

CARACTERIZAÇÃO DE FIOS DE NITINOL¹

*Leonardo Bittencourt da Silva²
Rodrigo Costa de Oliveira³
Samanta Bianchi Vearick⁴
Marcelo Dall'Onder Michelin⁵
Lirio Schaeffer⁶*

RESUMO

Nitinol é uma liga equiátômica de níquel e titânio (NiTi), que possui a propriedade de retornar a sua forma original após deformada, a esse efeito se dá o nome memória de forma. Outras importantes propriedades do NiTi é a biocompatibilidade e a superelasticidade. O objetivo do trabalho é caracterizar propriedades mecânicas (ensaio de tração e microdureza) e metalúrgicas (tratamentos térmicos e metalografias). Com aquecimento do material em forno até 540°C seguido de têmpera foi obtido mudança da memória de forma e verificado a superelasticidade do material. A fase martensítica, que é caracterizada microestruturalmente por grão em formato de agulhas, é a fase onde o nitinol pode ser deformado enquanto na fase austenítica ele retorna a sua forma a qual foi “memorizado”.

Palavras-chave: Nitinol, Memória de Forma, Superelasticidade, Biomateriais.

1 - 6º ENEMET – Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica e de Materiais de 24 à 28 de julho de 2006 – Rio de Janeiro - RJ

2 - Estudante de graduação de Engenharia Metalúrgica, Laboratório de Transformação Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

3 - Estudante de graduação de Engenharia Metalúrgica, Laboratório de Transformação Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

4 - Engenheira Metalúrgica, Estudante de mestrado do PPGEM, Laboratório de Transformação Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

5 - Engenheiro Mecânico, Estudante de mestrado do PPGEM, Laboratório de Transformação Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

6 - Dr. -Ing., Professor do PPGEM, Coordenador do Laboratório de Transformação Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande do Sul

INTRODUÇÃO

As ligas de Nitinol (NiTi) atraíram muita atenção do mercado e de pesquisadores nos últimos anos devido às propriedades como superelasticidade, memória de forma e biocompatibilidade e também devido ao seu grande número de aplicações. A produção de Nitinol tornou-se uma tecnologia de alto valor agregado, como por exemplo: agulhas para cateterismo, *stents*, fibras têxteis, antena de aparelhos celulares, termostatos de cafeteira, etc. (1)(2)

Atualmente, no Brasil, esta tecnologia não é dominada, sendo assim, o trabalho visa caracterizar as propriedades mecânico-metalúrgicas do material, para que com métodos de engenharia reversa se possa produzir Nitinol no Brasil.

Internacionalmente existem diversas linhas de pesquisa envolvendo Nitinol com ênfase nas características superelásticas do material. Uma liga de NiTi superelástica tem sua microestrutura estável em temperatura ambiente na fase austenítica. Quando é imposta uma deformação mecânica ocorre uma mudança de fase tornando-a martensítica. Removida a deformação, a estrutura volta a fase austenítica e o material retorna a sua forma original, como demonstrado na figura 1. (3)(4)

As ligas com memória de forma têm sua microestrutura estável em temperatura ambiente na fase martensítica. Na figura 1, diferentemente do mecanismo de superelasticidade, a mudança microestrutural para a fase austenítica dá-se por aquecimento térmico acima da temperatura de transformação de fase da liga. (3)(4)

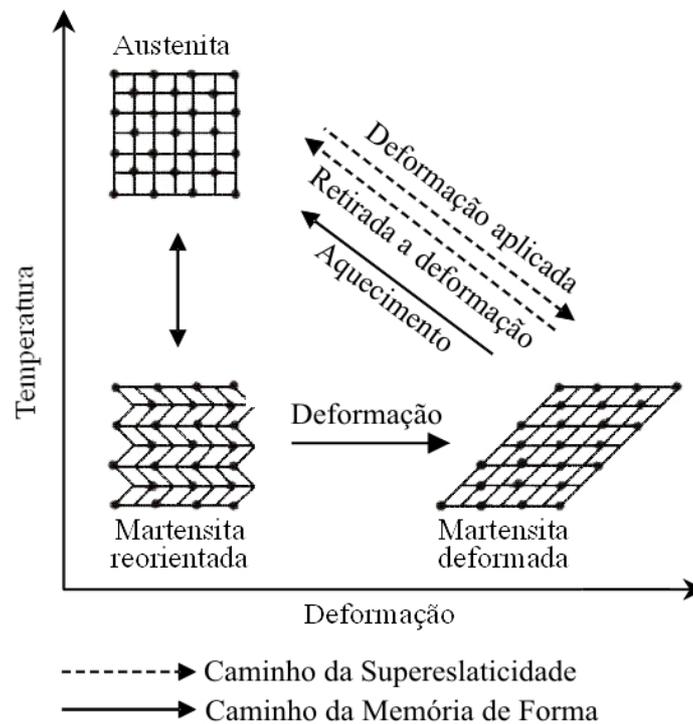


Figura 1 - Representação do efeito de memória de forma e superelasticidade. (5)

MATERIAIS E MÉTODOS

A caracterização das propriedades do Nitinol foram realizadas em fios de diâmetro 0,155mm importados da empresa Nitinol Devices & Components Inc. (NDC, Fremont, Califórnia, E.U.A.). A liga escolhida do tipo S foi a SE508 e o estado de fornecimento austenítico (superelástico) foi recozido e com superfície polida, sua composição é: 55,8%Ti e 44,2%Ni em peso atômico.

Para a caracterização metalúrgica os fios foram analisados metalograficamente no estado de fornecimento e também após tratamento térmico.

Os fios foram aquecidos à 540°C por 9min em um forno de Marca Heraeus Instruments (Hanau, Alemanha) e Modelo K1252F sendo resfriados em água à temperatura ambiente de 25°C.

A preparação metalográfica procedeu da seguinte forma: as seções transversal e longitudinal do fio foram embutidas em resina baquelite, lixamento com granulometrias de 600 e 1200mesh e, finalmente, as amostras foram polidas com pasta de diamante de 4 e 1µm e utilizando como lubrificante álcool isopropílico.

O ataque químico foi administrado com a seguinte solução: 30mL de ácido acético glacial, 5mL de ácido nítrico e 2mL de ácido fluorídrico. Revelada a microestrutura, foram obtidas micrografias em microscópio ótico e eletrônico de varredura.

Nos ensaios de tração foram utilizados um par de garras de aperto pneumático para ensaios de tração em fios e cordonéis de capacidade máxima 5kN de marca EMIC (São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) modelo GR026. O compressor para o acionamento das garras pneumáticas foi o da marca SCHULZ (Joinville, Santa Catarina, Brasil), modelo CSA 7.8 / 25 Twister. A máquina de ensaios universais foi a EMIC DL 500 com capacidade máxima de 5kN com célula de carga de 1kN. Este ensaio (figura 2) foi realizado no Laboratório de Fundição (LAFUN/UFRGS) em fios tratados e não-tratados termicamente com velocidade constante de 1,5mm/min e na temperatura ambiente de 25°C. (6)



Figura 2 – Máquina de ensaios universais EMIC DL 500 equipada com acessórios para ensaio de tração de fios de NiTi no LAFUN/UFRGS.

O método de dureza escolhido para o fio foi o da Microdureza Vickers por questão do tamanho da amostra ser muito reduzido. O microdurômetro utilizado no LAFUN/UFRGS foi o de marca Shimadzu (Kiyamachi-Nijo, Kyoto, Japão) e tipo M. O ensaio foi administrado por quinze segundos com carga de 100g na temperatura ambiente de 25°C. As identações foram realizadas na secção transversal do fio não-tratado de uma extremidade à outra, totalizando cinco (figura 3). (7)(8)

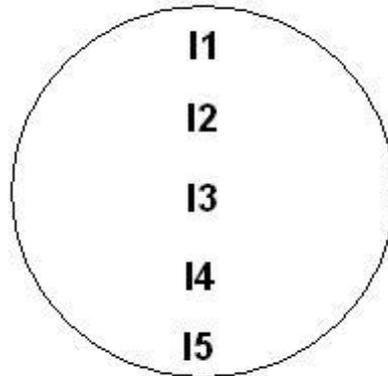


Figura 3 – Distribuição das identações no fio de NiTi ao longo da seção transversal.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Conforme o tempo de permanência no forno o fio apresentou uma coloração azul escuro e manteve-se a memória de forma e a superelasticidade da liga.

A análise metalográfica (figura 4) revelou uma microestrutura martensítica, tanto nas amostras de fios sem tratamento térmico como nas amostras tratadas. Não houve alteração significativa quanto ao tamanho do contorno de grão, mesmo após o tratamento térmico.

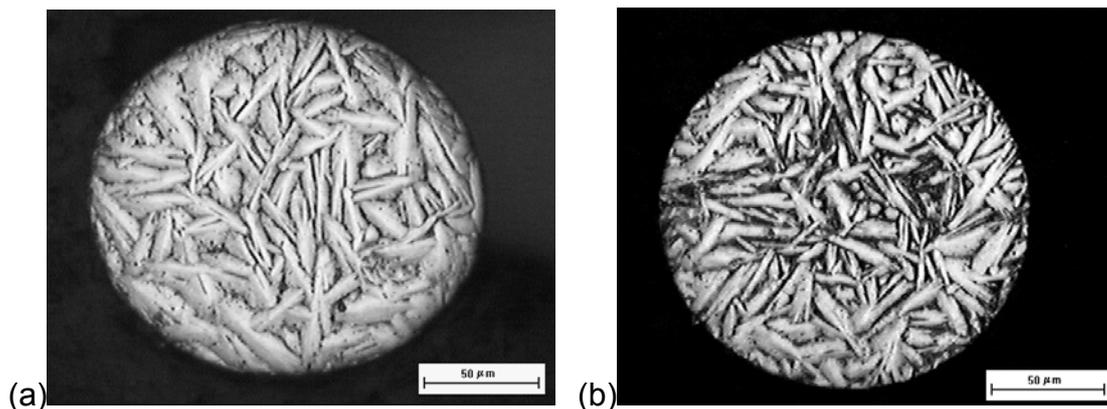


Figura 4 – Micrografia óptica do fio de Nitinol (a) sem tratamento e (b) com tratamento de têmpera em água.

O ensaio de tração, apresentado na figura 5, demonstra uma sutil diferença na tensão de escoamento média entre o fio tratado (azul escuro) e sem tratamento, 360 e 480MPa, respectivamente. Também é visível uma pequena diferença na capacidade total de deformação de cada fio, o que não pode ser considerado representativo.

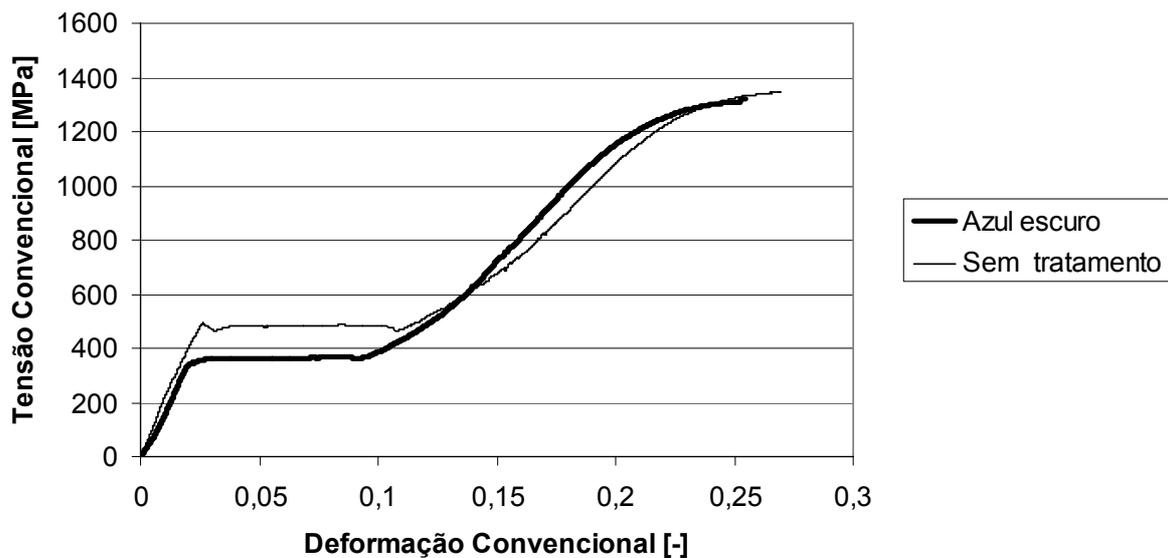


Figura 5 – Curva de escoamento obtida por ensaio de tração de fio de NiTi com e sem tratamento.

Na tabela 1 são apresentados os valores de Microdureza Vickers obtidos para as identações, seguindo a nomenclatura da figura 3.

Tabela 1 - Tabela com a média e desvio-padrão das identações

Identação	Dureza [HV]
I1	424,5
I2	420,5
I3	416,5
I4	432,8
I5	428,6
Média	424,58
Desvio Padrão	6,44

CONCLUSÕES

Com o tempo de permanência no forno o fio apresentou coloração azul escura diferente da original. Esta, possivelmente deve-se à formação de uma camada de óxido na superfície do fio. Uma análise química mais detalhada deverá ser realizada para caracterizar a camada de óxido formada.

A microestrutura encontrada nas metalografias foi martensítica, quando na verdade, segundo a literatura, pelo fato do fio ser superelástico deveria ser austenítica. (3)(4)

Um material superelástico deve ser austenítico na temperatura ambiente, somente quando deformado por agente externo passa à martensita voltando a austenita após a remoção do agente externo. Uma possibilidade é que esta estrutura martensítica verificada tenha sido gerada devido à deformação causada no polimento da amostra na preparação para a análise metalográfica, como um tipo de deformação superficial. Uma possível solução do problema é o eletropolimento, que

elimina a etapa do lixamento, fazendo-se o polimento por eletro-corrosão, não deformando mecanicamente a amostra.

Mesmo que as metalografias não tenham revelado uma diferenciação, o ensaio de tração mostra que o tratamento térmico causou uma alteração das propriedades mecânicas originais do material, e isso ficou evidenciado através da diferença nos valores de tensão de escoamento média das curvas apresentadas na figura 5.

As microdurezas verificadas nos fios ficaram dentro dos valores encontrados na literatura. (7)

AGRADECIMENTOS

Ao Laboratório de Fundição da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LAFUN/UFRGS) pela gentileza de ceder o equipamento para a realização das micrografias, tração e microdureza.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e a Financiadora de Estudos e Projetos (FINEP) pelo financiamento de projetos de pesquisa e bolsa para os pesquisadores.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) DUERIG, T.; PELTON, A.; STÖCKEL, D. An Overview of Nitinol Medical Applications. *Materials Science and Engineering*, v. A273-275, p.149-160, 1999.
- (2) KRONE, L. et. al. 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, p.613-619p, 2005.
- (3) Disponível em <<http://en.wikipedia.org/wiki/superplasticity>>. Acesso em 15 de fevereiro de 2006.
- (4) DUERIG, T. W. et. al. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. London: Butterworth-Heinemann, 499p., 1990.
- (5) 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.
- (6) ASTM E 8M – 00b – Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials [Metric]. American Society for Testing and Materials – 22p.
- (7) YOKOYAMA, K. et. al. Hydrogen Embrittlement of Work-Hardened Ni-Ti Alloy in Fluoride Solutions. *Biomaterials*, v. 26, p.101-108p, 2005.
- (8) ASTM E 384 – 99 – Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. American Society for Testing and Materials – 24p.

NITINOL WIRE CHARACTERIZATION¹

*Leonardo Bittencourt da Silva²
Rodrigo Costa de Oliveira³
Samanta Bianchi Vearick⁴
Marcelo Dall'Onder Michelon⁵
Lirio Schaeffer⁶*

ABSTRACT

Nitinol is a equiatomic Ni-Ti alloy, that possess the property of return to the original shape after deformed, because this effect is called shape memory. Another two important properties of the NiTi alloy are the biocompability and the superelasticity. The objective of this work is to characterize mechanical properties (tension test and microhardness) and Metallurgical (heat treatments and metalograph). By heating the material to 540°C followed by a start of hardeness change of the shape memory was gotten and verified the superelasticity of the material. The martensitic phase, wich its characterized microstructurally by grain in format of needles, is the phase where nitinol can be deformed while in the austenitic phase it returns to his original shape.

Keywords: Nitinol, Shape Memory, Superelasticity, Biomaterials.

1 - 6° ENEMET – Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. 24 to 28, july 2006 – Rio de Janeiro - RJ

2 - Metallurgical Engineer student, Metal Working Laboratory, Federal University of Rio Grande do Sul

3 - Metallurgical Engineer student, Metal Working Laboratory, Federal University of Rio Grande do Sul

4 – Metallurgical Engineer, Master student of PPGEM, Metal Working Laboratory, Federal University of Rio Grande do Sul

5 – Mechanical Engineer, Master student of PPGEM, Metal Working Laboratory, Federal University of Rio Grande do Sul

6 - Dr. -Ing., Professor of PPGEM, Coordenador of Metal Working Laboratory of Federal University of Rio Grande do Sul