

Determinação de temperaturas de transformação martensítica em ligas de NiTi com EMF por captura de imagens.

Odair Dona Rigo
DEMA/FEM/UNICAMP, 13083-970 Campinas, SP. rigo.sor@terra.com.br

Jorge Otubo
ITA/CTA, 12228-900, S. J. dos Campos, SP. jotubo@mec.ita.br

Carlos de Moura Neto
ITA/CTA, 12228-900, S. J. dos Campos, SP. mneto@mec.ita.br

Paulo Roberto Mei
DEMA/FEM/UNICAMP, 13083-970 Campinas, SP. pmei@fem.unicamp.br

Resumo: Neste trabalho, usando a técnica de microscopia ótica associada à captura de imagens, mostra-se que existe uma relação estreita entre a memória consumida (kB) da imagem capturada e o estado da microestrutura. As temperaturas de transformação martensítica e o valor da histerese obtido por captura de imagens são comparados aos resultados padronizados de medidas de calorimetria diferencial de varredura (DSC,) mostrando boa concordância entre as duas técnicas. O trabalho baseia-se na análise de uma amostra da liga NiTi, mas eventualmente a técnica poderia ser estendida a outras ligas com Efeito de Memória de Forma.

Palavra Chave: Transformação Martensítica; Efeito de Memória de Forma, Captura de Imagens.

1. Introdução

As ligas com Efeito de Memória de Forma são caracterizadas por uma transformação martensítica cristalograficamente reversível apresentando típico relevo de superfície (Nishiyama, 1978) e (Funakubo, 1987). O acompanhamento da transformação martensítica pode ser feito utilizando-se técnicas como medidas de resistividade elétrica, medidas de atrito interno, dilatométrica, análise térmica, etc. No entanto, essas técnicas não permitem visualizar o aparecimento e o desaparecimento de relevo de superfície durante a transformação martensítica. Microscopia Eletrônica de Varredura e Microscopia Óptica são técnicas normalmente utilizadas para esse fim. Este trabalho mostra uma técnica alternativa associando metalografia óptica e captura de imagens de amostras sujeitas a variação de temperatura que permite determinar não só as temperaturas de transformação martensítica direta e reversa, bem como a histerese dessa mesma transformação. Os resultados obtidos por esta técnica são comparados àqueles obtidos por medidas de calorimetria diferencial de varredura (DSC). O trabalho baseia-se na análise de uma amostra da liga NiTi mas eventualmente a técnica poderia ser estendida a outras ligas com Efeito de Memória de Forma.

2. Parte experimental

2.1. Obtenção do lingote:

O lingote utilizado neste trabalho foi produzido a partir de tiras de titânio G2 (pureza > 99,7%) e níquel eletrolítico (pureza > 99,9%), fundido em forno de indução a vácuo (VIM) em cadinho de grafite e vazado também numa lingoteira bipartida de grafite com peso final de aproximadamente 4kg. A composição final dessa liga foi de Ti55,27% Ni (porcentagem em peso).

2.2 Preparação da amostra para microscopia óptica.

A amostra foi retirada do lingote em sua direção longitudinal, na condição bruta de fusão, através de corte por eletroerosão com o intuito de não se introduzir tensões mecânicas. Em seguida a amostra foi polida eletroliticamente em uma solução de 92v% metanol (CH₃OH) e 8v% ácido perclórico (HClO₄). As condições do polimento foram: tensão de 40V, densidade de corrente entre 4 e 5A/cm² e tempo aproximado de 40s.

2.3. Análise metalográfica

O acompanhamento da transformação martensítica direta e reversa foi realizado na amostra no estado simplesmente polido por microscopia óptica com contraste de interferência numa região previamente demarcada para observação. A medição das temperaturas de transformação foi realizada através do acoplamento de um termopar (Cromel-Alumel) isolado eletricamente no interior da amostra próxima à região de observação. Em seguida, a amostra foi posicionada dentro de um recipiente de aço inoxidável e colada à mesma pela base. O conjunto recipiente-amostra foi fixado sobre a mesa do microscópio para evitar qualquer movimentação durante a tomada das fotos. O espaço entre a amostra e a parede interna do recipiente, foi preenchido com pó de cobre para permitir aquecimento ou resfriamento da amostra por condução térmica. O aquecimento foi feito com fluxo de ar aquecido incidindo sobre a parede externa do recipiente de inox e o resfriamento, injetando-se nitrogênio líquido diretamente sobre o pó de cobre. A temperatura foi variada entre um mínimo de 16,6°C e um máximo de 68,0°C, baseados em dados de análise térmica (que será descrito no próximo parágrafo). A mudança microestrutural decorrente da transformação martensítica foi acompanhada tirando se fotos a diferentes temperaturas, e mantendo-se constante as condições de iluminação. Essas fotos foram posteriormente digitalizadas num Scanner HP Scanjet 6200C fixando-se uma área constante. As fotos digitalizadas foram salvas em extensão (JPG) que resulta em consumo de memória diferenciada para cada microestrutura. A figura 1a apresenta a montagem da amostra no microscópio e a figura 1b, detalhes da amostra com acoplamento do termopar.

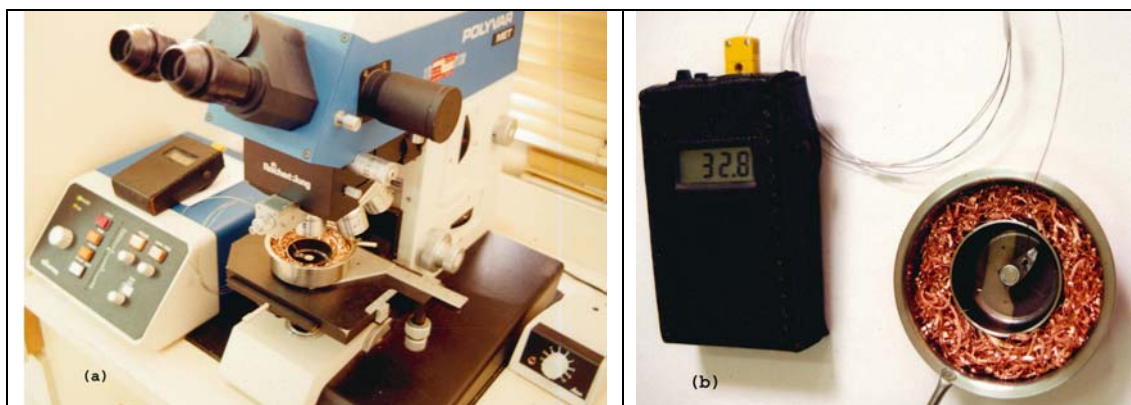


Figura 1. (a) Porta-amostra + amostra montadas no microscópio; (b) Esquema de montagem da amostra.

2.4 Análise térmica.

Paralelamente, foram realizadas medidas das temperaturas de transformação martensítica (direta e reversa) por meio do método de calorimetria diferencial de varredura (DSC) de amostra retirada de região equivalente àquela da amostra metalográfica. O equipamento utilizado foi o Netzsch 409 com velocidade de aquecimento e resfriamento de 5°C/min em atmosfera inerte de gás hélio.

3. Resultados e Discussões

A figura 2 mostra o gráfico de DSC em função da temperatura. Por este gráfico verifica-se que as temperaturas de transformação direta são $M_I=26,9^\circ\text{C}$ (temperatura de início da transformação martensítica), $M_P=21,2^\circ\text{C}$ (temperatura de pico da transformação martensítica) e $M_F=13,5^\circ\text{C}$ (temperatura de fim da transformação martensítica) e as temperaturas de transformação reversa são $A_I=37,5^\circ\text{C}$ (temperatura de início da transformação reversa), $A_P=47,2^\circ\text{C}$ (temperatura de pico da transformação reversa) e $A_F=55,0^\circ\text{C}$ (temperatura de fim da transformação reversa). As temperaturas de início e fim da transformação foram interpoladas, podendo apresentar pequenas variações estendendo para fora do intervalo tomado. Atualmente, é usual utilizar-se de temperaturas de pico da transformação que não apresentam erros de interpretação e, por esses pontos, pode-se observar que a histerese da transformação martensítica A_P-M_P é de 26°C.

A figura 3 apresenta uma seqüência de fotos mostrando a evolução microestrutural durante a fase de aquecimento. As três primeiras fotos tiradas nas temperaturas de 35,8, 45,4 e 49,5°C apresentam o material praticamente no estado martensítico apresentando relevo de superfície típico e com pequena variação na

memória consumida, em torno de 100kB, durante a digitalização. Já para a temperatura de 52°C, a memória consumida é menor, 89kB, o relevo de superfície é mais rarefeito, prenunciando o início da reversão da martensita em austenita. A diminuição nos relevos de superfície é bastante visível nas seqüências seguintes desaparecendo por completo a 68°C, com memória consumida de 42kB, indicando que o material se encontra na fase de alta temperatura, ou seja, estado austenítico.

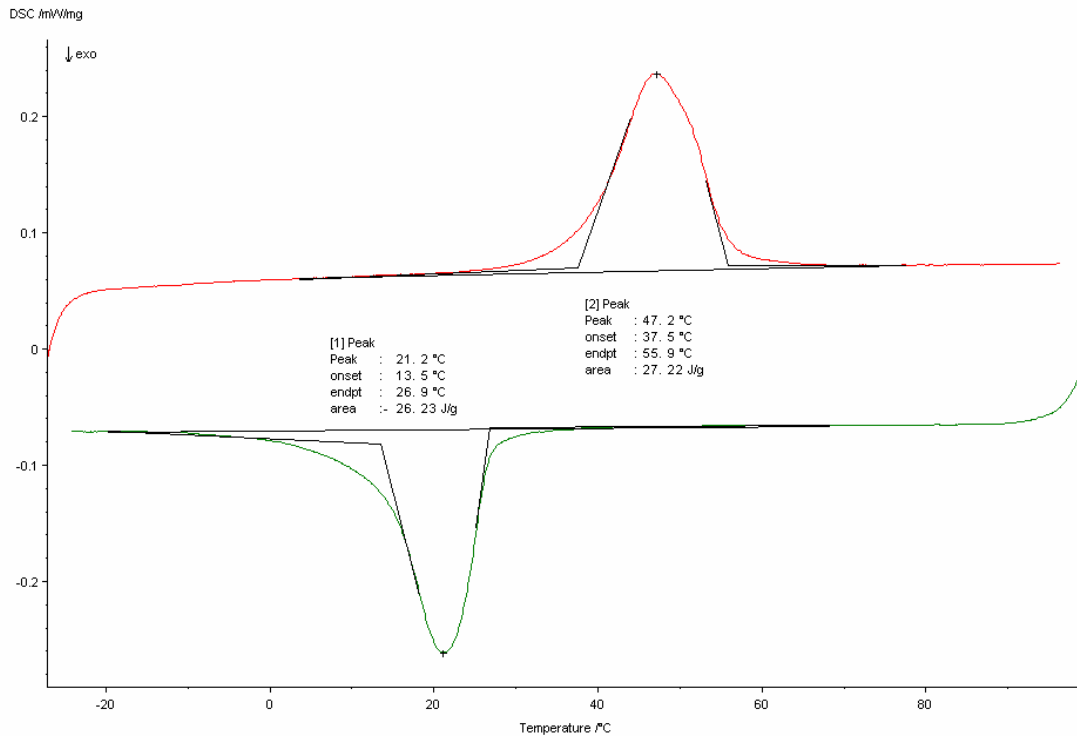


Figura 2. Curva de DSC para a liga Ti55,27% Ni.

A Figura 4 mostra a seqüência de fotos digitalizadas para a etapa de resfriamento. Observe-se que até a temperatura de 44,5°C, o material encontra-se no estado austenítico sem apresentar relevo de superfície. Já para a temperatura de 39,5°C nota-se o aparecimento do relevo de superfície, denunciando o início da transformação martensítica com memória consumida passando de 44kB para 47kB e crescendo à medida que a temperatura é diminuída chegando ao máximo de 102kB a temperatura de 16,6°C. Isto é, nesta temperatura, o material é praticamente martensítico apresentando densidade de relevo de superfície máxima. A reversibilidade cristalográfica da transformação martensítica (em liga que apresenta o efeito de memória de forma) é facilmente percebida comparando-se a foto na temperatura de 57,5°C no estágio de aquecimento, figura 3, com a foto cuja temperatura é de 30,9°C no resfriamento, figura 4. Observe que os relevos que aparecem primeiro no resfriamento são os últimos a desaparecerem no aquecimento, percorrendo o caminho inverso.

A Figura 5 apresenta o gráfico da memória consumida na digitalização da microestrutura em função da temperatura durante o aquecimento (setas vermelhas) e resfriamento (setas azuis). Observe-se que a histerese obtida através da digitalização é praticamente idêntica àquela obtida através de medidas de DSC, isto é, uma diferença de apenas 0,5°C. Entretanto, os valores absolutos das temperaturas MP e AP diferem de 7°C para mais nos resultados obtidos por medidas ópticas. Já as temperaturas de início da transformação MI apresentam discrepâncias menores, da ordem de 4°C. Essa diferença repete-se para as temperaturas de fim da transformação martensítica, AF. Os desvios são maiores (~10°C) para temperaturas MF e AI representados por arquivos maiores. Os valores apresentados por medida óptica são sempre superiores àqueles obtidos por DSC.

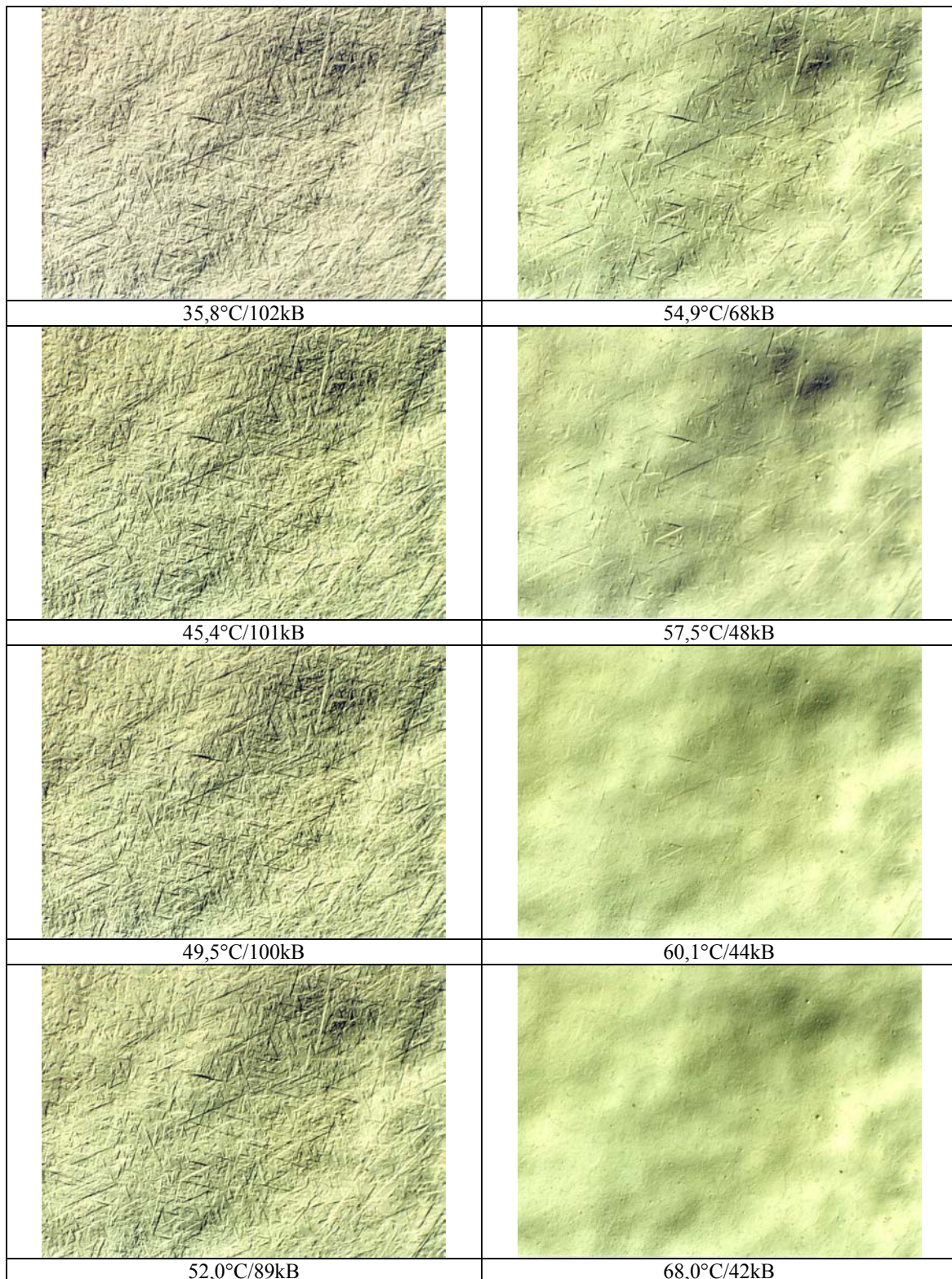


Figura 3. Sequência de reversão para a fase de alta temperatura durante aquecimento, 160X.

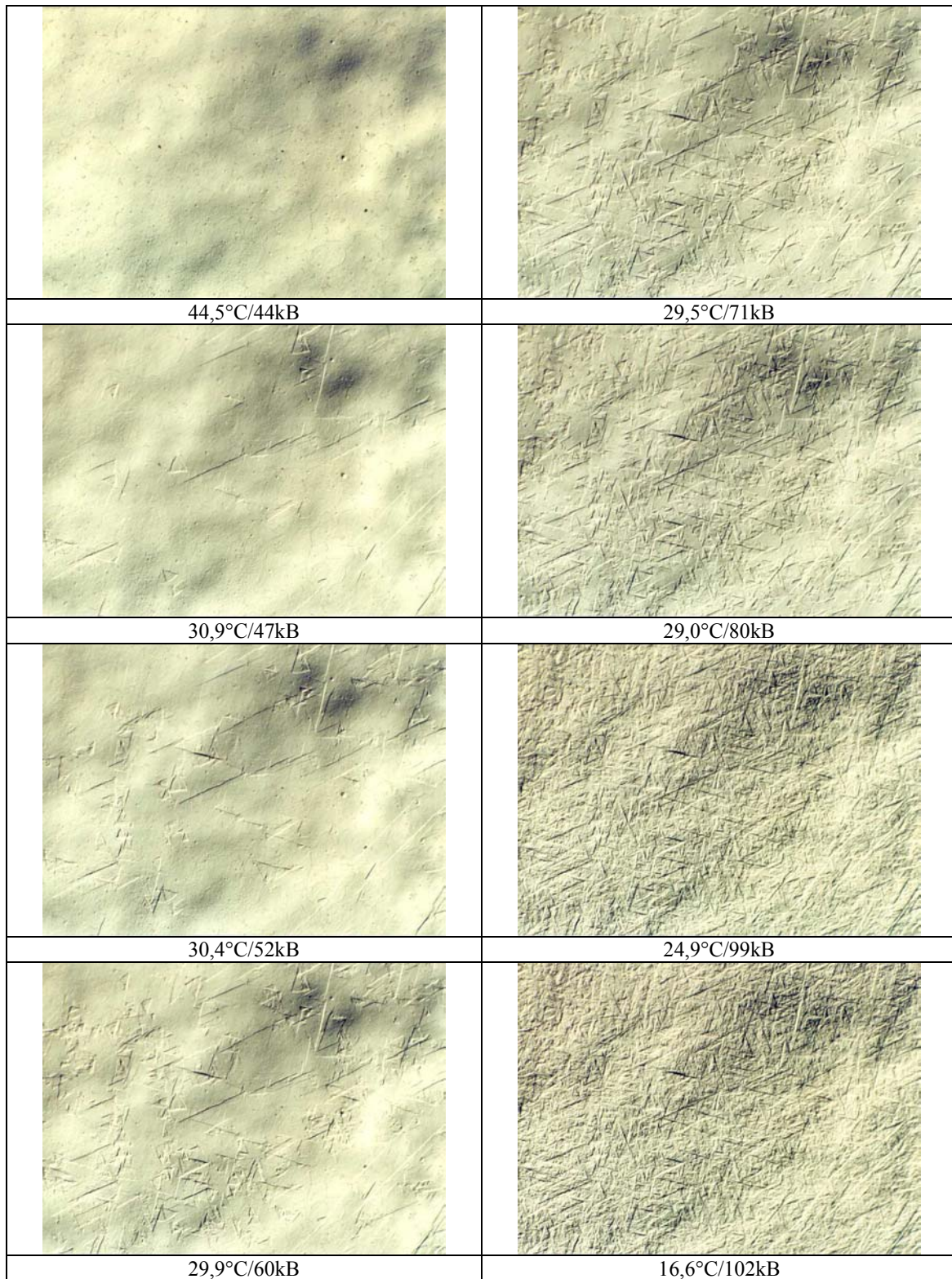


Figura 3. Seqüência de transformação para a fase de baixa temperatura durante resfriamento, 160X.

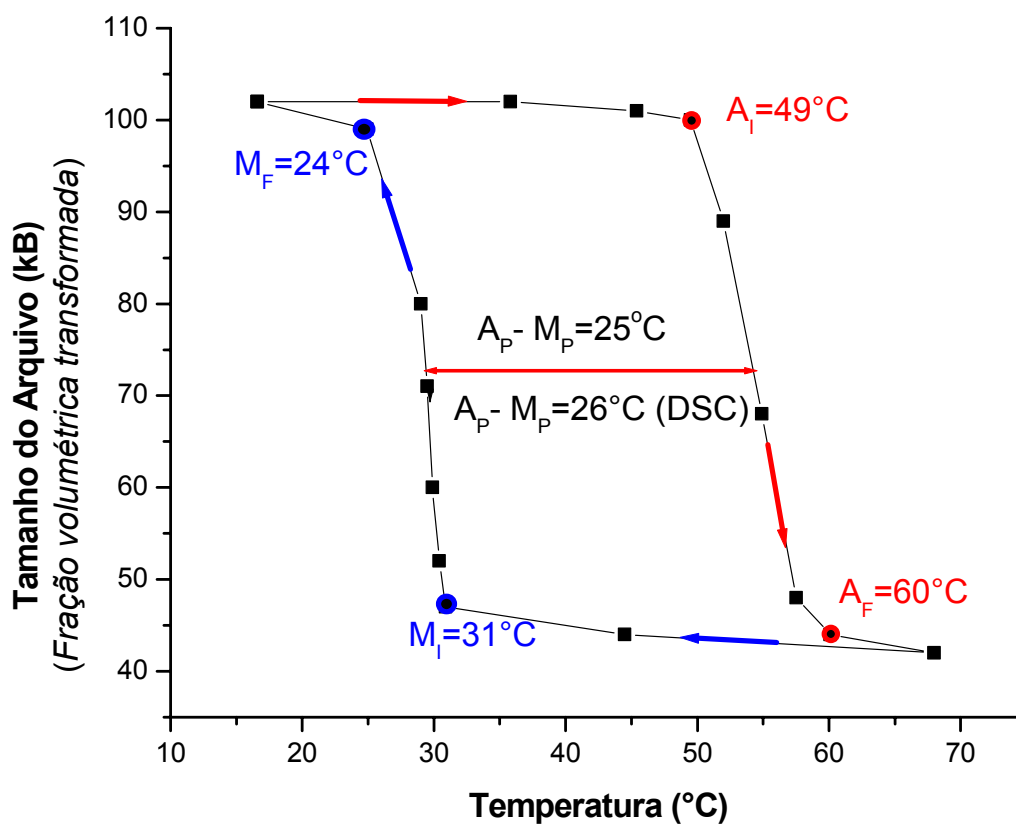


Figura 5. Curva de histerese da transformação martensítica direta e reversa: memória consumida na digitalização em função da temperatura.

Os possíveis fatores para esses desvios podem advir da inércia térmica entre temperatura medida pelo termopar e a temperatura real da superfície da amostra. Teoricamente, durante o estágio de aquecimento, a temperatura da superfície da amostra seria superior àquela percebida pelo termopar e, durante o resfriamento, o efeito seria o inverso. Além disso, o sistema é aberto podendo trocar calor com o ambiente dificultando o alcance de equilíbrio dinâmico. Um outro fator que pode contribuir para a diferença é a resolução usada durante a digitalização (150dpi) e salvo em extensão JPEG. Na verdade, este estudo começou por acaso a partir de observações de microestrutura de algumas amostras que tinham sido obtidas via fusão em forno de indução a vácuo, quando se verificou que a memória consumida na digitalização variava com o estado da microestrutura, o que é óbvio. A pergunta era: fixando-se a amostra e acompanhando o aparecimento e o desaparecimento de relevo de superfície em função da temperatura, qual seria o resultado? Poder-se-ia obter a curva de histerese, normalmente obtidos por outros métodos como o DSC e medidas de resistividade? Daí se fez um arranjo experimental bastante primário descrito e mostrado no item 2.3 objetivando mostrar o aspecto físico do experimento. Para trabalhos futuros, pretende-se utilizar microscópio óptico com dispositivo de aquecimento num ambiente de atmosfera controlada e a captura da imagem será feita com extensão BMP que não comprime a imagem. Para tanto sugestões são bem vindas daqueles que trabalham com processamento de imagens.

4. Conclusões

Usando a técnica de microscopia óptica associada à captura de imagens, mostra-se que existe uma relação estreita entre a memória consumida (kB) da imagem capturada e o estado da microestrutura.

O método descreve a curva de histerese da transformação martensítica direta e reversa quando se analisa a memória consumida em função da temperatura.

A histerese da transformação martensítica $A_p - M_p$ é praticamente a mesma quando se compara o método óptico com os dados obtidos por DSC.

Os valores absolutos de temperaturas, M_I , M_p , M_F , A_I , A_p e A_F , obtidos por captura de imagens são superiores àqueles obtidos por DSC.

O método é interessante, porém há a necessidade de melhoramento tanto na captura de imagens como nas medidas de temperaturas.

5. Agradecimentos

À FAPESP que financia este projeto, Processo: 00/09730-1;

Ao CTA/IAE/AMR, à Villares Metals SA, ao IPT, a Unicamp e ao ITA/CTA por apoiarem o projeto de desenvolvimento de ligas com Efeito de Memória de Forma.

6. Bibliografia

Funalubo, H., 1987, "Shape Memory Alloys", Gordon and Breach Science Publishers, Amsterdam, 1987.

Nishiyama, Z., 1978, "Martensitic Transformation", Academic Press, New York, 1978.