



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMIÁRIDO
CENTRO DE ENGENHARIAS
BACHARELADO EM ENGENHARIA MECÂNICA

DANILO MAIA MOURA

**ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS NITI COM EFEITO MEMÓRIA DE
FORMA**

MOSSORÓ

2017

DANILO MAIA MOURA

**ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS NITI COM EFEITO MEMÓRIA DE
FORMA**

Monografia apresentada a Universidade
Federal Rural do Semiárido – UFERSA,
Centro de Engenharias para a obtenção do
título de Bacharel em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Manoel Quirino da Silva
Junior - UFERSA

MOSSORÓ

2017

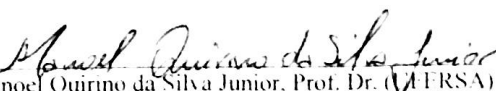
DANILO MAIA MOURA

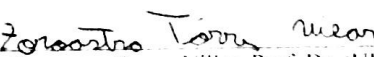
**ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS NITI COM EFEITO MEMÓRIA
DE FORMA**

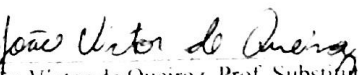
Monografia apresentada a Universidade
Federal Rural do Semiárido – UFERSA,
Centro de Engenharias para a obtenção
do título de Bacharel em Engenharia
Mecânica.

Defendida em: 23 / 10 / 2017.

BANCA EXAMINADORA


Manoel Quirino da Silva Junior, Prof. Dr. (UFERSA)
Presidente


Zoroastro Torres Villar, Prof. Dr. (UFERSA)
Membro Examinador


João Victor de Queiroz, Prof. Substituto (UFERSA)
Membro Examinador

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente aos que me concederam a vida e também as condições para que eu pudesse chegar até aqui, meus pais Noberto Lucivam de Moura e Sandrinilce Maria Martins Maia Moura. Sou eternamente grato pela educação que foi dada em casa e fora dela.

O segundo agradecimento vai para minha segunda família que me acolheu em sua própria casa na reta final da minha graduação, meu amigo Raimundo Osi Costa Silveira e minha namorada Débora Lima Silveira, também serei eternamente grato pela ajuda que deram.

Meus amigos que estiveram comigo durante boa parte do curso: Eduardo, Matheus, Nael e Gian, os amigos são sempre uma válvula de escape para os problemas do dia-a-dia e também contribuem para nosso crescimento.

Ao meu professor e orientador Dr. Manoel Quirino da Silva Junior que me acompanhou durante várias atividades na graduação, bem como algumas disciplinas, sendo válido salientar sua grande dedicação para com a universidade. Serei sempre muito grato.

A todos os professores que participaram da minha graduação, onde todos contribuíram para meu crescimento, sem exceções. E também agradeço a UFERSA por ter sido o local onde trilhei todo esse caminho.

RESUMO

Este trabalho realizou a caracterização de alguns materiais a fim de descobrir sua composição real. Os materiais são ligas do sistema NiTi com efeito de memória de forma (EMF), chamamos de EMF ligas de que tem como característica principal voltarem a sua forma original após sofrerem alguma deformação devido a uma solicitação mecânica. As ligas de NiTi têm certa vantagem com relação à custo pois em todas as outras ligas contêm materiais nobres em sua composição, com exceção das ligas de cobre, outro fator que as tornam vantajosas é sua biocompatibilidade para aplicações biomédicas. Esses materiais possuem poucas informações no mercado em se tratando de algumas propriedades. Para isso foram utilizadas algumas técnicas já conhecidas de caracterização, são elas: Difração de Raios X (DRX) a fim de estudar a cristalografia, análise de microestrutura por Microscopia Óptica (MO) com o objetivo de observar quais fases estão presentes na liga, análise química por Espectroscopia de Fluorescência de raios X (EFRX) para realizar um estudo da composição química. Por fim, os resultados foram comparados com a literatura existente para um maior embasamento.

Palavras-chave: Ni-Ti; efeito memória de forma; caracterização.

ABSTRACT

This work carried out the characterization of some materials in order to discover its real composition. The materials are alloys of the NiTi system with shape memory effect (EMF), we call EMF alloys that have as main characteristic to return to their original shape after undergoing some deformation due to a mechanical request. NiTi alloys have a certain advantage over cost because in all other alloys contain noble materials in their composition, except copper alloys, another factor that makes them advantageous is their biocompatibility for biomedical applications. These materials have little information in the market for some properties. The X-ray diffraction (XRD) was used to study the crystallography, microstructure analysis by Optical Microscopy (OM) in order to observe which phases are present in the alloy, analysis chemistry by X-ray Fluorescence Spectroscopy (EFRX) to conduct a study of chemical composition. Finally, the results were compared with the existing literature for a larger baseline.

Keywords: Ni-Ti; shape memory effect; characterize.

LISTA DE TABELAS

Tabela 3. 1 – Composição química da amostra 8CR.....	14
Tabela 3. 2 – Composição química da amostra 2CR.....	14
 Tabela 5.1– Tabela contendo as composições químicas das amostras estudadas de I a VI, respectivamente.....	 35

LISTA DE FIGURAS

Figura 3. 1 Diagrama de Fases da Liga NiTi.....	14
Figura 3.2 Exemplo de efeito de memória de forma em um fio de Nitinol.	16
Figura 3. 3 - Curvas de resistividade elétrica de amostras CR (a) resfriadas em nitrogênio	17
Figura 3. 4 - Difratoograma obtidos por DRX em instrumento RaCe.	18
Figura 3. 5 - Espectros de DRX (radiação CuK α) típicos de (a) B2, (b) B19', (c) fase-R e (d) Ti ₂ Ni	19
Figura 3. 6 – Difratoograma dos fios de NiTi ciclados até $\frac{3}{4}$ do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 4.5%.	19
Figura 3. 7 Difratoograma de raios X do Ni-Ti	20
Figura 3.8 Representação da célula unitária da fase austenítica da liga NiTi.	21
Figura 3.9 Representação da célula unitária da fase martensítica da liga NiTi.	22
Figura 3.10 Representação do plano basal da fase R na liga NiTi.	23
Figura 3.11- Observação progressiva do alívio superficial em uma amostra de liga Ni-Ti (49,75% de Ti). A esquerda ocorre o resfriamento e à direita o aquecimento da amostra.	24
Figura 3.12 - Gráfico esquemático da Energia Livre X Temperatura próprio das ligas de Ni-Ti.	25
Figura 3. 13– MO (T _{amb}): (a) cHCR (50x); (b) aHCR (100X); (c) aMCR (100X); (d) cSCR (100x).....	26
Figura 3. 14 – Micrografia MO da amostra CF, (a) aumento de 100X e (b) aumento de 200X.	27
Figura 3. 15 – Micrografia MO da amostra TT300, (a) aumento de 100x e (b) aumento de 200X.	28
Figura 3.16 - A figura mostra a relação linear entre tensão e temperatura para um liga de CuZnSi com memória de forma.	29
Figura 3.17 - Lima endodôntica de NiTi acionada a motor.	31
Figura 3. 18 Modelo de um protótipo de uma mão com atuadores de LMF a base de TiNi. (a) Modelo	32
Figura 4. 1 – Amostras de liga de aço usadas como objeto de estudo para o presente trabalho. (a) Amostra I. (b) Amostra II. (c) Amostra III. (d) Amostra IV. (e) Amostra V. (f) Amostra VI.	33
Figura 5.1 – Difratoograma da amostra I.	36

Figura 5.2 - Difratoograma da amostra II.	37
Figura 5.3– Difratoograma da amostra III.	37
Figura 5.4– Difratoograma da amostra IV.	38
Figura 5.5 – Difratoograma da amostra V.	39
Figura 5.6– Difratoograma da amostra VI.	39
Figura 5.7 – Microestrutura da amostra I com aumento de 200X.	40
Figura 5.8 – Amostra I com um aumento de 500X.	41
Figura 5.9 – Microscopia Óptica da amostra II com aumento de 100X.	41
Figura 5.10 – Amostra II com aumento de 200X.	42
Figura 5.11 – Microscopia da amostra III com aumento de 500X.	42
Figura 5.12 – Microscopia da amostra III com um aumento de 1000X.	43
Figura 5.13 – Microestrutura da amostra IV com um aumento de 100X.	43
Figura 5.14 – Amostra IV com um aumento de 200X.	44
Figura 5.15 – Microestrutura da amostra V com aumento de 200X.	44
Figura 5.16 – Amostra VI com um aumento de 100X.	45
Figura 5.17 – Amostra VI com um aumento de 200X.	45

Sumário

1. INTRODUÇÃO	11
2. OBJETIVOS.....	12
2.1 Objetivo Geral.....	12
2.2 Objetivos específicos	12
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	13
3.1 Ligas de NiTi	13
3.2 Efeito Memória de Forma	15
3.3 Fases das ligas NiTi	18
3.3.1 Fase B2 ou austenítica	20
3.3.2 Fase B19' ou martensítica	21
3.3.3 Fase R ou romboédrica	22
3.4 Transformações nas ligas NiTi	23
3.4.1 Transformações martensíticas nas ligas NiTi	24
3.4.2 Relação entre temperatura e tensão	28
3.5 Aplicações das ligas NiTi	29
3.6 Tratamento térmico	32
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
4.1 Metalografia	33
4.2 Caracterização das fases.....	34
4.3 Análise química.....	34
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	35
5.1 Espectroscopia De Fluorescência De Raios X (EFRX)	35
5.1.1 Composição químicas das amostras estudadas	35
5.2 Difração de Raios-X (DRX)	35
5.2.1 Amostra I	35
5.2.2 Amostra II	36
5.2.3 Amostra III.....	37
5.2.4 Amostra IV	38
5.2.5 Amostra V	38
5.2.6 Amostra VI	39
5.3 Metalografias	40
5.3.1 Amostra I	40
5.3.2 Amostra II	41
5.3.3 Amostra III.....	42

5.3.4	Amostra IV	43
5.3.5	Amostra V	44
5.3.6	Amostra VI	45
6.	CONCLUSÕES	46
☐	Realizar análise química por Espectroscopia de Fluorescência de Raios X (EFRX);...	46
☐	Caracterizar as fases por Difração de Raios X (DRX);	46
☐	Analisar a microestrutura da por Microscopia Óptica;	46
	A microscopia óptica em conjunto com a composição química e o espectro de raio-x torna possível supor quais fases estão presentes na micrografia estudada, dessa maneira podemos dizer que foram observadas as fases martensítica, austenítica em todas as amostras, com exceção da amostra I que não apresentou fase de transição e da amostra III que não foi possível identificar nenhuma fase.	46
6.	REFERÊNCIAS	47
7.	ANEXO I – PICOS DE DRX DAS LIGAS Ni-Ti.....	52

1. INTRODUÇÃO

As ligas de NiTi estão entre as que se destacam com o efeito memória de forma por conta de necessitar de ouro nem platina como liga em sua composição, elementos que são nobres e custam caro. São relativamente novas se comparadas à outras ligas metálicas, mesmo assim já possuem ampla aplicação no mundo moderno devido a algumas propriedades interessantes que essas ligas podem apresentar. Está inclusa nessas propriedades o efeito memória de forma ligado às transformações de fase que ocorrem no material (MICHELON, 2006).

A biocompatibilidade dessas ligas as torna ideais para aplicações na área biomédica que vêm crescendo desde a década de 70 e também estão substituindo materiais que eram considerados tradicionais como o aço inoxidável, por exemplo (RYHÄNEN, 1999).

Na década de 60 as ligas com efeito memória de forma começaram a despertar interesse, mesmo que sua descoberta tenha acontecido ainda na década de 30. Pesquisadores que trabalhavam no *United States Naval Ordnance Laboratory* descobriram suas propriedades numa liga de composição equiatômica de Ni-Ti, então passou a ser conhecido como Nitinol, referência que se dirigia as iniciais do nome do laboratório (NOL).

Existe uma grande variedade de ligas que possuem o efeito memória de forma, porém apenas as que conseguem recuperar sua forma original de maneira significativa apresentam interesse comercial. As ligas com NiTi são as mais usadas em aplicações comerciais, pois combinam propriedades relacionadas às ligas com memória de forma com excelentes propriedades mecânicas (RYHÄNEN, 1999).

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Caracterização química e microestrutural de ligas do sistema NiTi passíveis do efeito memória de forma.

2.2 Objetivos específicos

- Realizar análise química por Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X (EFRX);
- Caracterizar as fases por Difração de Raios-X (DRX);
- Analisar a microestrutura do material por Microscopia Óptica (MO);

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Ligas de NiTi

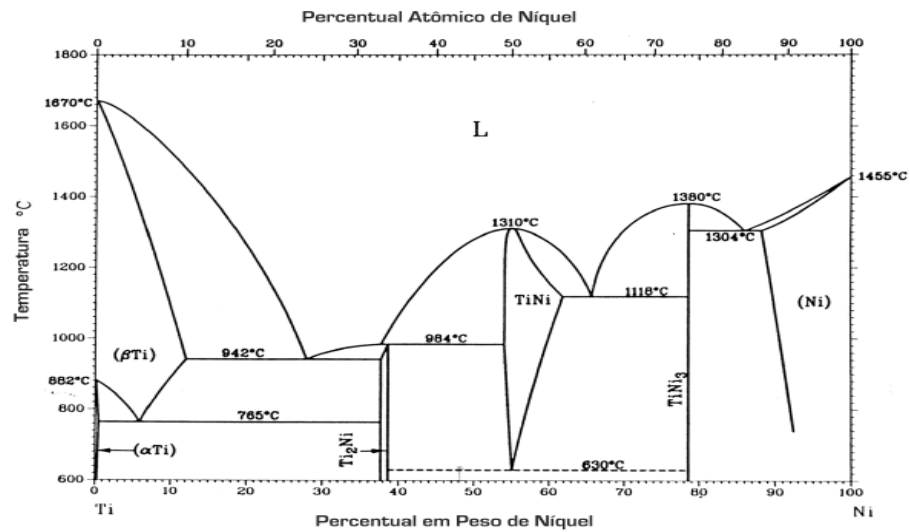
Devido ao Brasil importar grande parte dos produtos que são à base de NiTi aplicados na área médica, existe uma certa motivação para o desenvolvimento nacional dessa liga e de seus subprodutos no país. Sendo uma tentativa de reduzir o custo desse material, o que poderá levar à um maior acesso por parte da população (MICHELON, 2006)

Também chamada de Nitinol, essa liga foi inserida nos anos 1960 pelo Engenheiro Metalúrgico William F. Buehler, recebendo esse nome pela combinação de dois fatores: seus dois principais elementos que são níquel e titânio e devido o laboratório onde foi desenvolvida sua pesquisa que chamava *Naval Ordnance Laboratory*, dessa maneira *Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory* recebeu um acrônimo chamado Nitinol (DUEIRIG, 1990).

A liga NiTi possui ótimas propriedades elétricas e mecânicas, combinadas com alta resistência à corrosão e fadiga, tais propriedades são iguais ou até mesmo superiores às do aço inoxidável ABNT 316L e da liga de titânio ASTM F 136, com um excelente grau de biocompatibilidade (RYHÄNEN, 1999).

A partir do diagrama de equilíbrio de fase do NiTi que é mostrado na Figura 3.1, pode-se observar as fases em função de temperatura e composição química, fornecendo a informação necessária para que haja o controle de fases e de microestrutura de um determinado material (RIBEIRO et al., 2010).

Figura 3. 1 Diagrama de Fases da Liga NiTi



Fonte: Otsuka e Ren (1999)

Um estudo foi feito por Villamarin (2013) com o objetivo de caracterizar uma liga NiTi com aproximadamente 57% em peso de Ni. A Tabela 3.1 mostra a composição química na amostra denominada pelo de autor do estudo de 8CR conseguida por Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X (EFRX) e a Tabela 3.2 ilustra a composição química da amostra 2CR também conseguida por EFRX.

Tabela 3. 1 – Composição química da amostra 8CR.

Elementos	Ni	Ti	Ca	Fe	Ac	Si
% em peso	57,446	42,235	0,159	0,1	0,059	-

Fonte: Villamarin (2013).

Tabela 3. 2 – Composição química da amostra 2CR.

Elementos	Ni	Ti	Ca	Fe	Ac	Si
% em peso	57,772	41,836	0,155	0,110	-	0,126

Fonte: Villamarin (2013)

Os resultados concordam com os dados fornecidos pelos fabricantes. Na amostra denominada de 2CR pelo auto do trabalho observa-se um resultado não esperado com a presença do Si, mas é possível atribuir esse fato a uma contaminação do material ou do equipamento (VILLAMARIN, 2013).

Para Otsuka e Wayman (1998), as ligas NiTi que possuem percentuais atômicas acima de 50,5 % em peso de Ni são consideradas ricas em Ni, resultado que favorece sua propriedade de pseudoelasticidade. Segundo Perez-Saez et al. (2000), pseudoelasticidade, também podendo ser chamada de superelasticidade é a capacidade da liga sofrer grandes deformações sem sair do regime elástico encontrado acima da temperatura final da transformação austenítica.

Fatores como a composição química e tratamentos térmicos e/ou mecânicos devem ser controlados de maneira rigorosa, haja vista que podem causar consequências indesejáveis nas ligas Ni-Ti com EMF e superelasticidade. As ligas Ni-Ti são baseadas num composto intermetálico equiatômico e pequenas alterações da estequiometria causam grandes alterações nas características da liga. A temperatura de transformação é extremamente sensível a composição: uma modificação de 1% no teor de Ni pode resultar numa mudança de 100K nas temperaturas de início da transformação martensítica (M_s) ou a temperatura de término da transformação austenítica (A_f) (OTSUKA; WAYMAN, 1998).

3.2 Efeito Memória de Forma

Um material que foi aparentemente deformado plasticamente e tem a capacidade de voltar à sua forma original quando aquecido em uma certa temperatura possui a propriedade conhecida como efeito memória de forma (REIS, 2001).

Esses materiais não são simplesmente novas ligas de aço ou titânio, representam uma nova filosofia de engenharia e design. No ano de 1990, o mercado mundial excedeu, em estimativa, 30 milhões de dólares americanos em materiais com memória de forma com uma taxa de crescimento em mais de 25% ao ano (DUEBIG, 1990).

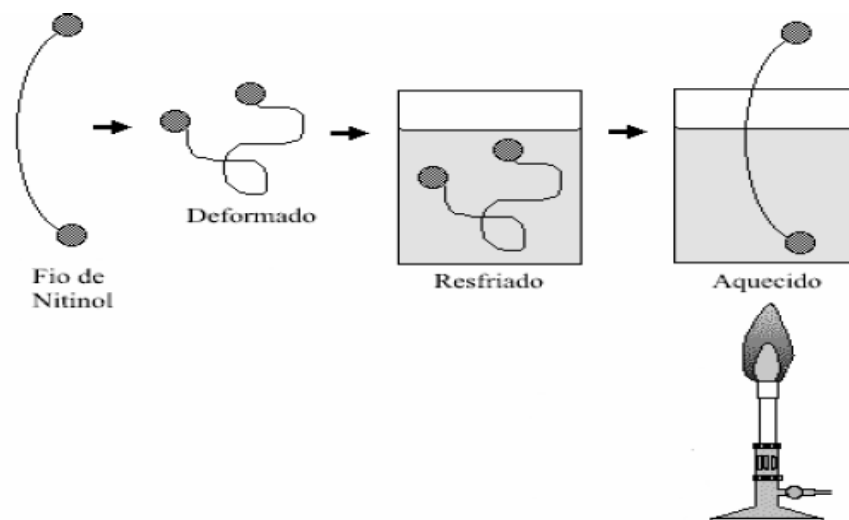
O termo memória de forma faz jus a habilidade que certos materiais têm de assimilar um determinado formato, ainda que haja deformação plástica, se tal deformação acontece a baixas temperaturas, essa deformação vai se desfazer quando o material for aquecido e retornará espontaneamente a sua forma original (CHIKKAMARANAHALLI et al., 2005). Ligas NiTi respondem de maneira intensa a mudanças na sua composição, falando da proporção de Ti ou Ni, sendo que para composições entre 49,0 e 49,4at% de Ti apresenta superelasticidade, e para

composições entre 40,7 e 50,7at% de Ti se comporta com uma liga com efeito memória de forma (DUEIRIG; PELTON, 1994).

O efeito memória de forma ocorre devido as transformações de fase austenita-martensita. Essas transformações são chamadas de processos não-difusivos que envolvem fases sólidas que ocorrem em velocidades muito elevadas. Na sua estrutura cristalina acontecem modificações, que são causadas devido a diferença de energia livre entre as estruturas constituintes envolvidas no processo. A austenita trata-se de uma estrutura cúbica de corpo centrado bem ordenada com apenas uma variante, já a martensita pode apresentar até vinte e quatro variantes considerando-se o caso mais geral, e sua estrutura depende do tipo de transformação que ocorreu no material (WASILEVSKI, 1875).

Um exemplo típico é mostrado na Figura 3.2, quando um fio de Nitinol que foi deformado em um formato qualquer é mergulhado em água fria, preservando a fase martensítica, mantendo sua forma, mas quando a água é aquecida a fase se torna austenítica e o fio retorna ao seu estado original (CHIKKAMARANAHALI et al., 2005).

Figura 3.2 Exemplo de efeito de memória de forma em um fio de Nitinol.



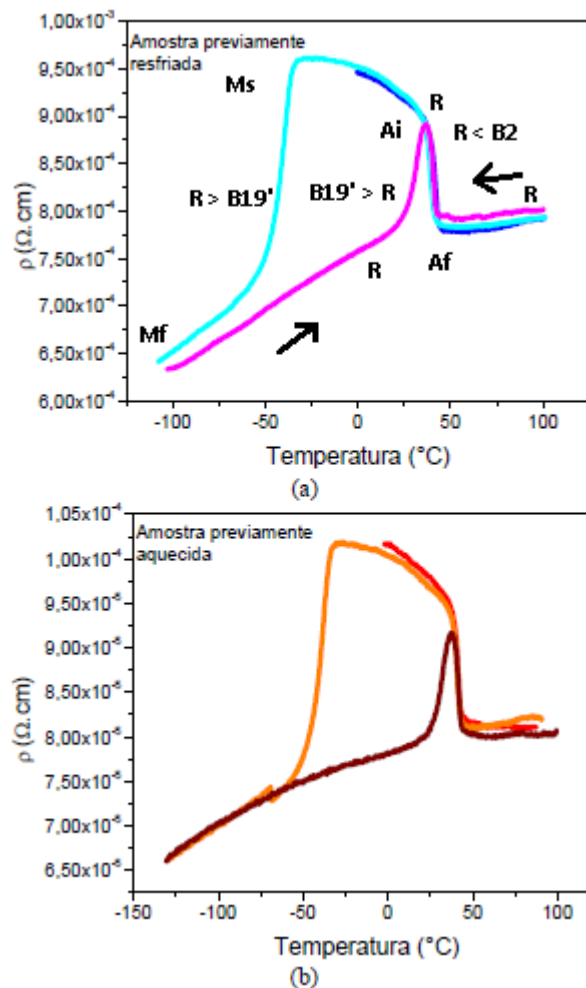
Fonte: Talkingeletronics (2016)

Para se obter as temperaturas de transformação das fases pode-se variar a resistividade elétrica em função da temperatura, sendo tão efetivo quanto o ensaio de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). As ligas com efeito memória de forma apresentam variações

significativas variações da resistividade, podendo chegar até 20%, ao atravessarem a faixa das temperaturas de transformação (MAGELA, 2010).

Paras ligas Ni-Ti a variação da resistividade elétrica ocorre de maneira positiva quando $B2 \rightarrow R$ (austenita para fase-R), e de maneira negativa quando a transformação é $R \rightarrow B19'$ (fase-R para martensita) e $B2 \rightarrow B19'$ (austenita para martensita). A Figura 3.3 apresenta curvas de primeiro aquecimento ($0 \rightarrow 100^\circ\text{C}$), resfriamento ($100^\circ\text{C} \rightarrow -100^\circ\text{C}$) e segundo aquecimento ($-100 \rightarrow 100^\circ\text{C}$), para as amostras CR estudas por Magela (2010), as amostras foram previamente resfriadas por imersão em nitrogênio líquido e para as que foram previamente aquecidas até 80°C . Também pode-se observar que além das variações de resistividade mais acentuadas, as curvas das amostras resfriadas em nitrogênio líquido possuem valores de resistividade mais elevados. Os dois aspectos são observados no primeiro aquecimento, no resfriamento e aquecimento subsequente (MAGELA, 2010).

Figura 3. 3 - Curvas de resistividade elétrica de amostras CR (a) resfriadas em nitrogênio líquido, (b) aquecidas até 80°C .



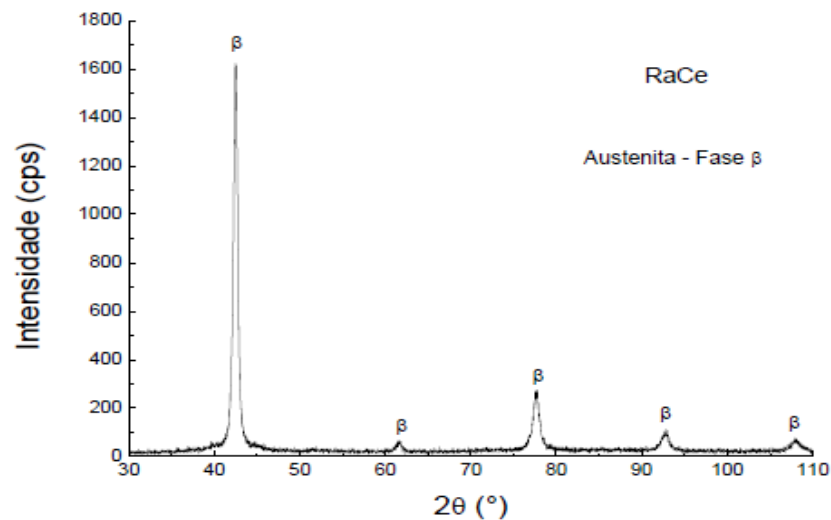
Fonte: Magela (2010)

3.3 Fases das ligas NiTi

A liga de NiTi é polimórfica, apresenta estruturas cristalinas distintas de acordo com a temperatura em que se encontra ou com a tensão que está sofrendo. Em cada fase existe uma forma dos átomos se organizarem no espaço, isso confere características diferentes para o material com relação às suas propriedades, por exemplo, o efeito memória de forma. A fase presente é a austenita, porém com a diminuição da temperatura ou com o aumento da tensão aplicada no material acontece a transformação para martensita. Cada fase apresenta um arranjo cristalino diferente, com diferentes números de coordenação e fator de empacotamento, isso pode ser determinado através de análise por difração de raios X ou DSC (VIEIRA, 2010).

É possível verificar a existência da fase B2 através do ensaio não destrutivo de difração de raios-x (DRX). O estudo de DRX feito por Alves (2011) em uma amostra de um instrumento odontológico da marca RaCe resultou no difratograma da Figura 3.4. O difratograma apresenta como principal constituinte a fase β ou austenita que se caracteriza como uma estrutura cúbica de corpo centrado ordenada, designada como B2 (OTSUKA E WAYMAN, 1998).

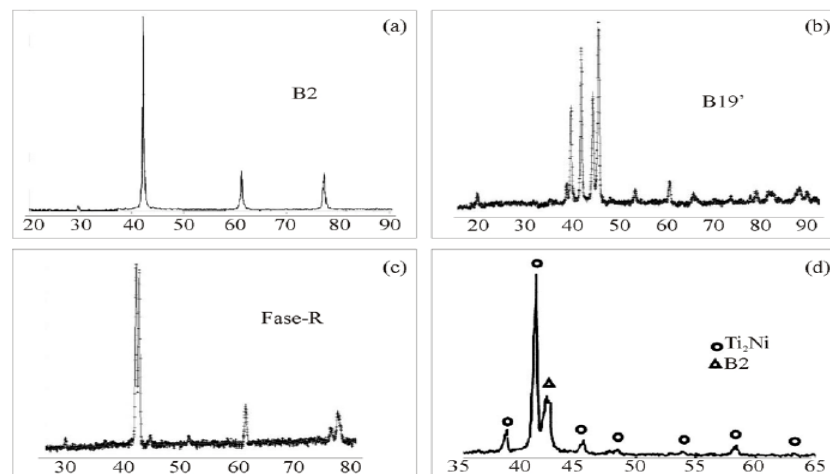
Figura 3. 4 - Difratograma obtidos por DRX em instrumento RaCe.



Fonte: Alves (2011)

A Figura 3.5 apresenta exemplos de espectro de DRX das diferentes fases presentes nas ligas de Ni-Ti ricas em Ti, como a austenita (B2), martensita (B19'), a fase-R (R) assim como o precipitado Ti_2Ni (PAULA, 2006).

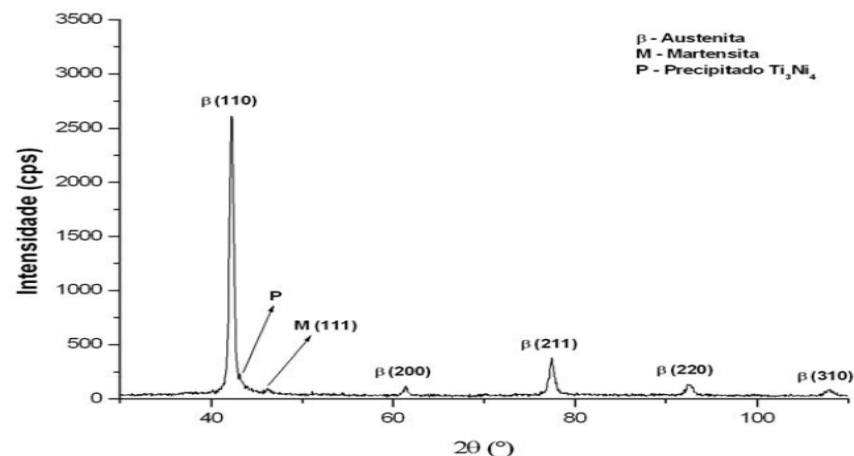
Figura 3. 5 - Espectros de DRX (radiação CuK α) típicos de (a) B2, (b) B19', (c) fase-R e (d) Ti₂Ni



Fonte: Paula (2006)

O ensaio de difração feito por Dias (2005) mostrado na Figura 2.6 traz um difratograma semelhante ao gerado pela amostra V. As amostras usadas foram fios de NiTi não-ciclados e ciclados, a Figura 3.6 mostra o ensaio feito em fios ciclados até sua fratura com deformação de 4,5%. Observa-se que há diminuição da intensidade dos picos correspondentes a fase austenítica, principalmente o $\beta(110)$, nos fios ciclados, isso pode estar relacionado com a formação de martensita residual durante as deformações, mesmo que não se observe um aumento na intensidade no pico M (111) que corresponde a martensita (DIAS, 2005).

Figura 3. 6 – Difratograma dos fios de NiTi ciclados até $\frac{3}{4}$ do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 4.5%.

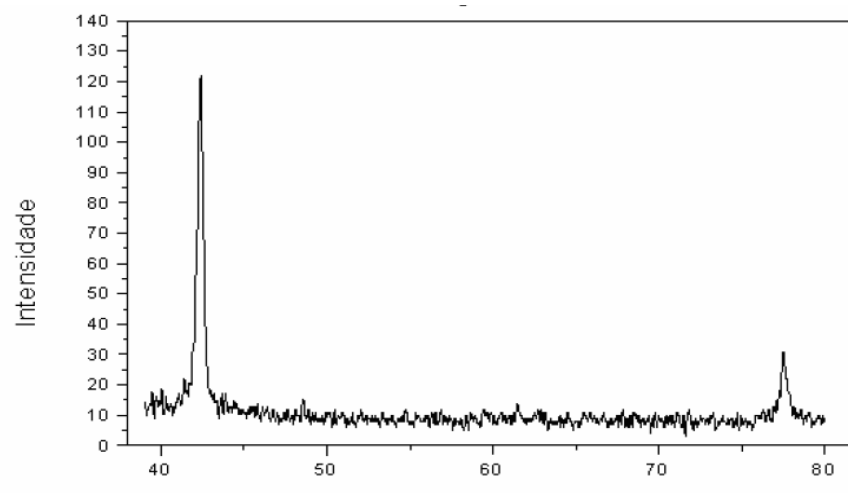


Fonte: Dias (2005)

A Figura 3.7 apresenta o gráfico do difratograma de Ni-Ti gerado pelo estudo de Geroldo (2009), apresentando uma estrutura cristalina da Fase B2 ou austenítica onde é observada a presença de muito ruído que é atribuída à preparação da amostra que foi adaptada, ficando com uma superfície muito rugosa, o que dificulta a realização dos ensaios nas amostras.

Os picos que podem ser observados na Figura 3.7 são das fases NiTi e Ni₃Ti. Próximos aos ângulos de 40° e 44° nos encontramos os picos que apresentam a fase NiTi na direção 111 e 002 respectivamente se apresentando na forma de uma estrutura cristalina monoclinica que uma característica de uma fase martensítica (B19'). Nos picos próximos a 42°, 61° e 77° é observado a fase NiTi nas direções 110, 200, 211 respectivamente com uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado típico da fase austenítica (B2). No ângulo próximo de 47° tem-se o pico correspondente a fase Ni₃Ti na direção 202, de estrutura cristalina hexagonal, sendo provável intermetálico formado nos processos de fabricação (BRANTLEY; IJIMA; GRENTZER, 2003).

Figura 3. 7 Difratograma de raios X do Ni-Ti.



Fonte: Geroldo (2009)

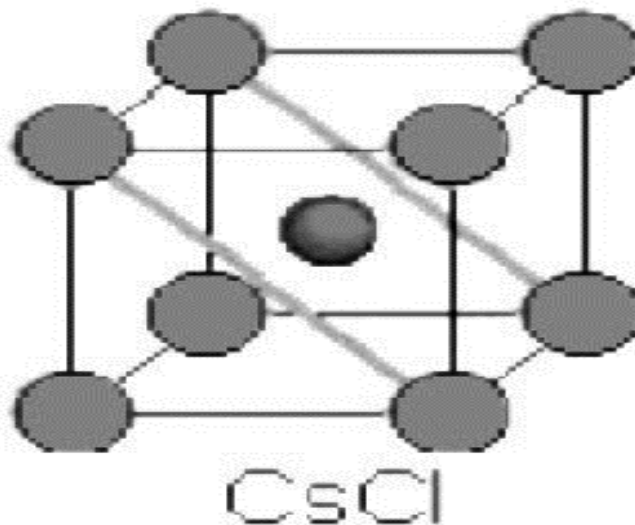
3.3.1 Fase B2 ou austenítica

Com uma geometria composta de átomos localizados nos oito vértices e apenas um átomo no centro do cubo. Considerando que os átomos são iguais, soma-se dois átomos associados a cada célula unitária. Sendo um formado pelos oito vértices e o outro localizado no centro do cubo, apresenta um número de coordenação de 0,68, se diferenciando da fase cúbica

de face centrada (CFC) que tem 0,74 (WILLIAM; CALLISTER, 2012). A fase B2 possui uma rede de 0,411 nm à temperatura ambiente e se mantém constante (HANDBOOK, 1992).

A têmpera, também chamada de resfriamento lento à temperatura ambiente se mantém na fase B2, esta fase que está diretamente associada ao efeito memória de forma desempenha um papel importante nas transformações martensíticas (OTSUKA; REN, 2005). A Figura 3.8 representa a célula unitária da fase austenítica.

Figura 3.8 Representação da célula unitária da fase austenítica da liga NiTi.

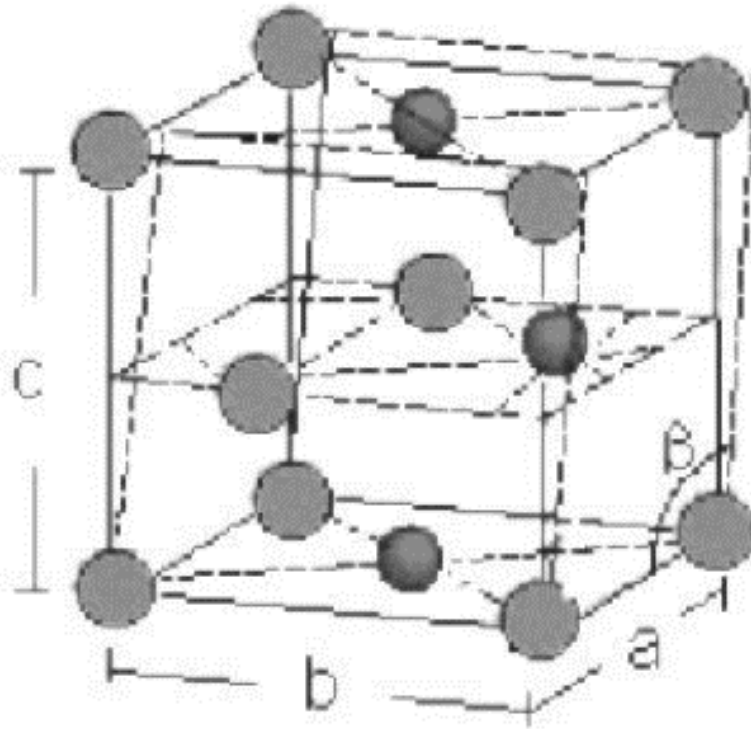


Fonte: Zhang e Sehitoglu (2004).

3.3.2 Fase B19' ou martensítica

Apresenta distorção como a de uma estrutura tetragonal, onde o maior lado é inclinado tomando de referência a base da célula, representada na Figura 3.9. Quando essa fase é formada com a influência da temperatura ela é chamada de maclada podendo assumir 24 orientações cristalográficas distintas e quando a fase martensítica é induzida por tensão só existe uma variante que é chamada de martensita não-maclada (LOPES *et al.*, 2001).

Figura 3.9 Representação da célula unitária da fase martensítica da liga NiTi.



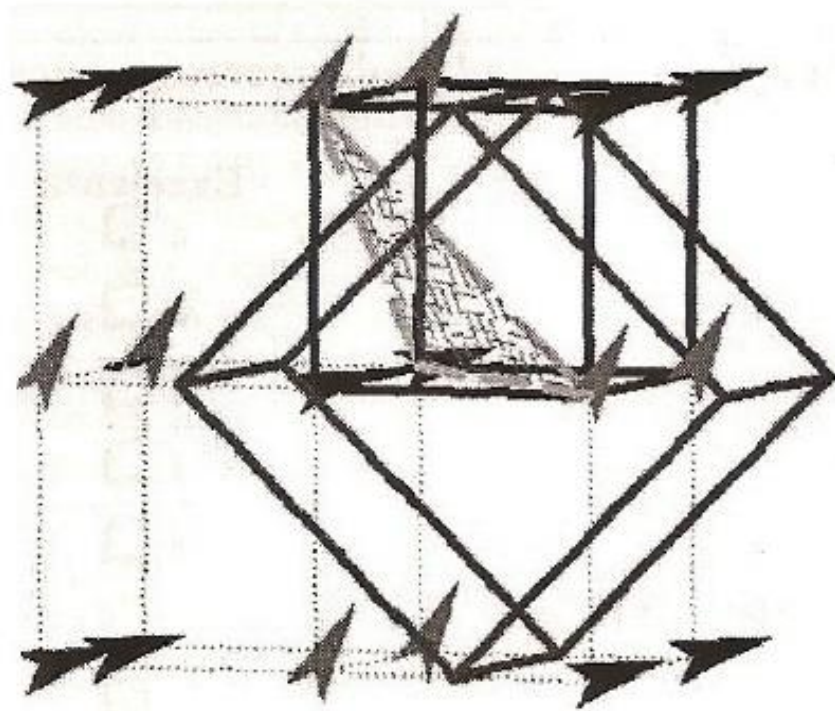
Fonte: Zhang e Sehitoglu (2004).

3.3.3 Fase R ou romboédrica

Uma fase R intermediária também é formada, se localizando entre as estruturas austenítica e martensítica (BRANTLEY; IJIMA; GRENTZER, 2003). Otsuka (2009) sugeriu que uma fase intermediária pode ser formada entre as fases martensítica e austenítica da liga NiTi, quando relatou que o processo completo de transformação é complexo.

O módulo de elasticidade da fase R é de menor valor que o da fase martensítica, um recozimento a 400°C mostra bons resultados, proporcionando à liga uma densidade adequada para a formação da fase R e uma baixa densidade que limita a fragilidade dos instrumentos confeccionados (KUHN *et al.*, 2001). A Figura 3.10 representa uma estrutura romboédrica.

Figura 3.10 Representação do plano basal da fase R na liga NiTi.



Fonte: Mehta et al. (2009)

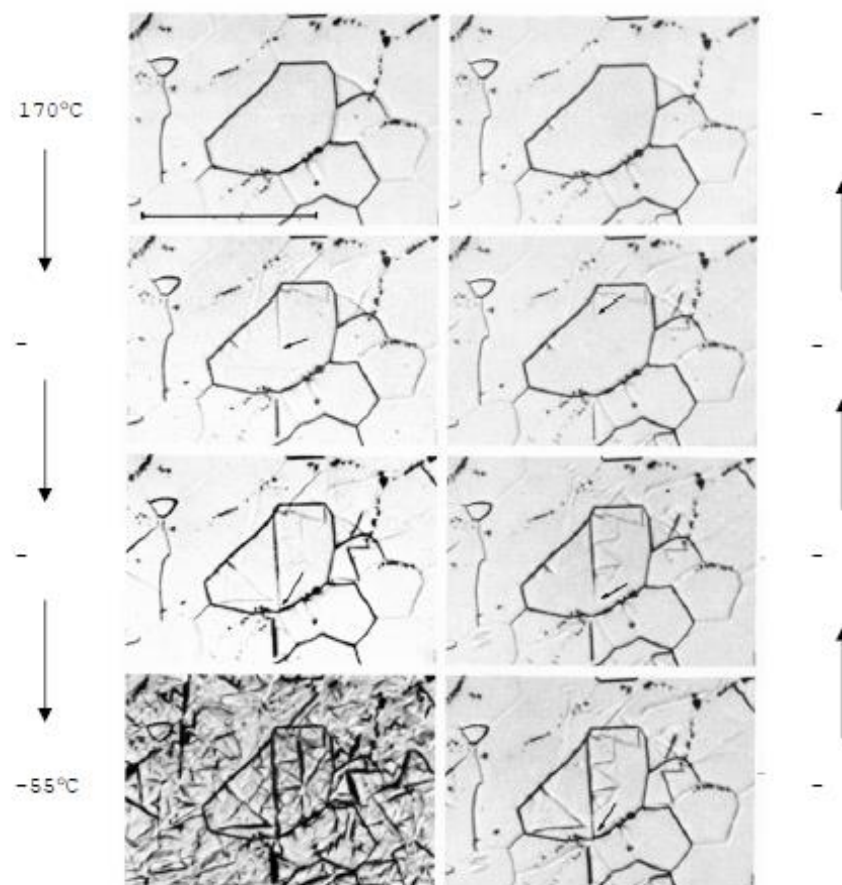
3.4 Transformações nas ligas NiTi

Em altas temperaturas, a rede cristalina apresenta uma matriz que se forma através da austenita que tem estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (B2), que está representada na Figura 2.8 e a fase produto, que é formada por martensita monoclinica B19', representada na Figura 2.9. Esta segunda pode ser obtida através da etapa de transformação $B2 \rightarrow B19'$. Quando em outras condições como trabalho a frio, ciclos térmicos ou até um terceiro elemento de liga pode ocorrer o aparecimento da fase romboédrica R, representada na Figura 3.11, tal fase se encontra entre as fases austenita e martensita, e provoca um segundo estágio de transformação $B2 \rightarrow \text{fase R} \rightarrow B19'$ (ZHANG; SEHITOGLU, 2004).

3.4.1 Transformações martensíticas nas ligas NiTi

Podemos constatar que ocorrem transformações martensíticas nas ligas NiTi através da microscopia óptica, que revela o alívio superficial esperado para esse tipo de transformação. Na Figura 3.11 é representado o progressivo crescimento do alívio superficial à medida que se resfria uma amostra de Ni-Ti abaixo da temperatura M_s , desaparecendo em seguida com o aumento da temperatura. As setas são a representação do crescimento das agulhas de martensita com o resfriamento e depois o desaparecimento das mesmas com o aquecimento, essas agulhas são destacadas no centro da amostra (NISHIYAMA, 1978).

Figura 3.11- Observação progressiva do alívio superficial em uma amostra de liga Ni-Ti (49,75% de Ti). A esquerda ocorre o resfriamento e à direita o aquecimento da amostra.

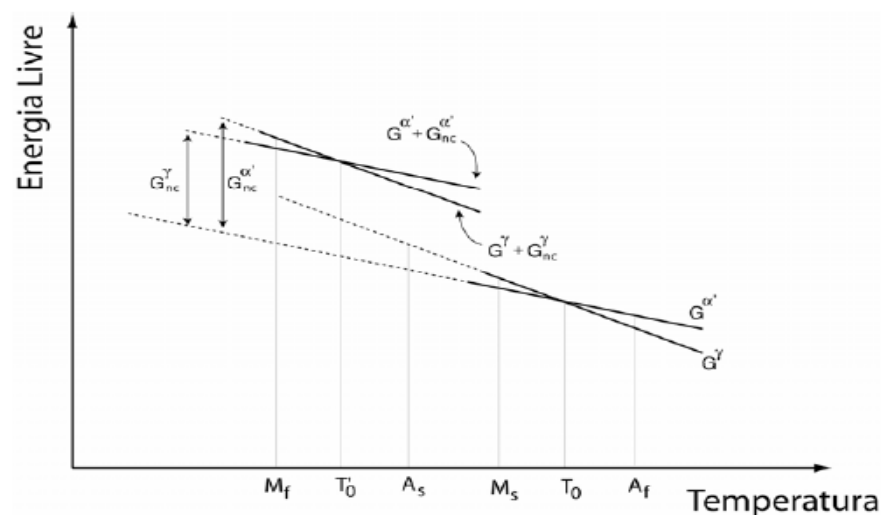


Fonte: Nishiyama (1978).

Segundo Lopez et al (2001), das ligas com efeito memória de forma a transformação martensítica que acontece envolve um mecanismo distinto em relação à transformação

austenítica, que é o caminho reverso dessa transformação. Para essas ligas, a transformação austenítica $\alpha' \rightarrow \gamma$ é auxiliada pela energia elástica que foi armazenada na rede durante a transformação martensítica $\gamma \rightarrow \alpha'$, por esse motivo, geralmente a temperatura de início da transformação austenítica (A_s) é menor que do que a temperatura de início da transformação martensítica (M_s). Sabendo que M_s deve ser menor que T_0 e A_s maior que T_0 , uma nova temperatura de equilíbrio T_0' deve existir para a transformação reversa para que seja corrigida essa condição, dessa maneira para as ligas com memória de forma, geralmente $T_0 = \frac{1}{2} (A_f + M_s)$ e $T_0' = \frac{1}{2} (A_s + M_f)$ e $A_f > T_0 > M_s > A_s > T_0' > M_f$, como mostra na Figura 3.11.

Figura 3.12 - Gráfico esquemático da Energia Livre X Temperatura próprio das ligas de Ni-Ti.



Fonte: Wayman (1975)

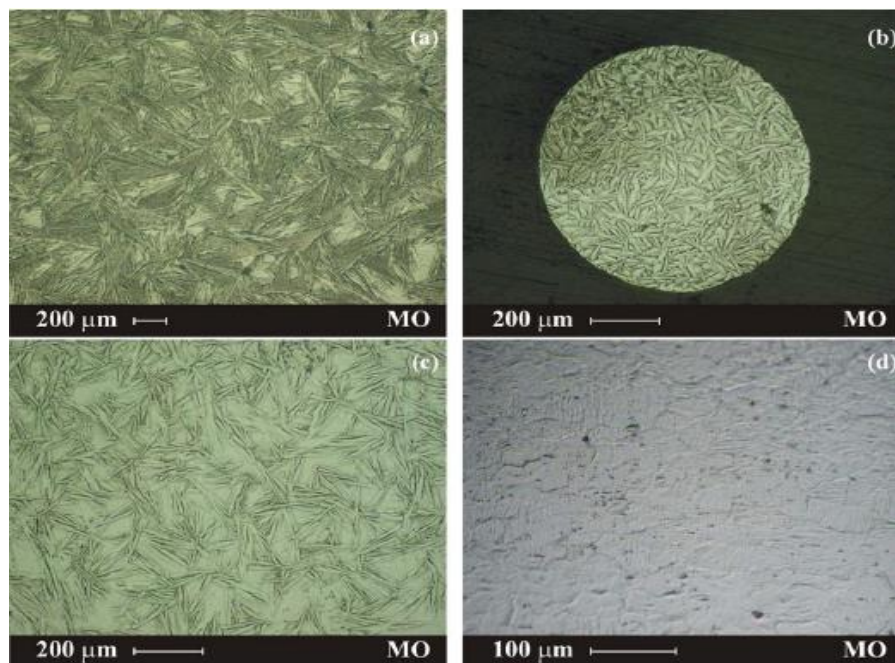
Assim como no caso dos aços, T_0 para as ligas Ni-Ti é a temperatura em que a energia livre da austenita é igual à energia livre da martensita ($G^{\gamma} = G^{\alpha'}$), o que significa que $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'} = 0$, mas temos que T_0' é a temperatura onde a energia livre da austenita somada a sua energia livre devido às forças não químicas é igual a energia livre da martensita somada a sua energia livre devido às forças não químicas ($G^{\gamma} + G_{nc}^{\gamma} = G^{\alpha'} + G_{nc}^{\alpha'}$), isso significa que $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}_{nc} = 0$. A energia não química corresponde à energia armazenada devido a deformação elástica da rede nas transformações martensíticas (LOPEZ et al., 2001).

Outra diferença importante da transformação martensítica é que acréscimos ou decréscimos na temperatura são acompanhados por acréscimos ou decréscimos proporcionais de fase transformada, se diferenciando da transformação martensítica que acontece nos aços,

que acontece de uma vez só, sem controle, de maneira brusca. De maneira simplificada, na transformação martensítica termoelástica a mudança de fase acontece de maneira uniforme com um intervalo de temperatura bem definido que é de M_s até M_f , onde não ocorrem mudanças bruscas nas propriedades do material nesse intervalo (BRADLEY; BRANTLEY, 1996).

Um estudo feito por Paula (2006) onde foi feita a caracterização de amostras de ligas com efeito memória de forma gerou resultados que são apresentados na Figura 3.13. A Figura 3.13 apresenta microestruturas por microscopia óptica (MO) das amostras de chapa e de arame da Liga H; de arame da Liga M e de chapa da Liga S em estudo na condição como recebida à T_{amb} , respectivamente.

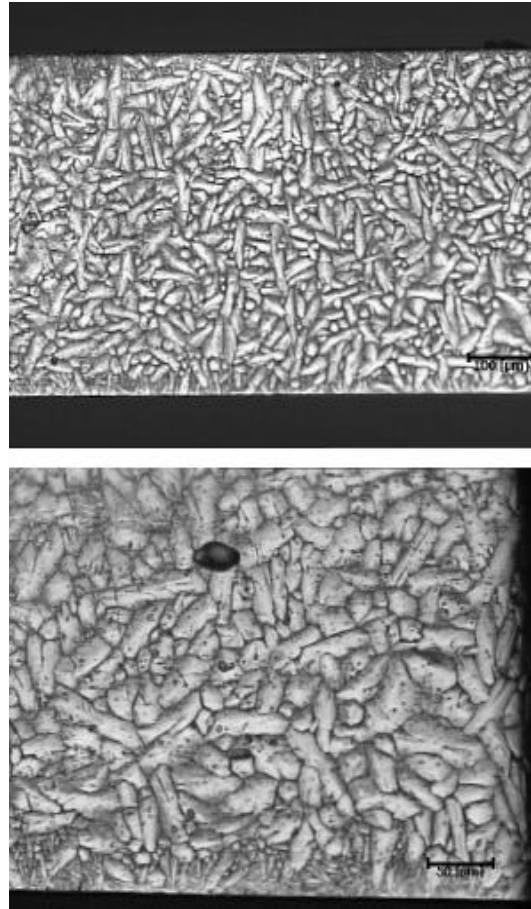
Figura 3. 13– MO (T_{amb}): (a) cHCR (50x); (b) aHCR (100X); (c) aMCR (100X); (d) cSCR (100x).



Fonte: Paula (2006)

Na Figura 3.14 podemos observar a superfície da amostra do estudo feito por Geroldo (2009), onde pode-se observar uma possível estrutura de agulhas de martensita mais refinada, enquanto no centro da amostra o tipo de estrutura martensítica é bem mais grosseira e desorientada.

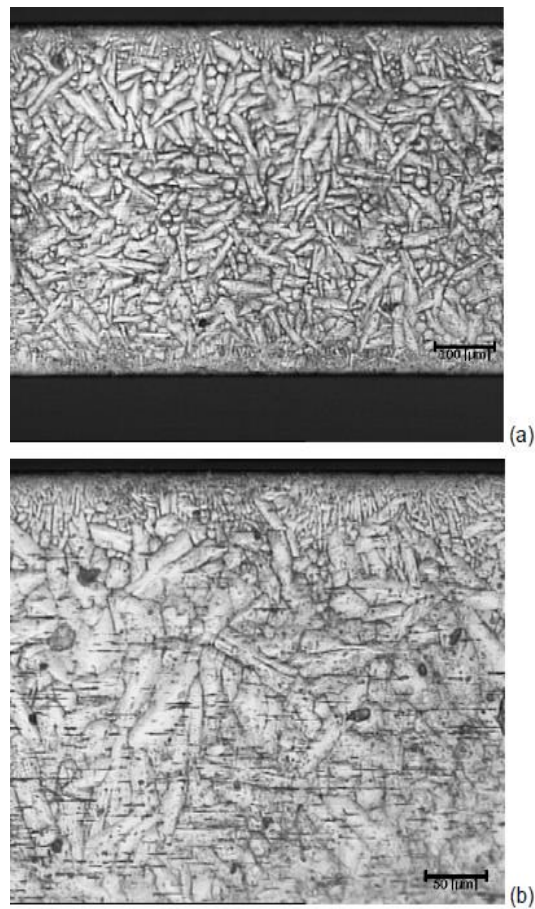
Figura 3. 14 – Micrografia MO da amostra CF, (a) aumento de 100X e (b) aumento de 200X.



Fonte: Geroldo (2009)

Geroldo (2009) também realizou a análise de microscopia óptica na amostra tratada termicamente a 300°C (TT300). Onde é possível observar na Figura 3.15 (a) e (b) a presença de estruturas com aspecto de agulhas, o que indica uma região predominante de matriz com fase martensítica. Na Figura 3.15b pode-se observar na superfície da amostra um aumento de agulhas de martensita mais refinada comparando com a amostra CF, enquanto no centro da amostra observou-se o mesmo tipo de estrutura martensítica grosseira e desorientada da amostra CF.

Figura 3. 15 – Micrografia MO da amostra TT300, (a) aumento de 100x e (b) aumento de 200X.

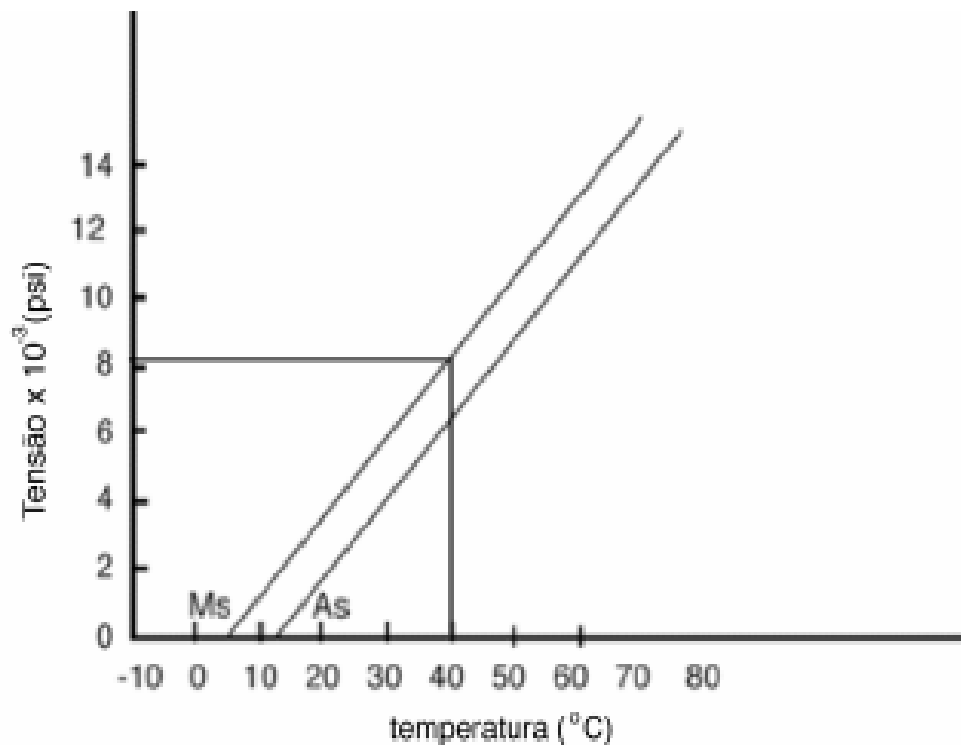


Fonte: Geroldo (2009).

3.4.2 Relação entre temperatura e tensão

Nas ligas de Ni-Ti a transformação martensítica pode ocorrer tanto pela variação de temperatura, quanto pela aplicação de uma tensão. O efeito da tensão pode aumentar a temperatura de transformação M_s . Assim, numa temperatura que seja superior a M_s existe uma tensão que faz com que a temperatura M_s seja a própria temperatura de trabalho, havendo presença de austenita (HOGDSON; BROWN, 2000). A Figura 3.16 mostra a relação entre tensão e temperatura para uma liga de CuZnSi, essa relação com maior clareza.

Figura 3.16 - A figura mostra a relação linear entre tensão e temperatura para um liga de CuZnSi com memória de forma.



Fonte: Gil, Maneiro e Planell (1996)

A transformação martensítica começa e a martensita permanece estável quando essa tensão é alcançada e enquanto se mantiver, assim que essa mesma tensão desaparecer ou diminuir, a fase austenítica reaparece num processo reverso. É importante que seja notado, para toda liga vai existir alguma temperatura na qual a tensão necessária para a formação de martensita seja maior que a própria tensão limite da austenita, ou seja, a tensão de escoamento. Assim, vai ocorrer deformação na fase austenítica e não havendo mais recuperação de forma (GIL; MANERO; PLANELL, 1996).

3.5 Aplicações das ligas NiTi

Apresentando grande biocompatibilidade, pode ser aplicada em dispositivos na área da medicina como próteses, stends e instrumentos cirúrgicos como cateteres, agulhas, capilares, tubos-guia, etc. Também tem aplicação na odontologia. E ainda pode ser aplicado em chaves interruptoras elétricas do tipo liga/desliga, roupa íntima para mulheres, antenas de aparelhos

celulares, fibra para camisa social, conexões e atuadores para automóveis e rebites (DUERIG, 1990; KRONE, 2005).

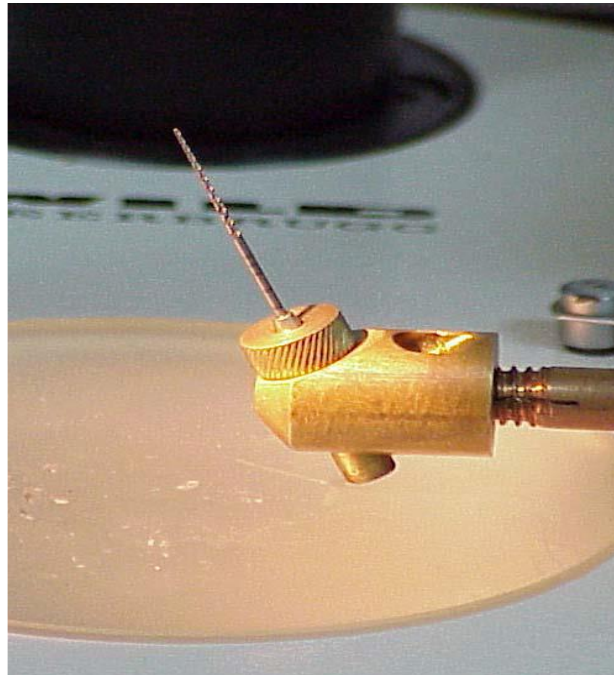
As ligas TiNi com EMF podem ser aplicadas em atuadores por apresentarem uma característica específica de gerar força de retorno. É necessário uma mola de inclinação adequada para a liga seja utilizada várias vezes, através dessa mola a liga pode ser deformada. Esse atuador é do tipo atuador térmico que utiliza o efeito memória de forma para gerar movimento e força. O atuador térmico funciona como um dispositivo que tem a capacidade de transformar energia térmica em energia mecânica, onde gera força e deslocamento (TADAKI et al, 1998). Quando uma corrente elétrica passa por um fio de Nitinol acontece uma transformação de fase onde a martensita se torna austenita, isso é causado pelo calor gerado pela corrente, esse efeito torna possível utilizar esse fio como atuador elétrico e sensor de temperatura (DUERIG, 1990).

Tem a segunda maior aplicação desenvolvida em fios elétricos. Diferente da conexão entre tubos e canos, conexões elétricas tem a propriedade de manter vários ciclos de conexão/desconexão. Utilizando uma força diferencial entre as fases austenítica e martensítica (OTSUKA; WAYMAN, 1998).

No campo odontológico as ligas NiTi possuem aplicação bem importante quando se fala em instrumentos de endodontia que trabalham com movimentos de rotação como limas, representada na Figura 3.17. Esses instrumentos são inseridos em tratamento de canais radiculares onde é necessária a realização de uma cirurgia, e vêm suprimindo de maneira satisfatória a utilização de limas de aço inoxidável, por conta de possuir maior flexibilidade antes de atingir o limite elástico (SCHÄFER, 1997).

Apresentando estrutura quase equiatômica, as ligas de Ni-Ti que são usadas nesses instrumentos podem sofrer a substituição de uma pequena porcentagem de níquel por cobalto (THOMPSON, 2000).

Figura 3.17 - Lima endodôntica de NiTi acionada a motor.

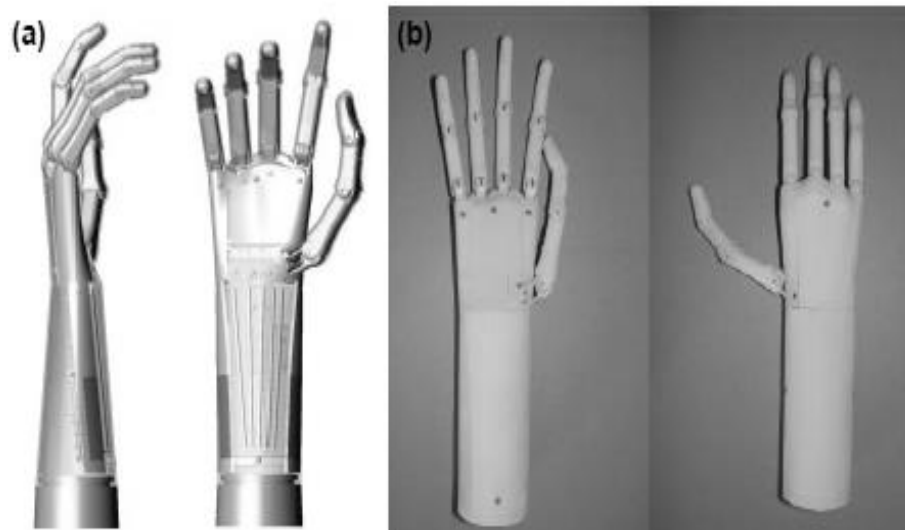


Fonte: Melo (1999).

A mão protética construída a partir de fios de NiTi com EMF é um sistema inovador. A mão humana se trata de um sistema biológico com um mecanismo muito eficiente e eficaz sendo uma referência para os pesquisadores. Sua forma complexa e avançada oferece habilidade e sutileza de maneira combinada para fornecer movimentos e a capacidade de agarrar objetos. A mão e os dedos apresentam a função de sentir que é fundamental para o propósito de explorar (ANDRIANESIS et al., 2010).

Esse sistema mostrou que a tecnologia de EMF aplicada a essa mão traz uma série de melhorias se comparada com os dispositivos protetivos que existem hoje em dia. O projeto traz uma proposta de um sistema integrado de atuação de EMF em uma mão protética (ANDRIANESIS et al., 2010). A Figura 3.18 mostra a representação em CAD (a) e o protótipo desenvolvido (b).

Figura 3. 18 Modelo de um protótipo de uma mão com atuadores de LMF a base de TiNi. (a) Modelo em CAD e (b) protótipo da mão desenvolvida.



Fonte: Andrianesis (2010).

3.6 Tratamento térmico

O tratamento térmico aplicado vai determinar algumas propriedades mecânicas como a capacidade de dissipar energia de uma liga pseudoelástica (DAYANANDA, 2008).

Amostras de NiTi que passam por tratamentos térmicos abaixo de 500°C melhoram sua pseudoelasticidade. Além disso, o valor da tensão crítica induzida diminui para a transformação martensítica em temperaturas até 600°C. Ligas que passaram pelo recozimento a 350°C, 500°C e 650°C apresentaram porcentagem de recuperação de forma superior a 90% quando sofreram uma deformação de 20% (WANG et al., 2011).

As temperaturas de tratamento térmico são definidas de acordo com a faixa de temperatura em que o material adquire propriedades de memória de forma (ELAHINIA et al., 2011).

A vantagem de se realizar tratamentos térmicos em ligas de Ni-Ti com EMF é que as propriedades físicas e mecânicas serão otimizadas, reduzindo a rigidez do fio na fase martensítica B19', chegando à propriedade de memória de forma e/ou propriedades de pseudoelasticidade (ELAHINIA et al., 2011).

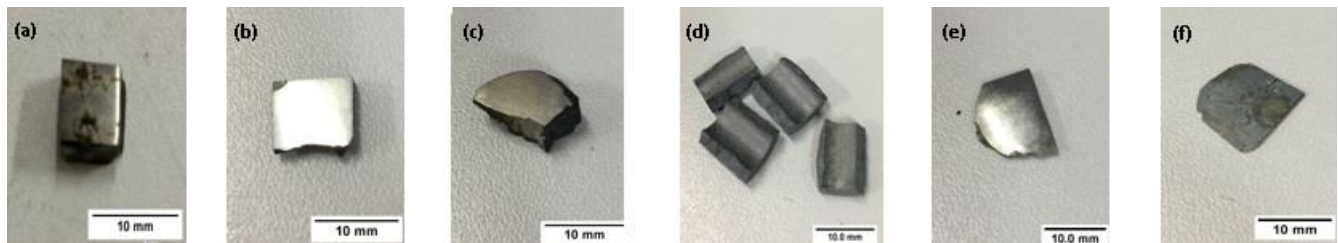
4. MATERIAIS E MÉTODOS

Como material de estudo foram usadas seis amostras que foram cedidas pela Universidade Federal do Campina Grande (UFCG) que fica na cidade de Campina Grande – PB, para realizar o estudo foram feitas metalografias no laboratório de ensaios mecânicos da Universidade Federal Rural do Semiárido (UFERSA) que fica na cidade de Mossoró – RN. Primeiramente foi feito um tratamento térmico de têmpera, onde cada amostra foi aquecida a 950°C por um período de 10 minutos cada, logo após a saída do forno as amostras foram resfriadas em água.

Foi feito também análise de Difração de raios X (DRX) no laboratório da Universidade Estadual do Rio Grande do Norte (UERN), no mesmo laboratório foram feitas análises de composição química através de Espectroscopia de Fluorescência de Raios X (EFRX).

Por fim, um estudo das temperaturas de transformação de fases foi feito no laboratório de projetos da UFERSA através da análise de resistividade elétrica. Na figura 4.1 é possível observar as amostras usadas no estudo para realização do presente trabalho.

Figura 4. 1 – Amostras de liga de aço usadas como objeto de estudo para o presente trabalho. (a) Amostra I. (b) Amostra II. (c) Amostra III. (d) Amostra IV. (e) Amostra V. (f) Amostra VI.



Fonte: Autoria própria.

4.1 Metalografia

De início, as amostras foram embutidas em resina devido ao seu tamanho reduzido para eliminar a dificuldade de lixamento e polimento.

Para o lixamento foram usadas as lixas p220, p320, p400, p600, p1000 e p1200, no trabalho de polimento de cada amostra foi usado o disco de polimento.

Foi necessário realizar primeiro um ataque químico para que seja revelada a microestrutura do material, o componente químico usado no ataque foi composto por 30ml de

ácido acético glacial, 5ml de ácido nítrico e 2ml de ácido fluorídrico. As fotos foram registradas em temperatura ambiente de 26°C.

Após o ataque químico, cada amostra foi observada no microscópio óptico Olympus, modelo GX – 51 com aumento de 50, 100, 200, 500 e 1000X. A micrografia foi registrada com o auxílio da câmera SC30, o software usado na análise foi Anlysis getIT. Algumas das fotografias foram selecionadas a fim de ilustrar a microestrutura encontrada em cada amostra.

4.2 Caracterização das fases

Para a caracterização das fases das microestruturas das amostras foram feitas análises de difração de raio X (DRX), a fim de encontrar os difratogramas de cada amostra, a partir de cada difratograma é possível entender qual plano da microestrutura é mais denso e qual plano é mais escasso observando os picos de difração apresentado pelo gráfico e também aliando com a análise de composição química é possível identificar quais fases estão presentes no espectro. O aparelho usado para esse experimento se encontra na UERN, sendo de modelo Minifex II, fabricado pela Rigaku, com um comprimento de onda de 1,5418 Å. O goniômetro usado era do tipo vertical com raio de 150mm, o ângulo de varredura de -3° até +145°, com velocidade angular de 500°/min e velocidade de leitura de 0,01 a 100°.

4.3 Análise química

As análises químicas de cada amostra foram feitas através de Espectroscopia de Fluorescência de Raios X (EFRX) que também foram realizadas na UERN, o equipamento utilizado foi um Espectrômetro de Fluorescência de Raios X EDX-7000, a análise foi realizada em atmosfera ambiente (ar) com um colimador de 5mm e as amostras ficaram dentro de um copo fabricado em polipropileno. Com a análise química é possível descobrir quais elementos químicos estão presentes em cada amostra estudada. O objetivo foi de comprovar que as amostras possuíam em sua composição química a maioria composta por níquel e titânio.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Espectroscopia De Fluorescência De Raios X (EFRX)

Nesse tópico foram apresentadas tabelas contendo a composição química de cada amostra, o estudo foi feito através de espectroscopia de fluorescência de raios X.

5.1.1 Composição químicas das amostras estudadas

A Tabela 5.1 define a composição química em % em peso do conjunto de amostras, que são todas semelhantes a encontrada por Villamarin (2013) no estudo realizado nas amostras 8CR e 2CR apresentadas nas Tabela 2.1 e 2.2, com exceção da amostra III. Quando a composição química apresenta % em peso de Ni acima de 50,5 o efeito de pseudoelasticidade é favorecido (OTSUKA; WAYMAN, 1998).

Tabela 5.1– Tabela contendo as composições químicas das amostras estudadas de I a VI, respectivamente.

Elementos	Ni	Ti	Fe	Cr	Nb	Si	Ca
% (em peso)	60,78	39,15	0,026	-	-	-	0,047
	69,67	27,40	2,35	0,58	-	-	-
	34,81	19,15	31,02	8,1	4,08	-	-
	61,54	37,03	0,21	-	-	1,14	0,09
	60,93	38,90	-	-	-	-	-
	58,45	41,09	-	-	-	-	-

Fonte: Autoria própria (2017).

5.2 Difração de Raios-X (DRX)

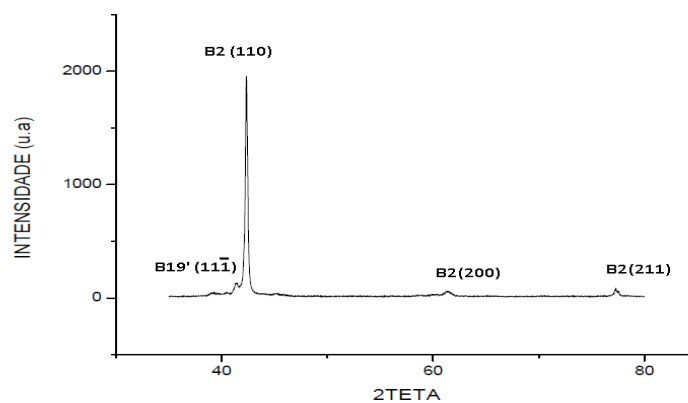
Os ensaios de Difração de Raios X foram transformados em difratogramas para melhor compreensão dos dados gerados. Os valores para 2Θ de que podem ser observados em cada fase estão listados em anexo I no final do trabalho.

5.2.1 Amostra I

A Figura 5.1 nos traz a representação dos dados gerados na máquina de difração realizada na amostra I. O espectro da Figura 3.4, localizada no tópico 3.3 encontrado por Alves

(2011) mostra picos semelhantes aos encontrados na Figura 3.5a o que evidencia a presença da fase austenita (B2). De acordo com Paula (2006) também podemos observar a presença da martensita (B19') no difratograma obtido na amostra I. Os valores de cada pico são aproximadamente 41° (B19') e 43°, 62° e 78° (B2).

Figura 5.1 – Difratograma da amostra I.

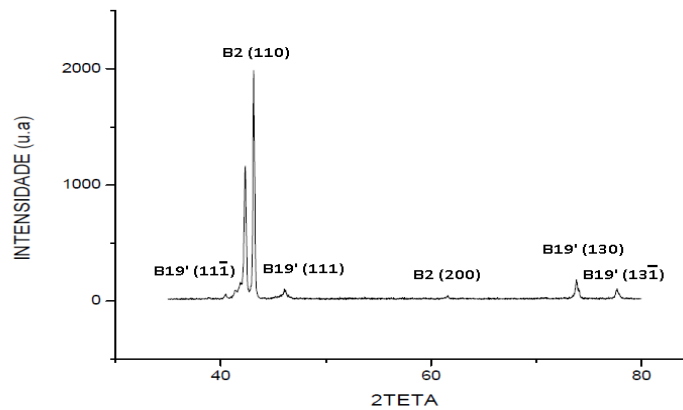


Fonte: Autoria própria (2017)

5.2.2 Amostra II

A Figura 4.2 nos traz a representação do difratograma confeccionado através dos dados gerados com análise da amostra II. De acordo com Paula (2006) em sua análise de DRX ilustrado pela Figura 3.5, estão presentes no espectro da amostra II as fases B2 e B19' com picos nos valores de 41°, 43°, 44° e 46°, um pequeno pico em 62° e mais dois em 77° e 79° para 2θ.

Figura 5.2 - Difratoograma da amostra II.

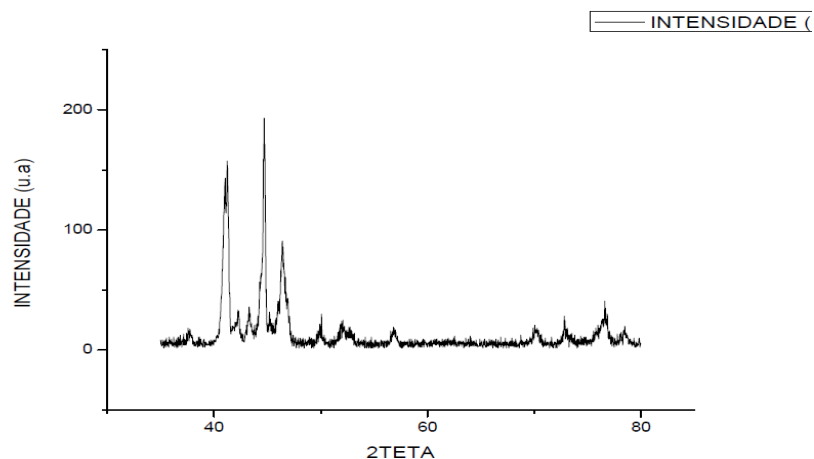


Fonte: Autoria própria (2017)

5.2.3 Amostra III

A Figura 5.3 traz os dados da análise realizada na amostra III convertidos em um difratograma. O espectro gerado se assemelha com o espectro de Paula (2006), porém como foi constatado na composição química, temos uma grande diferença de composição na amostra, por isso torna-se impossível identificar quaisquer fases no espectro da amostra III.

Figura 5.3– Difratoograma da amostra III.

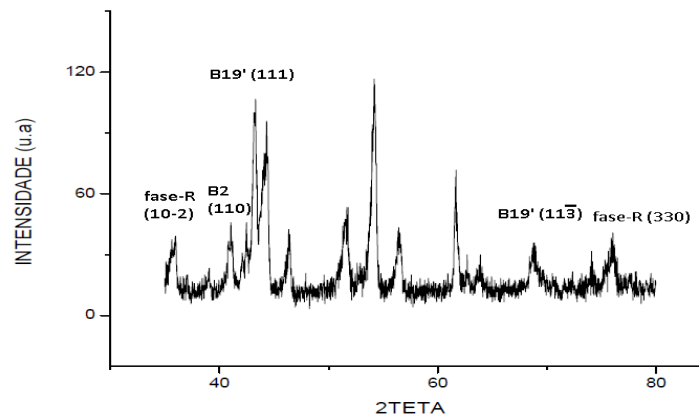


Fonte: Autoria própria (2017)

5.2.4 Amostra IV

A Figura 5.4 traz a representação em forma de difratograma dos dados gerados pelo ensaio realizado na amostra IV. Semelhante à Figura 3.5a em conjunto com as Figuras 3.5b e 3.5c pode-se observar a presença de picos característicos da fase-R em 44° e 62° e em 77° e 78° , também é possível observar martensita (B19') para valores de 39° , 41° , e 48° e também o pico característico da austenita em 42° .

Figura 5.4– Difratograma da amostra IV.

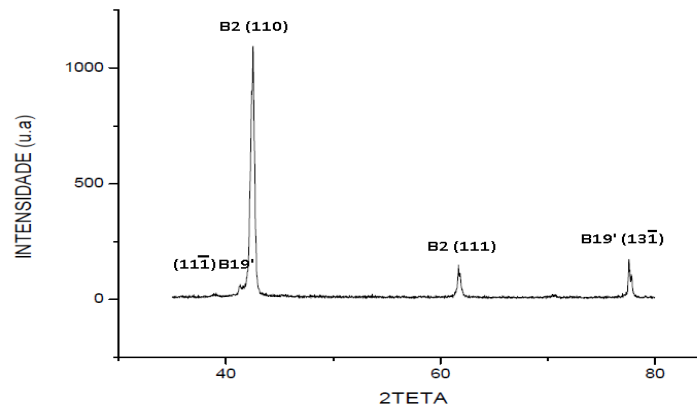


Fonte: Autoria própria (2017)

5.2.5 Amostra V

O difratograma da figura 5.5 foi gerado através do processamento dos dados obtidos através do ensaio realizado na amostra V. Os picos observados se assemelham bastante com os encontrados por Dias (2006) que estão apresentados na Figura 3.6. no tópico 3.3. Os valores estão em torno de 42° , 61° para austenita e 78° para martensita.

Figura 5.5 – Difratoograma da amostra V.

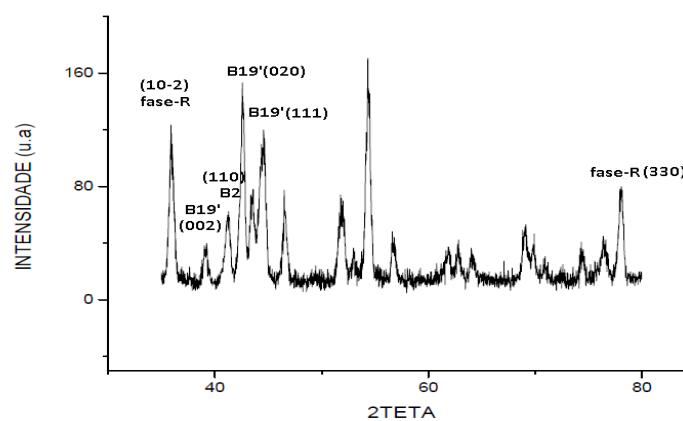


Fonte: Autoria própria (2017)

5.2.6 Amostra VI

Finalmente, os dados obtidos no ensaio com a amostra VI foram convertidos em um difratograma e impressos na Figura 5.6. Na amostra VI é possível observar a presença da martensita e austenita de maneira semelhante aos encontrados no espectro da amostra IV apresentado na Figura 5.4. Os picos estão nos valores de 36° e 78° para fase-R, 39°, 43° e 45° para fase martensítica e em 42° para fase austenítica.

Figura 5.6– Difratoograma da amostra VI.



Fonte: Autoria própria (2017)

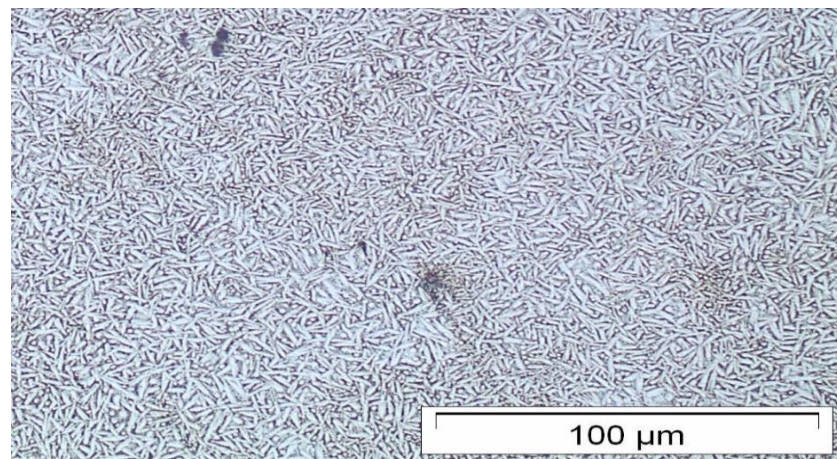
5.3 Metalografias

A análise das micrografias geradas na Microscopia Óptica não foi possível afirmar a existências de determinada fase, mas apenas de supor que no conjunto das amostras foram observadas as fases austenita, martensita e fase-R.

5.3.1 Amostra I

Com o auxílio da metalografia e do microscópio a seguinte foto foi tirada da microestrutura da amostra I. A Figura 5.7 ilustra a microestrutura da amostra I.

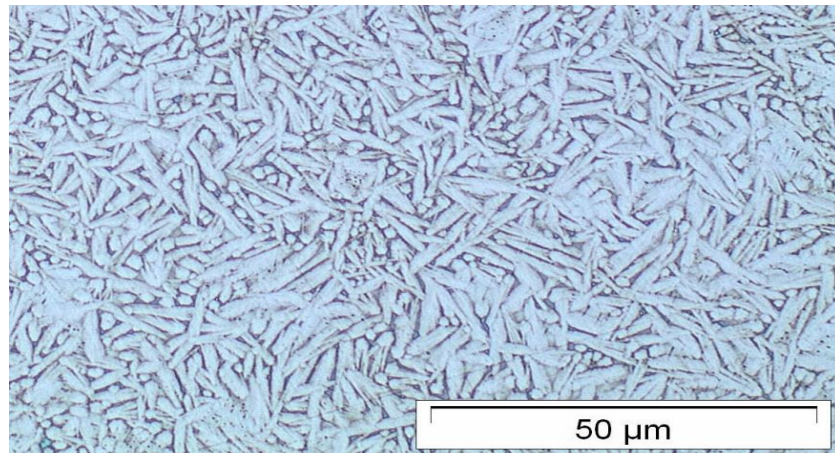
Figura 5.7 – Microestrutura da amostra I com aumento de 200X.



Fonte: Autoria própria (2017)

A Figura 5.8 traz uma imagem da mesma amostra, porém com um aumento de 500X com um maior detalhamento das fases.

Figura 5.8 – Amostra I com um aumento de 500X.

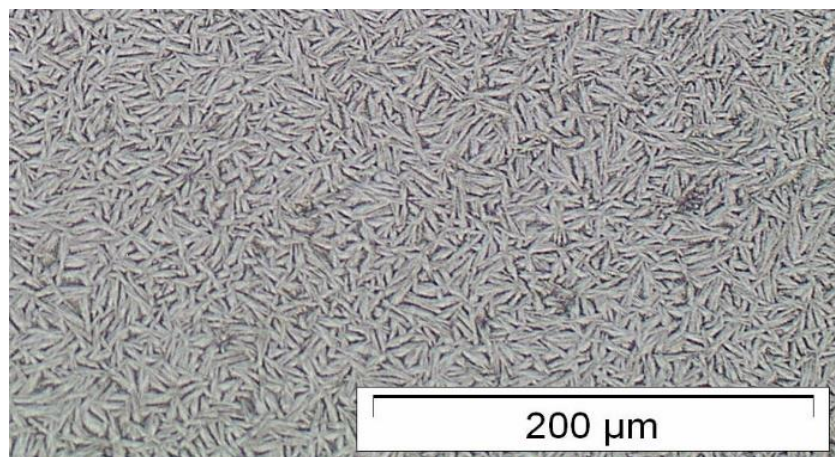


Fonte: Autoria própria (2017).

5.3.2 Amostra II

A Figura 5.9 traz a ilustração da amostra II conseguida através da análise de microscopia óptica.

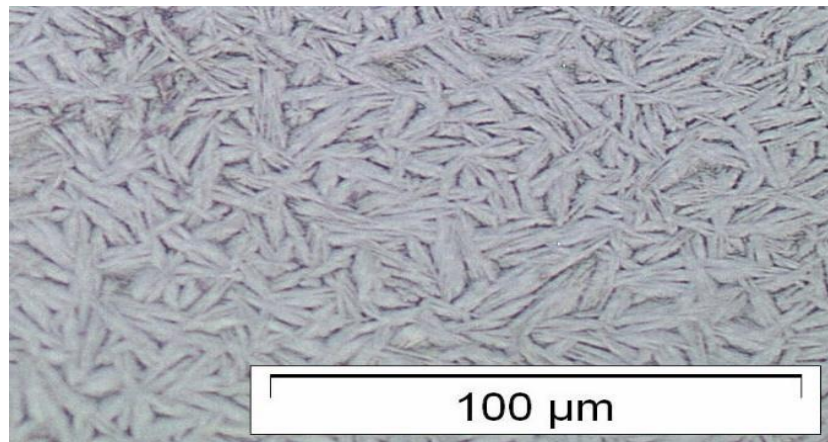
Figura 5.9 – Microscopia Óptica da amostra II com aumento de 100X.



Fonte: Autoria própria (2017).

A Figura 5.10 mostra a mesma microestrutura, mas com um aumento de 200X.

Figura 5.10 – Amostra II com aumento de 200X.

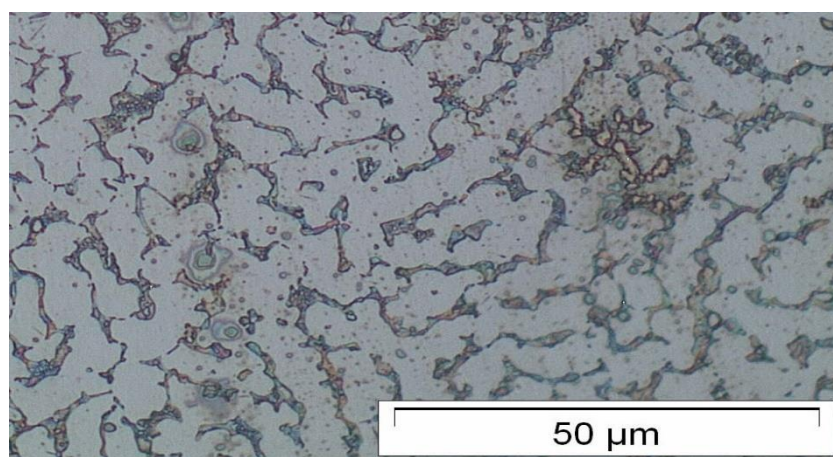


Fonte: Autoria própria (2017)

5.3.3 Amostra III

A Figura 5.11 traz a imagem gerada pelo microscópio da amostra III com um aumento de 500X. Na amostra III não podemos supor ou afirmar a existência de determinadas fases devido a composição química pouco conhecida e principalmente por não ter sido encontrado nada semelhante na literatura.

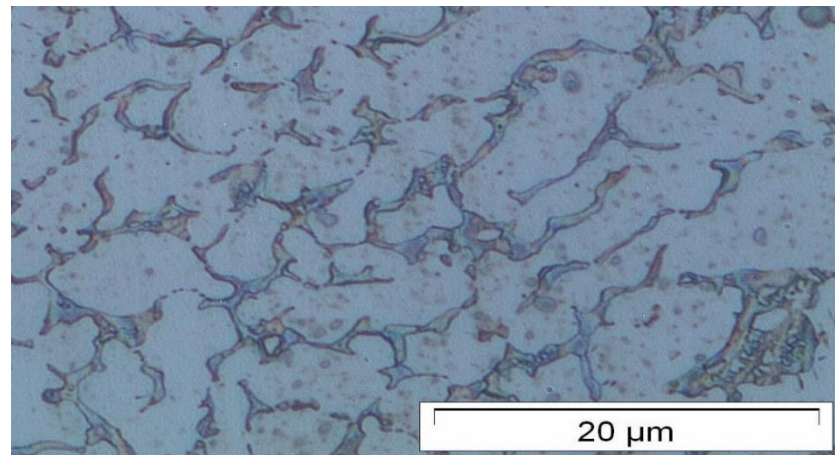
Figura 5.11 – Microscopia da amostra III com aumento de 500X.



Fonte: Autoria própria (2017).

Com a Figura 5.12 podemos detalhar melhor com um aumento de 1000X.

Figura 5.12 – Microscopia da amostra III com um aumento de 1000X.

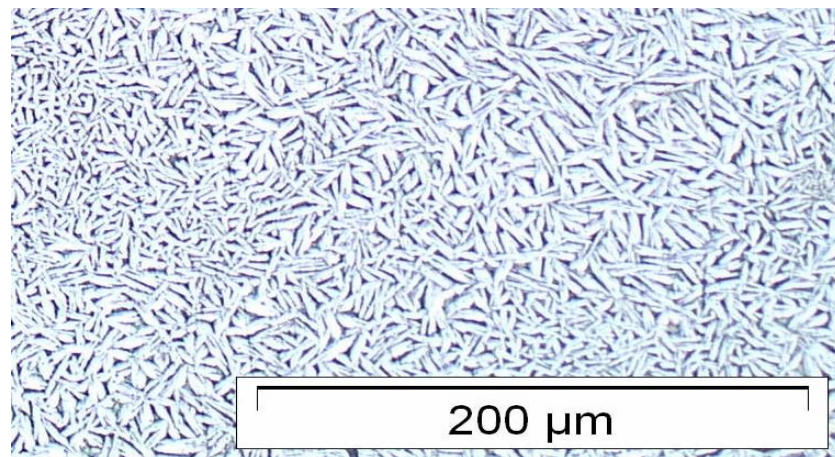


Fonte: Autoria própria (2017).

5.3.4 Amostra IV

Na Figura 5.13 está ilustrado a microestrutura da amostra IV com um aumento de 100X.

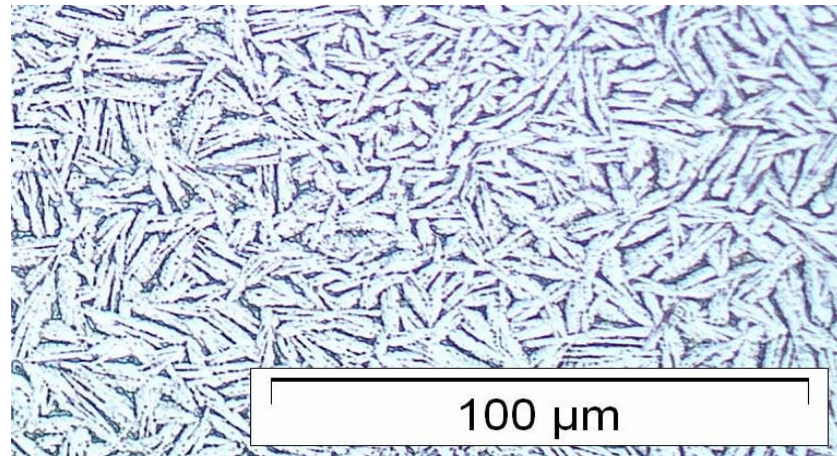
Figura 5.13 – Microestrutura da amostra IV com um aumento de 100X.



Fonte: Autoria própria (2017)

É possível um maior detalhamento quando observamos a mesma amostra com um aumento de 200X que é mostrado na Figura 5.14.

Figura 5.14 – Amostra IV com um aumento de 200X.

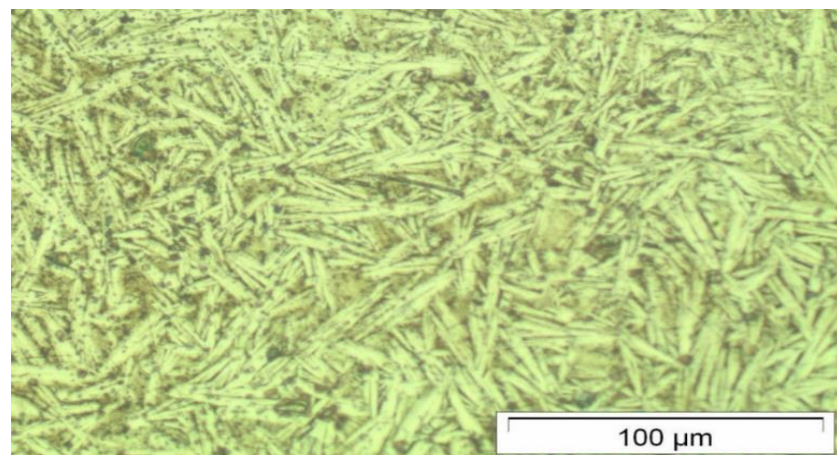


Fonte: Autoria própria (2017).

5.3.5 Amostra V

Com a Figura 5.15 podemos observar, com um aumento de 200X, a microestrutura da amostra V.

Figura 5.15 – Microestrutura da amostra V com aumento de 200X.



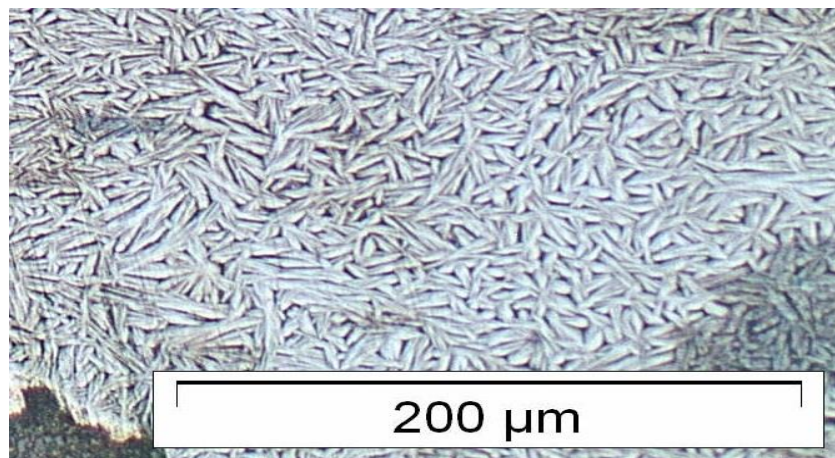
Fonte: Autoria própria (2017).

5.3.6 Amostra VI

Por fim, foi observado a amostra VI fazendo uso do mesmo recurso de todas as outras amostras, as Figuras 5.16 e 5.16 apresentam com um aumento de 100X e 200X, respectivamente, a microestrutura da amostra VI.

Na Figura 5.16 temos a fotografia da microestrutura da amostra VI com um aumento de 100X.

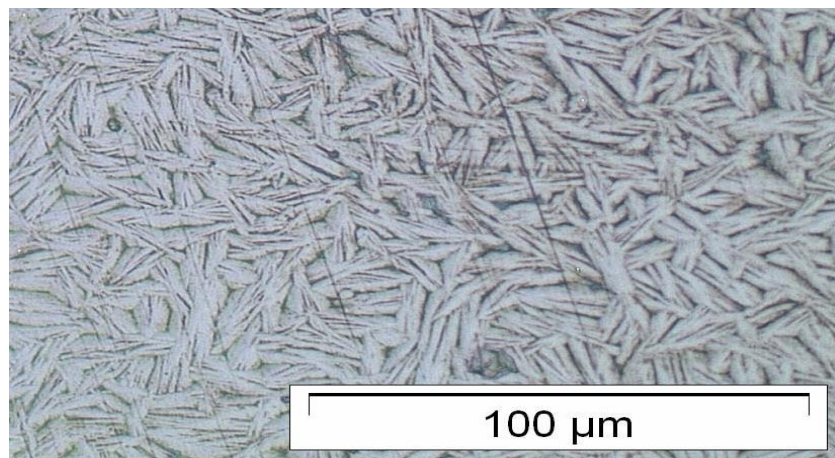
Figura 5.16 – Amostra VI com um aumento de 100X.



FONTE: Autoria própria (2017).

E a Figura 5.17 traz a fotografia da amostra VI, mas agora com um aumento de 2000X.

Figura 5.17 – Amostra VI com um aumento de 200X.



FONTE: Autoria própria (2017).

6. CONCLUSÕES

O objetivo principal do trabalho que era a caracterização química e microestrutural de ligas do sistema NiTi passíveis do efeito memória de forma foi alcançado com o auxílio dos experimentos a seguir.

- **Realizar análise química por Espectroscopia de Fluorescência de Raios X (EFRX);**

A análise química foi satisfatória uma vez que todas as composições químicas descobertas foram de ligas que apresentaram em sua maioria de composição de % em peso de Níquel e Titânio, apresentando também outros elementos em menor teor: Ferro, Cálcio, Silício, Cromo, Nióbio, Cobre, Manganês, Índio, Paládio, Rubídio, Zircônio. Com exceção da amostra III que apresentou alto teor em % em peso de Ferro sendo superior a % em peso de Titânio.

- **Caracterizar as fases por Difração de Raios X (DRX);**

Através dos ensaios de difração de raios-x transformados em difratogramas foi possível identificar algumas fases nas amostras como B2 (austenita), B19' (martensita) e fase-R. Se tratando da amostra III que apresentou grande percentual de Ferro, foi encontrada nenhuma literatura com o estudo de uma liga semelhante a fim de identificar as fases de tal microestrutura, dessa forma se torna inconclusivo o estudo da amostra III com relação a caracterização de fases.

- **Analisar a microestrutura da por Microscopia Óptica;**

A microscopia óptica em conjunto com a composição química e o espectro de raio-x torna possível supor quais fases estão presentes na micrografia estudada, dessa maneira podemos dizer que foram observadas as fases martensítica, austenítica em todas as amostras, com exceção da amostra I que não apresentou fase de transição e da amostra III que não foi possível identificar nenhuma fase.

6. REFERÊNCIAS

ALVES, Juliano de Lima. **Análise comparativa do comportamento mecânico dos instrumentos rotatórios de NiTi PROFILE VORTEX, RACE e PROTAPER UNIVERSAL.** 2011. 157 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Odontologia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

ANDRIANESIS, K., KOVEOS, Y., NIKOLAKOPOULOS, G., TZES, A. (2010) **Experimental Study of a Shape Memory Alloy Actuation System for a Novel Prosthetic Hand.** In: Cismasiu, C. (ed.) *Shape Memory Alloys*. Yamagata Univ. Japan: Scyio, p. 81-105.

BRADLEY, T., BRANTLEY, W. ALBERTSON, B. **Differential Scanning calorimetry (DSC) analyses of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontic wires.** American Journal of Orthodontics. 109, 6, 589-96, June 1996.

BRANTLEY, W. A.; IJIMA, M.; GRENTZER, T. H. **Temperature-modulated DSC provides new insight about nickel-titanium wire transformations.** American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics 124 p. 387-394, 2003.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais - Uma introdução.** 8. ed. São Paulo: Ltc, 2012. 885 p.

CHIKKAMARANAHALLI, S.; VALLENCE, R. R., KHAN, A. **Precision instrument for characterizing shape memory alloy wires in bias spring actuation.** Review of Scientific Instruments. V. 76, pp.0651051-0651055, 2005.

DAYANANDA, G. N. **NiTi Super Elastic Shape Memory Alloys for Energy Dissipation in Smart Systems for Aerospace Applications.** Diss. National Aerospace Laboratories., 2008.

DIAS, Rogério Fonseca. **Efeito da deformação cíclica nas propriedades mecânicas de uma liga níquel-titânio superelástica.** 2005. 158 f. Tese (Doutorado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Minas Gerais, 2005.

DUERIG, T. W., MELTON, K. N., STÖKEL, D., WAYMAN, C. M. **Engineering Aspects of Shape Memory Alloys**. London: Butterworth-Heinemann, 1990. 499p.

DUERIG, T. W., PELTON, A. T. Ti-Ni. Shape Memory Alloy. Materials Properties Handbook: Titanium alloys. USA, ASM international, p. 1035-1048, 1994

ELAHINIA, M. H., HASHEMI, M., TABESH, M., BHADURI, S. B. (2011) **Manufacturing and processing of NiTi implants: A review**. Progress in Materials Science, November, p. 1-36.

GEROLDO, Augusto César de Brito. **ESTUDO DO EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA DE FIOS ORTODÔNTICOS DA LIGA Ni-Ti NAS CONDIÇÕES COMERCIAL E APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS**. 2009. 90 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grando do Sul, Porto Alegre, 2009.

GIL, F. X., MANERO, J. M., PLANELL, J A. **Relevant aspects in the clinical applications of Ni-Ti shape memory alloys**. Journal of Materials Science – Material in Medicine. 7, 403-406, 1996.

HANDBOOK ASM. **Alloy phase diagrams**. Metals Park: ASM International, v.3, 383 p.

HODSON, D. E., WU, BROWN, Jeffrey W. **Using Nitinol Alloys**. Shape Memory Applications, Inc. 2000.

KRONE, L. MENTZ, J., BRAM, M., BUCHKREMER, H. P., STÖVER, D. **The Potential of Powder Metallurgy for the Fabrication of Biomaterials on the Basis of Nickel-Titanium: A Case Study with a Staple Showing Shape Memory Behaviour**. Advanced Engineering Materials. v. 7. 2005. 613-619p.

KUHN, G; TAVERNIER, B; JORDAN, L. Influence of structure on nickel-titanium endodontic instruments failure. Journal of Endodontics, v.27, n. 8, p. 516-520, august. 2001.

LOPES, H. P., ELIAS, C. N., SIQUEIRA, J. R., ARAUJO, F. W. R. **Fratura por torção de limas endodônticas de aço inoxidável e de níquel-titânio.** Ver Paul Odontol. 2001; 23:8-12.

LOPEZ, H. F., SALINAS, A., CALDERÓN, H. **Plastic Straining on the microstructure of a Ti-rich NiTi shape memory alloy.** Metallurgical and Materials Transactions. 32A, 717-729, 2001.

MAGELA, Jardel Oliveira. **Influência de tratamentos térmicos e mecânicos nas temperaturas de transformação martensítica em ligas Ni-Ti com efeito memória de forma.** 2010. 126 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Rede Temática em Engenharias de Materiais, Belo Horizonte, 2010.

MICHELON, M. D. **ESTUDO PARA OBTENÇÃO DE FIOS DE NiTi ATRAVÉS DE METALURGIA DO PÓ.** 2006. 85 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

MEHTA A, CLARKE JT, GIUGLIANI R, ELLIOTT P, LINHART A, BECK M, SUNDERPLASSMANN G, Investigators FOS. **Natural course of Fabry disease: changing pattern of causes of death in FOS - Fabry Outcome Survey.** J Med Genet. 2009; 46:548–52.

MELO, M. C. C. **Avaliação da resistência à fadiga de instrumentos de Níquel-Titânio acionada a motor.** Belo Horizonte: Faculdade de Odontologia da UFMG, 1999. 153p. (Dissertação, Mestrado em Odontologia).

NISHIYAMA, Z. **Martensitic Transformation.** 2. Ed. Academic Press. 1978. ISBN 0-12-519850-7

OTSUKA, K., WAYMAN, C. M. **Mechanism of shape memory effect and superelasticity.** In: Otsuka, K., Wayman, C. M. (eds.) Shape Memory Materials. Cambridge University Press, 1998, p. 01-26 e 27-48.

OTSUKA, K., REN, X. **Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys.** Progress in Materials Science. 2005

PAULA, Andersan dos Santos. **Tratamentos termomecânicos de ligas do sistema Ni-Ti: Caracterização Estrutural e Optimização das Propriedades Associadas ao Efeito de Memória de Forma.** 2006. 376 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência dos Materiais, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2006.

PÉREZ-SAÉZ, R. B.; RECARTE, V.; NÓ, M.L; RUANO, O.A.; SAN JUAN, J. 2000. Advances shape memory Alloys processed by poder. Metallurgy, Advanced Engineering Materials, 2(1-2):49-53.

RIBEIRO, H. O., DE ALMEIRA B. A. J., DUTRA, J. C., DOLIVEIRA, A. S. C. M. **Resistência à Erosão por Cavitação de Aços Inoxidáveis Austeníticos CrMnSiN Depositados por PTA,** 2010.

RYHÄNEN, J. **Biocompatibility Evaluation of Nickel-Titanium Shape Memory Metal Alloy.** Oulu, 1999. 118p. Dissertação de mestrado – Faculty of Medicine, Department of Surgery of Oulu University.

REIS, W. P. **CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS DE NÍQUEL - TITÂNIO PARA ORTODONTIA.** 2001. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais). Instituto Militar de Engenharia.

SCHÄFER, E. **Root canal instruments for manual use: a review.** Endontics and Dental Traumatology, v.13, p.51-64, 1997.

TADAKI, T., OTSUKA, K., SHIMIZU, K. Shape Memory Alloys. Annual Reviews Materials Science, 18, p.25-45. 1988.

TALKINGELETRONICS. <<http://www.talkingeletronic.com/projects/nitinol/nitinol-1.html>>. Acesso em 23 de outubro de 2017.

THOMPSON, S. A. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. International Endodontic Journal, v.33, p.297-310, 2000.

VILLAMARIN, Eduard Benavides. **Estudo das variações microestruturais de uma liga pseudoelástica de Ni-Ti tratada termicamente.** 2013. 98 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciências Mecânicas, Universidade de Brasília, Brasília, 201

WANG, Q. Y., ZHENG, Y. F., LIU, Y. **Microstructure, martensitic transformation and superelasticity of Ti_{49.6}Ni_{51.1}Cu₅Cr_{0.3} shape memory alloy.** *Materials Letters* 65.1: 74-77., 2011

WASILEVSKI, R. J. On the Nature of the Martensitic Transformation. **Metallurgical Transactions.** v. 6A. 1875. 1405-1418p.

WAYMAN, C. M. Deformation, mechanisms and other characteristics of shape memory alloys. In: PERKINS, Jeff. **Shape memory effects in alloys.** 1. ed. Plenum Press. 1-27, 1975.

ZHANG, X., SEHITOGLU, H. **Crystallography of the B₂→R→B₁₉' phase transformations in NiTi.** *Materials Science and Engineering A*, v. 374, 2004, pp. 292-302.

7. ANEXO I – PICOS DE DRX DAS LIGAS Ni-Ti

Martensita (B19')

Cálculos feitos no software *Carine Crystallography 3.0* com a geometria de Bragg-Brentano, aberturas variáveis e sem dispersão anômala. Radiação $\text{CuK}\alpha_{1+2}$ ($\lambda = 1,541874 \text{ \AA}$). Estrutura monoclinica, grupo espacial P2/m e com os seguintes parâmetros reticular: $a_0 = 2,887 \text{ \AA}$; $b_0 = 4,120 \text{ \AA}$ e $c_0 = 4,626 \text{ \AA}$ e $\beta = 98,8347^\circ$.

d (Å)	Intensidade (%)	(h k l)	2θ (°)
4,571	100,0	0 0 1	19,40
2,346	31,8	1 1 0	38,34
2,285	14,6	0 0 2	39,39
2,203	26,0	1 1 $\bar{1}$	40,93
2,06	10,4	0 2 0	43,92
1,987	18,3	1 1 1	45,61
1,878	15,0	0 2 1	48,43
1,751	11,6	1 1 $\bar{2}$	52,19
1,542	7,0	1 1 2	59,92
1,53	6,8	0 2 2	60,45
1,524	3,3	0 0 3	60,74
1,427	2,5	2 0 0	65,36
1,425	2,5	2 0 $\bar{1}$	65,42
1,359	4,1	1 1 $\bar{3}$	69,08
1,306	1,8	2 0 1	72,29

d (Å)	Intensidade (%)	(h k l)	2θ (°)
1,303	1,7	2 0 $\bar{2}$	72,45
1,237	2,8	1 3 0	76,99
1,225	2,7	0 2 3	77,92
1,215	2,6	1 3 $\bar{1}$	78,69
1,21	2,5	1 1 3	79,09
1,175	2,3	1 3 1	81,93
1,173	2,2	2 2 0	82,11
1,172	2,2	2 2 $\bar{1}$	82,16
1,143	1,0	0 0 4	84,76
1,134	1,0	2 0 2	85,53
1,132	1,0	2 0 $\bar{3}$	85,79
1,12	1,9	1 3 $\bar{2}$	86,92
1,103	1,8	2 2 1	88,59
1,101	1,8	2 2 $\bar{2}$	88,75
1,083	1,7	1 1 $\bar{4}$	90,72

FONTE: Paula (2006)

Fase-R

Cálculos feitos no software PowderCell com a geometria de Bragg-Brentano e monocromador, aberturas fixas e sem dispersão anômala. Radiação $\text{CuK}\alpha_{1+2}$ ($\lambda = 1,541874 \text{ \AA}$). Estrutura trigonal e grupo espacial P3.

d ($\text{\AA}$)	Intensidade (%)	(h k l)	2 θ ($^\circ$)
3,018	6,4	1 1 1	29,574
2,440	1,5	1 0 -2	36,804
2,145	95,8	1 1 2	42,083
2,123	100,0	3 0 0	42,55
2,033	2,5	2 0 2	44,527
1,839	1,0	2 2 0	49,540

d ($\text{\AA}$)	Intensidade (%)	(h k l)	2 θ ($^\circ$)
1,736	1,3	2 2 -1	52,67
1,509	28,6	2 2 2	61,389
1,293	1,1	1 0 -4	73,11
1,243	11,1	1 1 4	76,584
1,230	13,5	4 1 -2	77,552
1,226	14,4	3 3 0	77,874

FONTE: Paula (2006).

Austenita (B2)

Cálculos feitos no software PowderCell com a geometria de Bragg-Brentano, aberturas variáveis e sem dispersão anômala. Radiação $\text{CuK}\alpha_{1+2}$ ($\lambda = 1,541874 \text{ \AA}$). Estrutura cúbica do tipo CsCl e grupo espacial $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$.

d ($\text{\AA}$)	Intensidade (%)	(h k l)	2 θ ($^\circ$)
2,997	2,4	1 0 0	29,787
2,119	100,0	1 1 0	42,629
1,730	1,2	1 1 1	52,869
1,499	21,2	2 0 0	61,868

d ($\text{\AA}$)	Intensidade (%)	(h k l)	2 θ ($^\circ$)
1,340	2,0	2 1 0	70,16
1,224	49,3	2 1 1	78,038
1,060	18,5	2 2 0	93,266

FONTE: Paula (2006)