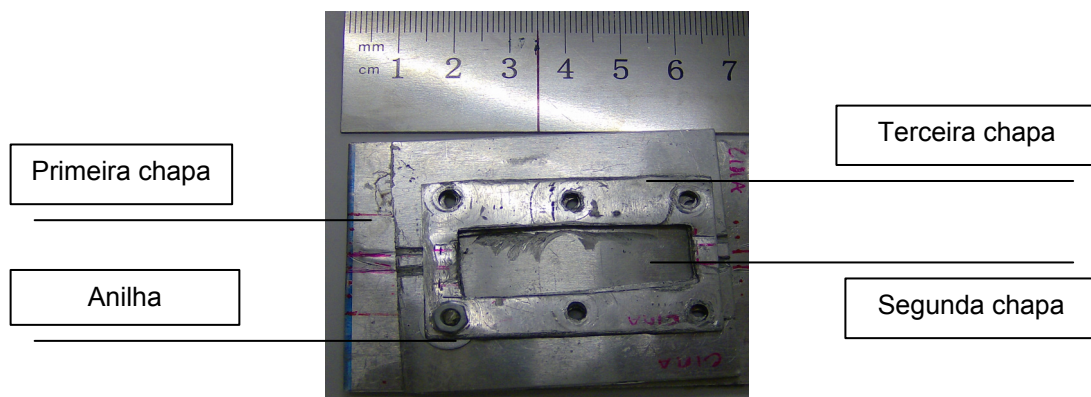


Fig. 36– Foto do molde.

Determinação da tensão tangencial das interfaces do compósito.

Para determinar a tensão máxima que a interface matriz/reforço suportaria, recorreu-se ao ensaio de *Pull Out*, exactamente como descrito anteriormente.

2.3.6. Resina epoxy e liga de cobre

Produção do molde para fabrico de compósitos, com uma camada de reforço, em matriz epoxídica e/ou metálica

Após um conjunto de testes, experiências e protótipos de moldes, chegou-se a conclusão que se estava em condições de conceber um molde mais durável. Este molde, também pelo seu custo, deveria ser polivalente. Foi pensado e desenhado de forma a permitir efectuar vazamentos de resina e de alumínio. Para tal optou-se por maquinar este molde em aço. Era também necessário garantir que este molde permitisse o processamento de compósitos de uma ou duas camadas de fibras. Também foi desenhado para facilitar a desmontagem após o vazamento.

Como já tinha sido referenciado, no capítulo de tecnologia de moldes, a fase de concepção deve ter em vista a peça final e um conjunto de preocupações.

Para desenhar este molde com o rigor necessário para enviar o projecto para a fábrica, foi necessário recorrer aos softwares *Autocad* e *3D Studio*. Com estes foi possível obter as imagens que se seguem, bem como as plantas detalhadas do molde (ver anexo II).

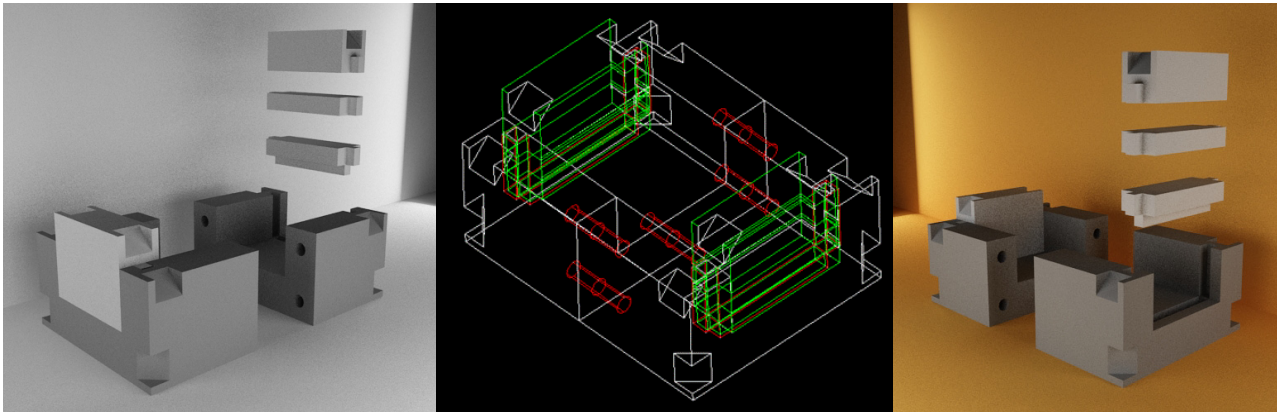


Fig. 37– Imagens 3D do molde em aço.

Na figura 37 é possível verificar alguns detalhes importantes do molde, nomeadamente que é constituído por um conjunto diverso de peças (8) de forma a facilitar a abertura do molde no final do processo de fabrico, e para permitir a colocação de uma ou duas camadas de reforços.

Igualmente importantes são os pequenos entalhes no exterior da peça. Estes servirão para colocar três cintas de compressão de modo a garantir a estanquicidade do molde.

Quando o desenho técnico foi apresentado ao fabricante, este sugeriu uma alteração: não colocar cintas de compressão mas colocar o molde dentro de uma estrutura de alumínio. Esta alteração foi aceite pois entendeu-se que era mais útil e o molde ficou com uma estrutura final tal como consta na figura 38.

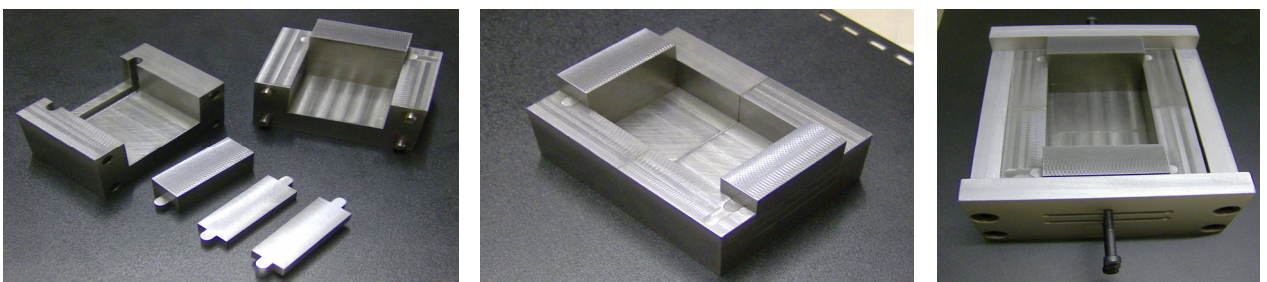


Fig. 38– Imagens do molde de aço fabricado na *Luís da Graça, Mecânica de Precisão, Lda.*

Para assegurar que as fibras são devidamente alinhadas e tensionadas foi necessário construir um dispositivo, ao qual o molde fosse acoplado. O resultado foi o mecanismo ilustrado na figura abaixo.

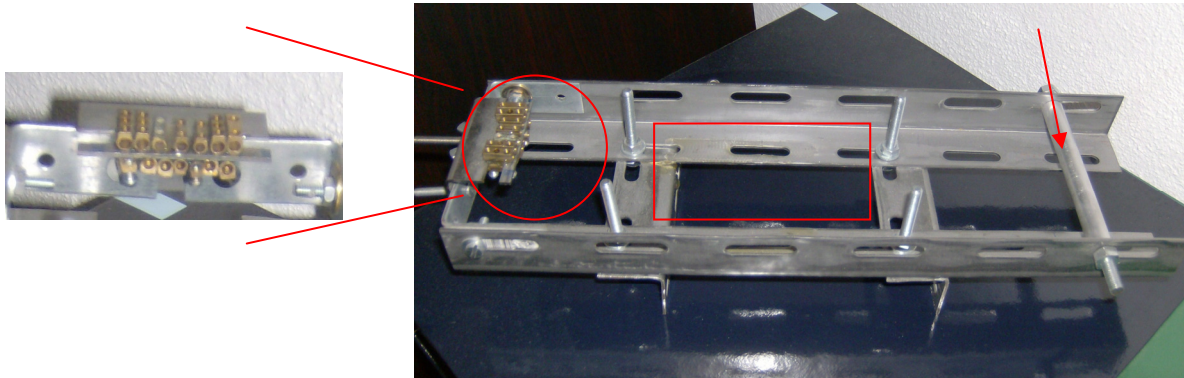


Fig. 39– Foto do mecanismo de pré-tensão.

De salientar o dispositivo de bloqueio das fibras na extremidade da esquerda. Este permite uma elevada diversidade de combinações para as fibras de reforço.

Na outra extremidade sobressai um rolo, que foi desenhado para permitir alinhar as fibras durante a aplicação de uma tensão.

Na zona central fica a área disponibilizada para colocar o molde da figura 38. O resultado final está patente na figura 40.

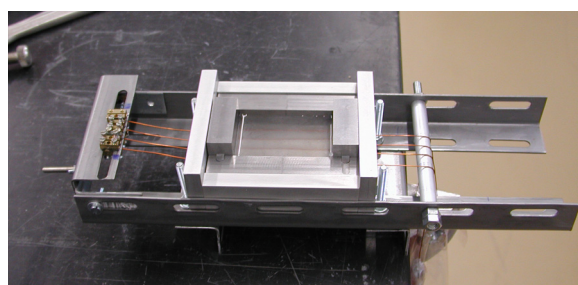


Fig. 40– Produção do compósito já na fase de cura.

Produção de compósitos em molde de aço

Para produzir compósitos a partir do molde anteriormente apresentado, devemos:

- Lubrificar o interior do molde com vaselina, homoganeamente, recorrendo a um cotonete;
- Seccionar cerca de 30 cm de arame para cada reforço;
- Colocar as pontas dos arames no dispositivo de fixação;
- Atravessar o molde (previamente colocado no centro do mecanismo) com o arame até passar o rolo na outra extremidade;
- Colocar os reforços à altura desejada, usando as diversas peças que o molde possui;
- Vedar as peças junto do reforço com cola da Ceys, para cerâmica, pois esta aguenta temperaturas elevadas e possui uma boa viscosidade;
- Tensionar as fibras de reforço; para tal foi colocado na extremidade de cada arame um cerra cabos, para se poder acoplar uma carga uniforme em todos;
- Garantir que a tensão é uniforme em todos os arames; aparentemente, não é tarefa simples, no entanto encontrou-se uma solução: usando um fio de nylon (fio de pesca), de acordo com o esquema seguinte;

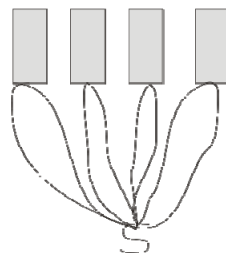


Fig. 41 – Esquema do método adoptado para distribuir as cargas.

- O fio passa por todos os cerra cabos, formando laçadas. Estas são unidas num único ponto, onde são ligadas a pequeno gancho metálico. Através deste mecanismo toda a carga efectuada sobre o gancho será distribuída uniformemente por todos os arames;
- Colocar as cargas na extremidade do gancho, cerca de 2 kg;

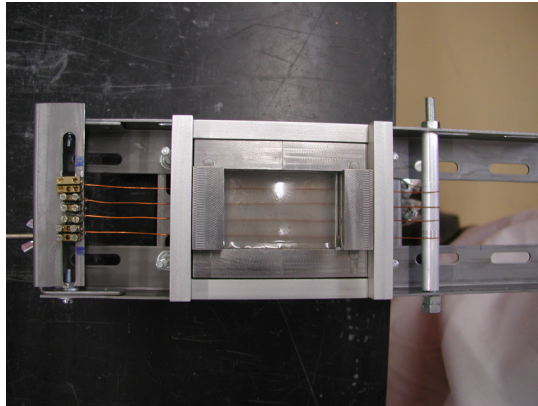


Fig. 42 - Nesta foto consegue-se observar as fibras alinhadas e tensionadas.

- Preparar a resina epoxy, numa proporção de 5 partes de resina para 2 de endurecedor, utilizando duas seringas graduadas;
- Vazar, suavemente a resina para dentro do molde;
- Com o auxílio de uma pequena agulha retirar as bolhas que possam surgir durante o processo de vazamento;
- Deixar a resina curar, pelo menos durante 48h à temperatura ambiente, num lugar arejado e longe de fontes de calor;
- Passado as 48h de cura, a resina deverá estar sólida e com um aspecto translúcido;
- Soltar o arame junto nas extremidades;
- Abrir o molde, retirando todos os seus componentes;

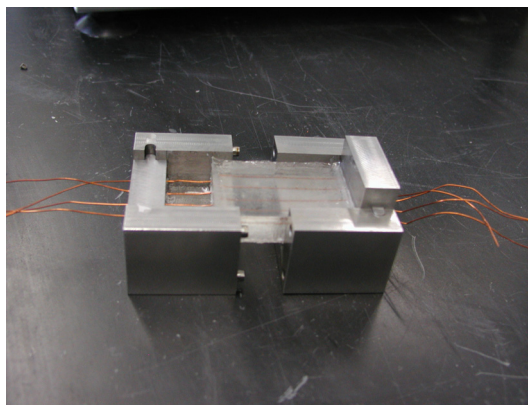


Fig. 43 – Fase de desmoldagem.

- Com o auxílio de uma espátula separar o provete da base do molde;
- Limpar o provete de modo a remover vestígios de vaselina;
- Limpar o molde e o restante dispositivo num banho de acetona (solvente da resina epoxy);
- Maquinar o provete para atingir a espessura desejada;
- Polir o provete para eliminar defeitos superficiais inerentes ao processo de maquinagem;
- Fazer uma breve inspeção, verificando se o provete possui alguma falha na matriz, se as fibras estão alinhadas, se a interface matriz/reforço tem falhas, medir as dimensões do provete com uma craveira;
- Etiquetar e armazenar o provete.

2.3.7. Resina epoxy e liga M de NiTiInol

Utilizou-se um procedimento idêntico ao anterior, mas a amostra foi maquinada de modo a ter metade da largura, ficando apenas com dois reforços.

Seguidamente efectuou-se uma nova redução nas dimensões de um provete semelhante, nomeadamente na sua espessura.

Determinação da capacidade de recuperação dos compósitos

Para testar a recuperação dos compósitos recorreremos a três técnicas: usando um secador de ar quente, usando água quente e usando uma montagem eléctrica recorrendo ao efeito de Joule.

Com as duas primeiras técnicas o procedimento é simples. No caso do ar quente, basta apontar para o dispositivo e aquecer a amostra. Quanto à água quente, a técnica consiste em simplesmente mergulhar a amostra em água quente. Estas duas técnicas dão-nos, de um modo rápido e prático, a indicação se o dispositivo funciona ou não e permitem-nos conhecer o tempo de recuperação para uma determinada deformação.

No esquema seguinte pretende-se representar a aplicação de corrente no compósito provocando o aquecimento dos seus reforços, levando à transformação de fase, ou seja, à recuperação de sua forma inicial.

Depois de levar o compósito (a laranja no esquema) a uma flexão, podemos depois medir a sua resposta, usando um apalpador, que mede os movimentos do compósito. Este mesmo esquema pode ser usado com o sistema de aquecimento, utilizando, por exemplo, um secador de ar quente em substituição da fonte de alimentação.

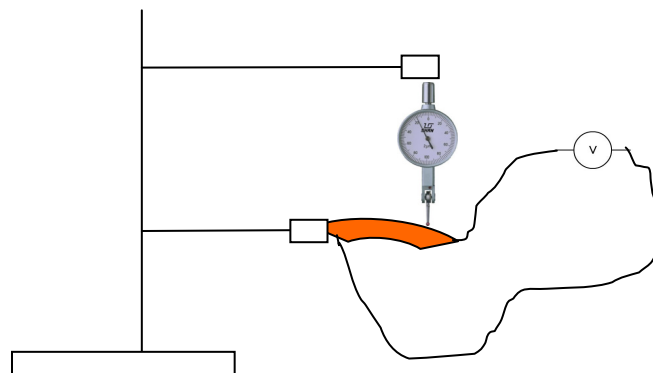


Fig. 44 – Esquema de montagem.

2.3.8. Produção de compósitos, com uma camada de reforço de liga M, em matriz de polipropileno

O objectivo era produzir um compósito laminar, do tipo *sandwich*. Duas lamelas de PP eram dissolvidas parcialmente e eram unidas uma à outra. Os reforços eram colocados, antes da união, entre estas duas lamelas. Por último, aplicava-se uma pressão uniforme ao compósito.

Para testar os solventes foi usada uma amostra de PP de 4 cm² colocada numa placa de Petri com 1 ml de solvente. Foram testados os seguintes solventes, à temperatura ambiente:

Benzeno	Éter dietílico
Tolueno	Tetracloro de carbono
Ciclohexano	Tetrahidrofurano
N-Hexano	Bromobenzeno
Acetonitrilo	O-Xileno

No entanto este procedimento não teve sucesso. No capítulo dos resultados vamos abordar novamente este assunto.

De seguida temos um esquema do processo de fabrico do compósito:

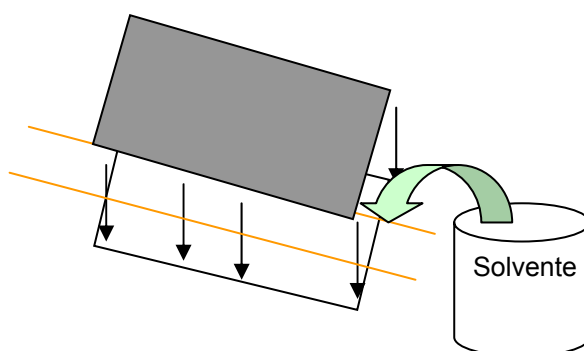


Fig. 45– Esquema de montagem tipo *sandwich*.

2.3.9. Produção de lâminas compósitas, com molde de PP e cola epoxídica

Numa fase inicial utilizou-se o cobre como reforço para afinar o processo. Mais tarde, usando as fibras de NiTinol laminadas, pretendeu-se produzir uma lâmina compósita de cola epoxídica. Para tal foram usadas duas lâminas rectangulares de PP (transparentes), com 3 cm de largura e 6 cm de comprimento.

Primeiramente foi fixada na base de trabalho, uma impressão em papel, para ajudar no correcto alinhamento dos reforços.

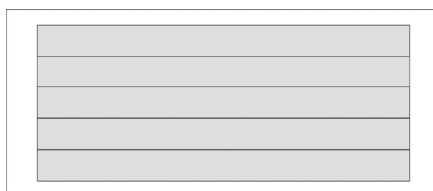


Fig. 46– Folha de alinhamento.

Em segundo lugar, coloca-se uma das lâminas de PP e fixa-se com fita adesiva. Com isto pode-se arrumar as fibras de reforço sobrepondo-as ao PP, de acordo com a impressão.

A montagem estava em condições de receber a cola. A cola deve ser colocada abundantemente, numa proporção de 1:1 (resina e endurecedor).

É colocada a outra lâmina de PP no topo e todo o excesso de cola, que sai pelos lados da montagem, deve ser removido. Depois cobre-se toda a montagem com fita adesiva.

Terminado o processo de cura da cola (48h), podemos abrir a montagem e retirar a lâmina compósita sem grandes dificuldades, pois a cola usada não adere ao polipropileno.

Este método pode ser utilizado para fabricar compósitos com reforço de NiTinol que tenham sido laminados.

Determinação da capacidade de recuperação dos compósitos

Para determinar a reacção dos compósitos de liga M e cola epoxídica, procedeu-se de forma idêntica ao compósito de matriz resina e liga M.

2.3.10. Cola epoxídica e liga M laminada e laminada/recozida

Ensaio de tracção do compósito

Recorrendo à máquina de tracção apresentada anteriormente, escolheu-se a célula de carga de 5000 kg e procedeu-se à fixação do provete usando as garras maiores. Usou-se o computador e estabeleceu-se a velocidade de subida do travessão (3 mm/min).

Determinação da capacidade de flexão dos compósitos

Mais uma vez recorreu-se à máquina de tracção para realizar o ensaio de flexão. No entanto esta máquina de tracção/compressão tem algumas limitações. Uma delas a é incapacidade de utilizar os pratos de compressão com a célula de carga de 500 kg. Ou seja, não é possível realizar ensaios em amostras mais flexíveis em que seja necessário usar a sensibilidade da célula de 500 kg.

Mais uma vez foi necessário criar uma estrutura, adaptando a célula de carga mais pequena a um mecanismo de flexão.

A garra inerente a célula mais pequena é articulada, não permitindo que funcione uniaxialmente, quando se opta por um movimento de compressão. Foi necessário imobilizar a articulação, sem a danificar. Para tal utilizou-se um tubo de PVC, de diâmetro interno um pouco superior ao da articulação, tal como se pode verificar na seguinte.

Assim já era possível efectuar ensaios de flexão a amostras mais flexíveis com uma célula de carga adequada e com a sensibilidade necessária para capturar os movimentos mais reduzidos do compósito.

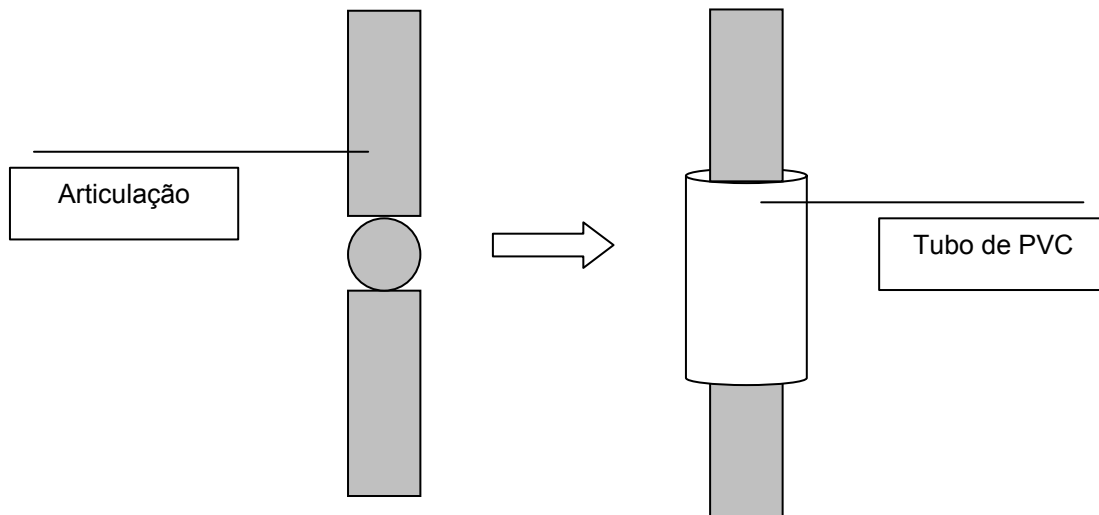


Fig. 47– Esquema de limitação da articulação da garra.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste projecto foram produzidos diversos provetes, usando os procedimentos já descritos. Alguns dos provetes não estavam de acordo com o previsto e não foram dados como conformes; no entanto foram importantes para desenvolver e acrescentar conhecimentos ao projecto.

Outros provetes foram dados como conformes, correspondendo às expectativas, podendo assim serem usados nos ensaios de caracterização.

Um provete para ser considerado conforme teria de apresentar:

- Isenção de bolhas de ar;
- Reforços alinhados e paralelos;
- Geometria prevista;
- Superfície isenta de rugosidades.

Passamos de seguida a apresentar os resultados dos diversos ensaios a que cada amostra foi submetida. Considerando os critérios definidos, será apresentada, à posteriori, uma tabela síntese com o produto dos ensaios a que foram sujeitas, bem como a sua conformidade.

3.1. Liga H de NiTiInol (amostra 1)

Sob a forma de arame, a liga H de Ni-Ti foi ensaiada no DSC, para identificar as temperaturas de transformação de fase.

A amostra tinha uma massa, após o *etching*, de 56,2 mg.

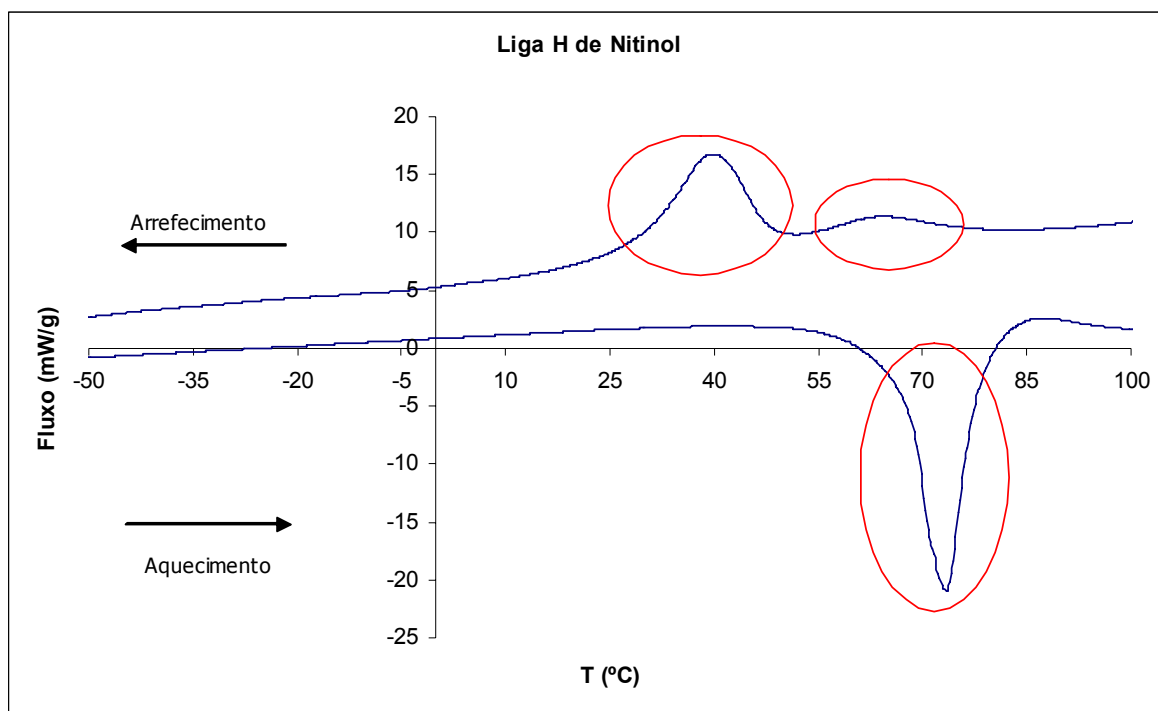


Gráfico 3 – DSC da liga H.

Os três gráficos seguintes, são mais específicos nas zonas assinaladas no gráfico anterior. Estes gráficos foram possíveis de serem traçados graças ao software *Origin*, sendo possível individualizar os picos da transformação da fase R e da fase martensítica.

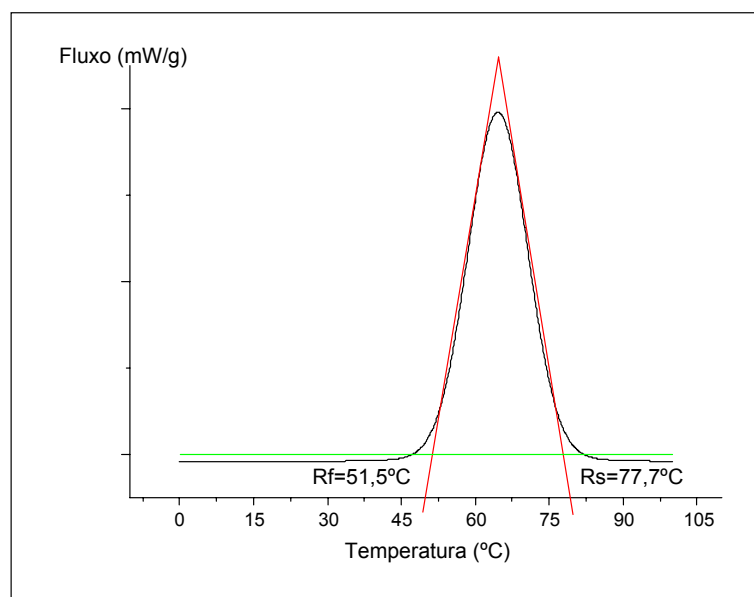


Gráfico 4 – Detalhe do gráfico 3 onde se pode observar a transformação da fase R.

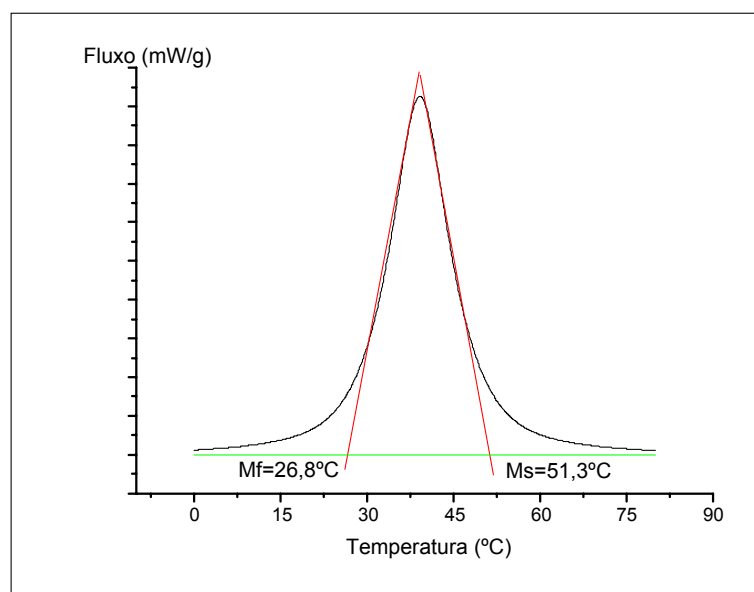


Gráfico 5 – Pico correspondente à transformação para martensite e as correspondentes temperaturas de M_s e M_f , obtidas pelo método das tangentes.

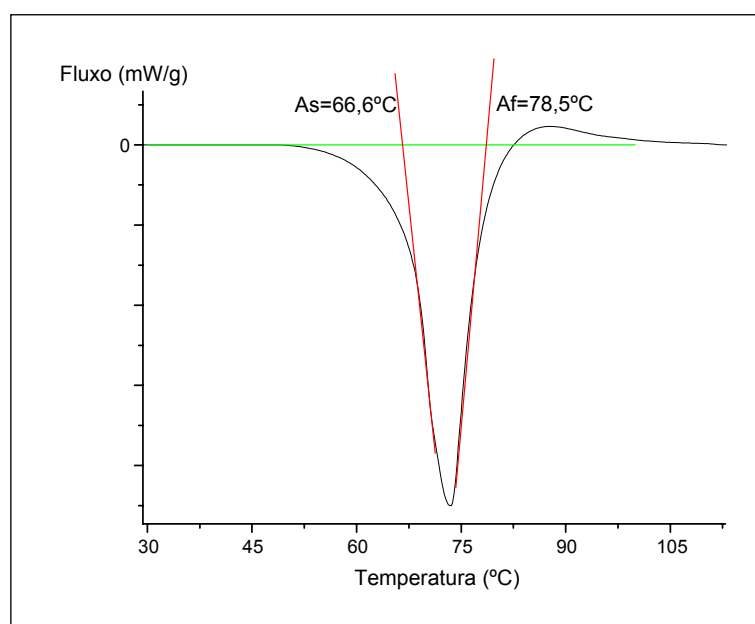


Gráfico 6 – Pico correspondente à transformação para austenite e as correspondentes temperaturas de A_s e A_f , obtidas pelo método das tangentes.

Pela interpretação das curvas, podemos obter as seguintes temperaturas:

	As	Af	Rs	Rf	Ms	Mf
Liga H	66,6°C	78,5°C	77,7°C	51,5°C	51,3°C	26,8°C

Também foi realizado um ensaio de tracção para determinar a tensão de ruptura desta liga, que se conclui que é de 1,49 GPa, como se pode verificar no gráfico 7.

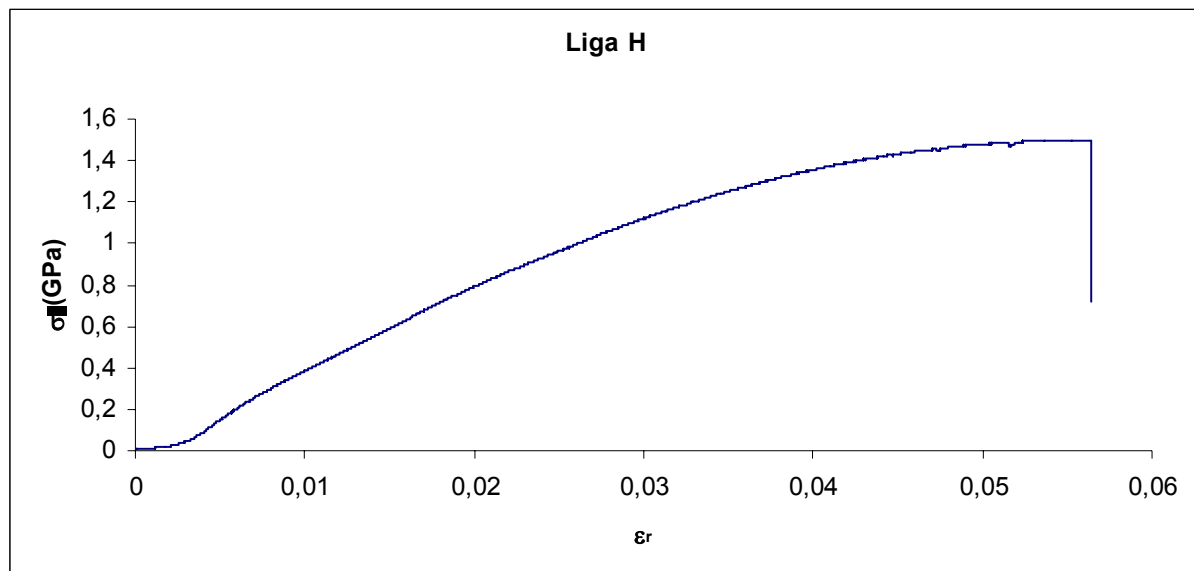


Gráfico 7 – Ensaio de tracção da liga H.

3.2. Liga M de NiTiInol (amostra 2)

Tal como na liga anterior, esta também foi ensaiada no DSC. O arame tinha uma massa, após o *etching*, de 79,8 mg.

O gráfico 6 permite identificar as temperaturas onde ocorrem as transformações.

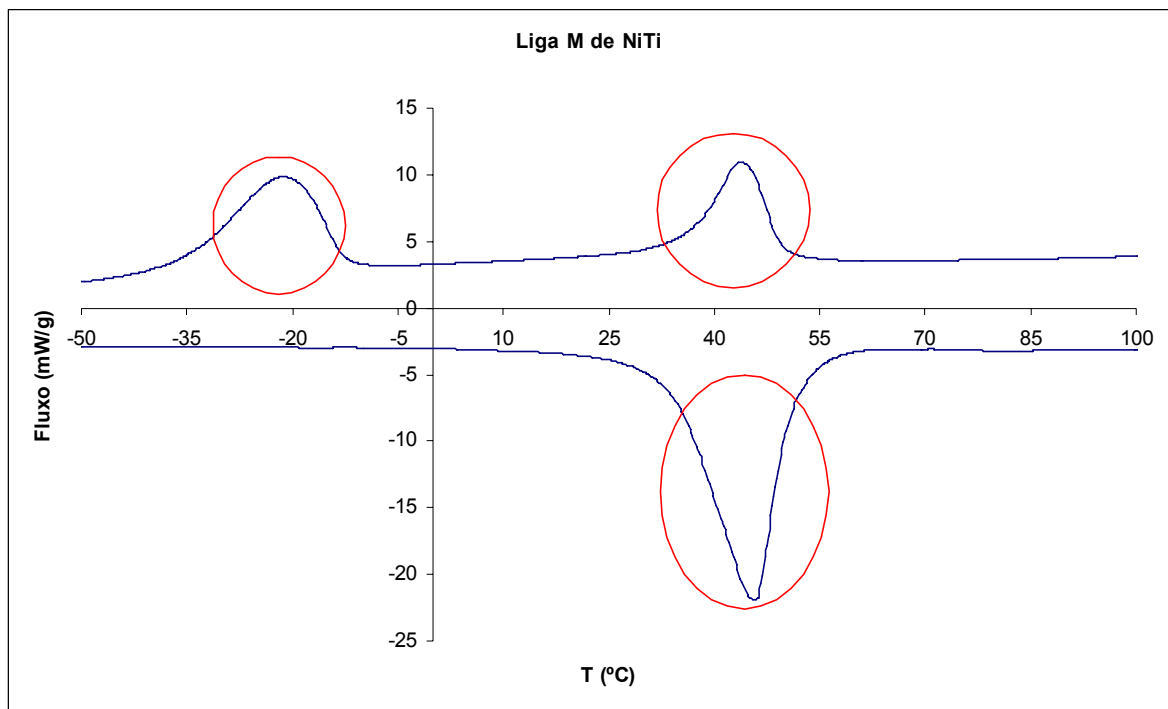


Gráfico 8 – DSC da liga M.

Mas podemos tirar mais ilações recorrendo aos três gráficos mais detalhados, produzidos no *Origin*, das zonas assinaladas no gráfico anterior.

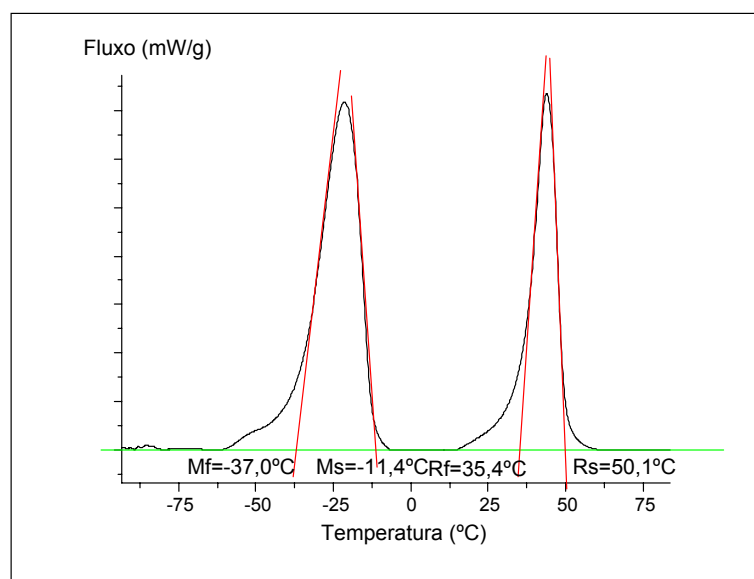


Gráfico 9 – Detalhe dos picos das transformações: fase R e fase martensítica.

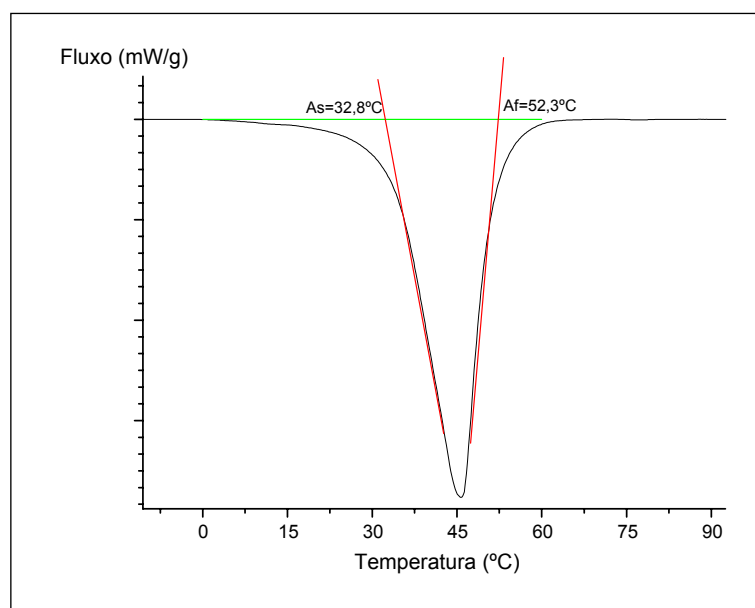


Gráfico 10 - Detalhe dos picos da transformação austenítica.

Pela interpretação das curvas, podemos retirar que:

	As	Af	Rs	Rf	Ms	Mf
Liga M	32,8°C	52,3°C	50,1°C	34,6°C	-11,2°C	-37,0°C

Quanto ao ensaio de tracção, segundo o gráfico 11, não ocorreu fractura. O ensaio foi parado quando se percebeu o elevado grau de elasticidade da liga.

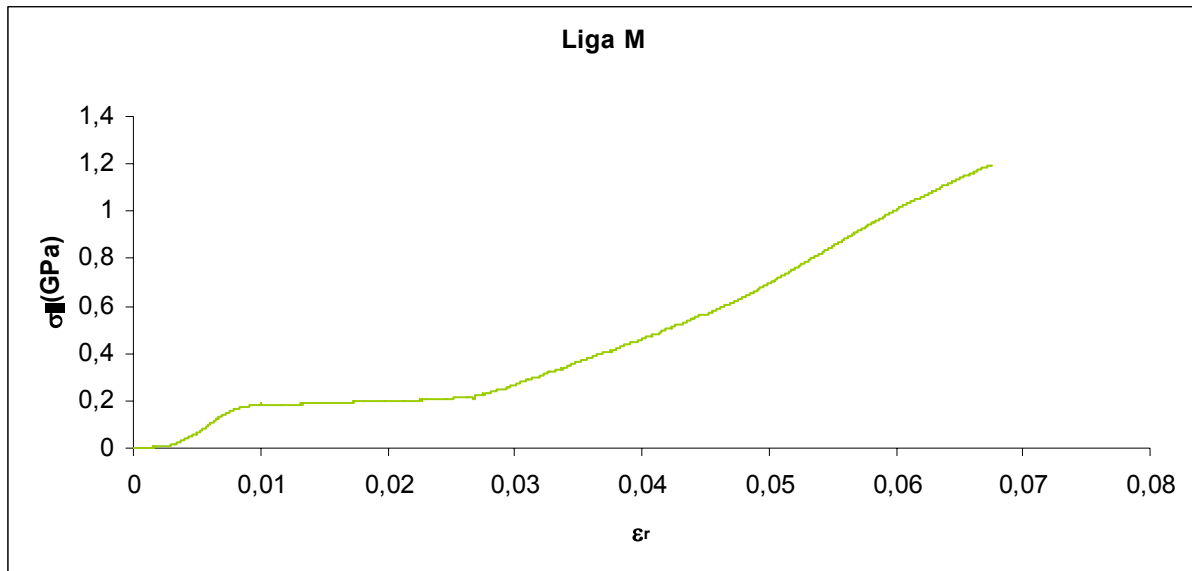


Gráfico 11 – Ensaio de tracção da liga M.

De seguida podemos observar a liga M comparada com a liga H, quando sujeitas a um ensaio de tracção uniaxial.

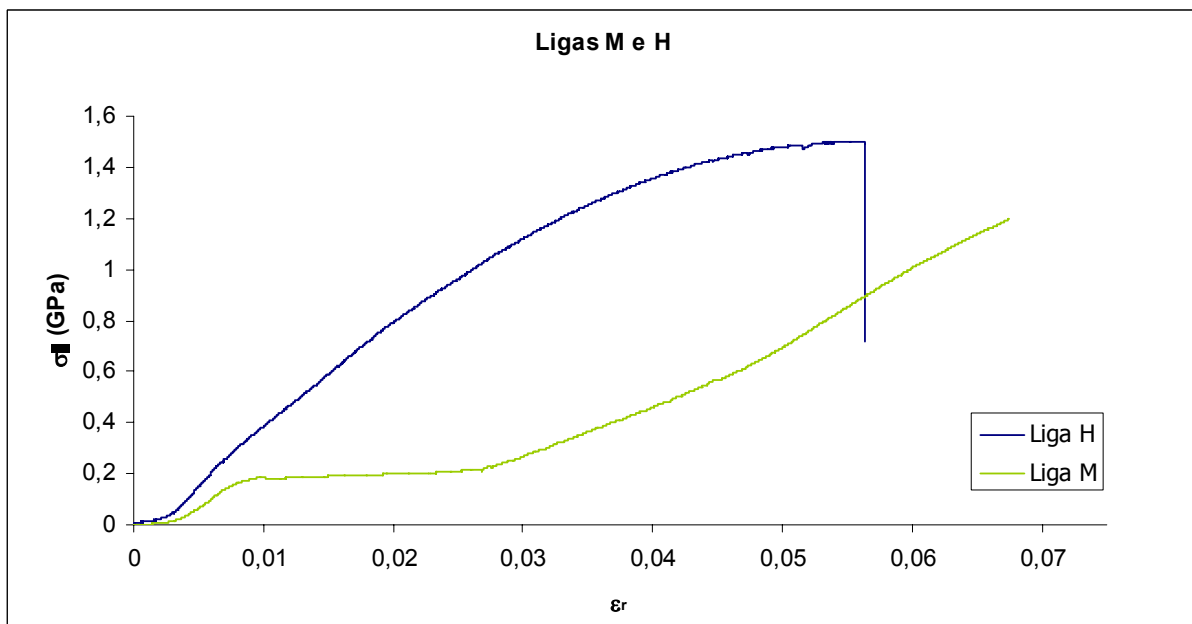


Gráfico 12 – Ensaio de tracção da liga M e da liga H.

3.3. Resina epoxy (amostra 3)

Esta amostra foi testada no DSC e no dispositivo de flexão

Quanto ao ensaio de DSC, a resina epoxy, com uma massa de 39,0 mg, foi testada a uma velocidade de 3^o/min.

De seguida apresentam-se os gráficos obtidos, com particular atenção ao gráfico mais detalhado onde se pode identificar a temperatura de pós-cura (T_{pc}).

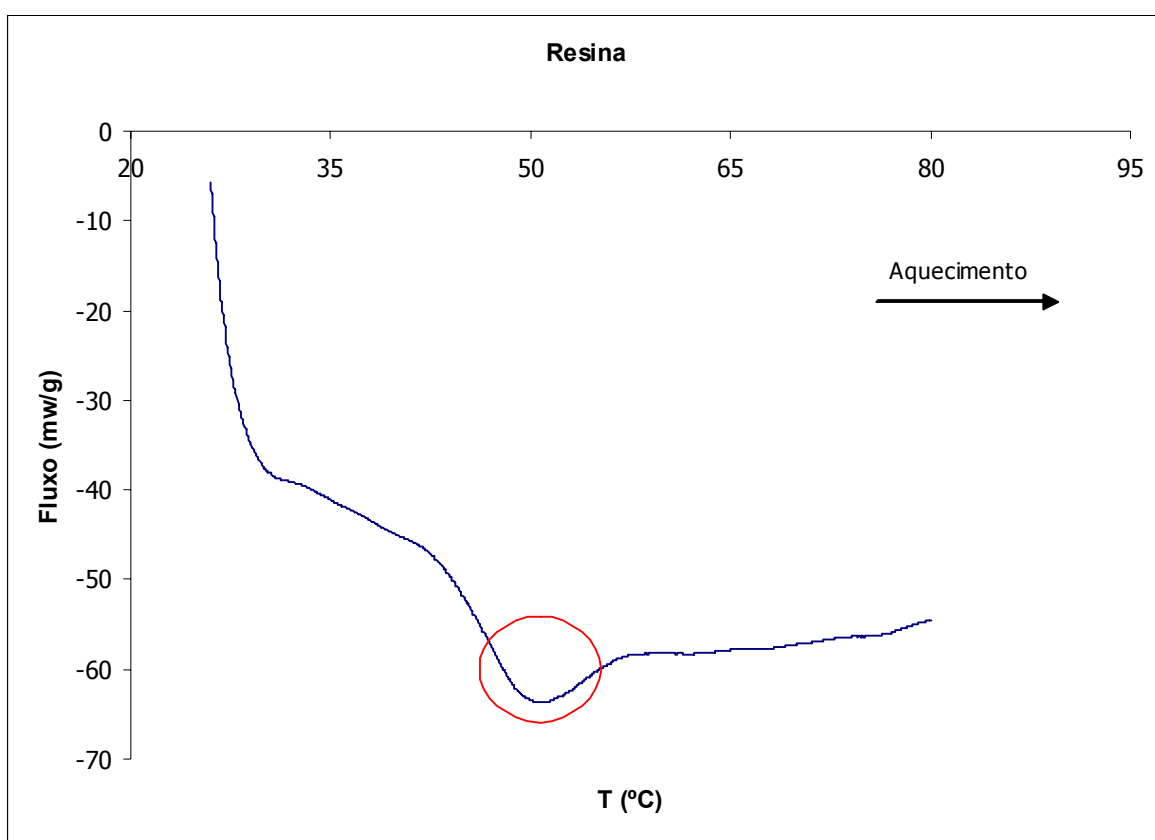


Gráfico 13 – Ensaio de DSC da resina epoxy.

Após se introduzir a linha base e ampliar a zona em questão, usando o software Origin, foi possível determinar a temperatura de pós-cura.

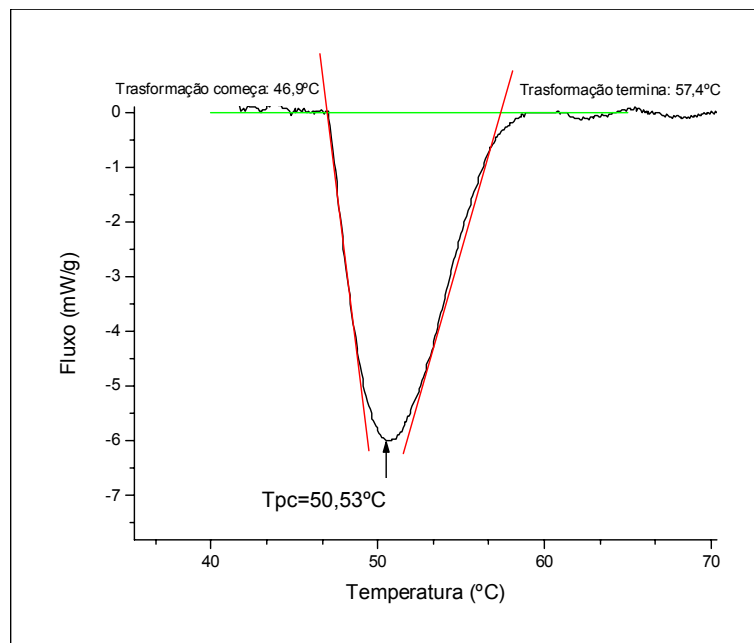


Gráfico 14 – Ampliação da zona assinalada.

	T_{pc}
Resina epoxy	50,5°C

Como resultado do ensaio de tracção, temos uma tensão de ruptura de 1,37 kPa.

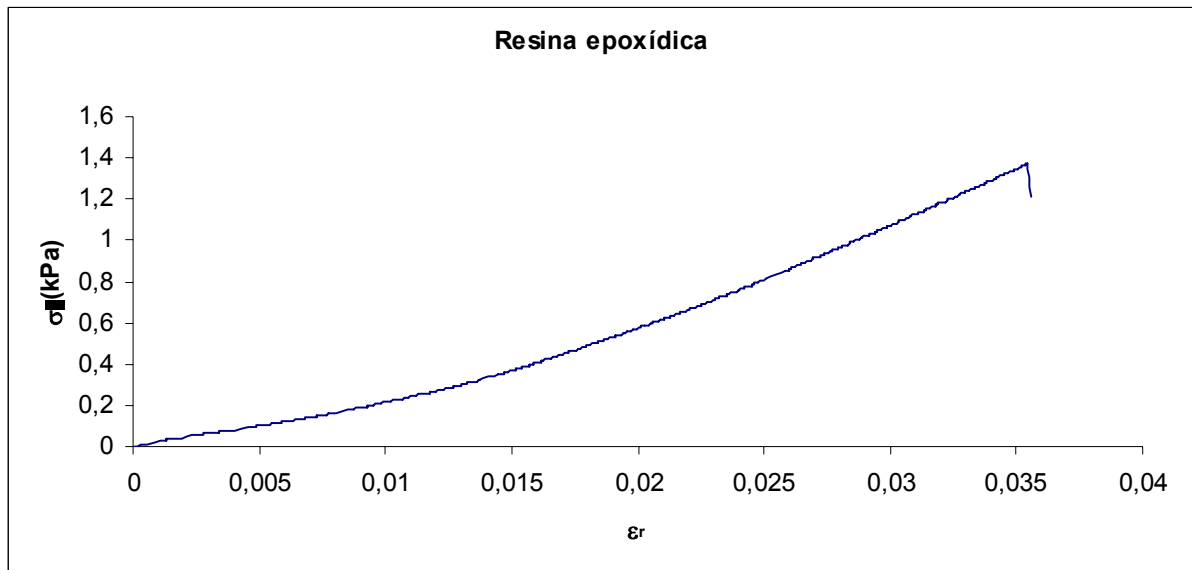


Gráfico 15 – Ensaio de tracção da resina epoxy.

Quanto ao ensaio de flexão, este foi realizado num provete com 60x30x10 mm. A fractura ocorreu a 2,075 kN o que corresponde um deslocamento de 3,4 mm.

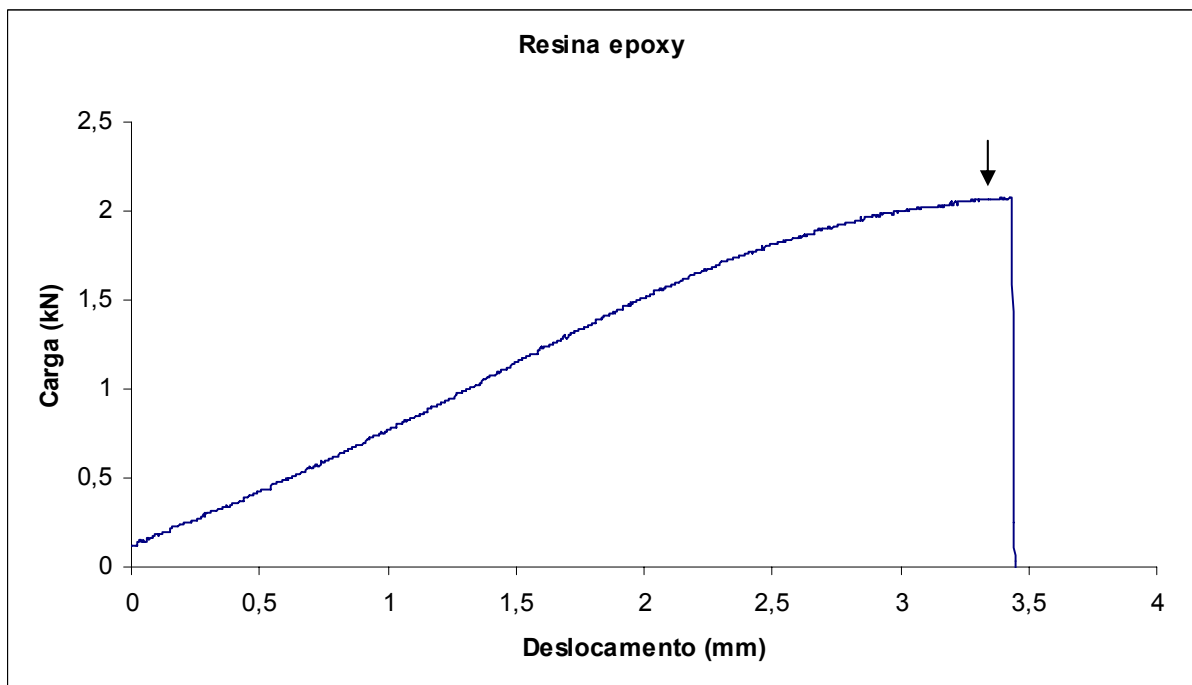


Gráfico 16 – Ensaio de flexão da resina epoxy.

3.4. Cola epoxídica (amostra 4)

Este polímero foi igualmente testado no aparelho de DSC e no dispositivo de flexão. No DSC, a cola epoxídica (Araldite) com uma massa de 66,2 mg foi testada com uma velocidade de 3°/min. De seguida apresenta-se o gráfico obtido.

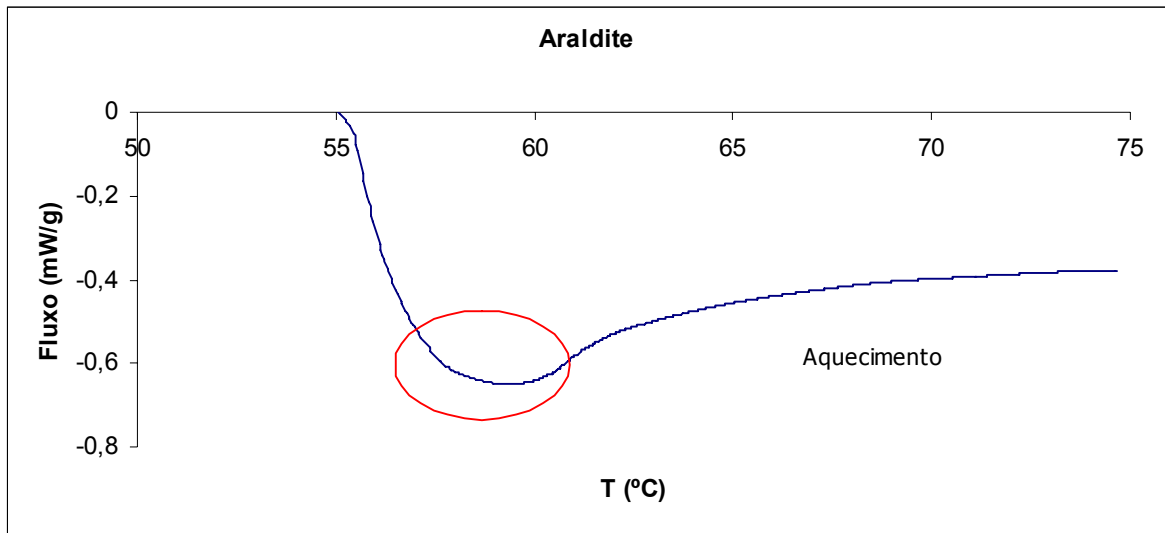


Gráfico 17 – DSC da cola epoxídica.

Vamos agora ver em mais detalhe a área assinalada a vermelho no gráfico 17.

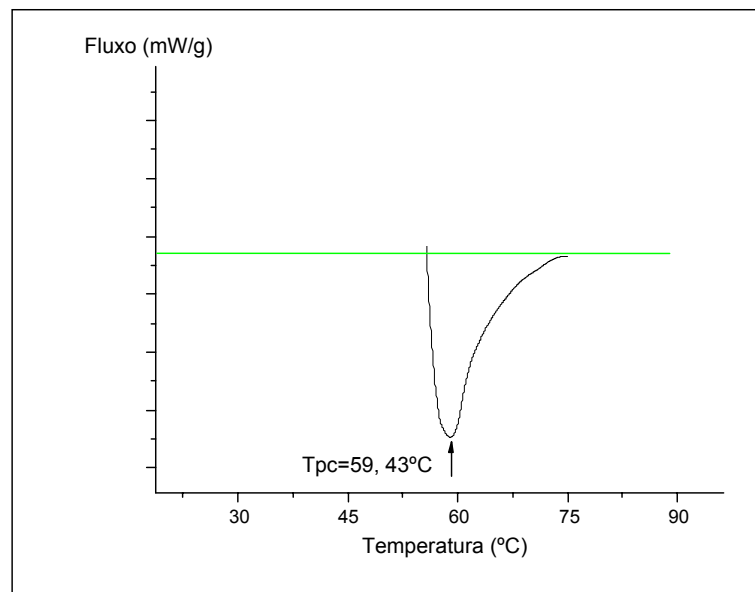


Gráfico 18 – Detalhe do DSC da cola epoxídica.

Assim a temperatura de pós-cura é:

	T_{pc}
Cola epoxídica	59,4°C

Pelo gráfico 19, podemos verificar que a tensão de ruptura é de 76 kPa.

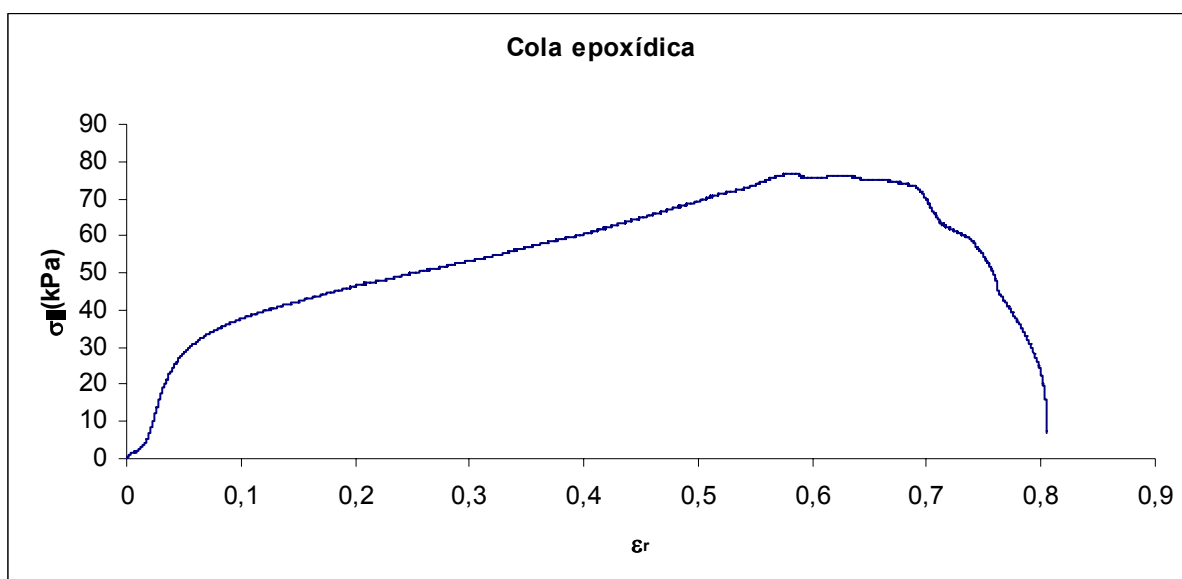


Gráfico 19 – Ensaio de tracção da cola epoxídica.

O ensaio de flexão foi realizado num provete com 60x30x1 mm. Assim ficou patente a elasticidade, não fracturando até a uma carga de 1,9 kN como se pode observar no gráfico 20. Também ficou demonstrado que após uma carga desta natureza o provete não recuperou para o seu estado inicial, comprovando alguma plasticidade.

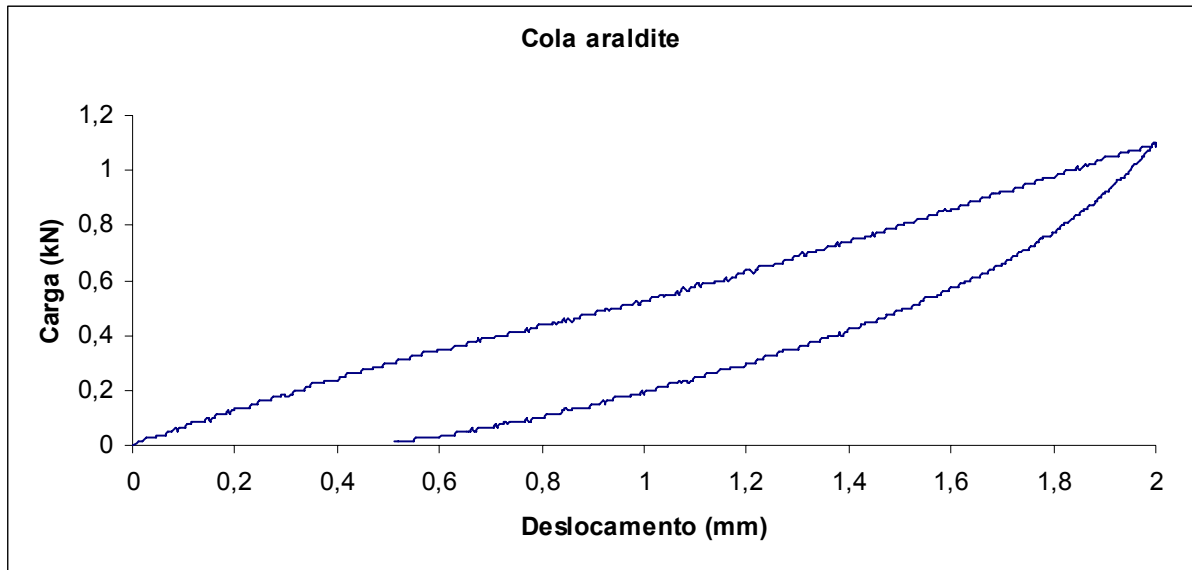


Gráfico 20 – Ensaio de flexão da cola epoxídica.

3.5. Liga M de NiTinol, laminada (amostra 5)

A amostra 5 foi testada no DSC e os resultados estão patentes no gráfico 21.

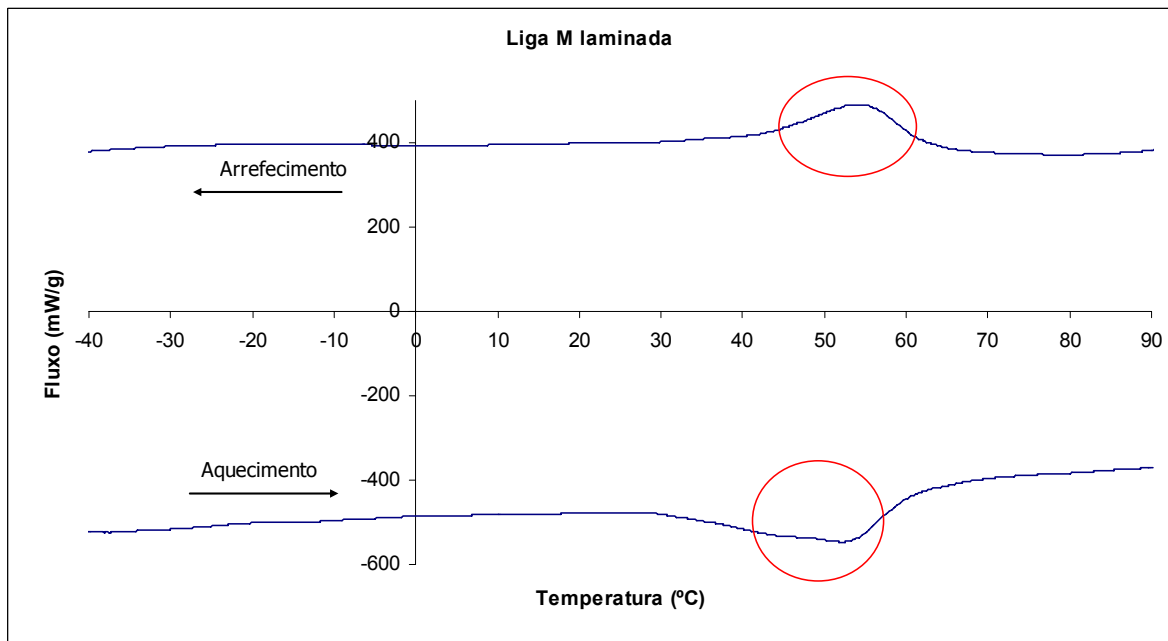


Gráfico 21 – Ensaio de DSC da liga M depois de laminada.

Agora em maior detalhe as zonas assinaladas a vermelho.

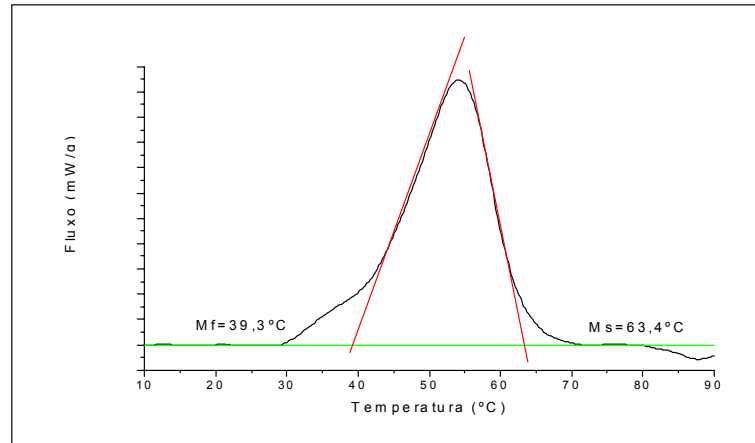


Gráfico 22 – Transformação martensítica.

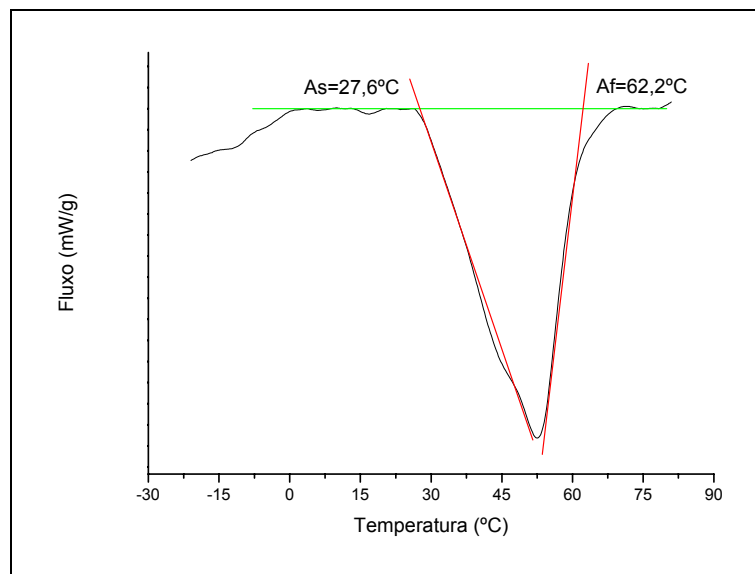


Gráfico 23 – Pico correspondente à transformação austenítica.

Estes são os valores das temperaturas de transformação, obtidos dos gráficos anteriores.

	As	Af	Ms	Mf
Liga M laminada	27,6°C	62,2°C	63,4°C	39,3°C

3.6. Liga M de NiTiInol, laminada e recozida (amostra 6)

Esta amostra, foi laminada a frio, sofreu um recozimento durante 30 minutos a 400°C e tem uma massa, depois do *etching*, de 55,6 mg. Depois de analisada no DSC, foi possível traçar o gráfico 24.

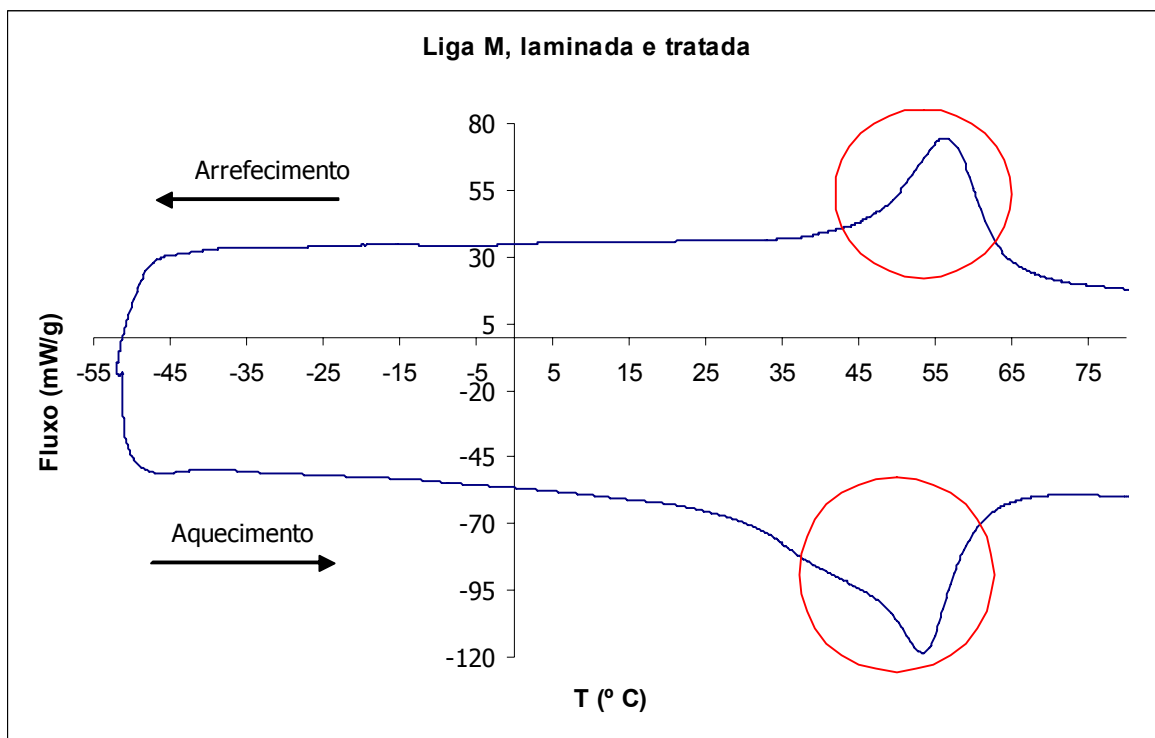


Gráfico 24 – DSC da liga M de NiTiInol, depois de ter sido laminada e recozida.

Vamos observar em mais detalhes as zonas de transformação assinaladas a vermelho no gráfico anterior.

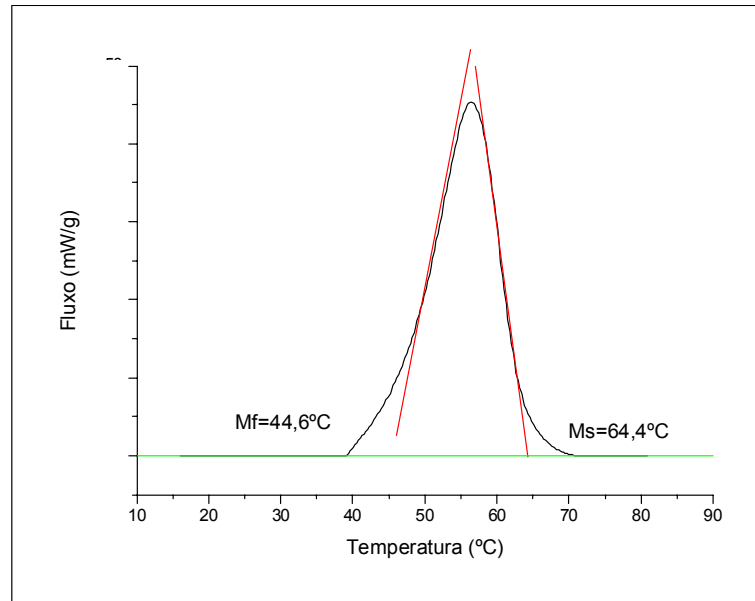


Gráfico 25 – Detalhe das transformações da fase martensítica.

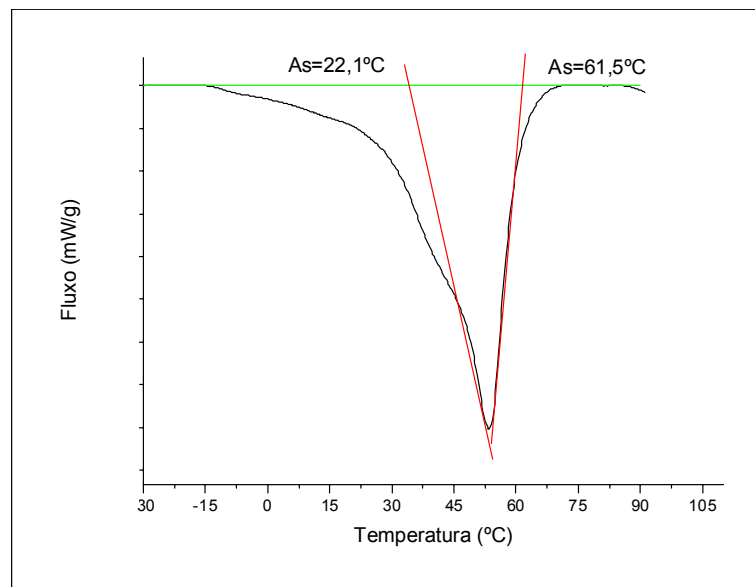


Gráfico 26 – Detalhe da transformação austenítica.

Com base nos gráficos anteriores podemos identificar as temperaturas de transformação:

	As	Af	Ms	Mf
Liga M laminada e recozida	22,1°C	61,5°C	64,3°C	44,6°C

3.7. Resina epoxy e liga de cobre (amostras 7)

A produção da amostra 7 não teve sucesso, pois durante o processo de cura da matriz, a retracção volúmica (inerente ao processo) deixou as fibras expostas. Esta amostra não foi ensaiada. Podemos no entanto tirar alguns resultados positivos, nomeadamente o bom alinhamento das fibras.

3.8. Resina epoxy e liga de cobre (amostras 8)

Nesta amostra 8 houve o cuidado, baseado na experiencia anterior, em vaziar mais resina. Após o processo de cura e uma observação cuidada, o compósito apresenta as dimensões adequadas. Esta amostra ostentava um bom alinhamento das fibras, um acabamento superficial aceitável e não tinha bolhas de ar no seu interior.

Este compósito foi utilizado para averiguar o estado das interfaces (matriz/reforço), para tal foram realizados ensaios de *Pull out*, de acordo com os procedimentos atrás referidos. De seguida apresenta-se o resultado dos ensaios realizados onde se pode observar a carga que levou à ruptura da interface. A tensão tangencial é 144kPa para um alongamento ligeiramente superior a 0,075.

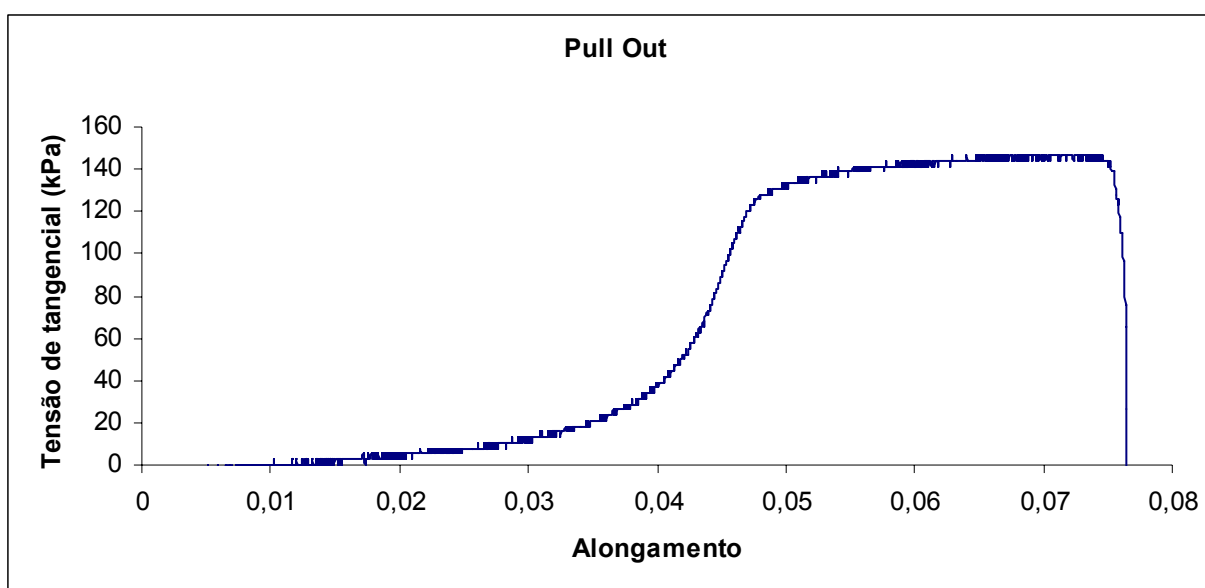


Gráfico 27 – Ensaio de *Pull out* da amostra 8.

3.9. Resina epoxy e liga H (amostra 9)

Este foi o primeiro compósito reforçado com liga de memória de forma a ser produzido. Possui uma boa transparência, um bom alinhamento das fibras, um acabamento superficial aceitável, apresenta algumas bolhas (resultantes do processo de vazamento) na superfície, que não levantam grandes questões em termos de propriedades mecânicas.

Este provete foi ensaiado à flexão de modo a compreendermos se depois de deformado, os reforços teriam a capacidade de levar o provete à sua forma inicial. Tal não se verificou. As fibras de NiTiinol foram activadas por efeito de Joule, mas não houve uma recuperação da forma inicial do compósito.

No gráfico seguinte podemos observar a sobreposição de dois ensaios de DSC, dos dois materiais envolvidos. Este gráfico permite perceber o intervalo de temperaturas de funcionamento do compósito. Sendo o limite de funcionamento a linha a tracejado, podemos influir que antes do reforço mudar de fase a interface do compósito começa a degradar-se.

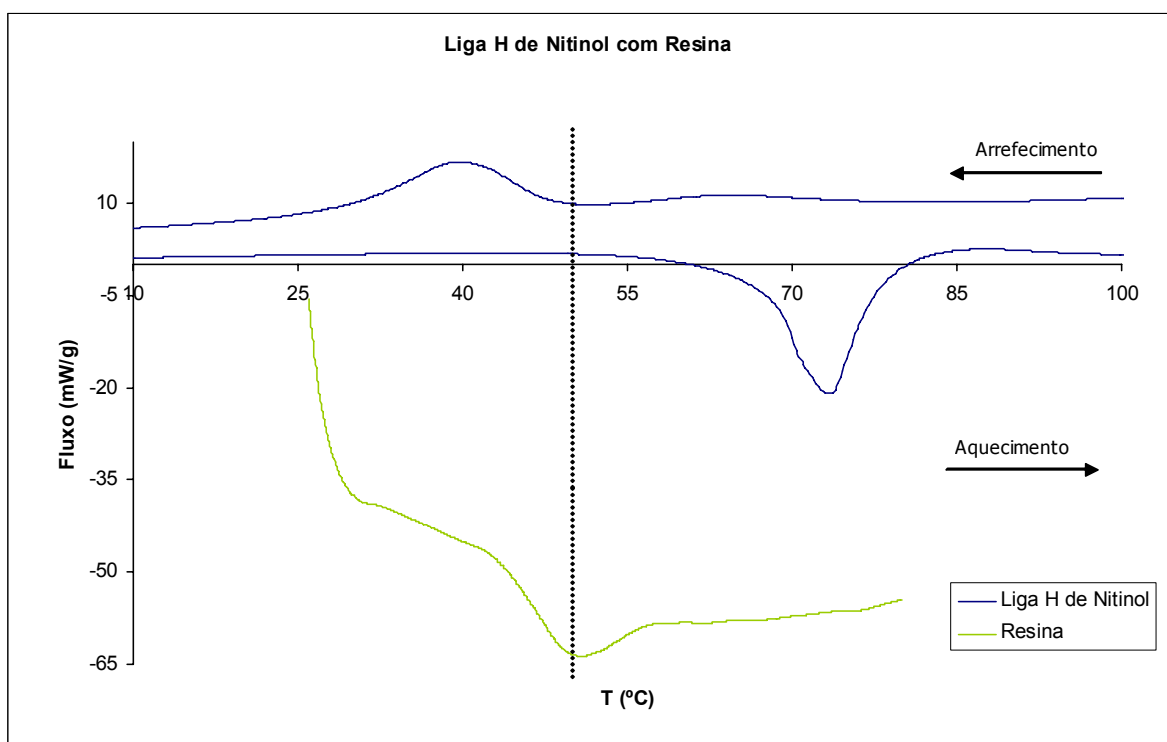


Gráfico 28 – À esquerda da linha tracejada encontra-se a região de trabalho do compósito.

De seguida encontra-se a representação gráfica do ensaio de flexão realizado, onde se pode verificar que a cedência da matriz do compósito ocorreu a 1,8 kN correspondendo um deslocamento de 6,8 mm.

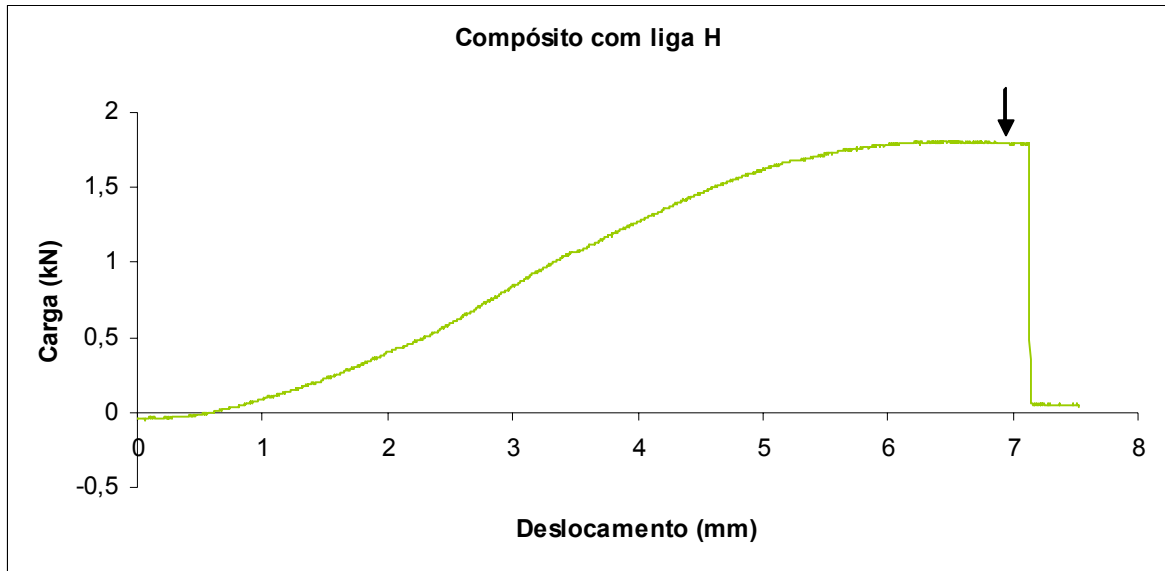


Gráfico 29 – Ensaio de flexão da amostra 9.

Usando o gráfico anterior e sobrepondo o ensaio que foi realizado à resina podemos verificar algumas diferenças da resina para o compósito, nomeadamente a quase duplicação do deslocamento atingido antes da ruptura.

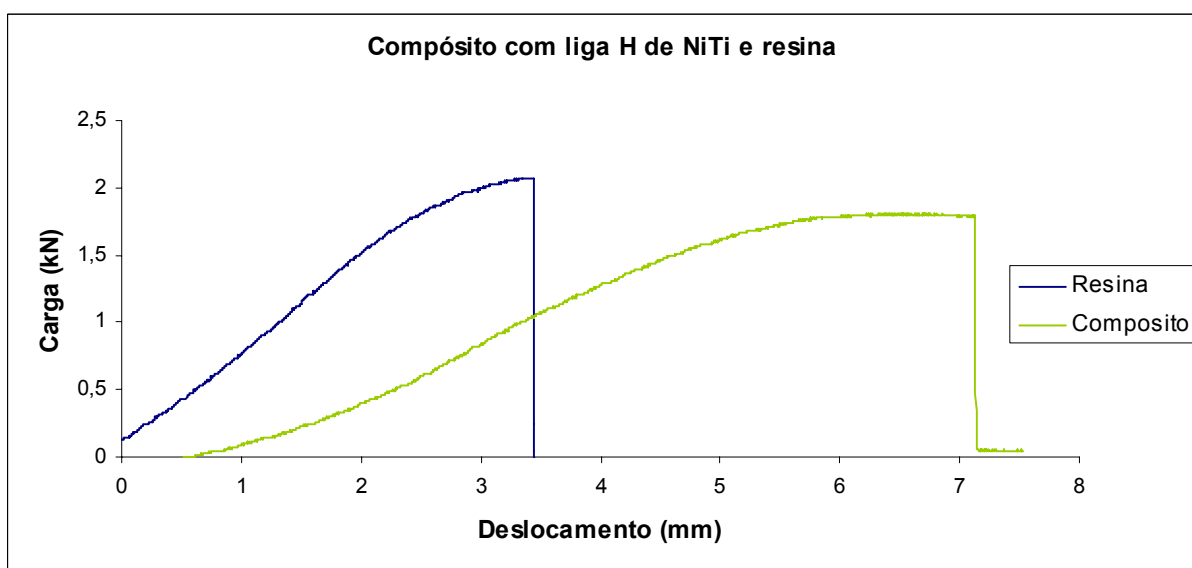


Gráfico 30 – Comparação dos ensaios de flexão.

3.10. Resina epoxy e liga H (amostra 10)

Esta amostra foi utilizada para caracterizar a resistência da interface resina com a liga H, através de um ensaio de *Pull out*.

Perante os dados representados no gráfico seguinte, podemos verificar que a interface tolera uma tensão tangencial de 160kPa para um alongamento de cerca de 0,03.

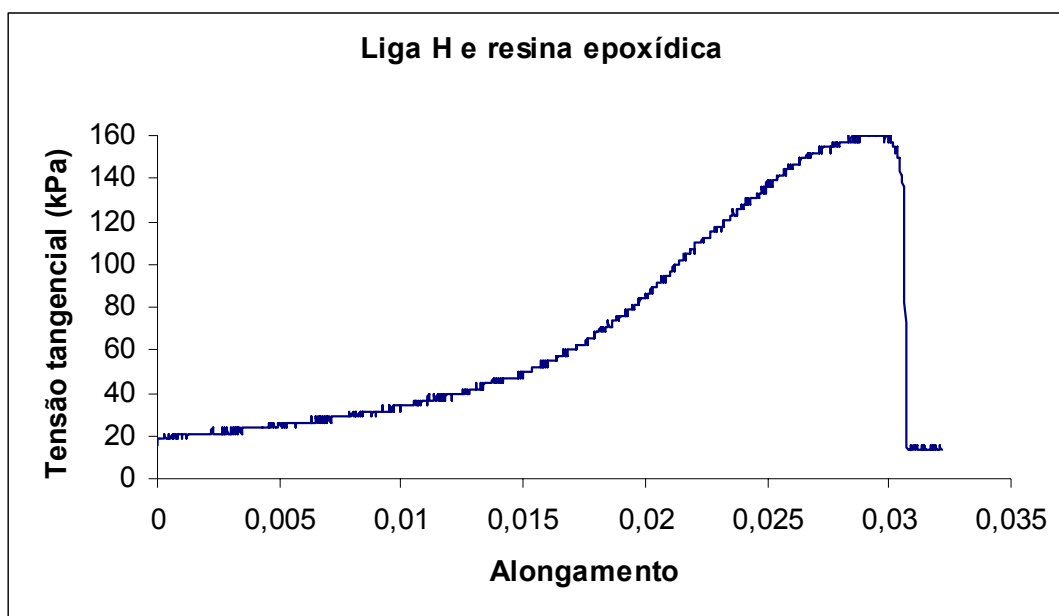


Gráfico 31 – Ensaio de *Pull Out* da amostra 10.

3.11. Resina epoxy e liga de cobre (amostra 11)

Este provete foi produzido com o molde de aço fabricado numa empresa de metalurgia de precisão. Este molde polivalente serviu para produzir um compósito de fibras bem alinhadas, com uma boa transparência e as dimensões previstas. Possui um bom acabamento superficial e as bolhas estão ausentes em todo o provete.

O provete foi utilizado para testar o processo de produção, nomeadamente o molde e o mecanismo de pré-tensão, não sendo submetido a nenhum ensaio, foi uma demonstração das capacidades da técnica desenvolvida.

3.12. Resina epoxy e liga M (amostra 12)

Este provete, tal como o anterior, foi igualmente produzido a partir do molde de aço. O resultado foi um provete com uma camada de fibras bem alinhadas, numa matriz isenta de bolhas e com boa transparência, demonstrando também que poderá colocar um maior número de reforços na matriz, pois o processo está bem controlado.

A amostra 12 e 13 são o resultado de um corte do provete em duas partes, e mais tarde maquinado até à dimensão desejada. Assim a amostra 12 é um compósito de duas fibras, de liga M, alinhadas com 6 mm de espessura, por 16 mm de largura e 60 mm de comprimento.

Foi testado o funcionamento deste compósito, após flexão de 10°. O aumento de temperatura foi provocado por efeito de Joule e a recuperação do compósito foi medida por um apalpador. Os resultados não foram os mais encorajadores, pois mesmo aumentando a tensão não se verificou qualquer oscilação no provete.

Tensão (V)	Tempo de resposta (s)	Recuperação (mm)
1,5	N	0
3	N	0
4,5	N	0
6	N	0
7,5	N	0
9	N	0
12	N	0

Tabela 10 – Resultados por efeito de Joule após flexão de 10°.

Usando outros mecanismos de aquecimento como ar e água quente, este compósito apresentava uma prestação idêntica, tal como podemos observar na tabela seguinte.

Fonte de calor	Tempo de resposta (s)	Recuperação (mm)
Água	N	0
Secador de 1900W	N	0

Tabela 11 – Resultados após flexão de 10°.

3.13. Resina epoxy e liga M (amostra 13)

No seguimento dos resultados obtidos com a amostra 12, e usando o mesmo procedimento, maquinou-se a amostra 13, para reduzir a espessura do compósito. Esta amostra possui uma geometria idêntica à anterior mas com uma espessura de apenas 2 mm.

A amostra foi posta em funcionamento por efeito de Joule, com uma flexão de 10°, e os resultados, visíveis na tabela 12, são iguais aos da amostra 12.

Tensão (V)	Tempo de resposta (s)	Recuperação (mm)
1,5	N	0
3	N	0
4,5	N	0
6	N	0
7,5	N	0
9	N	0
12	N	0

Tabela 12 – Resultados por efeito de Joule após flexão de 10°.

No entanto, os outros mecanismos de aquecimento, o ar e água quente, apresentam resultados mais satisfatórios, que passamos a apresentar.

Fonte de calor	Tempo de resposta (s)	Recuperação (mm)
Água	9	10
Secador de 1900W	17	10

Tabela 13 – Resultados após flexão de 10°.

3.14. Cola epoxídica e liga de cobre (amostra 14)

No seguimento da linha de trabalho que vinha a ser desenvolvido foi efectuado um esforço para reduzir a espessura e aumentar a flexibilidade das amostras. Assim foi alterado o material da matriz passando a usar-se uma cola epoxídica.

Seguindo o procedimento atrás mencionado foi possível produzir um compósito extremamente fino e translúcido. Nesta amostra as fibras não ficaram alinhadas de acordo com o esperado, sendo-lhe atribuído o título de não conforme, como tal não é submetida a ensaios de caracterização.

3.15. Cola epoxídica e liga M (amostra 15)

Desta vez foi usada a liga M, com memória de forma, produzindo-se assim um compósito inteligente com apenas 1 mm de espessura. No entanto, o desalinhamento das fibras manteve-se, não sendo considerada esta amostra para caracterização. Podemos salientar que em ambas as amostras o acabamento superficial é extremamente bom. Não apresentando porosidades, fissuras ou quaisquer outros danos.

3.16. Cola epoxídica e liga M (amostra 16)

Nesta amostra já se obtiveram resultados satisfatórios, relativamente ao alinhamento dos reforços. E foram mantidas também as características favoráveis, mencionadas anteriormente. Foram realizados testes de funcionamento. A recuperação ocorreu quando lhe foi fornecido calor, por ar quente ou água quente.

Fonte de calor	Tempo de resposta (s)	Recuperação (mm)
Água	7	20
Secador de 1900W	15	20

Tabela 14 – Resultados após flexão de 30°.

Quanto à ligação eléctrica para usar o efeito de Joule, continua a ser ineficaz.

Tensão (V)	Tempo de resposta (s)	Recuperação (mm)
1,5	N	0
3	N	0
4,5	N	0
6	N	0
7,5	N	0
9	N	0
12	N	0

Tabela 15 – Resultados por efeito de Joule após flexão de 30°.

No gráfico de DSC que se segue, é perceptível a viabilidade da utilização desta matriz com este reforço, pois a transformação de martensite para austenite ocorre antes da interface se alterar.

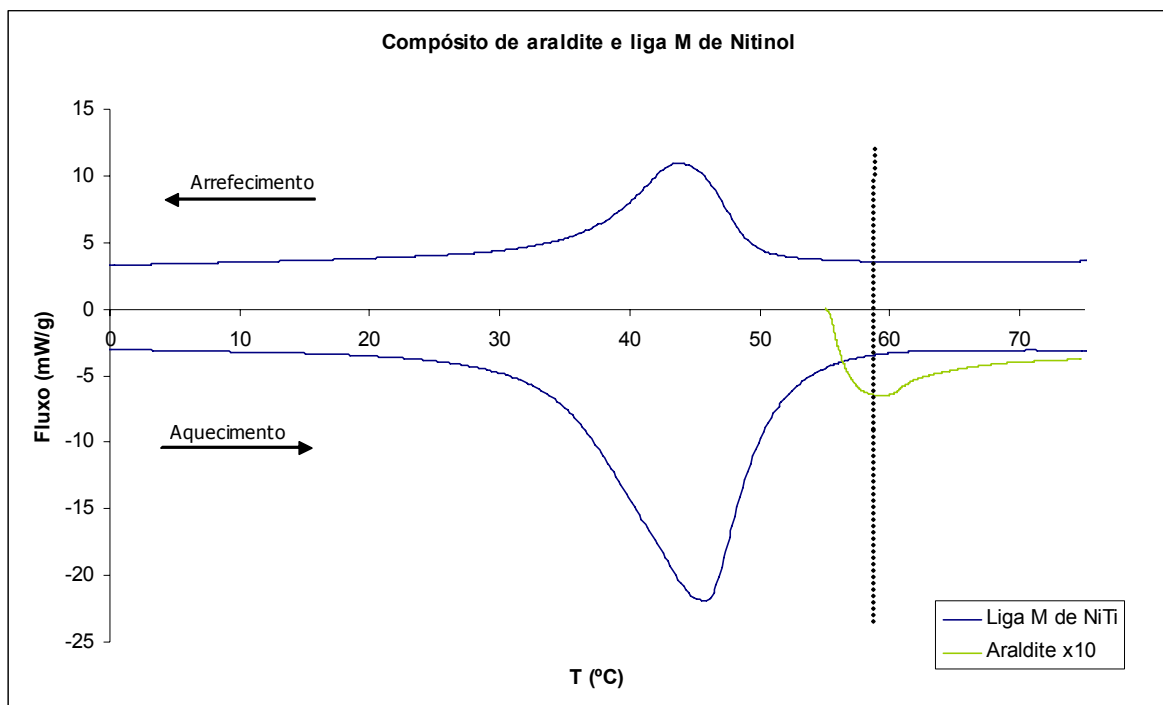


Gráfico 32 – Intervalo de temperatura de funcionamento, à esquerda da linha tracejada.

3.17. Cola epoxídica e liga M de NiTiInol, laminada (amostra 17)

Com o intuito de reduzir ainda mais a espessura decidiu-se laminar a liga M, obtendo-se uma fita de com 0,04 mm de espessura. Com esta nova espessura foi possível produzir provetes com o aspecto de lâminas. Esta amostra apresentava alguns defeitos na sua estrutura, nomeadamente fissuras na matriz, na direcção das fibras. No entanto o alinhamento e a rugosidade da superfície eram de boa qualidade. Mas pelos defeitos existentes não pode ser usada para caracterização, sendo dada como não conforme.

3.18. Cola epoxídica e liga M de NiTiInol, laminada (amostra 18)

Esta amostra tem características idênticas às da amostra 17, mas com as fibras intactas, bem como toda a matriz. Através dos ensaios que se seguiram foi possível verificar que esta liga após laminagem se torna superelástica.

Este provete foi usado num ensaio de tracção, sendo possível determinar que a tensão necessária para fracturar a matriz é de 185 MPa com um alongamento de 0,06. Esta informação está patente no gráfico 33.

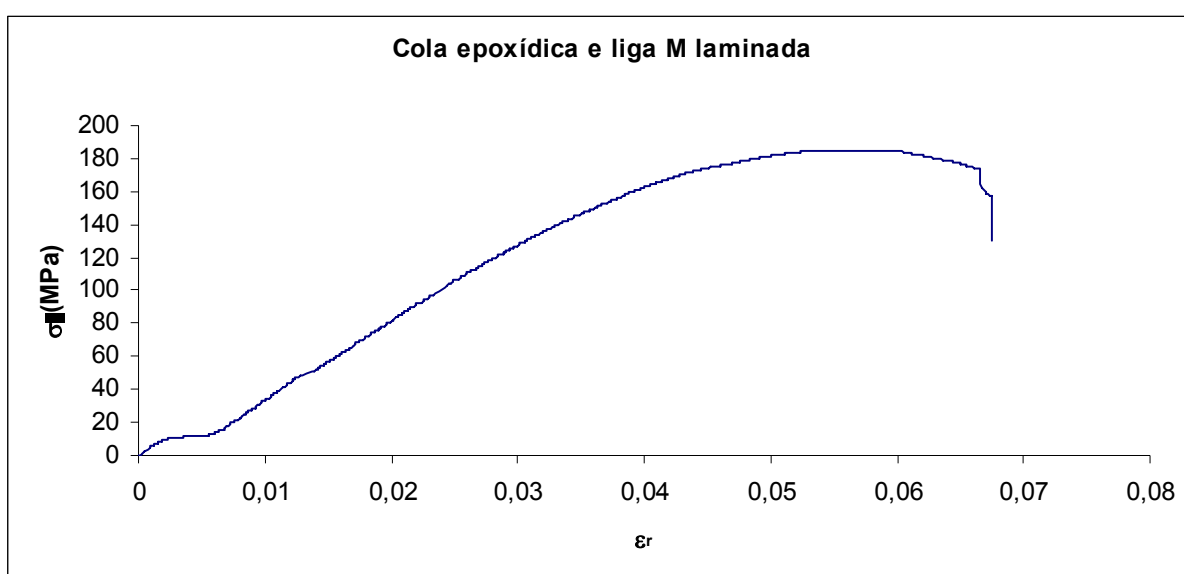


Gráfico 33 – Ensaio de tracção da amostra 18.

De seguida apresentam-se os resultados do ensaio de flexão da amostra 18.

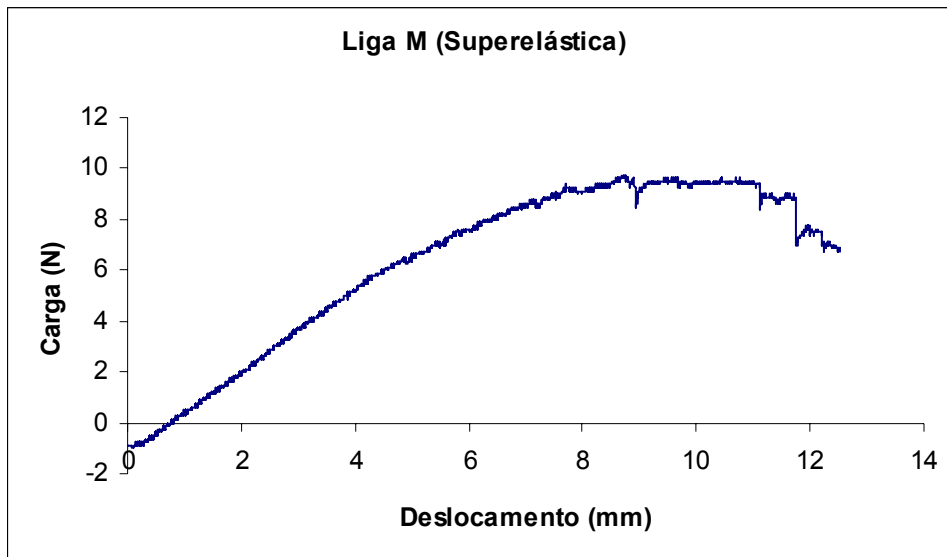


Gráfico 34 – Ensaio de flexão da amostra 18.

Podemos observar que o compósito atinge os 9,5 N e um deslocamento de aproximadamente 10 mm sem fracturar e/ou sem qualquer dano superficial na matriz.

O ensaio termina quando as extremidades do provete passam o suporte, devido à elevada flexão provocada, tal como se pode verificar na figura seguinte.



Fig. 48– Esquema de montagem da amostra em elevada flexão.

3.19. Cola epoxídica e liga M de NiTiInol, laminada e recozida (amostra 19)

Esta amostra era constituída por reforços de NiTiInol da liga M. A diferença relativamente à amostra 18 está no recozimento que estes reforços foram alvo. Assim, o efeito de memória de forma foi restabelecido.

No entanto, esta amostra tinha alguns problemas estruturais resultantes da desmoldagem, durante a qual parte da matriz se partiu, não tendo por isso sido submetida a nenhum ensaio. Apesar disso, podemos verificar que as fibras possuíam um bom alinhamento.

3.20. Cola epoxídica e liga M de NiTiInol, laminada e recozida (amostra 20)

Esta é uma amostra com as características idealizadas para estes compósitos inteligentes: fibras alinhadas, matriz sem danos ou bolhas de ar, efeito de memória de forma e uma espessura muito reduzida.

Este compósito foi ensaiado à tracção e a tensão de ruptura é de 177 MPa com um alongamento de 0,18. O resultado está representado no gráfico 35.

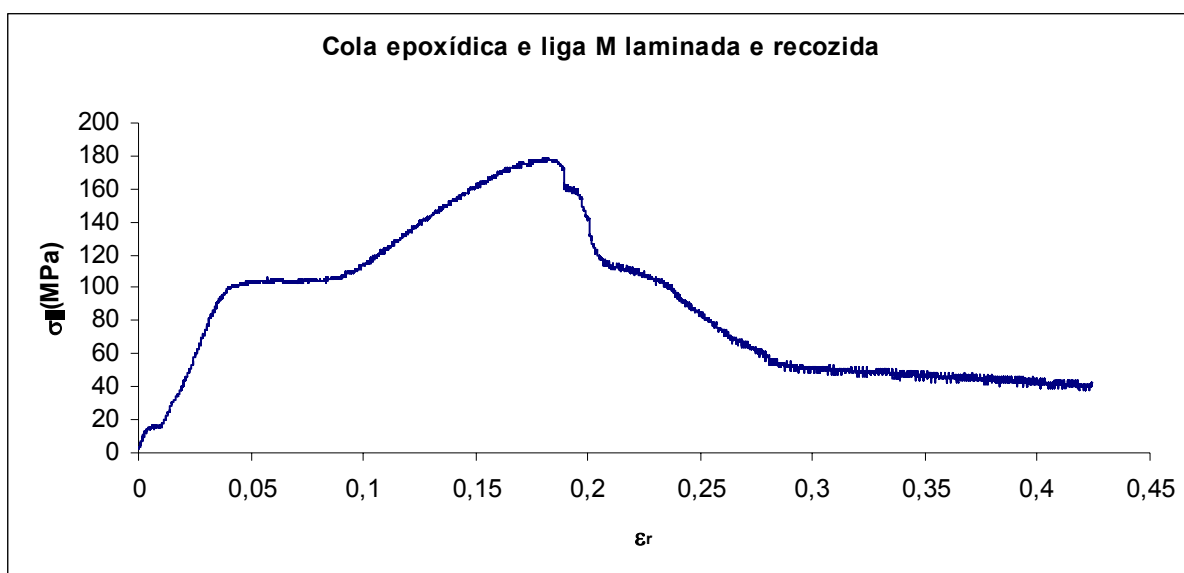


Gráfico 35 – Ensaio de tracção da amostra 20.

3.21. Cola epoxídica e liga M de NiTinol, laminada e recozida (amostra 21)

Esta amostra foi produzida para ser possível efectuar testes à sua flexibilidade. No gráfico 36, apresentam-se os resultados do ensaio de flexão, onde se pode verificar que a amostra não atingiu a fractura, passando os 8,25 N. O ensaio foi dado como terminado quando as extremidades da amostra passaram os apoios, pois a flexão já era demasiado elevada, tal como havia acontecido numa amostra anterior.

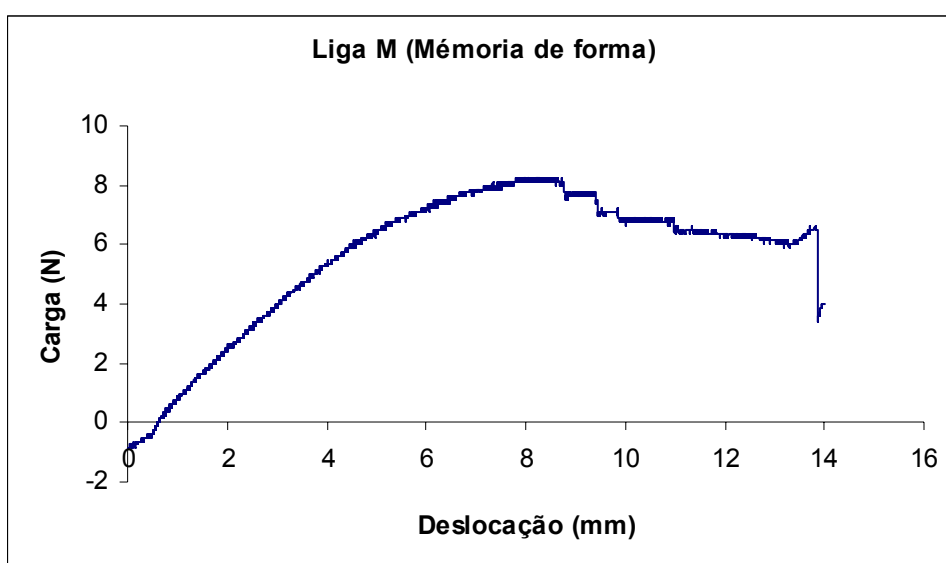


Gráfico 36 – Ensaio de flexão da amostra 21.

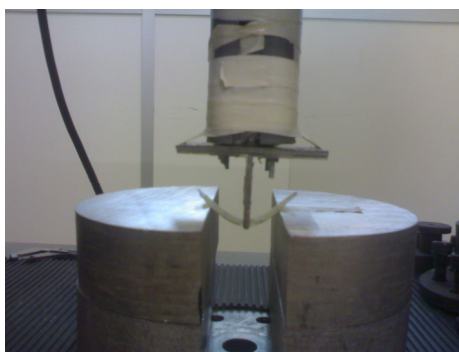


Fig. 49– Montagem para flectir a amostra 21.

Este compósito, após uma flexão significativa (como se pode observar na figura 56), consegue recuperar a sua forma inicial.

A recuperação ocorreu quando lhe foi fornecido calor, por ar quente ou água quente.

Fonte de calor	Tempo de resposta (s)	Recuperação (mm)
Água	3	20
Secador de 1900W	9	20

Tabela 16 – Resultados após flexão de 30°.

Quanto à ligação eléctrica para produzir o efeito de Joule, continua a ser ineficaz.

Tensão (V)	Tempo de resposta (s)	Recuperação (mm)
1,5	N	0
3	N	0
4,5	N	0
6	N	0
7,5	N	0
9	N	0
12	N	0

Tabela 17 – Resultados por efeito de Joule após flexão de 30°.

No gráfico seguinte, que é resultante de uma sobreposição de dois ensaios de DSC, podemos constatar que o reforço é adequado à matriz e que este dispositivo tem condições para funcionar até à temperatura representada pela linha tracejada.

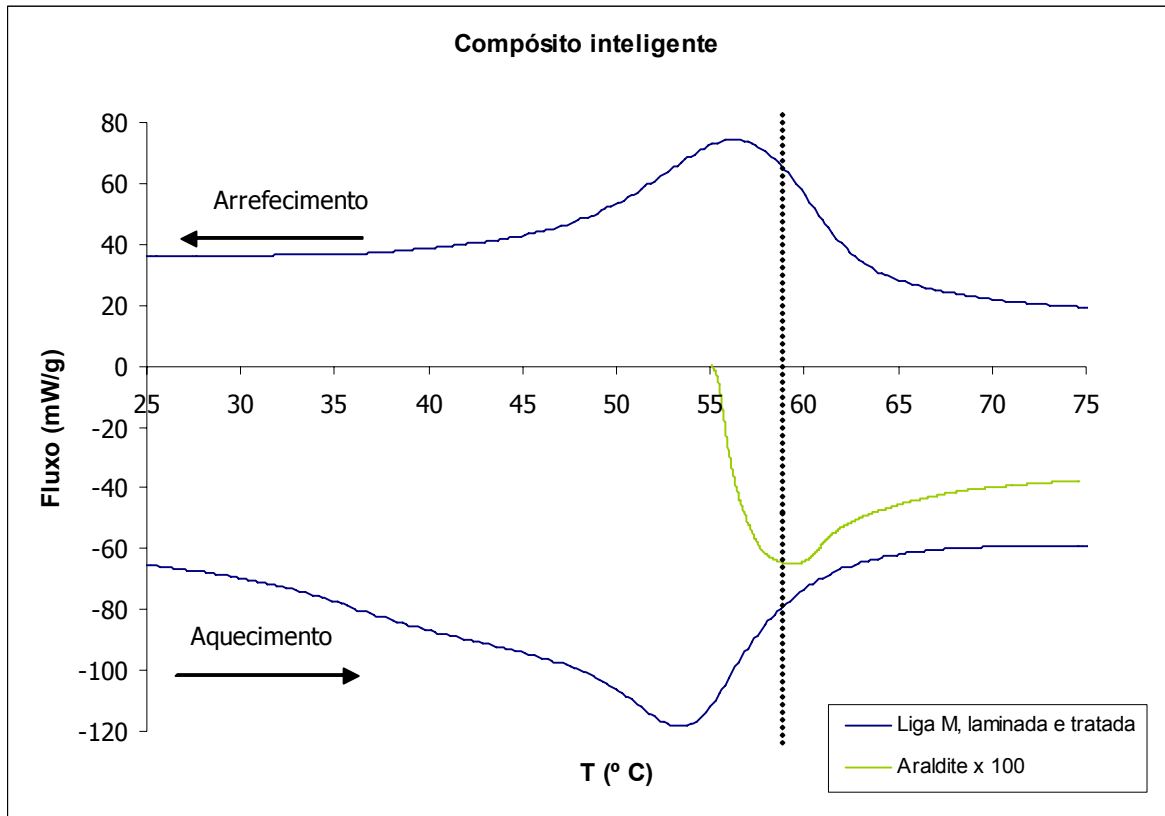


Gráfico 37 – A zona à esquerda do tracejado é a região de trabalho do compósito.

Com base na fundamentação teórica, nomeadamente quando abordamos a condição de isodeformação, determinámos o módulo de Young deste compósito. Para tal utilizámos os valores obtidos dos ensaios de tracção do reforço e da matriz. Usando a regra das misturas temos que:

$$E_c = E_m V_m + E_f V_f$$

Quanto aos volumes em questão:

$$v_c = 1 \times 25 \times 50 = 1250 \text{ mm}^3$$

$$v_f = 0,04 \times 1 \times 50 = 2 \text{ mm}^3$$

$$v_m = 1250 - 2 = 1248 \text{ mm}^3$$

Assim as fracções volúmicas são:

$$V_f = \frac{v_f}{v_c} = \frac{2}{1250} = 0,0016 \quad \text{e} \quad V_m = \frac{v_m}{v_c} = \frac{1248}{1250} = 0,9984$$

Os módulos de Young dos reforços e da matriz podem ser retirados dos respectivos gráficos de tracção. Fazendo uma regressão linear da zona elástica do ensaio, podemos determinar o seu módulo de elasticidade. No entanto estes valores possuem um erro inerente ao aparelho, pois também ele tem uma determinada constante de elasticidade que interfere nos resultados.

Assim sendo temos:

	Modulo de Young
Cola epoxídica	697,380 kPa \approx 0,6974 MPa
Liga M	21,238 GPa \approx 21238 MPa

Podemos chegar ao resultado:

$$E_c = (0,6974 \times 0,9984) + (21238 \times 0,0016) = 34,68 \text{ MPa} = 34,68 \times 10^{-3} \text{ GPa}$$

Quanto ao módulo de elasticidade transversal do compósito, temos:

$$E_c = \frac{E_f E_m}{E_f V_m + E_m V_f} = \frac{21238 \times 0,6974}{21238 \times 0,9984 + 0,6974 \times 0,0016} = 0,6985 \text{ MPa}$$

Resumindo, temos que:

Módulo de elasticidade transversal	Modulo de Young
0,6985 MPa	34,68 MPa


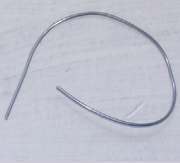
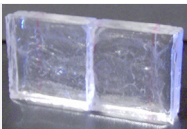

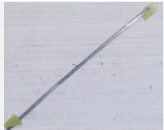




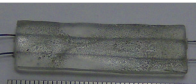
3.22. Compósito com uma camada de reforço de liga M, em matriz de polipropileno

Quanto ao processo descrito no ponto 2.12. não ocorreu a dissolução do PP em nenhum dos reagentes utilizados ficando o registo:

Solvente	Dissolução (em 2 ml a 25°C)
Benzeno	Negativo
Tolueno	Negativo
Ciclohexano	Negativo
N-Hexano	Negativo
Acetonitrilo	Negativo
Éter dietílico	Negativo
Tetracloro de carbono	Negativo
Tetrahidrofurano	Negativo
Bromobenzeno	Negativo
O-Xileno	Negativo

Tabela 18 – Resultados dos solventes de PP.

A tabela 19 apresenta os diversos provetes e os ensaios a que estes foram submetidos.

N.º	Provete	Fotografia	Conformidade	DSC	Tracção	Flexão	Pull Out	Outros
1	Liga H de NiTiInol		Conforme	S	S	N	N	N
2	Liga M de NiTiInol		Conforme	S	S	N	N	N
3	Resina epoxy		Conforme	S	S	S	N	N
4	Cola epoxídica		Conforme	S	S	S	N	N
5	Liga M de NiTiInol, laminada		Conforme	S	N	N	N	N
6	Liga M de NiTiInol, laminada e recozida		Conforme	S	N	N	N	N
7	Resina epoxy e liga de cobre		Não conforme	-	-	-	-	-
8	Resina epoxy e liga de cobre		Conforme	N	N	N	S	N
9	Resina epoxy e liga H de NiTiInol		Conforme	S	N	S	N	N
10	Resina epoxy e liga H de NiTiInol		Conforme	N	N	N	S	N

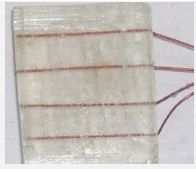



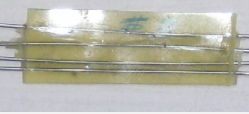

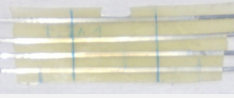
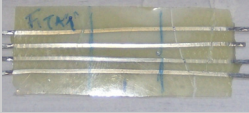
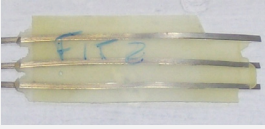
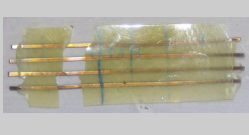

N.º	Provete	Foto	Conformidade	DSC	Tracção	Flexão	Pull Out	Outros
11	Resina epoxy e liga de cobre		Conforme	N	N	N	N	N
12	Resina epoxy e liga M de NiTiInol		Conforme	N	N	N	N	S
13	Resina epoxy e liga M de NiTiInol		Conforme	N	N	N	N	S
14	Cola epoxidica e liga de cobre		Não conforme	-	-	-	-	-
15	Cola epoxidica e liga M de NiTiInol		Não conforme	-	-	-	-	-
16	Cola epoxidica e liga M de NiTiInol		Conforme	S	N	N	N	S
17	Cola epoxidica e liga M de NiTiInol, laminada		Não conforme	-	-	-	-	-
18	Cola epoxidica e liga M de NiTiInol, laminada		Conforme	N	S	S	N	N
19	Cola epoxidica e liga M de NiTiInol, laminada e recozida		Não conforme	-	-	-	-	-
20	Cola epoxidica e liga M de NiTiInol, laminada e recozida		Conforme	N	S	N	N	S
21	Cola epoxidica e liga M de NiTiInol, laminada e recozida		Conforme	S	N	S	N	S

Tabela 19 – Identificação dos provetes e respectivos ensaios.

4. CONCLUSÕES

O princípio base deste trabalho: desenvolver um material com a capacidade de se adaptar, de se recuperar após uma alteração na sua forma original. A esta característica damos o nome de mimetismo, pois a introdução desta capacidade no material não é mais do que imitar, do que reproduzir o que a Natureza faz há milhões de anos.

A primeira, e talvez a mais importante: os compósitos inteligentes desenvolvidos funcionam e podem ser produzidos em laboratório através dos processos descritos.

Podemos evidenciar que as limitações mecânicas são, maioritariamente, devido à matriz polimérica. A matriz possui uma carga de ruptura inferior à do reforço, é mais frágil em questões de choque, é também menos flexível que a liga de memória de forma. No entanto, estamos perante um compósito bastante dúctil, tal como se percebe pelo ensaio de tracção da amostra 20, que tem uma curva típica de um material dúctil.

Como se trata de um compósito, as características do reforço, e da matriz, são quase como somadas. Não de uma forma literal mas, no conjunto, podemos obter determinadas características que estão apenas disponíveis no compósito e não nos seus elementos, como se evidencia no gráfico 30, em que o compósito quase que duplica a sua capacidade de flexão.

O compósito da amostra 9 não funcionou pois a temperatura da segunda cura (pós-cura) é inferior à temperatura do início de transformação austenítica, indo de encontro aos resultados apresentados por Y.J. Zhenga, e L.S. Cuia, J. Schrootenb [43]. Depois da análise do DSC, podemos verificar que para que um compósito inteligente funcione a transformação austenítica tem de ocorrer antes da interface se começar a degradar. No gráfico 28 podemos verificar este facto na amostra 9.

Utilizando um compósito cuja transformação austenítica ocorra a temperaturas mais baixas, permite que o compósito seja aplicado sem ocorrer degradação da interface. Donde se conclui que não é qualquer liga com memória de forma que pode ser usada como reforço de um compósito de matriz polimérica. A escolha primordial para este projecto foi a liga M com uma transformação austenítica que ocorre aos 32,8°C.

No gráfico 32 podemos verificar que o dispositivo poderá operar, no máximo, até aos 59°C, demonstrando a compatibilidade dos materiais usados.

Analisando os diversos resultados de DSC, verificou-se que após a laminagem e o recozimento, a liga M ficou com as temperaturas de transformação alteradas, sendo que todas elas aumentaram, excepto a temperatura de início de transformação martensítica que diminuiu.

Ao longo deste projecto foram desenvolvidos dois tipos de SMAs: um flexível, com uma espessura muito reduzida e um outro tipo, mais robusto, com dimensões e número de reforços superior. Consequentemente, há diferenças nas possíveis aplicações.

Provetes como o da amostra 20 ou 21 têm uma maior probabilidade de ser usados para situações em que a alteração da geometria, e a flexibilidade, possam ser uma vantagem ^[37]. Quanto a provetes como os da amostra 12 e 13, poderão ser mais úteis em situações mais estruturais, em que o reforço seja usado para levar uma matriz fracturada a uma forma perto da inicial. Isto poderá ser possível pois as interfaces entre a matriz e o reforço são bastante fortes.

Os compósitos com maior sucesso são os das amostras 20 e 21, onde se obteve:

- Espessura reduzida (1 mm);
- Flexibilidade elevada;
- Elevada tensão de ruptura (quando compararmos com o reforço ou a matriz de um modo independente);
- Bons acabamentos superficiais: ausência de porosidades e reduzidas rugosidades;
- Capacidade de recuperar a sua forma original, após ser deformado, em apenas 3 segundos, o que constitui a sua característica mais importante.

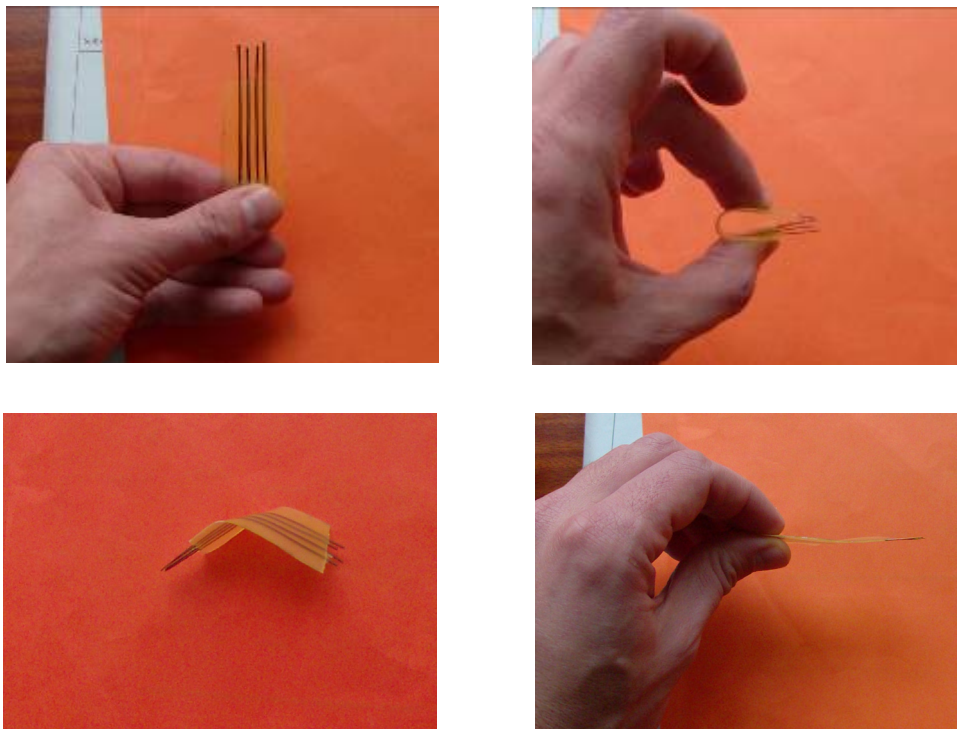


Fig. 50– Amostra 21, flexível, fina e com recuperação da forma.

Em relação às diversas amostras, e respectivos ensaios, elaborámos uma tabela resumo com os valores mais significativos, que passamos a apresentar.

N.º	Provete	As/T _{pc}		Tensão de ruptura	Flexão máxima	Tensão tangencial	Tempo de resposta
		(°C)					
1	Liga H de NiTiInol	66,6	N	1,5 GPa	N	N	N
2	Liga M de NiTiInol	32,8	N	>1,2 GPa	N	N	N
3	Resina epoxy	N	50,5	1,4 kPa	2,1 kN	N	N
4	Cola epoxídica	N	59,4	76 kPa	>1,9 kN	N	N
5	Liga M de NiTiInol, laminada	27,6	N	N	N	N	N
6	Liga M de NiTiInol, laminada e recozida	22,1	N	N	N	N	N
9	Resina epoxy e liga H de NiTiInol	66,6	50,5	N	1,8 kN	N	N
10	Resina epoxy e liga H de NiTiInol	66,6	50,5	N	N	160 kPa	N
13	Resina epoxy e liga M de NiTiInol	32,8	50,5	N	N	N	9 s
16	Cola epoxídica e liga M de NiTiInol	32,8	59,4	N	N	N	7 s
18	Cola epoxídica e liga M de NiTiInol, laminada	27,6	59,4	185 MPa	>9,5 N	N	N
20	Cola epoxídica e liga M de NiTiInol, laminada e recozida	22,1	59,4	177 MPa	N	N	N
21	Cola epoxídica e liga M de NiTiInol, laminada e recozida	22,1	59,4	N	>8,3 N	N	3 s

Tabela 20 – Resumo de alguns dos valores experimentais, N significa amostra não ensaiada.

O Futuro

Estes compósitos não são procurados pelas suas características mecânicas (elevadas tensões de cedências, por exemplo); para isso existem outros compósitos bem mais económicos. São procurados e desejados pela capacidade de alterarem a sua forma, tornando possível que, brevemente, uma asa de um avião possa recuperar, de pequenos impactos, em pleno voo.

Outra possibilidade de aplicação para compósitos, como o da amostra 21, é o universo das válvulas. Tal como, actualmente, algumas válvulas mecânicas são usadas em corações artificiais, estes compósitos poderão ser muito vantajosos na sua substituição, pois as suas espessuras e peso são, notavelmente, reduzidas.

No entanto, há algumas questões por resolver, nomeadamente, ligadas às perdas de corrente, que não permitem activar o compósito por efeito de Joule, pois abriria um conjunto de aplicações completamente novas. Uma solução possível para melhorar os contactos no NiTiNol poderá ser através de fio de cobre, de calibre reduzido, envolvendo-o em redor do NiTiNol. Podemos assim utilizar solda de estanho para fazer os contactos, pois se tentarmos colocar o estanho directamente no arame de NiTiNol, a solda não molha o arame. Uma outra solução possível poderá passar por contactos mecânicos, tipo crocodilos, em cada um dos reforços.

No futuro poder-se-á testar o fabrico de compósitos laminados, baseados na amostra 21. Este laminado poderá ser fabricado lâmina a lâmina e depois unidas com cola epoxídica, criando assim um laminado que terá características anisótropas, em função do desejado.

Numa próxima etapa do desenvolvimento destes compósitos é importante maximizar as suas potencialidades, sendo relevante desenvolver um estudo que nos dê as percentagens ideais de reforço, para uma determinada quantidade de matriz polimérica, onde estes valores vão sofrer oscilações, dependendo do polímero utilizado.

Um outro avanço passará pela escolha do material para a matriz; neste caso usámos matrizes poliméricas. Uma boa solução alternativa, e já com um molde pronto, é a matriz em alumínio. Assim, talvez seja possível ter um compósito mais resistente, deixando de ter a fragilidade inerente à resina epoxídica, abrindo portas para outros tipos de aplicações.

Na produção de provetes usando o molde de aço, podemos substituir a cola cerâmica da Ceys por um vedante comercializado pela Foseco, de nome comercial TAK. Este polímero é usado em fundição como vedante nas moldações de areia, pois possui a consistência de uma “plasticina”, sendo moldado manualmente à superfície, tendo a capacidade de resistir a temperaturas superiores a 1000°C. Esta substituição facilitaria o processo, pois a cola levanta dificuldades de aplicação, devido à sua viscosidade e ao tempo de cura ^[44].

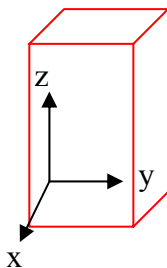
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Guia da divulgação, Departamento de Ciências dos Materiais, Universidade Nova de Lisboa, Compilado por Isabel Ferreira.
- [2] F. M. Braz Fernandes, “Ligas com memória de forma”, Departamento de ciência dos Materiais / CENIMAT, Abril de 2006.
- [3] <http://www.wilipédia.org/>
- [4] Claude G. Matasa, “Measure up to smart materials”, The orthodontic materials insider, June 1998, Vol. 11, No. 2
- [5] <http://www.memory-metalle.de/>
- [6] <http://materials.iisc.ernet.in/~kamanio/subhradeep.htm>
- [7] K. Otsuka , X. Ren, “Martensitic transformations in nonferrous memory shape alloys”, Materials Science and Engineering A273–275 (1999) 89–105
- [8] T Tadaki, K Otsuka, K Shimizu, “Shape Memory Alloys”, Annu. Rev. Mater. Sci. 1988.
- [9] J.M. G. Fuentes, P. Gumpel, J. Strittmatter, “Phase change behaviour of NiTiNol shape memory alloys”, Advanced engineering materials, 2002, 4, nº7
- [10] K. Otsuka, C. M. Wayman, “Shape Memory Materials”, University of Illinois, Urbana-Champaign
- [11] Memory-Metalle GmbH, “NiTiNol Alloy Types”, Conditions and Surfaces, Info - Sheet No. 1 3
- [12] <http://www.ing.unitn.it/~colombo/NITI/sma.htm>
- [13] http://en.wikipedia.org/wiki/Image:Sma_wire.jpg
- [14] J. Ortín, L. Delaey, “Hysteresis in shape-memory alloys”, International Journal of Non-Linear Mechanics 37 (2002) 1275 – 1281
- [15] Smith, Wiliam F., “Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais”, McGrawhill
- [16] M. Freitas, A. Silva, “Materiais compósitos”
- [17] Keith B. Armstrong, “Care and Repair of Advanced Composites”
- [18] J. D. Botas, “Colóquio de materiais compósitos”, Curso de mestrado, 1991

- [19] V.O.A. Tanobe, T.H.D. Sydenstricker, S.C. Amico, G.P.Souza,, “Fabricação e caracterização de compósitos poliméricos reforçados por fibras de *Luffa cylindrica*”
- [20] <http://www.engr.ku.edu/~rhale/ae510/compintr.pdf>
- [21] A. J. Velhinho, “Apontamentos da disciplina de Fundição”, 2006
- [22] <http://massamacidadeaberta.blogspot.com/2007/04/planalto-de-colaride-ancestral-espao-de.html>
- [23] G. Akhras, “Smart composites for smart structures”, Centre for smart composites and structures, Royal Military College of Canada and Cansmart Group
- [24] B. Jiang, R. C. Batra, “Micromechanical Modeling of a Composite Containing Piezoelectric and Shape Memory Alloy Inclusions”, Department of Engineering Science and Mechanics, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg
- [25] Eisaku Umezaki, “Improvement in separation of SMA from matrix in SMA embedded smart structures”, Department of Mechanical Engineering, Nippon Institute of Technology, 4 -1 Gakuendai, Miyashiro, Saitama 345 -8501, Japan
- [26] Seung-Man Yang, Jae-Hung Han, In Lee, “Characteristics of Smart Composite Wing with SMA Actuators and Optical Fiber Sensors”, Korea Advanced Institute of Science and Technology, Daejeon 305-701, Korea
- [27] Anand K. Asundi, “Smart Structures”, Sensors and Actuators SRP School of Mechanical and Production Engineering Nanyang Technological University Singapore
- [28] <http://pslc.ws/macrog/dsc.htm>
- [29] Ya Xu, K. Otsuka, N. Toyama, H. Yoshida, H. Nagai and T. Kishi, “A novel technique for fabricating SMA/CFRP adaptive composites using ultrathin TiNi wires”, Smart Mater. Struct. 13 (2004) 196–202 PII: S0964-1726(04)72432-5
- [30] A. dos Santos Paula, Dissertação de doutoramento “Tratamentos termomecânicos de ligas dos sistema Ni-Ti. Caracterização estrutural e optimização das propriedades associadas ao efeito de memória de forma” de 2006
- [31] <http://www.buehler.com>
- [32] <http://www.pencilpages.com/articles/simmons.htm>
- [33] <http://www.micronal.com.br/artigostecnicos/transicaovitrea.htm>
- [34] Departamento técnico Ceys S.A., Ficha técnica de produto, Araldite Rápido

- [35] <http://www.mundoceys.com/index.asp?opc=78&Idioma=ES&GR=613&IDFamilia=7>
- [36] <http://querap.com.br/imagens/Conformacao/1.2.jpg>
- [37] A. Baz, T. Chen, J. Ro, “Shape control of NITINOL-reinforced composite beams”, *Composites: Part B* 31 (2000) 631-642
- [38] <http://www.termolab.pt/index.php>
- [39] Akira Shimamoto, Hiroshi Ohkawara, Fumio Nogata, “Enhancement of mechanical strength by shape memory effect in TiNi fiber-reinforced composites”, *Engineering Fracture Mechanics* (2003)
- [40] Z.G. Wei, C.Y. Tang, W.B. Lee, “Design and fabrication of intelligent composites based on memory shape alloys”, *Journal of materials processing technology* 69 (1997)
- [41] T. Aoki, A. Shimamoto, “Active vibrations control of epoxy matrix composite beams with embedded shape memory alloy TiNi fibers”, *International Journal of Modern Physics B*, vol.17, nº 8 e 9 (2003) 1744-1749
- [42] Gyu Chang Lee, Jun H. Lee, Young Chul Park, “Fabrication and characterization of TiNi/AL smart composites”, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 785*
- [43] Y.J. Zhenga, L.S. Cuia, J. Schrootenb, “Basic design guidelines for SMA/epoxy smart composites”, *Materials Science and Engineering A* 390 (2005) 139–143
- [44] John R. Brown, “Foseco Ferrous Foundryman’s Handbook”, Butterworth-Heinemann, 2000

6. ANEXOS



Anexo I – Tabela de temperaturas do forno

Coordenadas			Cont. (°C)	Temp. (°C)	Cont. (°C)	Temp. (°C)	Cont. (°C)	Temp. (°C)	Cont. (°C)	Temp. (°C)	Cont. (°C)	Temp. (°C)	Cont. (°C)	Temp. (°C)	Cont. (°C)	Temp. (°C)		
x	y	z	200		250		300		350		400		500		650		800	
2,4	10,7	13,3	197	201	250	258	302	310	350	358	400	410	499	511	650	667	800	818
2,7	16,1	12,8	200	204	250	258	296	304	349	357	400	411	500	515	650	668	800	820
2,9	2,9	12,3	196	203	250	258	301	311	349	361	401	412	500	516	649	671	800	823
13,5	2,9	12	197	200	246	253	300	312	349	360	399	412	499	517	650	673	800	826
16,2	9,5	12	198	203	252	265	300	310	346	355	398	408	500	515	650	670	800	822
14,5	16,4	11,3	204	206	247	251	296	300	248	352	397	406	500	513	650	670	800	823
26,3	17,3	11,5	195	204	250	254	300	305	349	355	403	410	500	511	650	666	800	818
25,8	10	11,3	198	199	247	258	299	308	350	358	400	407	500	510	650	664	800	816
26	4,1	11,2	201	198	247	260	299	207	350	355	400	406	500	507	650	663	800	818
27,5	2,5	1,8	208	188	245	216	303	266	358	318	397	360	500	461	650	624	800	793
27	10,5	1,7	202	152	252	256	310	268	352	309	400	353	500	467	650	622	800	788
26,5	16,5	0,5	200	169	249	233	300	276	355	324	401	365	500	465	650	628	800	795
15,7	17,5	2,1	201	173	255	241	296	263	352	344	400	375	500	508	650	662	800	820
16,5	10,7	2,2	198	172	257	241	299	294	351	346	400	393	500	500	650	661	800	811
16,2	3,9	2,2	200	199	257	257	298	300	351	345	400	403	500	503	650	661	800	815
2,5	2,6	2,2	202	183	252	243	300	291	350	341	400	396	500	495	650	650	800	813
2,4	10,5	1,9	195	182	247	236	300	286	355	337	400	388	500	492	650	648	800	800
2,4	18,6	2,1	208	192	236	229	298	293	351	344	400	398	500	501	649	655	800	813
4,6	18,5	15,8	200	206	255	263	306	312	358	368	400	412	500	508	650	660	800	812
4,8	11	15,7	200	206	251	263	312	323	350	357	400	407	500	508	650	660	800	812
1,9	3,7	15	200	206	247	257	308	315	350	356	402	408	499	510	650	663	800	813
14,5	5,2	16,1	202	209	250	260	295	301	347	355	397	402	499	510	650	662	800	812
12,5	9,5	17	204	213	252	262	304	316	350	360	400	409	500	511	648	662	800	814
14,8	17,1	17,7	204	214	237	248	300	315	347	360	400	411	500	513	650	667	800	818

Conclusões:

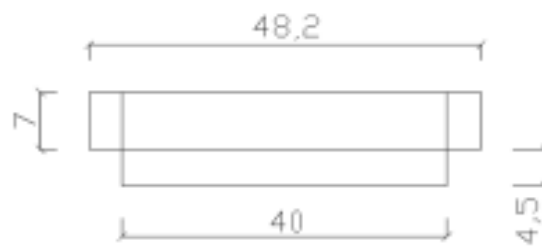
A inércia térmica deste forno faz com que este não seja muito preciso em Temp. (°C)s mais baixas.
 Só acima dos 400°C a Temp. (°C) do setpoint é atingida com alguma precisão pelo forno.
 A zona mais quente do forno é na zona superior (visto que o ar quente sobe), na zona central mais afastada da porta.

Anexo II

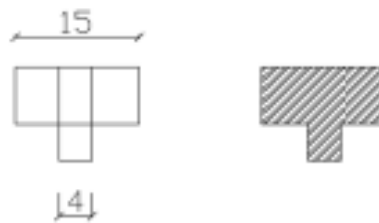
TOPO



FRENTE



LATERAL



PEÇA 1

TOPO



FRENTE

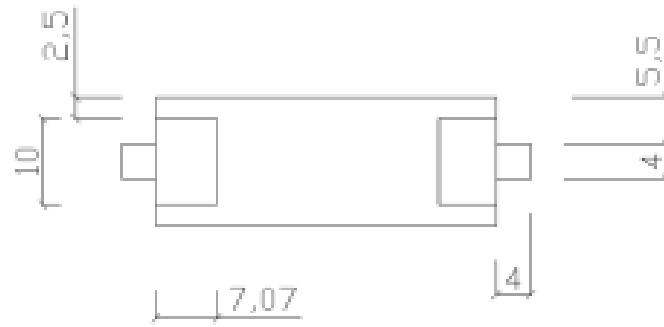


LATERAL

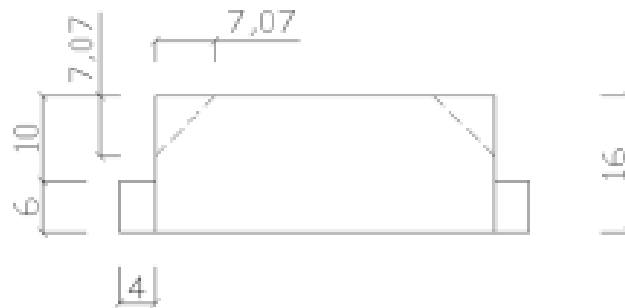


PEÇA 2

TOPO



FRENTE



LATERAL



PEÇA 3

