

RAFAEL SILVA CAMPOS DE MOURA
ANDRESSA ZABALETA ALVES CORRÊA

**COMPARAÇÃO DOS EFEITOS DE COMPRESSÃO ISOSTÁTICA E
COMPRESSÃO UNIAXIAL NA OBTENÇÃO DA LIGA NiTi POR METALURGIA
DO PÓ.**

RAFAEL SILVA CAMPOS DE MOURA.
ANDRESSA ZABALETA ALVES CORRÊA.

COMPARAÇÃO DOS EFEITOS DE COMPRESSÃO ISOSTÁTICA E COMPRESSÃO
UNIAXIAL NA OBTENÇÃO DA LIGA NiTi POR METALURGIA DO PÓ.

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini

Guaratinguetá

2015

M929c Moura, Rafael Silva Campos de
Comparação dos efeitos de compressão isostática e compressão uniaxial na obtenção da liga NiTi por metalurgia do pó./ Rafael Silva Campos de Moura, Andressa Zabaletta Alves Corrêa – Guaratinguetá : [s.n], 2014.
59 f. : il.
Bibliografia: f. 56

Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2014.
Orientador: Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini

1. Metalurgia do pó 2. Ligas de níquel-titanio I. Corrêa, Andressa Zabaletta Alves II. Título

CDU 621.762


RAFAEL SILVA CAMPOS DE MOURA
ANDRESSA ZABALETA ALVES CORRÊA

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO PARTE
DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
“GRADUADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS”

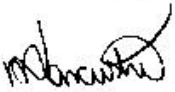
APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

Prof. Dr. Miguel Angel Ramirez Gil
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. PETERSON LUIZ FERRANDINI
Orientador / UNESP-FEG


Me. CLEVERSON PINHEIRO
UNESP-FEG


Eng. MARCUS NATHAN SILVESTRE
UNESP-FEG

Fevereiro de 2015

AGRADECIMENTOS

Rafael Silva Campos de Moura.

Primeiramente, agradeço a Deus por me direcionar nessa caminhada e através de sua graça conquistar meus objetivos.

Agradeço a minha família, meu pai José Sidney Campos de Moura, minha mãe Roseli de Fátima da Silva Moura e meu irmão Rodrigo Silva Campos de Moura, por serem minha base, meu apoio e minha motivação para enfrentar todas as barreiras na faculdade e também na vida pessoal.

Agradeço ao professor Dr. Peterson Luiz Ferrandini e ao aluno de mestrado Marcus Nathan, pela orientação, apoio e empenho em me ajudar a desenvolver esse trabalho de graduação. Agradeço pela dedicação e seus conhecimentos, provando ser um grande mestre e, sobretudo uma grande pessoa.

Agradeço ao Departamento de Engenharia de Materiais, por todos esses anos, por sempre estar aberto para me ajudar e dar todas as condições necessárias para meu desenvolvimento acadêmico e pessoal. Agradeço de maneira especial a todos os professores e técnicos que me orientaram desde o início da faculdade e cada um pode contribuir muito para realizar meu sonho de ser graduado em engenharia.

Agradeço aos meus amigos que fiz ao longo destes cinco anos de curso, em especial agradecer ao Diego Rodriguês e Alex Eiti, que vivenciaram de maneira muito próxima todas as dificuldades e conquistas, sem vocês a caminhada certamente seria muito mais complicada e muito menos alegre.

Enfim, agradeço a todos que de maneira direta ou indiretamente contribuíram para realização do meu sonho.

AGRADECIMENTOS

Andressa Zabaleta Alves Corrêa.

É difícil agradecer a todas as pessoas que de algum modo fizeram e/ou ainda fazem parte da minha vida e de quem obtive apoio direta ou indiretamente e até mesmo alguns nem têm conhecimento disso. Dessa forma, agradeço a todos que ao menos por breves momentos deixaram parte de si comigo para que eu pudesse trilhar meu próprio caminho.

Agradeço imensamente a meus pais, Rosângela e Washington, pela determinação e luta na minha formação, que com suas duras repreensões e doces palavras me guiaram por entre os problemas para que eu iniciasse minha própria jornada. Agradeço pela compreensão nos momentos difíceis e por todo o suporte oferecido quando mais precisei. Agradeço a confiança que depositaram em mim a cada passo, a cada queda e a cada recuperação.

Agradeço aos meus avós, Francisca e Ivo, que por um ano me receberam com muito carinho em sua casa para que eu pudesse me fortalecer para embarcar nessa nova fase que está para terminar. Agradeço a minha avó Maria, por todo o suporte e carinho por todos os anos de minha vida, e ao meu avô Gabriel, que infelizmente só tive o prazer de conhecê-lo através de orações e pensamentos.

Agradeço aos meus padrinhos, Rita e Jorge, pelos votos, incentivo e apoio para enfrentar as barreiras da vida.

Agradeço ao professor Dr. Peterson Luiz Ferrandini e ao aluno de mestrado Marcus Nathan, por todo o apoio, incentivo e paciência, fizeram com que esta etapa pudesse ser concluída e uma nova etapa comece em minha vida. Agradeço de coração por toda a dedicação e o conhecimento compartilhado.

Agradeço também a todos os professores por me proporcionar o conhecimento não apenas racional, mas a manifestação do caráter e afetividade da educação no processo de formação profissional, por tanto que se dedicaram a mim, não somente por terem me ensinado, mas por terem me feito aprender. A palavra mestre, nunca fará justiça aos professores dedicados aos quais sem nominar terão os meus eternos agradecimentos.

Agradeço a esta universidade, seu corpo docente, direção e administração que oportunizaram a janela que hoje vislumbro um horizonte superior.

Agradeço encarecidamente a todos os colegas da faculdade que tive o prazer de conhecer e com certeza futuros excelentes profissionais.

Por fim, agradeço aos grandes amigos que ganhei, irmãos escolhidos por mim, que tiveram papel importante nestes cinco anos, os quais me fizeram refletir, amar e sorrir.

MOURA, R.S.C.; ZABALETA, A.A.C. **Comparação dos efeitos de compressão isostática e compressão uniaxial na obtenção da liga NiTi por metalurgia do pó.** 2015. 59 f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

RESUMO

Dentre as várias ligas que apresentam efeito de memória de forma, a liga NiTi equiatômica, conhecida comercialmente como nitinol, é sem dúvida a mais utilizada, tanto em engenharia em geral como em aplicações biomédicas, na fabricação de fios ortodônticos, stents e grampos de Judet. O volume de tais dispositivos biomédicos utilizados no Brasil é considerável, uma parte dos mesmos já é fabricada nacionalmente, mas sempre utilizando material importado. Assim, é evidente que o domínio do processo de obtenção de fios e chapas de nitinol pode abrir a possibilidade de nacionalização da fabricação do material, o que poderia significar criação de empregos, diminuição de importação e geração de divisas para o país. Este trabalho de graduação propõe a obtenção de nitinol pelo processo de metalurgia do pó seguido de conformação plástica, e para tanto os pós elementares de Ti e Ni foram submetidos à compactação uniaxial e compactação uniaxial seguida de compactação isostática. As densidades finais obtidas foram determinadas pelo método de Arquimedes. A precipitação de fases intermetálicas secundárias também foi estudada e as amostras foram caracterizadas por análise metalográfica, microscópica óptica e difração de raios X. Os resultados obtidos indicam que a rota de sinterização de 50 horas apresentou baixa quantidade de intermetálicos e nenhum vestígio de elementos residuais. Pela metalografia e DRX a temperatura ambiente, a fase predominante foi a B19' que corresponde à fase martensítica. Foi evidenciado também que todas as amostras apresentaram-se porosas, independentemente do modo de compactação, e pode-se concluir que a aplicação de compactação isostática após a compactação uniaxial não contribuiu efetivamente para maior densificação das amostras. O maior valor de densidade encontrado foi $4,8 \text{ g/cm}^3$, correspondente a 20,84% de poros, com uma amostra sujeita a compactação uniaxial, e a variação encontrada foi considerada normal do processo de determinação e independente do modo de compactação aplicado.

PALAVRAS-CHAVE: Nitinol; metalurgia do pó; prensagem isostática; prensagem uniaxial.

MOURA, R.S.C.; ZABALETA, A.A.C. **Comparing of the effects of isostatic compression and uniaxial compression in obtaining NiTi alloy by powder metallurgy.** 2015. 59 f. Graduate Work (Graduate in Materials Engineering) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

ABSTRACT

Several alloys present the shape memory effect and among them, the equiatomic NiTi alloy, nitinol, is the most important one. It is usually used in several engineering applications and also in biomedical devices, in the fabrication of orthodontic wire, stents and Judet staples. Although a considerable amount of these biomedical devices is utilized in Brazil and a fraction of it is already made here, all nitinol used is bought abroad. Thus, it is important to develop the necessary know-how to fabricate NiTi wire and sheet. It would mean less importation with job creation and wealth generation for the country. In this work nitinol was obtained powder metallurgy from elemental powders of Ti and Ni using uniaxial compression and uniaxial compression followed by isostatic compression. The final densities achieved were determined by the Archimedes method. The precipitation of intermetallic secondary phases was studied and the samples were characterized by metallographic analysis, optical microscopy and X-ray diffraction. Results indicated that 50 hours sintering route showed a low amount of intermetallics, and no trace of unreacted powder. XRD and metallography at room temperature indicated B19' as the predominant phase, which corresponds to martensite. Although density results showed little dispersion, the most dense sample was compacted under uniaxial compression and presented 4.8 g/cm^3 , corresponding to 20.84% porosity. Density variation was considered normal to the measurement process and independent of the compaction mode.

KEYWORDS: Nitinol; powder metallurgy; isostatic pressing; uniaxial pressing.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Processo de laminação	16
Figura 2 - Os vários tipos processo de laminação	17
Figura 3 - Ilustração do processo de extrusão	18
Figura 4 – Exemplos de tubos de alumínios extrudados	19
Figura 5 – Processo de trefilação.....	20
Figura 6 – Representação de diferentes matrizes de trefilação	21
Figura 7 – Representação esquemática do processo de forjamento livre	22
Figura 8 – Representação esquemática do processo de forjamento em matriz fechada.....	22
Figura 9 – Fluxograma simplificado das etapas para produção de peças por metalurgia do pó.23	
Figura 10 – Representação esquemática de atomizador de pós metálicos	25
Figura 11 – Cuba de moinho atritor.....	25
Figura 12 – Representação esquemática do processo de compactação de pós.....	26
Figura 13 – Distribuição da densidade durante prensagem uniaxial	27
Figura 14 – Representação prensagem isostática a frio.....	28
Figura 15 – Fenômenos de aproximação dos centros e rearranjo das partículas durante a sinterização	29
Figura 16 – Diagrama de equilíbrio de fases da liga NiTi.....	32
Figura 17 – Transformações martensíticas possíveis na liga	32
Figura 18 – Diagrama $\sigma \times \epsilon$ qualitativo de uma liga NiTi comercial.....	33
Figura 19 – Diagrama $\sigma \times \epsilon$ qualitativo de uma liga NiTi comercial.....	34
Figura 20 – Representação esquemática da força de empuxo	36
Figura 21 – Dispositivo de Arquimedes	37
Figura 22 – Balança analítica Marte AL 500 C.....	38
Figura 23 – Misturador	39
Figura 24 – Matriz e punção.....	39
Figura 25 – Câmara para compactação isostática.....	39
Figura 26 – Prensa uniaxial	40
Figura 27 – Forno por resistência elétrica	40
Figura 28 – Lixadeira Rotativa	41
Figura 29 – Politriz automática	41
Figura 30 – Estereoscópio Stemi	41
Figura 31 – Microscópio Nikon Epiphot 200.....	42

Figura 32 – Dispositivo de Arquimedes(balança hidrostática)	42
Figura 33 – Pós elementares Níquel e Titânio.....	43
Figura 34 – Representação do corpo de prova após prensagem uniaxial.....	44
Figura 35 – Difração de Raio-X, amostra de 20 horas de sinterização	47
Figura 36 – Difração de Raio-X, amostra de 30 horas de sinterização	48
Figura 37 – Difração de Raio-X, amostra de 40 horas de sinterização	48
Figura 38 – Microscopia óptica, amostra de 20 horas de sinterização. Ampliação 200 x	49
Figura 39 – Microscopia óptica, amostra de 30 horas de sinterização. Ampliação 200 x	50
Figura 40 – Microscopia óptica, amostra de 40 horas de sinterização. Ampliação 200 x	50
Figura 41 – Microscopia óptica, amostra de 30 horas de sinterização e compactação uniaxial. Ampliação 50 x.....	51
Figura 42 – Microscopia óptica, amostra de 30 horas de sinterização e compactação uniaxial seguida de isostática. Ampliação 50 x -	52
Figura 43 – Microscopia óptica, amostra de 40 horas de sinterização e compactação uniaxial. Ampliação 50 x.....	52
Figura 44 – Microscopia óptica, amostra de 40 horas de sinterização e compactação uniaxial seguida de isostática. Ampliação 50 x.....	53

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	OBJETIVO	14
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
3.1	MODOS DE CONFORMAÇÃO CONVENCIONAIS	15
3.1.1	Laminação	16
3.1.2	Extrusão.....	18
3.1.3	Trefilação.....	19
3.1.4	Forjamento	21
3.2	METALURGIA DO PÓ	23
3.2.1	Matéria prima (pós elementares)	24
3.2.2	Métodos de obtenção de pós metálicos	24
3.2.3	Mistura e homogeneização de pós metálicos	26
3.2.4	Compactação dos pós	26
3.2.5	Sinterização sem fase líquida.....	29
3.3	SOBRE O NITINOL	31
3.3.1	Aspectos metalurgia física do Nitinol.....	31
3.3.2	Comportamento mecânico	33
3.3.3	Rotas de obtenção da liga.....	34
3.4	MÉTODO DE ARQUIMEDES	35
3.4.1	Introdução.	35
3.4.2	Fundamentação teórica.....	36
3.4.3	Método.	37
4	MATERIAIS E MÉTODOS	38
4.1	MATERIAIS	43
4.2	MÉTODO	43
4.2.1	Pesagem dos pós elementares	43
4.2.2	Mistura e homogeneização.....	43
4.2.3	Prensagem uniaxial em matriz fechada	44
4.2.4	Prensagem uniaxial e isostática	44
4.2.5	Sinterização sem fase líquida e com atmosfera controlada	45
4.2.6	Metalografia	45

4.2.7	Ataque químico	45
4.2.8	Obtenção da densidade pelo método de Arquimedes	46
5	RESULTADOS OBTIDOS	47
5.1	ROTA DE SINTERIZAÇÃO	47
5.2	ANÁLISE METALOGRAFICA	49
5.3	POROSIDADE	51
5.4	ANÁLISE DA DENSIDADE	53
6	CONCLUSÃO.....	55
	BIBLIOGRAFIA	56

1. INTRODUÇÃO

Várias ligas metálicas têm sido intensamente pesquisadas visando as mais diferentes aplicações em engenharia, dentre elas as ligas que apresentam efeito de memória de forma. Número significativo de ligas metálicas apresenta o efeito de memória de forma, no entanto apenas aquelas capazes de recuperar deformações substanciais ou que geram força significativa quando da mudança de forma são de interesse comercial [1-3].

Sem dúvida, a liga Ni-Ti equiatômica, a mais utilizada liga com memória de forma, conhecida comercialmente como nitinol, tem tido utilização intensa, tanto em casos variados de engenharia, como em aplicações biomédicas [4 - 9] e pode ser utilizado por seu efeito de superelasticidade ou por seu efeito de memória de forma. O efeito de memória de forma se dá quando a liga é deformada a temperatura considerada baixa e readquire uma forma prévia sob eventual aquecimento. Exemplos de utilização é um “grampo de Judet”, concebido para fixar um osso fraturado, ou stents, que funcionam como dilatadores de vasos sanguíneos obstruídos [10, 11]. Pode-se citar stents e fios ortodônticos também como exemplos de aplicação do efeito de superelasticidade do nitinol. O efeito de superelasticidade ocorre quando a liga em estado austenítico é submetida à tensão mecânica e a transformação martensítica é induzida. Pode-se obter deformações reversíveis de até 8,5% utilizando-se o efeito de superelasticidade, que ocorre quando a liga é deformada a uma temperatura abaixo daquela conhecida como M_d , que fica entre 25°C e 50°C acima da temperatura final de transformação austenítica (A_f) [1, 12]. Exemplos de utilização na indústria mecânica são molas utilizadas para ajuste de folga em mancais [4], potencial utilização em componentes altamente sujeitos a desgaste [13] e atuadores [14].

A utilização comercial do nitinol demonstra que o conhecimento adquirido sobre a liga é considerável, entretanto existem ainda aspectos a serem estudados [13 – 20], sendo importante frisar também o fato de que a obtenção da liga via metalurgia do pó é objeto de vários estudos recentes [21 - 25].

No Brasil, a despeito da utilização considerável, principalmente em dispositivos biomédicos, como stents e fios ortodônticos, todo nitinol utilizado é importado, e assim podemos dizer que a produção nacional do material é interessante sob vários aspectos.

2. OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho de graduação é obter uma liga NiTi, chamada de nitinol, via metalurgia do pó, com boas propriedades mecânicas e comparar a porosidade final através de dois modos de compactação: prensagem uniaxial e prensagem uniaxial seguida de isostática.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. MODOS DE CONFORMAÇÃO CONVENCIONAIS

Operações de conformação são aquelas nas quais a forma de uma peça de metal é mudada por deformação plástica [26], ou o processo de modificação da forma de um corpo metálico para outra forma definida [27]. Os modos de conformação podem ser divididos em metalurgia do pó, usinagem, fundição e conformação plástica.

É possível subdividir os processos de conformação, uma delas é o processo mecânico, nas quais as modificações de formas são provocadas pela aplicação de tensões externas, sem a liquefação do metal, e os processos metalúrgicos, nos quais as modificações de forma podem estar relacionadas também as tensões externas, mas com a liquefação do metal (fundição) ou com a difusão de partículas metálicas (sinterização) [27].

Outra maneira de classificar os processos de conformação é em função a temperatura de trabalho, sendo assim quando a temperatura é maior que a temperatura de recristalização do metal o processo é designado como trabalho a quente, e abaixo da temperatura de recristalização é chamado de trabalho a frio. No trabalho mecânico a frio provoca-se o aparecimento no metal do chamado efeito de encruamento, ou seja, o aumento da resistência mecânica [27], com um acompanhante decréscimo em ductilidade [26].

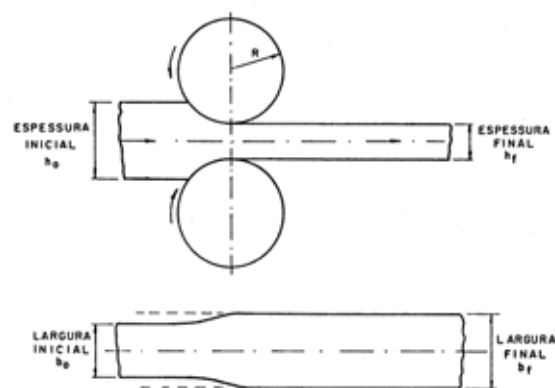
Com relação ao processo de conformação mecânico, é possível dividi-lo ainda em função da tensão aplicada; Quando a tensão aplicada é menor que o limite de resistência à ruptura do material é chamado de conformação plástica, no entanto quando a tensão aplicada é maior que o limite de resistência à ruptura é chamado de processo de usinagem, onde há retirada de material.

Abaixo, abordaremos os principais processos de conformação plástica como: Laminação, extrusão, trefilação, forjamento.

3.1.1. Laminação

A laminação é um processo de conformação onde o material é forçado a passar por dois ou mais cilindros, girando em sentidos opostos, com controle de velocidades, separados por uma distância menor que a espessura original do material a ser deformado. Ocorre a deformação plástica através da pressão exercida pelos cilindros de laminação.[27]

Figura 01 - Processo de laminação.



Fonte: (BRESCIANI, FILHO,2011) (27)

O processo de laminação é altamente utilizado na prática, devido à alta produtividade e o controle dimensional do produto acabado que é altamente preciso, além de melhorar as propriedades mecânicas devido ao efeito de encruamento, que consiste no aumento da dureza decorrente da deformação plástica.

Os produtos finais da laminação, geralmente são: formas que seriam difíceis ou dispendiosas de serem produzidas por outros métodos. Estas formas vão desde folhas e barras finas, que, embora simples, são difíceis de serem produzidas economicamente por outros métodos, até formas mais complicadas como vigas em I, trilhos e perfis especiais [28].

O processo de laminação pode ser dividido em laminação a quente ou a frio, isso ocorre em função das dimensões e da estrutura do material da peça requerida no início e no final do processamento.

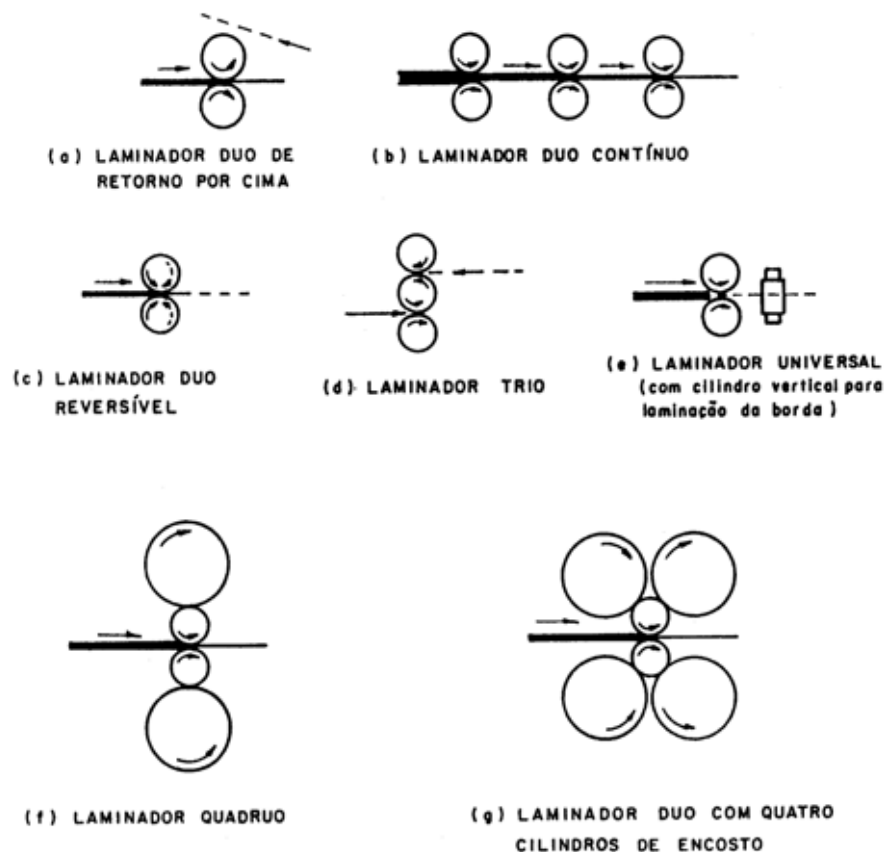
Laminação a quente ocorre geralmente em lingotes fundido obtidos do lingotamento convencional. Tal denominação “a quente” é referência, pois a temperatura de trabalho é

acima da temperatura de recristalização do metal, isso permite a recuperação da estrutura do material evitando o fenômeno de encruamento.

Laminação a frio é empregada quando o produto é semi acabado, como chapas previamente laminado a quente. Tal denominação “a frio” refere-se, pois, a temperatura de trabalho é abaixo da temperatura de recristalização do metal, provocando deformações plásticas e, sobretudo o fenômeno de encruamento, aumentando a dureza do metal.

Os laminadores são classificados de acordo com o numero e arranjo de cilindros[27], conforme ilustra a figura 02, abaixo.

Figura 02 - Os vários tipos processo de laminação.

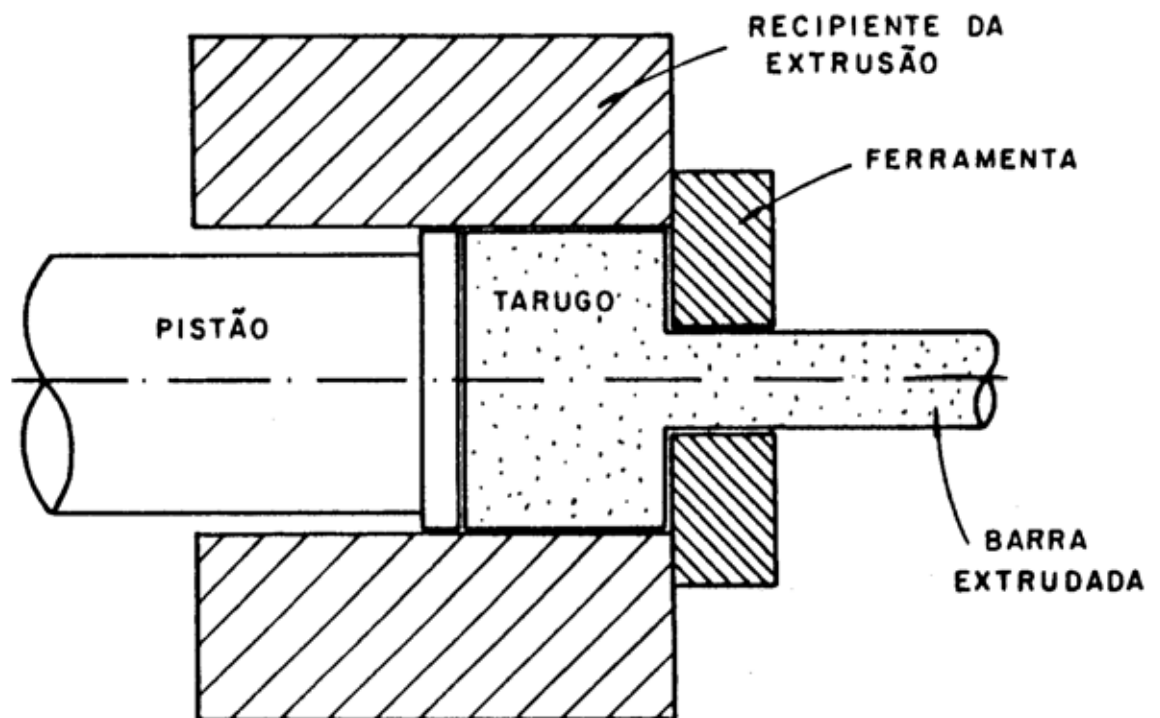


Fonte: (BRESCIANI, FILHO,2011) (27)

3.1.2. Extrusão

A extrusão é um processo de conformação plástica na qual um metal é forçado a passar em uma matriz com forma definida, através da ação de compressão de um pistão hidráulico ou pneumático [27].

Figura 03 – Ilustração do processo de extrusão.



Fonte: (BRESCIANI, FILHO,2011) (27)

A passagem do tarugo por um orifício com dimensões menores, gera uma deformação plástica. No entanto, geralmente a temperatura de trabalho é acima da temperatura de recristalização do metal, não provocando o efeito de encruamento.

O processo de extrusão, quanto ao tipo de movimento, do material, pode ser classificado em dois tipos: direto e inverso [27].

Na extrusão direta o pistão força a passagem do tarugo pela ferramenta. Esse método é mais aplicado devido a sua simplicidade e o custo menor. Já na extrusão inversa, o pistão permanece fixo e o tarugo avança sobre a ferramenta, isso diminui o atrito entre o tarugo e o recipiente, obtendo um produto final mais homogêneo.

A classificação dos produtos extrudados é realizada de acordo com a forma da secção transversal [27]. Os principais produtos são: barras redondas, quadradas, hexagonais; arames, tubos e perfis que podem ser ocos ou maciços.

Figura 04 – Exemplos de tubos de alumínio extrudados.



Fonte: (www.alcoalinio.com.br,2014)

Os principais materiais metálicos extrudados são: alumínio, cobre e suas ligas, devido as baixas resistências ao escoamento e temperatura de extrusão, a qual facilita o processo.

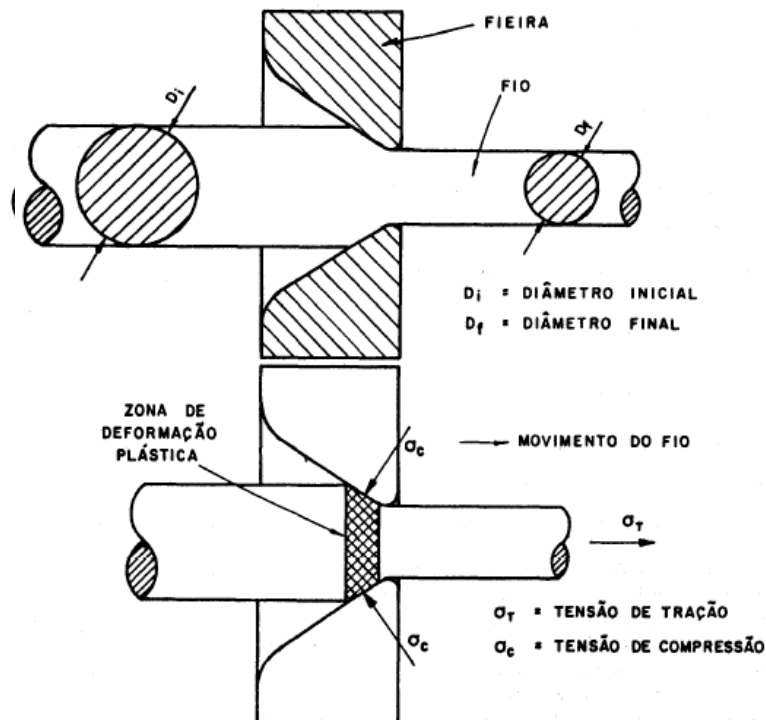
3.1.3. Trefilação

A trefilação é um processo de conformação plástica que se realiza pela operação de conduzir um fio (ou barra ou tubo) através de uma ferramenta (fieira), que contém um furo em seu centro, por onde passa o fio. Esse furo tem o diâmetro decrescente, e apresenta um perfil na forma de funil curvo ou cônico [27].

O principal objetivo desse processo é a redução da secção do fio, que ocorre pela passagem forçada do fio através da fieira. Normalmente o processo é realizado a temperaturas de trabalho abaixo da temperatura de recristalização, e, portanto, ocorre o encruamento alterando as propriedades mecânicas do fio, com a perda de ductilidade.

O processo pode ser realizado em diversas etapas, passando inúmeras vezes por diversas feiras sucessivas, a fim de obter um produto final com diâmetros final decrescente. Além disso, ainda é possível, realizar o tratamento térmico simultâneo, geralmente é realizado tratamento térmico de recozimento para melhorar a ductilidade do produto final, visto que ocorre encruamento.

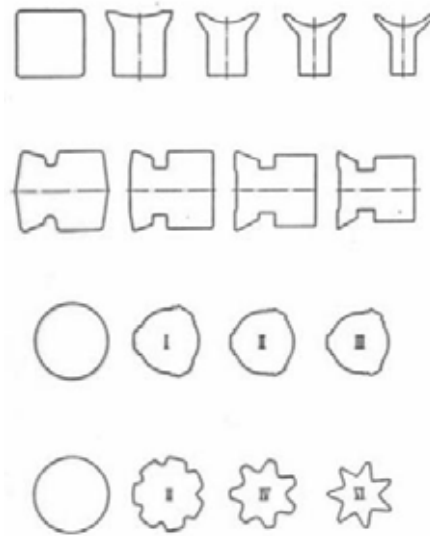
Figura 05 - Processo de trefilação.



Fonte: (BRESCIANI, FILHO, 2011) (27)

A ferramenta que apresenta o furo na região central é chamada de feira, e apresenta várias geometrias diferentes, devido a cada tipo de produto final, abaixo a figura 06 exemplifica diferentes matrizes de trefilação com geometrias diversas.

Figura 06 – Representação de diferentes matrizes de trefilação.



Fonte: (BRESCIANI, FILHO,2011) (27)

A matéria prima para o processo de trefilação são materiais na forma de arame que pode ser em barras ou tubos, obtidos inicialmente pelo processo de extrusão. Sendo assim, o processo de trefilação pode ser entendido como uma continuidade do processo de extrusão que combinadas apresentam um produto final.

As principais vantagens do processo de trefilação quando comparado a outros processos já descritos anteriormente nesse trabalho, é a grande capacidade de estiramento e redução de diâmetro e a grande precisão dimensional aplicadas a bitolas de arames, visto que a laminação a frio não se aplica a esses produtos.

3.1.4. Forjamento

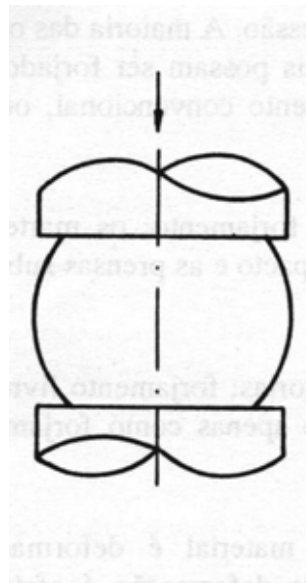
O Forjamento é o processo de conformação por meio do qual se obtém a forma desejada da peça por martelamento ou aplicação gradativa de uma pressão [27]. O processo pode ocorrer de duas maneiras a quente e a frio, no entanto a maioria das operações de forjamento é realizada a quente, devido à maior maleabilidade do metal quando aquecido.

A ferramenta utilizada para realizar o forjamento na indústria é principalmente a prensa, que submete o metal a esforços de compressão a velocidades relativamente baixas, provocando a deformação plástica do metal e encruamento. No entanto ainda é utilizado o

forjamento, de maneira mais rudimentar e com um pior controle dimensional, por martelos que submetem a deformação plástica do metal através de impactos em velocidades rápidas.

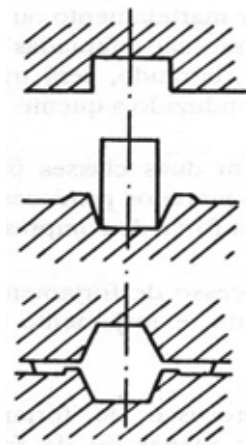
O processo pode ser dividido em forjamento livre ou em matriz aberta, e o forjamento em matriz fechada ou somente forjamento em matriz. No processo livre, o material é deformado entre as ferramentas, dessa forma as forças de compressão são diretas e o material escoou no sentido perpendicular à força. Já no forjamento em matriz fechada o material é deformado entre duas metades de matrizes, a deformação ocorre a altas pressões em uma matriz fechada. As figuras 07 e 08, abaixo, exemplificam os dois modos de forjamento, sendo que a primeira trata-se de forjamento livre e a segunda trata-se de forjamento em matriz fechada.

Figura 07 – Representação esquemática do processo de forjamento livre.



Fonte: (BRESCIANI, FILHO, 2011) (27)

Figura 08 – Representação esquemática do processo de forjamento em matriz fechada.



Fonte: (BRESCIANI, FILHO, 2011) (27)

Os principais metais e ligas metálicas que são submetidas ao processo de forjamentos são: aços-carbono, aços-liga, aços para ferramentas, aços inoxidáveis, ligas de alumínio, ligas de cobre e ligas de titânio.

3.2. METALURGIA DO PÓ.

A metalurgia do pó é uma das técnicas metalúrgicas não convencionais, que consiste em transformar pós de metais ou ligas metálicas, e às vezes também substâncias não metálicas, em peças resistentes sem recorrer-se a fusão, mas só pelo emprego de pressão e calor [29]. As peças são obtidas com ausência de fase líquida ou, em alguns casos, presença parcial de fase líquida.

A metalurgia do pó ganhou destaque devido a algumas vantagens: Trata-se de uma técnica econômica, rápida, permite a produção de peças em grandes escalas, de geometrias complexas já na forma definitiva (não é necessário usinagem) com um grande controle dimensional e um rigoroso controle da composição química. Entretanto, Uma grande dificuldade encontrada nessa técnica é de obter densidades uniformes e próximas dos materiais obtidos por fusão.

De maneira geral, o processo para obter componentes por metalurgia do pó envolve algumas etapas fundamentais: Obtenção dos pós elementares, mistura e homogeneização dos pós metálicos; compressão da mistura, chamada de compactação; Aquecimento do compactado, chamada de sinterização. Essas etapas são ilustradas através do fluxograma da figura 09, e serão abordadas com maiores detalhes no decorrer deste trabalho.

Figura 09 – Fluxograma simplificado das etapas para produção de peças por metalurgia do pó.



Fonte:(ZANATTA,2007) (30).

3.2.1. Matéria prima (pós elementares).

Como abordado acima, a matéria prima para a metalurgia do pó, consiste em pós de metais ou ligas metálicas. A característica do pó tem suma importância nas qualidades e nas propriedades do produto final. Dessa maneira algumas características que devem ser controladas são:

Tamanho das partículas: É recomendando para obter uma maior densidade uma distribuição de partículas grandes, médias e pequenas.

Forma da partícula: As partículas de pós podem apresentar uma variedade de formas, como, esféricas uniformes, esferóides ou em gotas entre outras formas.

Porosidade da partícula: A porosidade interna afeta certamente a porosidade do produto final.

Superfície específica: Quanto maior o número de superfície de contato entre as partículas no processo de sinterização, melhor para a densificação do produto final.

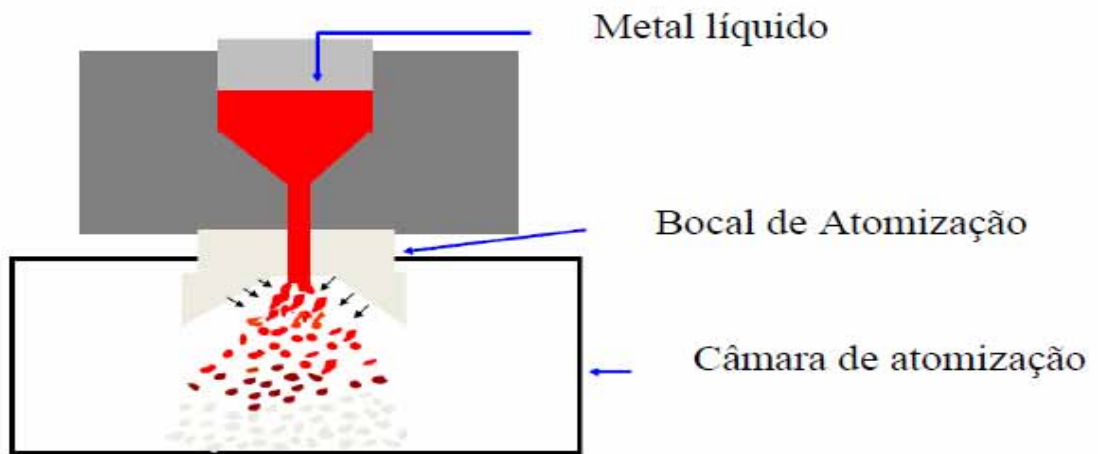
3.2.2. Métodos de obtenção de pós metálicos.

Os principais métodos de obtenção de pós metálicos, podem ser divididos em processos mecânicos e químicos. Nesse trabalho serão abordados os métodos mecânicos de atomização e moagem, por serem os mais aplicados.

A obtenção de pós metálicos pelo método de atomização, atualmente, é muito utilizado na indústria devido a sua grande produtividade de produção de pós metálicos. A técnica consiste em forçar a passagem do metal, no estado líquido, por um orifício, dessa maneira na saída existe um sistema de resfriamento que aplica um jato de água, ar ou algum gás específico, a altas pressões que provoca a solidificação do metal e também a desintegração do fluxo, que são colhidas em coletores especiais por meio de um sistema de sucção. Como resultado dessa técnica, é então produzido pós metálicos com diferentes granulometrias e morfologias.

A distribuição de tamanho das partículas é controlada através da variação de parâmetros como pressão, volume de fluido, tipo de fluido, ângulo de injeção entre outras. Já a geometria é controlada pela variação da velocidade de solidificação.

Figura 10 – Representação esquemática de atomizador de pós metálicos.

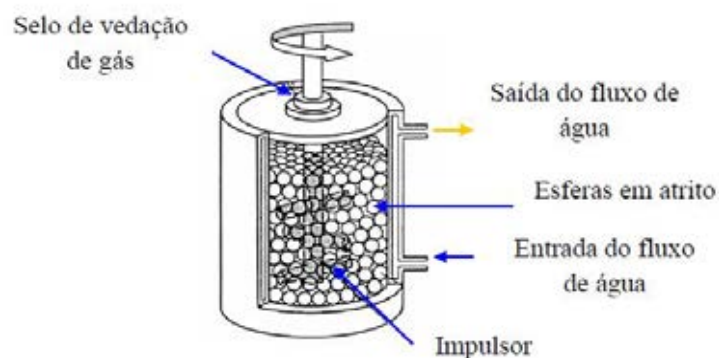


Fonte:(KLEIN, 2010) (31)

Outro método mecânico de produção de pós metálicos, trata-se da moagem de alta energia. Nesse método as partículas sofrem deformações plásticas, fratura e soldagem a frio, através de colisões de bolas dentro do moinho, resultando na formação de novas partículas. É preciso frisar, que nesse método pode ocorrer à contaminação do pó metálico, devido às colisões das bolas, isso é resultado da diferença de composição entre a matéria prima e as bolas.

Quando o material tem propriedades dúcteis às partículas de pós tendem a sofrer a soldagem a frio, diminuindo consideravelmente a eficiência do processo de moagem. Entretanto, é possível selecionar diferentes configurações de moinho, sendo o moinho atritor e o moinho planetário recomendado para esse caso.

Figura 11 – Cuba de moinho atritor.



Fonte:(SURYANARAYANA,2001) (32)

Na figura 11, é apresentada a cuba de um moinho atritor. O funcionamento desse equipamento consiste em um impulsor vertical que promove movimento de rotação. Dentro da cuba é colocado o pó metálico e bolas, dessa maneira com a velocidade de rotação, ocorrem impactos das bolas com o pó metálico e com as paredes da cuba, promovendo a moagem.

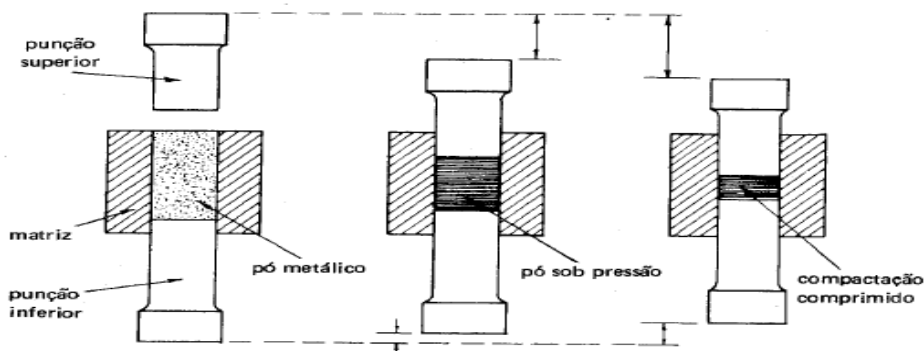
3.2.3. Mistura e homogeneização de pós metálicos.

Trata-se da primeira etapa do processo de metalurgia do pó. É uma etapa simples, entretanto muito importante. Consiste em misturar os pós metálicos de natureza diferentes com o objetivo de assegurar lotes de pós uniformes e com características específicas de distribuição de tamanho de partículas, além de promover a homogeneização. Os principais equipamentos utilizados nessa etapa são: Moinho de bolas, misturadores de pás ou rolos, homogeneizadores entre outros. Nessa etapa é importante que sejam controlados alguns parâmetros com velocidade de rotação, tempo de mistura, a fim de garantir a mistura e homogeneização adequada do pós metálicos.

3.2.4. Compactação dos pós.

A compactação dos pós é uma importante etapa do processo de metalurgia do pó, pois é um fator determinante na densidade final do componente após sinterização. O processo consiste basicamente, em aplicar uma força de compressão no pó metálico em matrizes fechadas.

Figura 12 – Representação Esquemática do processo de compactação de pós.



Fonte:(CHIAVERINI, VICENTE, 1986) (29)

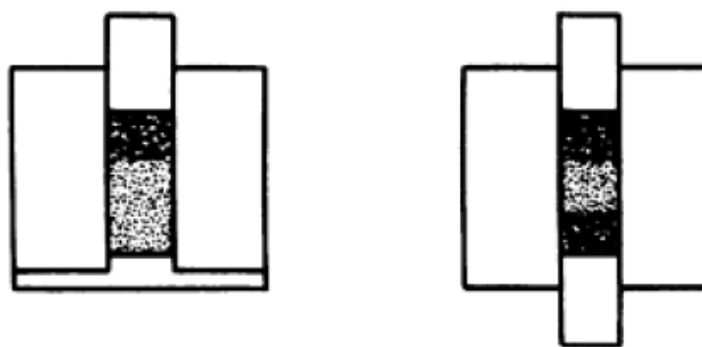
Na figura 12, é representada a compactação de pós através da prensagem uniaxial. As etapas de compactação são:

Enchimento da cavidade da matriz com o pó; Abaixamento da punção superior da matriz; Aplicação da pressão pela punção superior; Subida e retirada da punção; E por fim a ejeção do corpo prensado.

Entretanto existem vários modos de prensagem, destaca-se a prensagem uniaxial, prensagem isostática, que podem ser a temperatura ambiente ou a quente. A escolha do modo de prensagem depende de muitos parâmetros como a forma do pó utilizado, a composição química, o objetivo da aplicação do material final em função do nível de densidade, entre outros.

Na prensagem uniaxial a compactação do pó é realizada em uma matriz rígida, aberta ou fechada e duas punções. A pressão é aplicada na punção superior, e a força aplicada é na direção axial. Na prensagem uniaxial em matriz fechada o grau de compactação ou densificação pode variar nas diferentes zonas do componente, isso é ilustrado na figura 13, que nos mostra maiores graus de compactação junto a superfícies das punções (superior e inferior) devido ao atrito entre as partículas de pós metálicos e a parede da matriz, gerando um material compactado com um gradiente de densidades e com diferentes propriedades mecânicas.

Figura 13 – Distribuição de densidade durante prensagem uniaxial.



Fonte: (CHIAVERINI, VICENTE, 1986) (29)

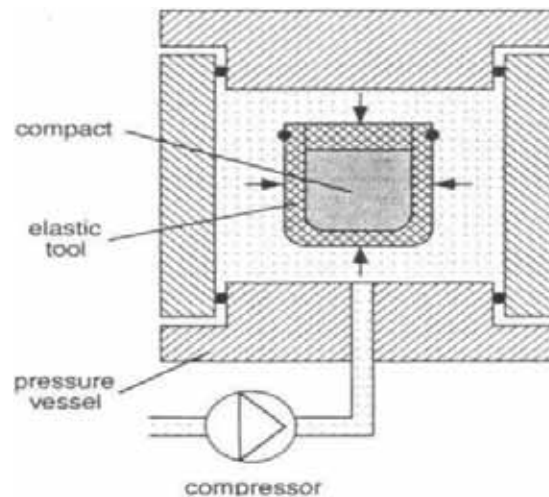
A prensagem uniaxial de ação simples, é utilizada para conformar peças com espessuras pequenas e com geometria simples. Entretanto, existem algumas adaptações, como por exemplo prensagem de duplo efeito, onde a matriz superior e inferior aplica o

esforço de compressão. Essa modalidade de prensagem é aplicada a peças de grandes espessuras e geometrias complexas.

Outro método de prensagem muito usado, trata-se da prensagem isostática, que pode ser dividida em prensagem isostática a frio (CIP) e prensagem isostática a quente (HIP).

No caso da prensagem isostática a frio (CIP), um molde flexível, geralmente de material polimérico, é preenchido com a mistura de pós metálicos e colocado em uma prensa onde o meio transmissor de pressão é um fluido, que pode ser água, óleo, glicerina entre outros. Dessa forma, a pressão é exercida pelo fluido que comprime o molde flexível e compacta a mistura de pó uniformemente em todas as direções, resultando em uma maior compactação do pó não gerando mais gradiente de densidades.

Figura 14 – Representação prensagem isostática a frio.



Fonte: (Internet, 2014).

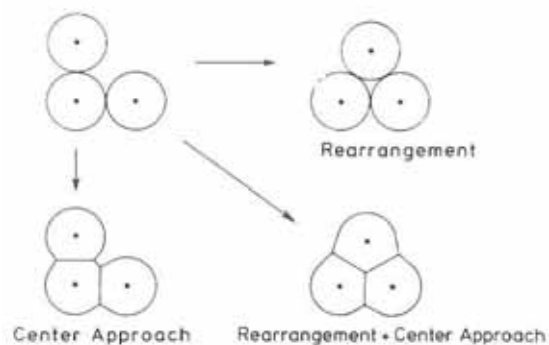
Na prensagem isostática a quente (HIP), a mistura de pó é colocada dentro de um molde metálico, em seguida é colocada em uma autoclave em altas temperatura e pressão. O meio transmissor de pressão é um gás, que comprime e compacta a mistura de pó de maneira uniforme. Trata-se de um processo muito caro e com baixa produtividade, no entanto o produto prensado apresenta alta densificação e com poucos defeitos.

3.2.5. Sinterização.

A sinterização consiste na etapa da metalurgia do pó que visa obter microestruturas com altas densidades, com porosidade praticamente nula. Essa etapa é conhecida como queima e consolidação de um corpo conformando a partir de pós, que ocorre a eliminação de poros, água e ocorre a retração do corpo. Existem dois tipos básicos de sinterização : a sinterização sem fase líquida ou por fase sólida e a sinterização por fase líquida.

A sinterização sem fase líquida ocorre em temperaturas abaixo da temperatura de fusão do pó, e como o nome diz não existe formação de fase líquida. A figura 14 ilustra os dois fenômenos responsáveis pela contração do componente e pela diminuição de sua porosidade durante o processo de sinterização sem fase líquida: aproximação dos centros e rearranjo das partículas. Na sinterização sem fase líquida a aproximação dos centros das partículas é o fenômeno dominante. Pode-se ainda dividir o processo em três estágios: (i) ligação sólida entre as partículas, com a formação dos “necks”. Nota-se pequena redução da porosidade, até que os “necks” sejam equivalentes a 1/3 do diâmetro das partículas; (ii) quando a densidade é aproximadamente 75% da teórica ocorre a transição para o segundo estágio. Não se distingue mais as partículas iniciais individuais e os canais de porosidade se encontram ao longo de junções triplas de grãos adjacentes. A contração é rápida e ocorre lento crescimento de grão; (iii) o terceiro estágio começa com densidade entre 91 e 95%, quando os canais de porosidade se fecham e se transformam em poros isolados. Pode-se esperar alguma influência da velocidade de aquecimento sobre a taxa de contração do componente. Menores velocidades de aquecimento tendem a levar a maiores densidades, já que se trabalha com maiores tempos de sinterização para cada temperatura [33].

Figura 15 – Fenômenos de aproximação dos centros e rearranjo das partículas durante a sinterização.



A sinterização com fase líquida trata-se do mais econômico processo de sinterização, o convencional, muitas vezes é possível eliminar totalmente a porosidade quando se tem a presença de fase líquida. Pode-se também atingir bom controle dimensional se contração ou dilatação durante a sinterização forem desprezíveis. A homogeneização durante a sinterização é uma condição necessária para se obter as propriedades mecânicas desejadas, o que também é bastante facilitado pela presença de fase líquida. A fusão acelera o transporte de material durante a sinterização e compensa parcialmente a contração com a dilatação induzida pela penetração da fase líquida entre as partículas e ao longo dos contornos de grão.

3.3. SOBRE O NITINOL.

3.3.1. Aspectos metalurgia física do Nitinol.

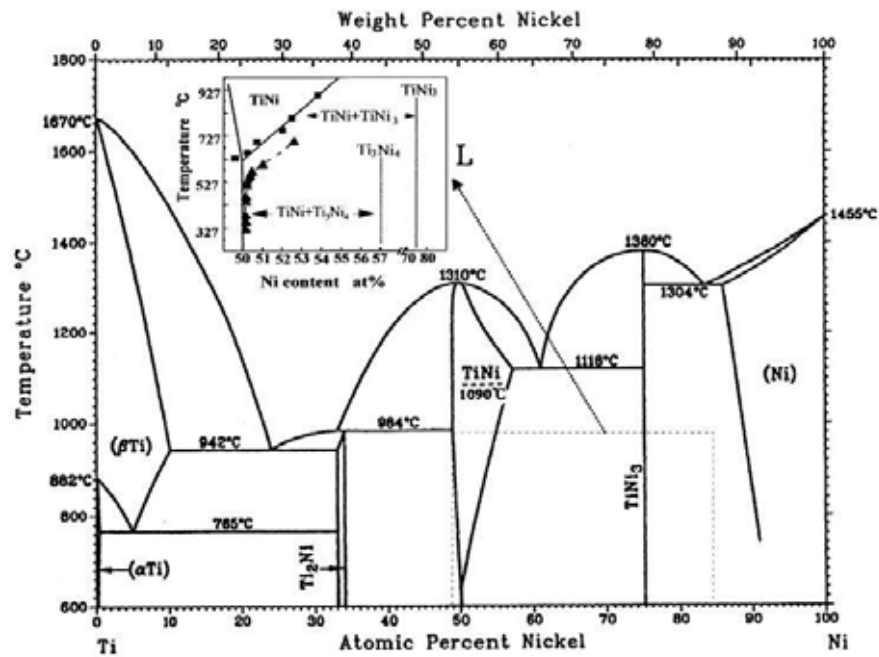
A figura 16 mostra o diagrama Ni-Ti com a faixa de composições de interesse em destaque. A liga NiTi apresenta uma transformação de fase, a baixas temperaturas apresenta estrutura martensítica, conhecida como B19' e a altas temperaturas sua estrutura é austenítica, conhecida como B2. As propriedades funcionais especiais e as boas propriedades mecânicas são devidas exatamente à transformação martensítica e sua reversão. Existem três tipos diversos de transformações martensíticas na liga TiNi (Fig. 16). (i) quando a liga é resfriada a partir do estado solubilizado, portanto a partir da fase mãe (B2) e obtêm-se a estrutura monoclinica (B19'). (ii) quando a liga é tratada termicamente de forma a promover a precipitação da fase Ti₃Ni₄ ou quando a liga é submetida a trabalho mecânico e recozida a temperatura (~400°C) em que alta densidade de discordâncias rearranjadas é deixada na peça. Nesse caso será gerada a fase R (trigonal) que posteriormente se transforma na estrutura B19'. (iii) quando a liga recebe a adição de Cu (Ti-40Ni-10Cu por exemplo), durante o resfriamento da fase mãe forma-se a estrutura martensítica B19, que posteriormente se transforma na estrutura B19' [34].

Existe grande interesse nas ligas ricas em Ni, já que suas temperaturas de transformação podem ser controladas pelo teor de Ni [17, 18, 20]. Deve-se notar aqui que existe apenas uma transformação alotrópica mas são feitas referências a várias temperaturas de transformação, já que existem a temperatura inicial (Mi) e a temperatura final (Mf) de transformação martensítica no resfriamento, e a temperatura inicial (Ai) e a temperatura final (Af) de transformação austenítica no aquecimento da liga. As temperaturas de transformação dependem da exata composição, dos tratamentos termomecânicos aplicados e do teor de impurezas; oxigênio e carbono afetam essas temperaturas drasticamente [35]. O fator mais importante na determinação da temperatura de transformação martensítica é o teor de Ni [36].

A despeito de em geral se considerar a liga NiTi como monofásica, vê-se no diagrama de fases (fig. 16) que à temperatura ambiente ela é um composto linear posicionado entre os campos Ti₂Ni + NiTi e NiTi + TiNi₃, o que sugere a ocorrência de precipitados de Ti₂Ni e TiNi₃ [9, 36]. Guoxin [37] obteve NiTi poroso por MIM e reportou a precipitação de Ti₂Ni. Segundo Mehrabi [35] a precipitação de Ti₂Ni e TiNi₃ no contorno de grão resulta em maiores valores de dureza. Vários trabalhos reportam a presença de Ni₄Ti₃ [26, 38, 39, 40,

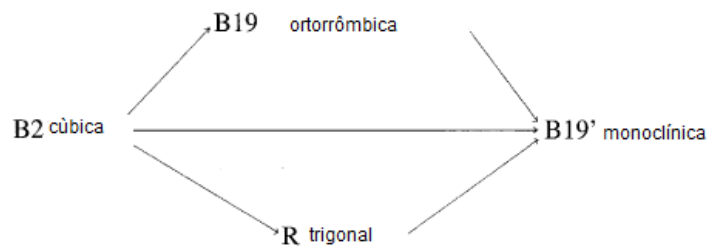
41]. Como a fase Ni_4Ti_3 é rica em Ni sua precipitação altera a composição da liga, alterando assim a temperatura de transformação martensítica. Ainda, a presença de precipitados, sua distribuição e seu grau de coerência com a matriz alteram a M_s , alterando assim as propriedades de memória de forma da liga, já que as áreas entorno dos precipitados são sítios preferenciais de nucleação de placas martensíticas [42].

Figura 16 – Diagrama de Equilíbrio de Fases da liga NiTi.



Fonte: (OTSUKA, K, 2005) (1)

Figura 17 – Transformações Martensíticas possíveis na liga de NiTi.

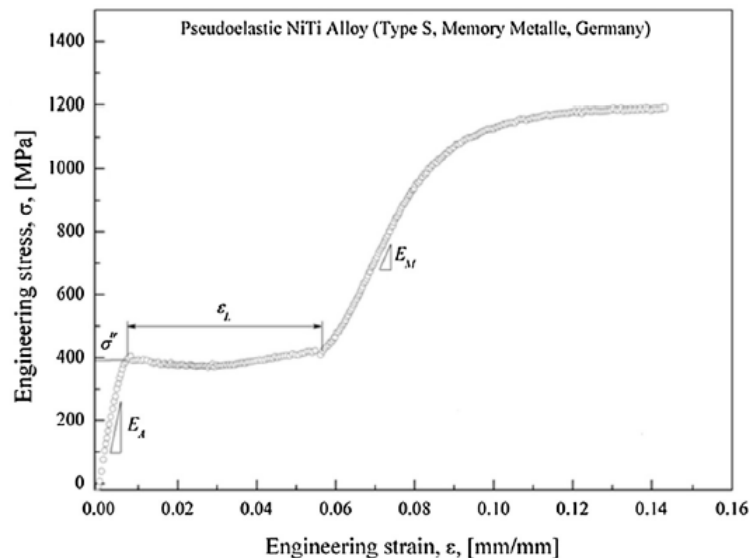


Fonte: (OTSUKA, K, 2005) (1)

3.3.2. Comportamento Mecânico.

Assim como qualquer outro material, ao ser solicitada mecanicamente a liga se deforma elasticamente e a seguir se deforma plasticamente. A deformação pode se dar por três mecanismos diferentes, que são: (i) reorientação de alguma variante da martensita, quando a deformação ocorre a temperatura abaixo da temperatura inicial da transformação austenítica no aquecimento A_s ; (ii) transformação martensítica induzida por tensão, quando a sollicitação mecânica se dá entre a temperatura de início de transformação martensítica no resfriamento, M_s , e a temperatura (T_d) em que a tensão necessária para a transformação austenita – martensita se iguala à tensão de deformação da austenita; (iii) deformação plástica da austenita a temperatura acima de T_d [43]. A figura 18 mostra um diagrama $\sigma \times \epsilon$ de uma liga NiTi comercial [17]. A figura ilustra perfeitamente as regiões citadas, de deformação elástica inicial, superelasticidade e deformação plástica; note-se que o comportamento superelástico se dá no patamar de isotensão designado ϵ_L .

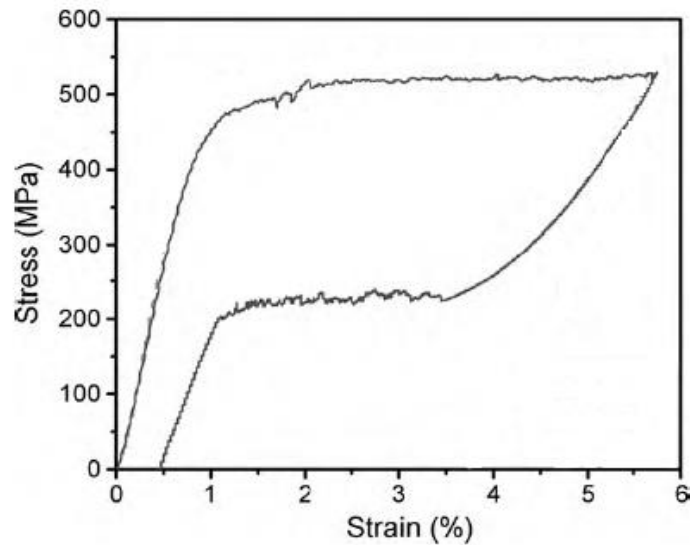
Figura 18 – Diagrama $\sigma \times \epsilon$ qualitativo de uma liga NiTi comercial [17].



Fonte: (OTSUKA, K, 2005) (1)

A figura 19 apresenta um diagrama $\sigma \times \epsilon$ que demonstra o aspecto retornável da deformação observada no patamar de isotensão na figura anterior. Deve-se notar que a região do ensaio de tração mostrada na figura 19 ilustra o efeito de memória de forma da liga, já que ao se retirar a carga a deformação também retorna.

Figura 19 – Diagrama $\sigma \times \epsilon$ qualitativo de uma liga NiTi comercial [17].



Fonte: (OTSUKA, K, 2005) (1)

3.3.3. Rotas de Obtenção da liga.

Ao considerar a utilização de nitinol é fundamental saber as temperaturas de transformação de fase (TTF) da liga, já que estas determinam suas possíveis temperaturas de utilização. O meio mais comum de produção de nitinol é fundição [34], e para amostras fundidas as temperaturas de transformação de fase dependem do processamento posterior aplicado, como deformação e temperatura de recozimento após trabalho mecânico a frio ou a quente. Sobre o material obtido por metalurgia do pó, o processamento de uma mesma liga por diferentes técnicas, como metalurgia do pó convencional, HIP e MIM, resulta em ligas com TTF diferentes, já que a maior ou menor adição de ligantes e lubrificantes, por exemplo, determina o nível de contaminação, com influência sobre as TTF da liga [36].

Aspectos que dependem do processo de obtenção utilizado, como tamanho de grão, nível de contaminantes e fases presentes, determinam não só as TTF como também as propriedades mecânicas da liga gerada, e portanto são importantes na utilização final dos componentes. Bram et al. [34] obtiveram amostras de nitinol, utilizando tanto HIP quanto MIM. Usando HIP, sob temperatura de 1050°C, pressão de 195 MPa e tempo de 5 horas e partindo de pós elementares, Bram obteve amostras que considerou suficientemente homogêneas, porém reportou a presença de outras fases prejudiciais às propriedades mecânicas da liga. Ensaio cíclico de tração revelou comportamento relativamente frágil, com deformação máxima inferior a 2% e quebra do corpo de prova no 3º ciclo. Alguns problemas

de difícil solução são encontrados na obtenção de amostras de NiTi por metalurgia do pó: geralmente o teor de oxigênio de amostras sinterizadas é mais alto, quando comparado a amostras fundidas, que resulta na formação de óxidos, como $Ti_4Ni_2O_x$ ($0 < x \leq 1$) [36, 37, 38], importante causa de fragilização das ligas NiTi. As fases intermediárias Ti_2Ni e Ni_3Ti normalmente se formam e dificilmente são eliminadas por posterior tratamento de homogeneização. Em geral amostras sinterizadas apresentam porosidade devido à diferença de difusividade entre Ti e Ni, principalmente quando obtidas a partir de pós elementares. Os fatores acima explicam porque é particularmente difícil obter ligas NiTi por metalurgia do pó com homogeneidade satisfatória e boas propriedades de memória de forma [37]. Por outro lado, ensaios realizados com chapas laminadas de espessura 1,4 mm resultaram em deformações variando entre pouco mais de 20% até aproximadamente 60%, dependendo do tratamento térmico aplicado [44]. Favier [39] trabalhou com tubos conformados a quente e envelhecidos por vários períodos de tempo, obtendo comportamento superelástico bem definido e deformação de 8%.

3.4. MÉTODO DE ARQUIMEDES

3.4.1. Introdução.

Define-se massa específica ou densidade de uma substância como a razão entre a massa e seu volume.

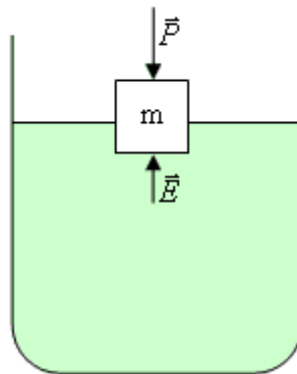
$$\rho = \frac{m}{v} \quad (1)$$

Na obtenção de densidades de corpos com geometria complexa ou corpos porosos, nem sempre existem meios para determinar de maneira correta e com precisão seu volume, o que dificulta o cálculo da densidade pela equação (1). Dessa maneira, é necessário utilizar outro método para determinar a densidade do corpo. Um método muito usado e simples trata-se do Princípio de Arquimedes.

3.4.2. Fundamentação Teórica

Pelo princípio de Arquimedes, todo corpo, submerso em um fluido líquido, fica sujeito a uma força de empuxo E , do líquido, na direção vertical e sentido de baixo para cima e com módulo igual ao peso do líquido deslocado.

Figura 20 – Representação esquemática da força de Empuxo.



Fonte: (O autor, 2015).

Desse modo o empuxo (\vec{E}) é definido pela equação:

$$\vec{E} = m_l \times g \quad (2)$$

onde: m_l = massa do líquido deslocado.

g = Aceleração da gravidade.

Entretanto, a massa do líquido deslocado é definido como:

$$m_l = \rho_l \times V \quad (3)$$

onde: ρ_l = densidade do líquido

V = Volume submerso.

Substituindo (3) na equação (2), obtemos a equação do empuxo (\vec{E}):

$$\vec{E} = \rho_l \times V \times g \quad (4)$$

O volume do corpo submerso é expresso em função da sua massa e da sua densidade, conforme equação abaixo:

$$V = \frac{m_s}{\rho_s} \quad (5)$$

onde: m_s = massa do sólido.

ρ_s = densidade do sólido.

Por fim, a densidade do sólido, expresso em função da densidade do líquido e da massa de líquido deslocado é dado por:

$$\rho_s = \rho_l \times \frac{m_s}{m_l} \quad (6)$$

3.4.3. Método.

O método de determinação de densidade pelo princípio de Arquimedes consiste em primeiramente medir a massa do corpo, em seguida colocar um béquer que contenha um fluido líquido de densidade conhecida sobre uma balança, no qual irá registrar a massa de líquido. É então usado um dispositivo (imagem 21), onde o sólido é posicionado e submerso no líquido sem entrar em contato com as paredes e o fundo do béquer. A balança irá registrar um aumento de massa que é proporcional à força de reação do empuxo devido à massa de líquido deslocado.

Figura 21 – Dispositivo de Arquimedes.



Fonte: (O autor, 2015).

Desse modo é possível determinar a densidade do corpo através da equação (6).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

As prensagens Isostática e uniaxial foram realizadas nas dependências do Laboratório de Materiais cerâmicos do Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (FEG). A sinterização dos corpos de provas de Ni-Ti, foi realizada nas dependências da Central de Laboratórios do Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (FEG).

A preparação das amostras para análise macroscópica, microscópicas e de porosidade da liga após sinterização pelo método de Arquimedes, foram no Laboratório Metalúrgico do Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (FEG).

Os equipamentos utilizados na preparação da liga até sua sinterização foram:

- Balança analítica, Marte AL 500 C: Utilizada para obter composição de $\text{Ni}_{50,5}\text{Ti}_{49,5}$ em porcentagem atômica.

Figura 22 – Balança Analítica Marte AL 500c



Fonte: (O autor, 2015).

- Misturador: Utilizado para homogeneização da mistura de pós elementares de Ni e Ti.

Figura 23 – Misturador e homogeneizador.



Fonte: (O autor, 2015).

- Matriz e punção: Utilizada para prensagem uniaxial.

Figura 24 – Matriz e punção.



Fonte: (O autor, 2015).

- Câmara para prensagem isostática: utilizada em conjunto com a prensa para compactação isostática. – câmara para compactação isostática

Figura 25 – Câmara para compactação isostática.



Fonte: (O autor, 2015).

- Prensa Uniaxial, Bonevau 30 toneladas: Utilizada para realizar a prensagem Uniaxial.

Figura 26 – Prensa uniaxial.



Fonte: (O autor, 2015).

- Forno Elétrico com atmosfera controlada: Utilizada para realizar a sinterização da liga NiTi.

Figura 27 – Forno por resistência elétrica.



Fonte: (O autor, 2015).

Os equipamentos utilizados para preparação da amostra e metalografia foram:

- Lixadeira rotativa: utilizada na preparação da amostra para o lixamento das amostras.

Figura 28 – Lixadeira rotativa.



Fonte: (O autor, 2015).

- Politriz Arotec: utilizada para o polimento do material para os ataques químicos.

Figura 29 - Politriz automática.



Fonte: (O autor, 2015).

- Estereoscópio Stemi: utilizado para aferição da superfície polida:

Figura 30 - Estereoscópio Stemi.



Fonte: (O autor, 2015).

- Microscópio Nikon Epiphot 200: utilizado para analisar e fotografar as amostras em ampliações superiores a 50 vezes.

Figura 31 - Microscópio Nikon Epiphot 200.



Fonte: (Samwoo Scientific Co., 2013).

Os equipamentos utilizados para realização do método de Arquimedes para determinação da densidade foram:

- Balança analítica: Utilizada para medir a massa do corpo seco e a massa deslocada de água.
- Béquero e dispositivo de Arquimedes (balança hidrostática)

Figura 32 – Dispositivo de Arquimedes (balança hidrostática)



Fonte: (O autor, 2015).

4.1. MATERIAIS

Os materiais utilizados para prensagem e sinterização da liga NiTi, foram os pós elementares, já moídos e adquiridos em granulométrica adequada.

Figura 33 – Pós Elementares Ni e Ti.



Fonte: (O autor, 2015).

4.2. MÉTODO

4.2.1. Pesagem dos pós elementares.

Com base na composição química desejada (Ni50,5Ti49,5 em porcentagem atômica) os pós elementares de Ni e Ti foram pesados em balança de precisão.

4.2.2. Mistura e Homogeneização.

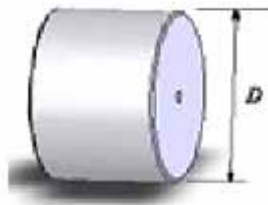
Os pós elementares de Ni e Ti foram levados ao misturador (figura 21) e misturados mecanicamente durante um intervalo de tempo de 40 minutos. Não foram utilizadas bolas para misturar os pós, visto que pode ocorrer contaminação, com prejuízo das propriedades finais obtidas.

4.2.3. Prensagem uniaxial em matriz fechada.

Após a homogeneização a mistura foi colocada na matriz flutuante e posicionada na prensa para ser compactada uniaxialmente, através de um ciclo sob três tensões diferentes: 1000, 750 e 500 MPa, sendo que após cada aplicação de tensão a carga era totalmente retirada. Foi utilizada essa metodologia com o objetivo de obter um corpo de prova com maior densidade final, visto que a compactação é um fator decisivo e determinante para obter um corpo denso e com boas propriedades mecânicas após a sinterização.

Dessa modo, foram obtidos corpos de provas cilíndricos com diâmetro de 12 mm, conforme ilustrado na figura 34.

Figura 34 – Representação do corpo de prova após prensagem uniaxial.



Fonte: (O autor, 2015).

4.2.4. Prensagem uniaxial e Isostática.

Nesse modo de prensagem, foi realizada, primeiramente, a prensagem uniaxial sob três tensões diferentes: 1000, 750 e 500 Mpa, sendo que após cada aplicação de tensão a carga era totalmente retirada. Dessa maneira, foram obtidos corpos de provas cilíndricos. Em seguida, esses corpos de provas foram colocados em bexigas, e utilizando-se uma bomba de vácuo, o ar foi parcialmente retirado de seu interior. As amostras foram então colocadas na câmara de prensagem isostática usando-se etanol como fluido de prensagem. A pressão de compactação nesse estágio foi de 200 MPa. Essa metodologia foi realizada com o objetivo de obter um corpo de prova com maior densidade final, e compará-la com o modo de prensagem uniaxial, a fim de estabelecer a melhor rota de compactação.

4.2.5. Sinterização sem fase líquida

Os corpos de provas foram então levados ao forno para sinterização (figura 25) a 930°C.

Uma rota específica de aquecimento foi utilizada visando o menor tempo possível para aquecimento das amostras com o devido cuidado com o acabamento superficial das mesmas. Assim, as amostras foram aquecidas da temperatura ambiente até 500°C sob taxa de 15°C/minuto e de 500°C até 930°C sob taxa de 2°C/minuto. As amostras foram sinterizadas em 3 tempos distintos, 20, 30 e 40 horas.

A temperatura de sinterização de 930°C foi selecionada a partir do diagrama de fase e da literatura, visto que na temperatura de 942 °C existe um ponto eutético ocorrendo fusão e início de formação de fase líquida, e o objetivo desse trabalho é realizar a sinterização sem fase líquida.

Foi utilizada atmosfera de argônio, visto que é um gás inerte, com o objetivo de evitar a contaminação e oxidação da liga NiTi, já que o titânio é muito reativo e se oxida muito facilmente.

4.2.6. Metalografia

Nesse trabalho foi usada a técnica de metalografia convencional, que consiste basicamente na secção do corpo de prova, lixamento e polimento, ataque químico e análise metalográfica.

Desse modo os corpos de prova sinterizados foram seccionados, lixados com lixas grana 200, 300, 420, 600 e 1200, sempre rotacionando o corpo de prova em 90° a cada troca de lixa. Em seguida, foi realizado o polimento da superfície da amostra com suspensão de diamante 1 e 0,3 µm.

4.2.7. Ataque químico

O ataque químico é a técnica mais antiga e comum aplicada para a produção do contraste microestrutural. Nesta técnica, o reagente químico reage com a amostra sem o uso de corrente externa. O ataque prossegue com a dissolução de acordo com as características químicas dos constituintes microestruturais. As variedades dos ataques são disponíveis, incluindo ataques com ácidos, bases, soluções neutras e sais.

O ataque químico foi realizado logo após o polimento dos corpos de prova. Foi utilizada uma solução com a seguinte composição química: 30 ml de ácido acético, 5 ml de ácido nítrico e 2 ml de ácido fluorídrico e o tempo de ataque foi de aproximadamente 30 s.

4.2.8. Obtenção da densidade pelo método de Arquimedes.

Para obtenção da densidade dos corpos de provas pelo método de Arquimedes foi usado o seguinte método: Inicialmente foi pesado os corpos de provas de NiTi, após a sinterização, em balança de precisão, chamado de massa do sólido (m_s). Em seguida, em um béquer foi adicionado água destilada de densidade conhecida ($\rho_{(l)}$), e colocado na balança de precisão e tarado. Foi, então, montado o dispositivo de Arquimedes, chamado de balança hidrostática (figura 32), e submerso no béquer contendo água. O corpo de prova foi posicionado na balança hidrostática de forma a não tocar as paredes e o fundo do béquer. Na balança de precisão é registrado um aumento da massa (m_l), que é proporcional a força de reação do empuxo devido à massa de líquido deslocado.

Por fim através da equação (6), foi possível calcular a densidade do sólido ($\rho_{(s)}$).

5. RESULTADOS OBTIDOS

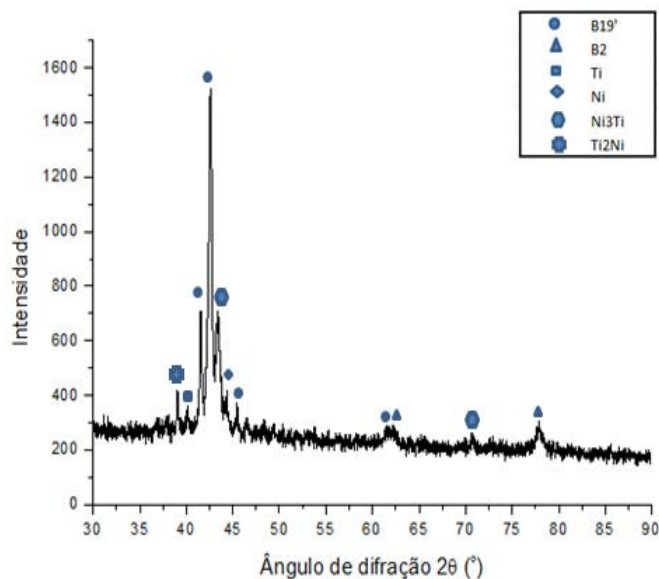
Os resultados obtidos no presente estudo podem ser divididos nos resultados da rota de sinterização mais adequada comparando os tempos de sinterização e do nível de porosidade quando comparada a prensagem uniaxial e isostática através da análise metalográfica e determinação de densidade pelo princípio de Arquimedes.

5.1. Rota de sinterização.

Conforme descrito no item 4.2.4 os corpos de provas foram sinterizados a 930°C e em 3 tempos distintos : 20, 30 e 40 horas.

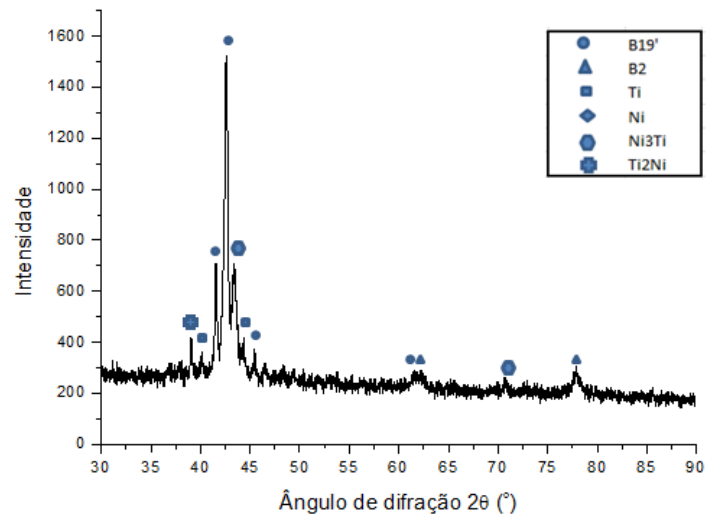
Desse modo, a sinterização por 20 e 30 horas, segundo a análise por difração de raio-x (DRX), gerou a presença de elementos residuais (Ti e Ni), mostrando que esses tempos de sinterização são insuficientes. Alguns fatores podem ser determinantes para que existam elementos residuais, como a alta taxa de aquecimento, temperatura e tempo de sinterização. Nesse trabalho a taxa de aquecimento foi moderada, portanto o fator determinante para nuclear fases secundárias seria o tempo de sinterização.

Figura 35 – Difração de Raio-X, amostra de 20 horas de sinterização.



Fonte: (O autor, 2015).

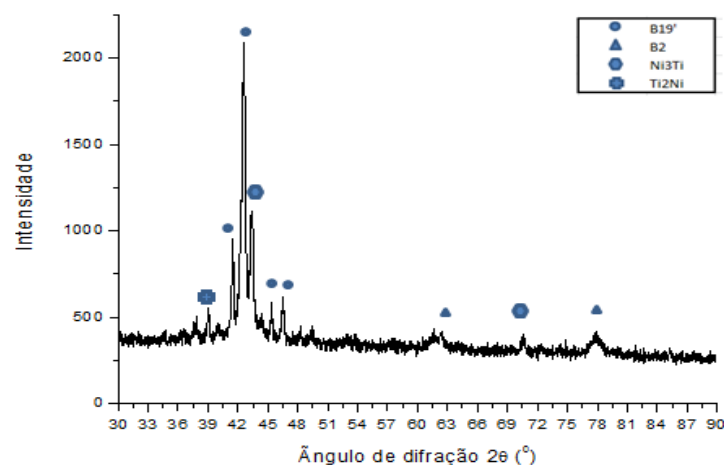
Figura 36 – Difração de Raio-X, amostra de 30 horas de sinterização.



Fonte: (O autor, 2015).

Ao analisarmos a rota de 40 horas de sinterização, não foi mais observada a presença dos elementos residuais descritos acima e foram observados, também, baixos volumes de fases intermetálicas secundárias. Isso indicou que para sinterizar a liga de NiTi, considerando os parâmetros utilizados nesse trabalho, o tempo mínimo de sinterização é de 40 horas. Dessa maneira, é possível concluir que essa é a rota de processamento de melhor desempenho, considerando os parâmetros adotados nesse trabalho.

Figura 37 – Difração de Raio-X, amostra de 40 horas de sinterização.



Fonte: (O autor, 2015).

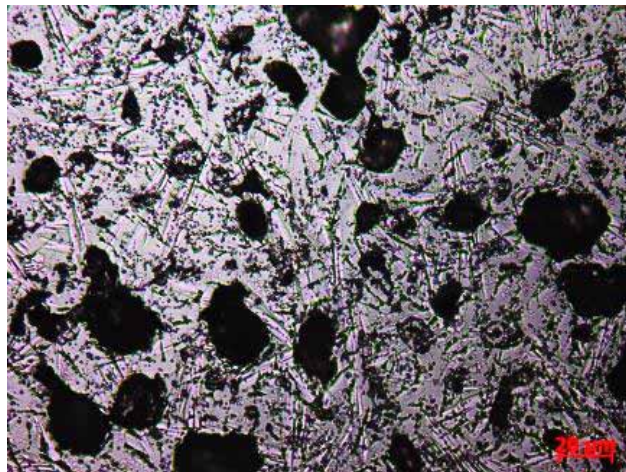
Desse modo, foi realizada microscopia ótica, para análise metalografia das amostras de 20, 30 e 40 horas de sinterização, que será discutida a seguir.

5.2. Análise metalografica.

Através da análise das microscopias abaixo, é possível ver claramente que em todas as amostras apresentam as fases B19' e B2, que correspondem às fases martensítica e austenita, respectivamente, sendo esse resultado confirmado pela análise do DRX (figuras 35-37), que apresenta pico de maior intensidade correspondente a fase B19' e pico de baixa intensidade referente à fase B2, mostrando maior quantidade da fase martensitica, conforme esperado, já que da literatura, em temperatura ambiente a liga de Ni-Ti com a composição estudada apresenta a fase martensitica, devido a liga ser rica em níquel.

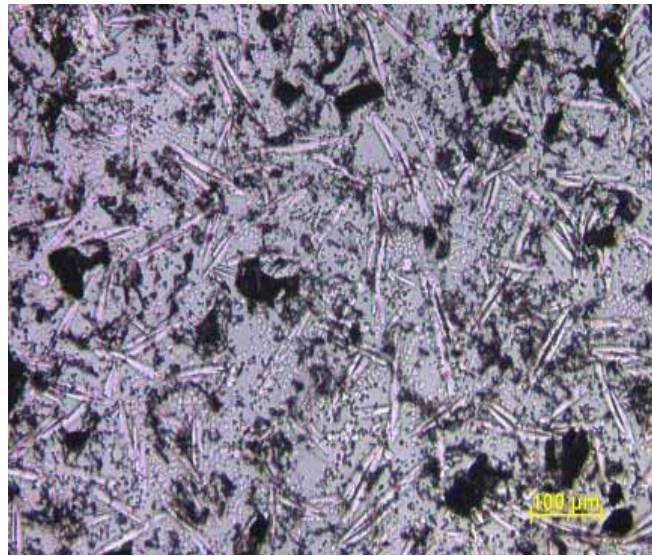
As amostras apresentam duas fases claramente visíveis nas imagens, que podem ser diferenciadas por suas estruturas características. A estrutura acicular, presente em grande quantidade, é a fase martensítica, e é possível observar que em menores tempos de sinterização (20 horas) seu aspecto é fino e alongado, entretanto à medida que aumenta o tempo de sinterização ocorre uma diminuição em seu comprimento e aumento de largura.

Figura 38 – Microscopia ótica, da amostra de 20 horas de sinterização. Ampliação 200x.



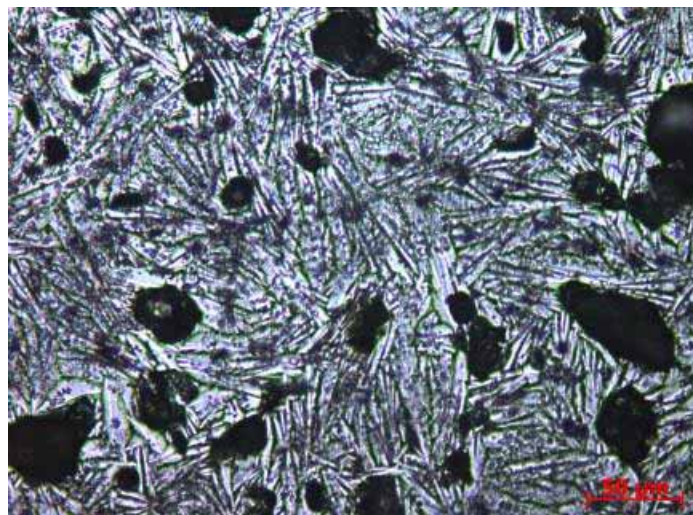
Fonte: (O autor, 2015).

Figura 39 – Microscopia óptica, da amostra de 30 horas de sinterização. Ampliação 200x.



Fonte: (O autor, 2015).

Figura 40 – Microscopia óptica, da amostra de 40 horas de sinterização. Ampliação 200x.



Fonte: (O autor, 2015).

Sobre a formação de fases do nitinol, analisando o diagrama de fases de equilíbrio (imagem 16), em temperatura ambiente é um composto linear posicionado entre os campos de $Ti_2Ni + NiTi$ e $NiTi + TiNi_3$. Portanto, isso sugere a presença de fases intermetálicas secundárias, que foi comprovada através da análise de DRX, em pequena quantidade.

Desse modo, uma vez analisado que o tempo de sinterização de 30 e 40 horas foi satisfatório para obtenção do nitinol, com poucos elementos residuais e com baixo volume de fases intermetálicas, foram selecionados esses corpos de provas para estudo do nível de porosidade, levando em consideração o modo de compactação.

5.3. Porosidade.

O nível de porosidade e o grau de homogeneidade de nitinol quando processado a partir dos pós elementares são os atributos mais importantes e que determinam suas propriedades mecânicas, e a fase de compactação é um fator decisivo e determinante para obter um corpo denso e com boas propriedades mecânicas após a sinterização. Por esse motivo, nesse trabalho foram realizadas compactação uniaxial e isostática com o objetivo de definir o melhor modo de compactação, tendo como variável resposta a densidade da liga.

Tanto o modo de compactação uniaxial e isostática, quanto a rota de sinterização de 30 e 40 horas, apresentaram grande nível de porosidade. As micrografias mostram que há heterogeneidade na distribuição e nos tamanhos dos poros e que não houve redução mesmo em maiores temperaturas de sinterização, mostrando que não existe relação entre eles. A variação da distribuição dos poros foi atribuída às condições de atrito entre a amostra e as paredes da matriz, que também é variável.

Figura 41 – Microscopia óptica, da amostra de 30 horas de sinterização e compactação uniaxial. Ampliação 50x.

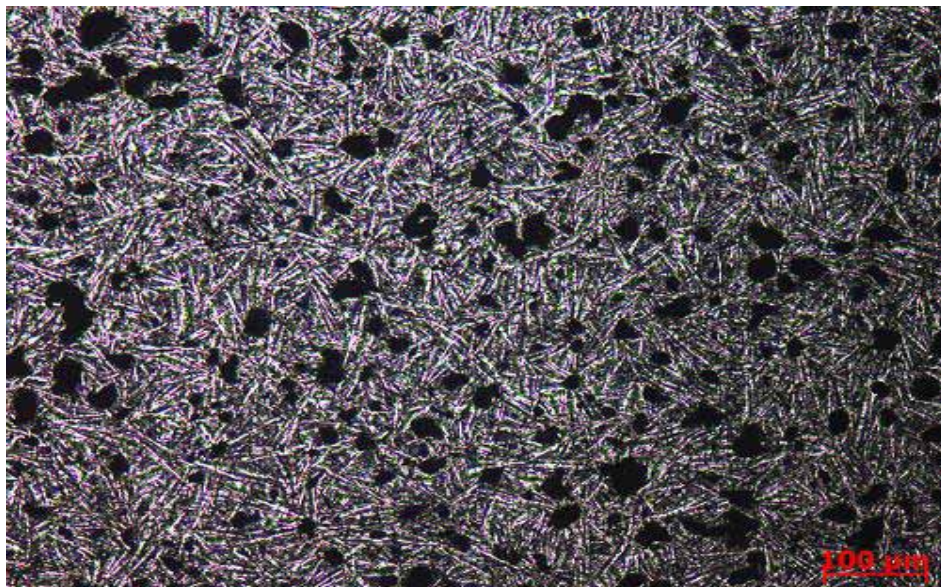
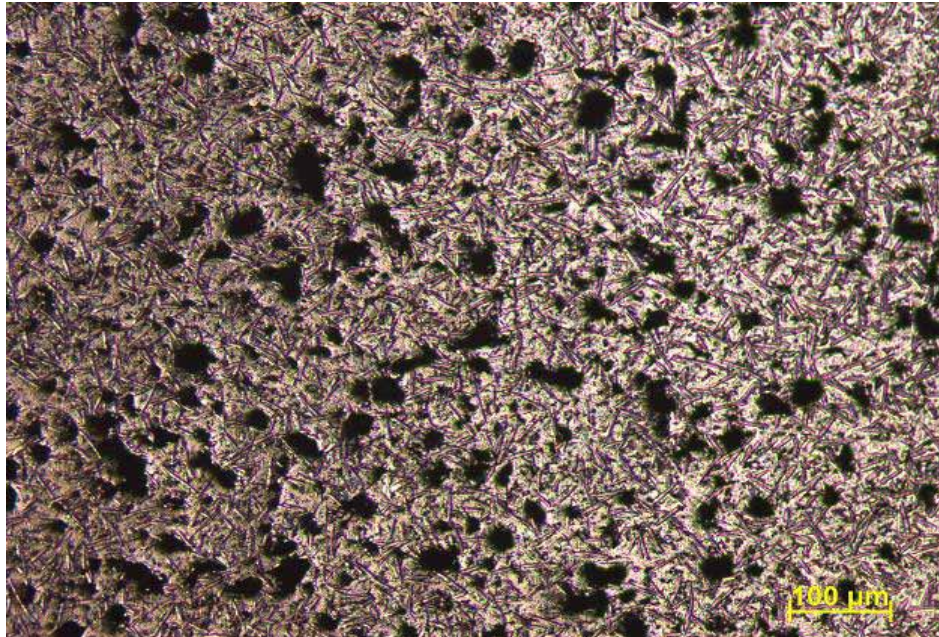
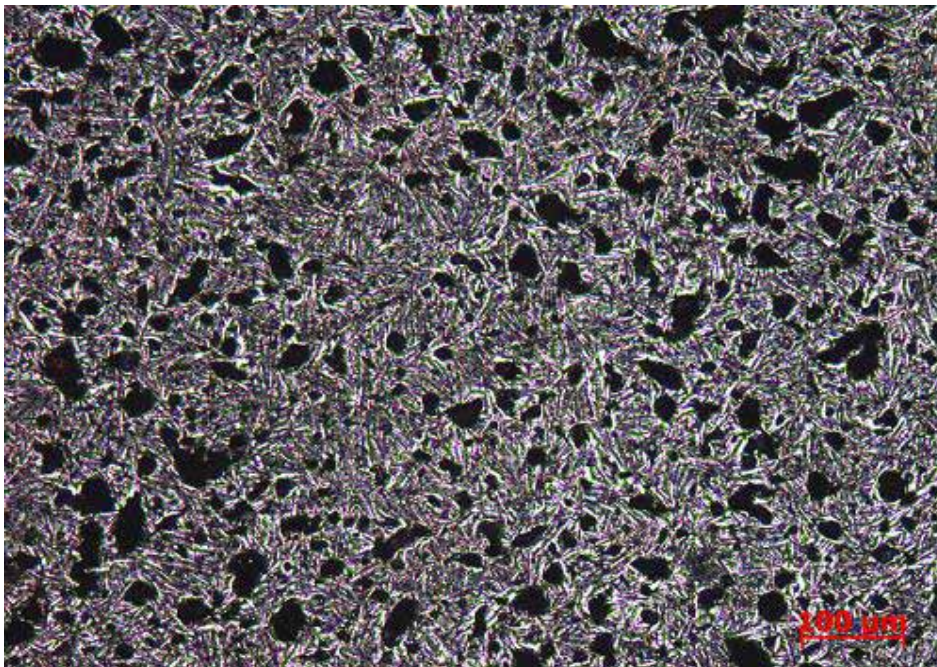


Figura 42 – Microscopia óptica, da amostra de 30 horas de sinterização e compactação uniaxial seguida de isostática. Ampliação 50x.



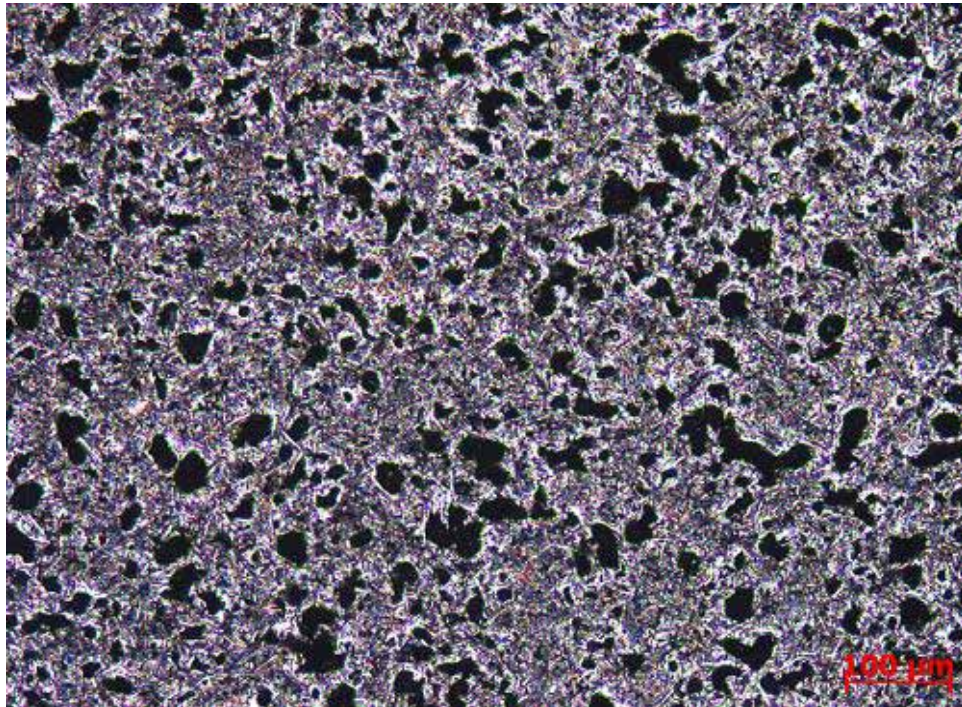
Fonte: (O autor, 2015).

Figura 43 – Microscopia óptica, da amostra de 40 horas de sinterização e compactação uniaxial . Ampliação 50x.



Fonte: (O autor, 2015).

Figura 44 – Microscopia óptica, da amostra de 40 horas de sinterização e compactação uniaxial seguida de isostática. Ampliação 50x.



Fonte: (O autor, 2015).

De maneira geral, as amostras sinterizadas apresentam porosidade devido à diferença de difusividade entre o níquel e o titânio, e apresentam maior nível de porosidade quando obtidas a partir de pós elementares. Outro fator que pode maximizar o volume de porosidade são os espaços livres existentes entre as partículas dos pós elementares, devido a não utilização de pós bem graduados (pós pequenos, médios e grandes).

As propriedades mecânicas esperadas para essa liga dependem de um nível de porosidade baixo, visto que a porosidade é grande fator de determinação de concentração de tensão quando carregamentos mecânicos são aplicados. Entretanto, para aplicações biomédicas, algumas vezes, é interessante que a liga apresente estrutura porosa.

5.4. Análise da densidade.

Como apresentado anteriormente, as amostras de nitinol apresentaram-se porosas, independentemente do modo de compactação e tempo de sinterização. Dessa forma foi utilizado o método de Arquimedes para determinar quantitativamente a densidade das amostras e por conseqüência o nível de porosidade.

Tabela 1 – Valores de densidade e porcentual de porosidade encontrada através do princípio de Arquimedes.

MODO DE COMPACTAÇÃO	TEMPO DE SINTERIZAÇÃO [HORAS]	DENSIDADE [g/cm ³]	PORCENTAGEM DE POROSIDADE [%]
UNIAXIAL	30	4,85	20,63%
ISOSTÁTICA	30	4,39	22,78%
UNIAXIAL	40	4,75	21,06%
ISOSTÁTICA	40	4,65	21,49%

O melhor valor de densidade obtido foi de 4,85 g/cm³ com 20,63% de poros, para o modo de compactação uniaxial e 30 horas de sinterização. No entanto, a variação de densidade encontrada foi considerada muito baixa e atribuída muito mais ao processo de determinação que à variação da densidade das amostras, o que levou à conclusão de que a prensagem uniaxial seguida de prensagem isostática não ajuda na obtenção de amostras mais densas, para a liga estudada.

6. CONCLUSÃO

Nesse trabalho, a liga de Ni-Ti, chamada de nitinol, foi obtido via metalurgia do pó sem fase líquida, e foi analisado o efeito da compactação isostática e uniaxial na densidade final da liga, além do estudo do tempo de sinterização através da análise por meio de metalografia convencional, difração de Raio X (DRX) e por fim pelo método de Arquimedes, podendo chegar as seguintes conclusões:

- O nitinol foi obtido de maneira satisfatória a partir dos pós elementares de Ni e Ti, com composição $\text{Ni}_{50,5}\text{Ti}_{49,5}$.

- A rota de processamento com 40 horas de sinterização a 930°C foi a de melhor desempenho, pois apresentou a menor quantidade de fases intermetálicas e nenhum vestígio de elementos residuais, concluindo que a mesma é adequada.

- Pela análise metalográfica e de DRX, a estrutura predominante a temperatura ambiente foi à fase B19', caracterizando, a fase martensítica, conforme era esperado devido à composição da liga.

- Foi observado um pequeno volume de fases intermetálicas secundárias indicando que o resfriamento da liga após sinterização foi adequado.

- A segunda fase encontrada na liga foi de Ti_2Ni , embora pelo diagrama de equilíbrio do Ni-Ti, fosse esperado Ni_3Ti .

- Tanto os modos de compactação uniaxial quanto isostática apresentaram grande nível de porosidade. O modo de compactação uniaxial foi que apresentou maior densidade, em média $4,8 \text{ g/cm}^3$, que corresponde a 20,84% de poros. No entanto a variação de densidade encontrada foi muito baixa e atribuída muito mais ao processo de determinação que a variação de densidade das amostras, o que podemos concluir de que a prensagem uniaxial seguida de isostática não ajuda na obtenção de amostras mais densas.

BIBLIOGRAFIA

- 1 - Otsuka, K., Ren, X., **Progress in Materials Science** 50 (2005) 511-678.
- 2 – Jones, N. G., Dye, D., **Intermetallics** 32 (2013) 239-249.
- 3 - Benafan, O., Noebe, R.D., Padula II, S.A., Garg, A., Clausen, B., Vogel, S., Vaidyanathan, R., **International Journal of Plasticity** (2013), doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2013.06.003>.
- 4 - Predki, W., Knopik, A., Bauer, B. **Materials Science and Engineering A** 481-483 (2008) 598-601.
- 5 – Wagner, M., Sawaguchi, T., Kausträter, G., Höffken, D., Eggeler, G. **Materials Science and Engineering A** 378 (2004) 105-109.
- 6 – Humbeeck, J. V. **Materials Science and Engineering A** 273 (1999) 134-148.
- 7 - Martins, V., Rodrigues, W. C., Bueno, A. F., Knewitz, F. L., Mundstock, G. A., Schaeffer, L., **Corte e Conformação de Metais** (2010) 36-43.
- 8 - D – Frenzel, J., George, E. P., Dlouhy, A., Somsen, Ch., Wagner, M. F. X., Eggeler, G. **Acta Materialia** 58 (2010) 3444-3458.
- 9 - Chao Yu, Guozheng Kang, Qianhua Kan, Di Song, **International Journal of Plasticity** 44 (2013) 161–191.
- 10 - Thériault, P., Terriault, P., Brailovski, V., Gallo, R., **Journal of Biomechanics**. 39 (2006) 2837-2844.
- 11 – Zhu, S. L., Yang, X. J., Fu, D. H., Zhang, L. Y., Cui, Z. D., **Materials Science and Engineering A** 408 (2005) 264-268.
- 12 – Russel, S. M. **JMEPEG** 18 (2009) 831-835.
- 13 – Farvizi, M. Ebadzadeh, T., Vaezi, M. R., Kim, H. S., Simchi, A. **Materials and Design** 51 (2013) 375-382.

- 14 – Benafan, O., Noebe, R. D., Padula, S.A., Gaydos, D. J., Lerch, B. A., Garg, A., Bigelow, G. S., An, K., Vaidyanathan, R. *Scripta Materialia* 68 (2013) 571–574.
- 15 – Karaca, H. E., Kaya, I., Tobe, H., Basaran, B., Nagasako, M., Kainuma, R., Chumlyakov, Y. **Materials Science & Engineering A**.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.04.102>
- 16 - Chao Yu, Guozheng Kang, Qianhua Kan, Di Song. **International Journal of Plasticity** 44 (2013) 161–191.
- 17 – Di Cocco, V., Iacoviello, F., Maletta, C., Natali, S. **International Journal of Fatigue**.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2013.03.009>.
- 18 – Delobelle, V., Delobelle, P., Liu, Y., Favier, D. Louche, H., **Journal of Materials Processing Technology** 213 (2013) 1139– 1145.
- 19 - Shuyong Jiang, Yanqiu Zhang, Lihong Zhao, Yufeng Zheng, *Intermetallics* 32 (2013) 344-351.
- 20 – Ezaz, T., Wang, J., Sehitoglu, H., Maier, H. J., **Acta Materialia** 61 (2013) 67–78.
- 21 – Jabur, A. S., Al-Haidary, J. T., Al-Hasani, E. S., **Journal of Alloys and Compounds** 578 (2013) 136–142.
- 22 – Liu, B., Liu, Z., Liu, X., Wang, W., Wang, L., **Journal of Alloys and Compounds**.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.05.164>.
- 23 – Zhang, X. X., Hou, H. W., Wei, L. S., Chen, Z. H., Wei, W. T., Geng, L., **Journal of Alloys and Compounds** 550 (2013) 297–301.
- 24 – Novák, P., Mejzliková, L., Michalcová, A., Capek, J., Beranb, P., Vojtech, D., **Intermetallics** 42 (2013) 85-91.
- 25 – Sinha, A., Sikdar, S., Chattopadhyay, P. P., Datta, S. **Materials and Design** 46 (2013) 227–234.
- 26 – CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 7ed. LTC, São Paulo, 2008.

- 27 – FILHO, B. et al. **Conformação plástica dos metais**. 1. ed. digitalizada - São Paulo: epusp, 2011.
- 28 – Associação brasileira de metalurgia e materiais – Estudo prospectivo do setor siderúrgico.
- 29 – CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica**, vol.2 – Processos de fabricação 2. Ed. São Paulo: AFILIADA, 1986.
- 30 – ZANATTA, A. M. **Estudo da influência do tratamento térmico e do tipo de reforço nas propriedades de compósitos obtidos via metalurgia do pó**. 2007. 107 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências Tecnológicas, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville. 2007.
- 31 – KLEIN, A. N. **Metalurgia do pó e suas potencialidades para o desenvolvimento de novos materiais**. 200 p. 2010.
- 32 – SURYANARAYANA, C. **Mechanical alloying and milling**. Progress in Materials Science, v. 46, p 1-184, 2001.
- 33 – Kaysser, W. A., em: **Powder Metallurgy – an overview**. Editores: Jenkins, I., Wood, J. V., cap. 12 e 13. The Institute of Metals, Londres, 1991.
- 34 – Bram, M., Ahmad-Khanlou, A., Heckmann, A., Fuchs, B., Buchkremer, H. P., Stover, D., **Materials Science and Engineering A** 337 (2002) 254-263.
- 35 – Mehrabi, K., Bahmanpour, H., Shokuhfar, A., Kneissl, A., **Materials Science and Engineering A** 481-482 (2008) 693-696.
- 36 – Schüller, E., Bram, M., Buchkremer, H. P., Stöver, D., **Materials Science and Engineering A** 378 (2004) 165-169.
- 37 – Guoxin, H., Lixiang, Z., Yunliang, F., Yahong, L. **Journal of processing materials technology** 206 (2008) 395-399.
- 38 – Abbasi-Chianeh, V., Khalil-Allafi, J., **Materials Science and Engineering A** 527 (2010) 6963-6967.

39 – Favier, D., Liu, Y., Orgeas, L., Sandel, A., Debove, L., Comte-Gaz, P., **Materials Science and Engineering A** 429 (2006) 130-136.

40 – Khalil-Allafi, J., Dlouhy, A., Eggeler, G., **Acta Materialia** 50 (2002) 4255-4274.

41 – Bertheville, B., Bidaux, J. E., **Scripta Materialia** 52 (2005) 507-512.

42 – Arciniegas, M., Casals, J., Manero, J. M., Peña, J., Gil, F. J., **Journal of Alloys and Compounds** 460 (2008) 231-219.

43 – Liu, Y., Xiang, H. **Journal of Alloys and Compounds**, 270 (1998) 154-159.

44– Liu, Y., Humbeeck, J. V., Stalmans, R., Delaey, L., **Journal of Alloys and Compounds** 247 (1997) 115-121.