

ESTUDO DE UMA LIGA BASE Ti-Ni COM MEMÓRIA DE FORMA VISANDO APLICAÇÕES EM CONEXÕES DE TUBULAÇÕES NA INDÚSTRIA DO PETRÓLEO E GÁS

M. M. da Silva; N. J. da Silva; Gomes, A. A. C.; Reis, R. P. B.; C. J. de Araújo; M. A. dos Santos

Av. Aprígio Veloso, 882 – Bodocongó, CEP: 58109-970, Campina Grande - PB

Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA)

Universidade Federal de Campina Grande

E-mail: carlos@dem.ufcg.edu.br

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo estudar a viabilidade técnica de fabricar Ligas com Memória de Forma (LMF) base Ti-Ni com potencial de aplicação em conexões no setor de petróleo e gás, visando aumentar a confiabilidade destas uniões. Assim, uma liga de composição nominal 45,0Ti-55,0Ni (% em peso) foi produzida via fusão por plasma e conformação pelo método Skull Push-Pull. Em seguida, amostras desta liga foram submetidas a tratamentos de homogeneização a 1173 K em um patamar de 900 s com posterior resfriamento rápido em água. Amostras dessa liga foram caracterizadas utilizando-se técnicas de microscopia ótica, calorimetria diferencial de varredura (DSC), microdureza e geração de força em função da temperatura. Os resultados mostraram que a LMF obtida apresentou uma larga histerese em temperatura e geração de forças de restituição importantes com o aumento de temperatura, justificando o potencial de aplicação destas ligas em sistemas de conexões para o setor de petróleo e gás.

Palavras-chave: LMF Ti-Ni, Geração de Força, Conexões, Tubulações, Indústria de Petróleo.

INTRODUÇÃO

Os materiais inteligentes são aqueles capazes de se modificarem em reação às mudanças do meio que os envolve. Dentre estes materiais estão as ligas com memória de forma (LMF), que são ligas metálicas que possuem a capacidade de retornar à sua forma original quando submetidas a um processo termomecânico (temperatura e/ou tensão) apropriado. Se este retorno for impedido de alguma maneira, forças elevadas podem ser geradas, através do Efeito de Memória de Forma (EMF). Devido a esta característica de gerar força, elementos de LMF podem ser utilizados como atuadores termomecânicos, por exemplo, em dispositivos de acoplamentos para união de tubulações⁽¹⁻⁴⁾. Em geral, três grupos de LMF podem ser empregados em dispositivos de acoplamentos: ligas de base TiNi, base Cu e base Fe (FeMnSi). Contudo, devido a sua excelente resistência à corrosão, melhores propriedades de memória de forma, e capacidade de recuperar deformações reversíveis de até 8%, as ligas de base TiNi são as que apresentam maior potencial para este tipo de aplicação⁽⁴⁾

Além de serem capazes de gerar forças elevadas, as LMF utilizadas para aplicações de acoplamentos devem possuir uma histerese em temperatura relativamente alta. Isto é, a LMF deve ser deformada a uma temperatura bastante inferior aquela do ambiente, de modo que o transporte, armazenamento e montagem da LMF deformada, na temperatura ambiente, sejam possíveis sem recuperação de forma devido ao aumento de temperatura. Para isto, a temperatura de transformação de fase A_s , onde se inicia a ativação do EMF, deve ser superior à temperatura do ambiente⁽⁵⁾.

Devido às características acima citadas, as LMF base TiNi apresentam um grande potencial de aplicações em conexões de tubulações na indústria petroquímica, possibilitando o aumento da confiabilidade dessas uniões. As aplicações mais relevantes no setor de petróleo são as conexões em luvas para uniões de tubos, e os dispositivos de pré-carga (arruelas) em uniões flangeadas⁽⁴⁾.

Assim, o objetivo deste trabalho é estudar a viabilidade técnica de desenvolver uma LMF de base TiNi com potencial de aplicação em uniões flangeadas de tubulações para o transporte de petróleo e gás, visando aumentar a confiabilidade destas uniões.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para este trabalho foi inicialmente selecionada a composição equiatômica da LMF TiNi, que corresponde a composição nominal em peso de 45Ti-55Ni. A fusão da liga foi realizada a partir de blocos de elementos químicos comercialmente puros (Ti e Ni), conforme ilustra a Figura 1.



Figura 1 – Elementos químicos para fabricação da LMF 45Ti-55Ni (% em peso).

Os elementos da figura 1 foram fundidos em uma máquina Discovery All Metal, da EDG Equipamentos e Controles, mostrada na figura 2. Nesta máquina, as cargas (Ti e Ni) são empilhadas em um cadinho de cobre e sob um eletrodo de tungstênio. A fusão é realizada através do processo *Plasma Skull Push-Pull* (PSPP), onde o metal é fundido sobre uma fina camada dele mesmo, em atmosfera protetora de argônio, e depois injetado em um molde de alumínio, levando a obtenção de uma pastilha cilíndrica, conforme mostra a figura 2. Contudo, antes da injeção para formação da pastilha, a liga em estudo foi fundida 5 vezes visando atingir uma melhor homogeneidade do produto final.

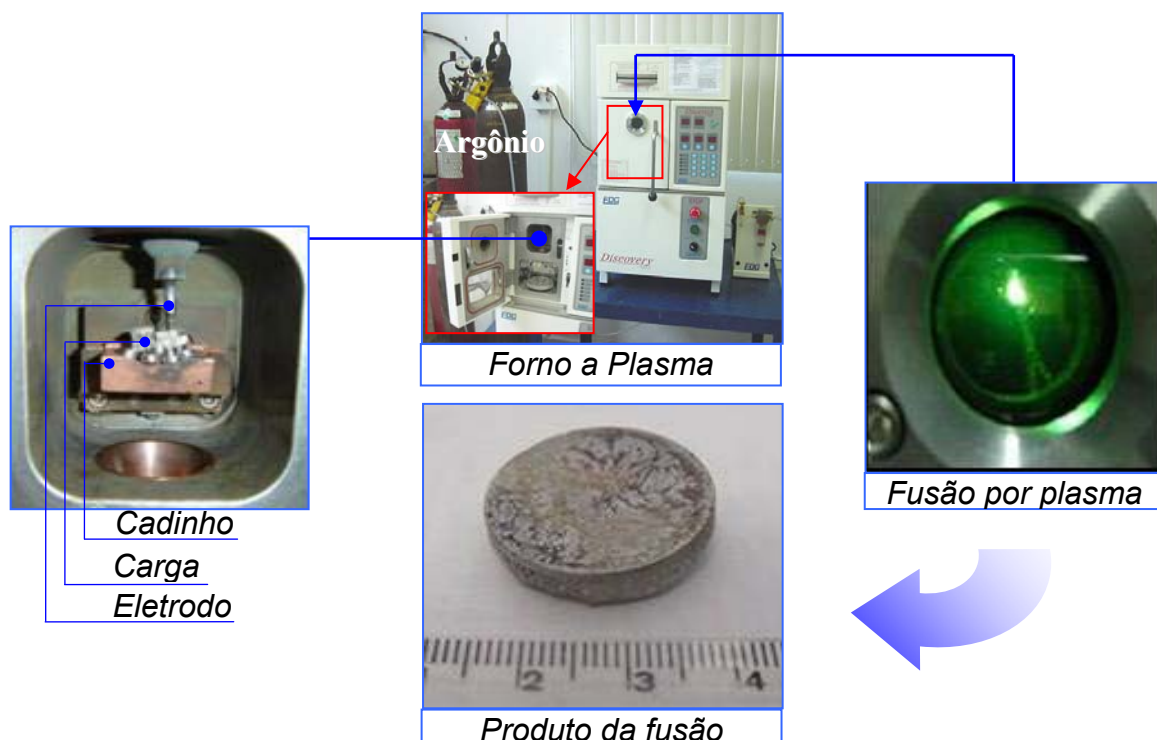


Figura 2 – Seqüência de fabricação da liga TiNi pela técnica *Plasma Skull Push-Pull* (PSPP).

Após obter-se o produto final da fusão e injeção, a liga foi tratada termicamente a uma temperatura de 1173 K (900 °C) durante um tempo de 900 s (15 min), seguido de têmpera em água. Em seguida, foram produzidas amostras da liga TiNi para a realização de ensaios de microdureza, microscopia ótica, calorimetria diferencial de varredura (DSC) e geração de força em função da temperatura.

No ensaio de microscopia ótica utilizaram-se métodos convencionais de metalografia (lixamento e polimento com alumina), empregando-se o reagente *Kroll*⁽⁶⁾ para a realização do ataque químico. A captura das micrografias foi realizada utilizando um analisador de imagens da marca Olympus, modelo BX51M que utiliza o programa de análises de imagens MSQTM Express, versão 6.51.

Os testes de microdureza foram realizados em um microdurômetro da marca Future-Tech, modelo FM-700. Estes ensaios foram realizados com uma carga de 300 gf, tempo de penetração de 15 segundos e espaçamento de 1 mm entre impressões.

As temperaturas de transformação de fases (M_s , M_f , R_s , R_f , A_s e A_f) da liga em estudo foram determinadas através do ensaio DSC aplicando a norma ASTM F 2004

– 03⁽⁷⁾.

O teste de geração de força foi realizado em uma prensa mecânica de bancada com sistema hidráulico. A figura 3 mostra a montagem realizada para o teste de geração de força em amostras na forma de lâminas. Para a realização deste teste, primeiramente a lâmina da LMF TiNi obtida foi deformada a uma temperatura em torno de 233 K (-40°C), abaixo da temperatura M_f . A lâmina foi deformada de uma flecha central (y) em modo de flexão três pontos (detalhe da figura 3). Após a deformação, a lâmina foi aquecida por meio de um fluxo de ar quente para a ativação do EMF e, conseqüentemente, a geração de força de recuperação.

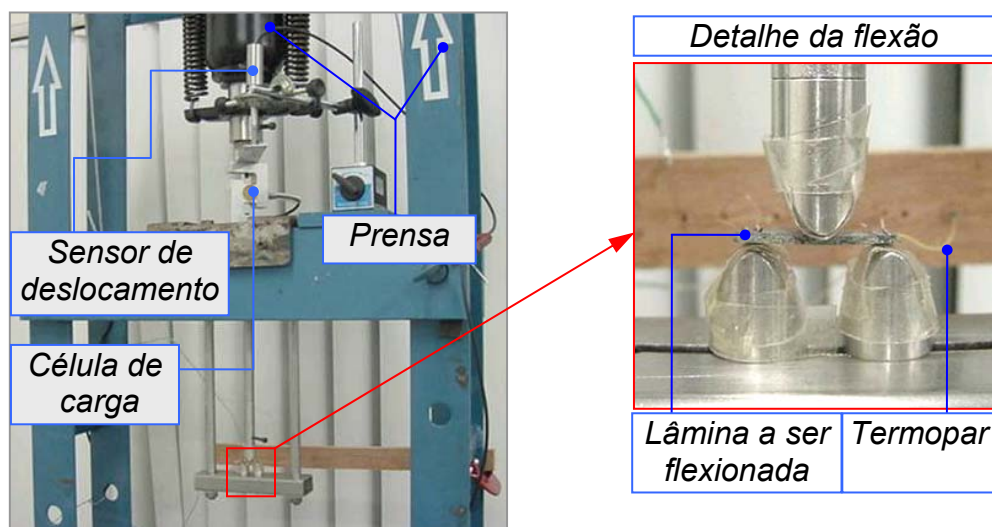


Figura 3 - Montagem para o teste de geração de força em lâminas de LMF deformadas em modo de flexão 3 pontos.

A flecha obtida no ensaio foi quantificada através de um sensor de deslocamento LVDT, marca Solartron, modelo DF-5. Para a medição da força gerada utilizou-se uma célula de carga marca Excel, modelo MS-50, de capacidade nominal de 500 N. Um microtermopar tipo K, de 80 μm de diâmetro, foi soldado na amostra da liga TiNi para a medição da temperatura durante o ensaio de geração de força. A tabela 1 apresenta as dimensões da lâmina testada (comprimento L , largura b e espessura e), a flecha central obtida (y) e a distância dos apoios (d), no ensaio de flexão em três pontos.

Tabela 1 - Dimensões da lâmina TiNi utilizada no teste de geração de força.

	L (mm)	b (mm)	e (mm)	d (mm)	y (mm)
Lâmina	23,8	5,2	1,0	18,6	1,0

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 4 mostra uma micrografia ótica da LMF TiNi obtida via fusão a plasma através do processo PSPP mostrado na figura 2. Observa-se nesta micrografia a ausência da microestrutura martensítica. Isto ocorre devido ao fato de as temperaturas de transformação de fase, M_s e M_f , encontrarem-se abaixo da temperatura ambiente. A microestrutura da figura 4 é bastante semelhante àquela revelada em microscopia ótica por Chang *et al*⁽⁸⁾.

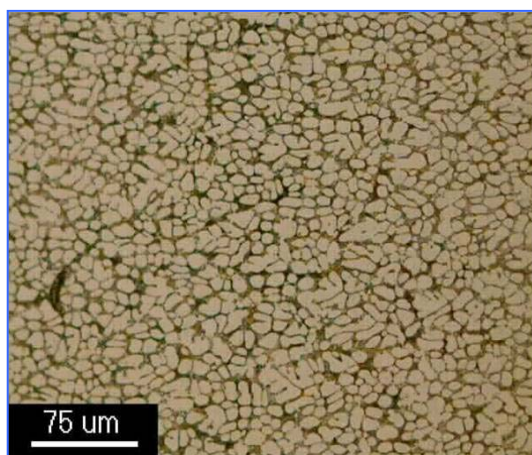


Figura 4 – Microestrutura da LMF TiNi (200x).

A amostra tratada a 1173 K (900 °C) durante 900 s (15 minutos), e posteriormente temperada em água, apresentou uma dureza média de $2,27 \pm 0,17$ GPa ($231,1 \pm 17,2$ HV). Já a amostra bruta do processo PSPP (sem homogeneização e têmpera em água) apresentou uma dureza média de $2,46 \pm 0,12$ GPa ($250,7 \pm 12,7$ HV). Esta dureza média inferior, no caso da amostra tratada termicamente, está associada ao resfriamento rápido devido à têmpera, o qual pode evitar a formação de precipitados ou microestruturas frágeis.

A figura 5 mostra a curva obtida do ensaio DSC e utilizada para determinar as temperaturas de transformação de fase. A transformação no resfriamento ocorre em

duas etapas seguindo a seqüência austenita – fase R – martensita, conforme previsto pela literatura^(8,9). Definindo a histerese em temperatura (H_T) como a distância entre picos durante o resfriamento e o aquecimento, encontra-se um valor aproximado de $H_T = 40 \text{ K}$ ($40 \text{ }^\circ\text{C}$).

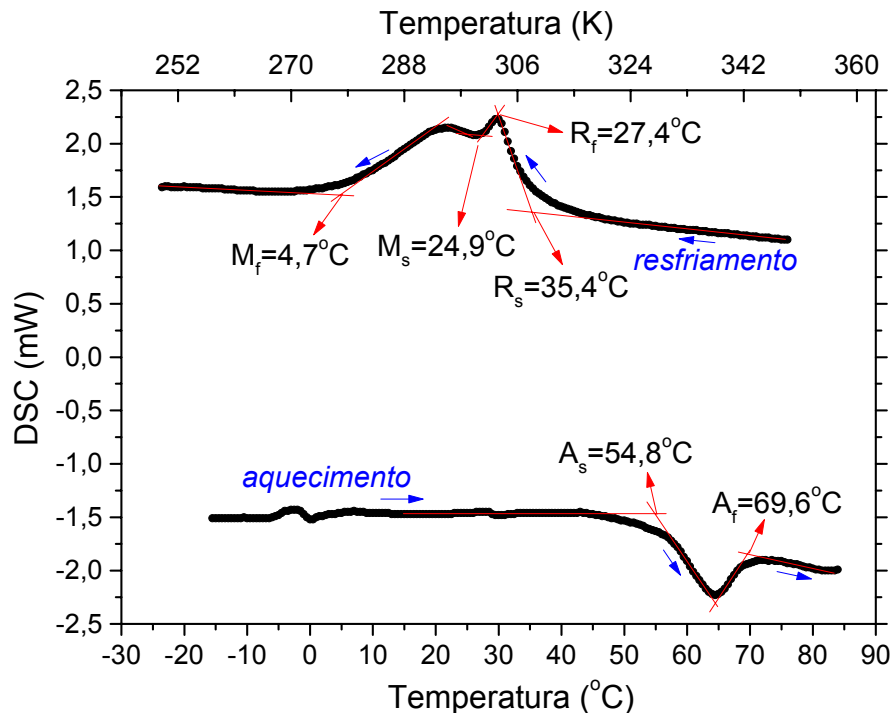


Figura 5 – Temperaturas de transformação obtidas através do ensaio DSC.

A figura 6 apresenta o resultado obtido do experimento de variação de força gerada em função da temperatura com o sistema da figura 3. O ponto A na curva indica o início do resfriamento da lâmina, a qual foi deformada da flecha central (y , tabela 1) quando a temperatura atingiu o valor de 233 K (-40°C), valor abaixo da temperatura M_f determinada na figura 5. A força aumenta à medida que a lâmina é deformada, atingindo um valor de aproximadamente 115 N (ponto B). Quando se interrompe a aplicação de carga nota-se um relaxamento de força até alcançar o valor aproximado de 62 N (ponto C). A força registrada pela célula de carga volta a aumentar quando se inicia a ativação do EMF (ponto D) durante o aquecimento da amostra. Assim, a força gerada alcança o valor de aproximadamente 100 N ($162 \text{ N} - 62 \text{ N}$). Comparando as figuras 5 e 6 nota-se um claro aumento das temperaturas de transformação durante o ensaio de geração de força. Esse comportamento está relacionado com o fato dessas temperaturas aumentarem, de acordo com uma lei de

Clausius-Clayperon modificada, quando a transformação ocorre sob carregamento mecânico⁽⁵⁾. Um comportamento semelhante foi observado por Queiroga⁽¹⁰⁾ quando do estudo de uma LMF Cu-Al-Ni.

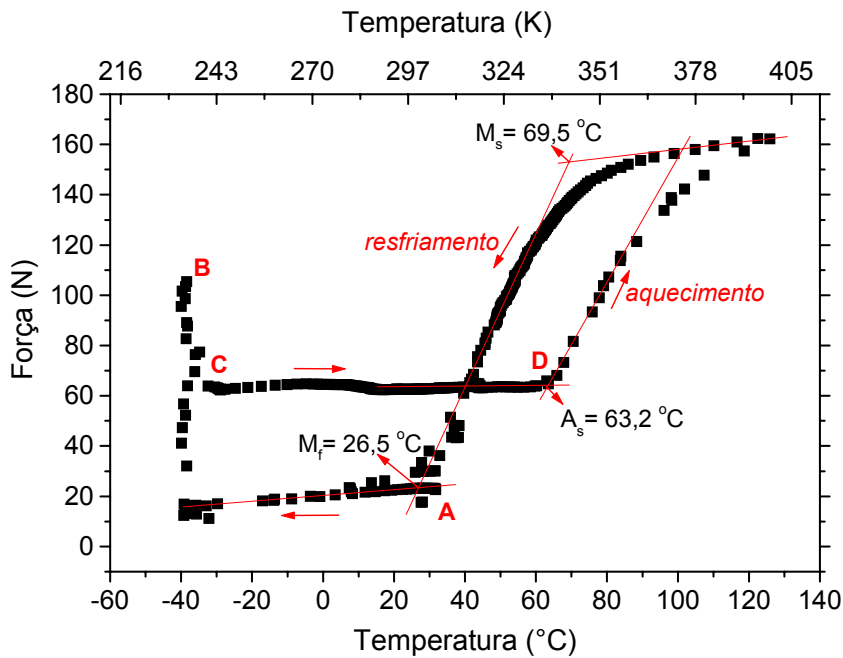


Figura 6 – Variação da força em função da temperatura.

A figura 7 mostra um primeiro protótipo de uma arruela de LMF TiNi fabricada por injeção utilizando o sistema da figura 2.

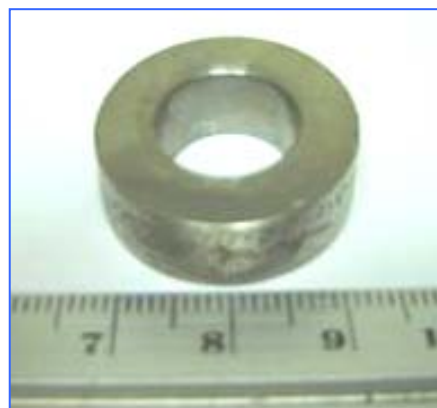


Figura 7 – Primeiro protótipo de arruela fabricada a partir de uma LMF TiNi utilizando o sistema da figura 2.

Os dispositivos de pré-carga do tipo arruelas fabricados a partir de LMF TiNi, semelhantemente aquele mostrado na figura 7, demonstram capacidade de gerar

forças de recuperação importantes quando deformados em compressão e depois aquecidos. Antonios *et al*⁽³⁾ obtiveram forças de recuperação da ordem de 1750 N com uma arruela TiNi com altura de 5,8 mm, diâmetro interno de 9,6 mm e diâmetro externo de 10,4 mm. Esse nível de força é bastante superior aquele verificado na figura 6 pois a lâmina testada nesse trabalho é menos robusta que a arruela utilizada por Antonios *et al*⁽³⁾, além do fato da deformação introduzida não ser homogênea no caso da flexão 3 pontos.

CONCLUSÕES

Neste trabalho foi realizado um estudo da viabilidade de fabricação da liga 55Ni-45Ti (% em peso) utilizando a técnica *Plasma Skull Push-Pull* (PSPP). Verificou-se que um procedimento de 5 fusões por plasma skull seguido da conformação push-pull (injeção em coquilha metálica) permite obter a liga estudada com uma temperatura A_s da ordem de 328 K (55 °C) e transformação em duas etapas (austenita – fase R – martensita) com $M_f = 278$ K (~ 5 °C). O ensaio de geração de força em modo de flexão 3 pontos com posterior aquecimento a 403 K (130 °C) mostrou que uma força da ordem de 100 N é gerada quando uma flecha de 1 mm é imposta no centro de uma lâmina TiNi de 23,8 mm x 5,2 mm x 1 mm. Por fim, a técnica PSPP mostrou-se viável para a fabricação, em uma única etapa diretamente a partir do metal fundido, de um dispositivo de pré-carga do tipo arruela da LMF TiNi.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem os apoios financeiros recebidos dos Fundos Setoriais CT-ENERG e CT-PETRO por meio do CNPq através, respectivamente, dos projetos 550325/2005-0 e 504365/2004-5. Um agradecimento especial é dedicado ao apoio do PRH-25 da ANP/UFMG devido à concessão de bolsas de graduação ao primeiro e segundo autor.

REFERÊNCIAS

1. HESSE, T.; GHORASHI, M.; INMAN, D. J. Shape Memory Alloy in Tension and Compression and its Application as Clamping-force Actuator in a Bolted Joint: Part 1 – Experimentation. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v.15, p.577-587, 2004.
2. LA CAVA, C. A. P. L.; SILVA, E. P.; MACHADO, L. G.; PACHECO, P. M. C. L.; SAVI, M. A. Modelagem de um Dispositivo de Pré-Carga com Memória de Forma para Juntas Flangeadas. **Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CD-ROM)**, Natal – RN, p. 1- 8, 2000.
3. ANTONIOS, C.; INMAN, D. J.; SMAILI, A. Experimental and Theoretical Behavior of Self-healing Bolted Joints. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v.17, p.499–509, 2004.
4. SINTEF, Petroleum Research. **Detailed study of shape memory alloys in oil well applications**. Report, July 1999.
5. OTSUKA, K., WAYMAN, C.M. **Shape Memory Materials**. Edited by K. Otsuka and C. M. Wayman, Cambridge University Press, Cambridge, England, 1998.
6. BOYER, R. R. Titanium and titanium alloys. In: MILLS, K.; DAVIS, J. R.; DESTEFANI, J. D.; DIETERICH, D. A.; CRANKOVIC, G. M.; FRISSEL, H. J.; JENKINS, D. M. (Ed.) **Metals Handbook, Ninth Edition. Volume 9: Metallography and Microstructures**. Metals Park, Ohio, 1985. p. 458-475.
7. ASTM F-2004-03, 2004. Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys by Thermal Analysis. 3p.
8. CHANG, S. H.; WU, S. K.; CHANG, G. H. Grain size effect on multiple-stage transformations of a cold-rolled and annealed equiatomic TiNi alloy. **Scripta Materialia**, v.52, p.1341–1346, 2005.
9. Otsuka, K.; Ren, X. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. **Progress in Materials Science**, v.50, p.511–678, 2005.
10. QUEIROGA, S. L. M. **Estudo de uma Liga Cu-Al-Ni com Memória de Forma Visando Aplicações em Sistemas de Proteção contra Sobrecargas Elétricas**. 2006. 77 p. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande-PB, 2006.

STUDY OF A TiNi-BASED SHAPE MEMORY ALLOY AIMING APPLICATIONS IN PIPELINE CONNECTIONS OF THE OIL AND GAS INDUSTRY

ABSTRACT

The objective of this paper is to study the technical feasibility of a TiNi-based Shape Memory Alloy (SMA) with potential application in connections of the oil and gas Sector. The employment of this alloy would increase the reliability of these unions. Thus, a 45,0Ti-55,0Ni (% wt) SMA has been manufactured through the plasma skull melting and with subsequent conformation by the Push-Pull method. Samples of this SMA were heat treated at 1173 K during 900s, followed by water quenching. These samples were characterized by optic microscopy, microhardness, differential scanning calorimetry (DSC), and force generation tests. The obtained TiNi SMA has presented an important wide temperature hysteresis. The generated forces substantiate the potential application of these alloys in connection systems of the oil and gas Sector.

Key-words: Ti-Ni SMA, force generation, bolted connections, pipeline, oil and gas Industry.