

ENSAIO DE ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA NAS LIGAS DE NiTi PRODUZIDA POR FUSÃO SELETIVA A LASER *

Danilo Abílio Corrêa Gonçalves¹

Naiara Vieira Le Senéchal²

Fábio da Silva Oliveira³

Rafael Ramos⁴

Rodolfo da Silva Teixeira⁵

Paulo Paiva Oliveira Leite Dyer⁶

Getúlio de Vasconcelos⁷

Andersan dos Santos Paula⁸

Resumo

As ligas de níquel-titânio (NiTi), conhecidas por apresentarem Efeito Memória de Forma (EMF) e Superelasticidade (SE), destacam-se por sua recuperação de forma e resistência à corrosão. Tradicionalmente, essas ligas são fabricadas por processos industriais que incluem fusão, trabalho a quente e a frio, conformação e tratamento térmico. Recentemente, a manufatura aditiva (AM) tem se destacado na produção de estruturas complexas de NiTi. Nos últimos dez anos, a AM de metais evoluiu rapidamente, sendo adotada por setores como o biomédico e o aeroespacial, que demonstraram melhorias significativas no desempenho dos componentes. Entretanto, ainda há poucas informações detalhadas sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas das ligas de NiTi fabricadas por AM produzidas a partir da mistura dos pós elementares de Ni e Ti. A fusão seletiva a laser (FSL), permite a fusão completa do pó metálico, resultando em peças homogêneas. Este estudo objetiva avaliar a ultramicrodureza da liga de NiTi produzida por FSL, usando uma mistura de pós elementares de níquel obtido por oxirredução e titânio HDH.

Palavras-chave: Fusão Seletiva a Laser; Manufatura Aditiva, NiTi; Ultramicrodureza.

INSTRUMENTED ULTRAMICROHARDNESS TESTING ON NiTi ALLOYS PRODUCED BY SELECTIVE LASER MELTING (SLM)

Abstract

Nickel-titanium alloys (NiTi), known for exhibiting Shape Memory Effect (SME) and Superelasticity (SE), stand out for their shape recovery and corrosion resistance. Traditionally, these alloys are manufactured through industrial processes including melting, hot and cold working, shaping, and heat treatment. Recently, additive manufacturing (AM) has emerged as a prominent method for producing complex NiTi structures. Over the past decade, metal AM has rapidly advanced, finding applications in sectors such as biomedical and aerospace, where significant performance enhancements have been demonstrated. However, there is still limited detailed information regarding the microstructure and mechanical properties of the NiTi alloys manufactured by AM. Selective laser melting (SLM) allows for the complete fusion of metal powder, resulting in homogeneous parts. This study aims to evaluate the ultramicrohardeness of NiTi alloy produced by SLM, using a blend of nickel elemental powders obtained through oxirreduction and titanium HDH.

Keywords: Selective Laser Melting; Additive Manufacturing; NiTi; Ultramicrohardeness.

1 *Eng. Mecânico, M.Sc., D.Sc., Egresso e Colaborador em Projetos do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), Seção de Engenharia de Materiais (SE-8), Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

2 *Eng. Mecânica, M.Sc., Doutoranda do PPGCEM, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

- 3 *Químico Licenciado, M.Sc., Doutorando do PPGCEM, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- 4 *Eng. Metalurgista, M.Sc., Doutorando do PPGCEM, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- 5 *Eng. Metalurgista, M.Sc., D.Sc., Pós-Doutorando do Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay, Gif-sur-Yvette, França.*
- 6 *Eng. Civil, M.Sc., D.Sc., Pós-Doutorando do Instituto de Estudos Avançados (IEAv), São José dos Campos, SP, Brasil.*
- 7 *Bacharel em Física, Mestre em Física e Doutor em Tecnologia em Materiais, Pesquisador do Instituto de Estudos Avançados (IEAv) e Professor do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Tecnologias Espaciais (PPGCTE) do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, SP, Brasil.*
- 8 *Eng. Metalurgista, M.Sc., D.Sc., Professora Associada do curso de Engenharia de Materiais e do PPGCEM, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

As ligas de níquel-titânio (NiTi), cuja matriz é associada ao intermetálico de composição equiatômica, são amplamente utilizadas entre as ligas metálicas que apresentam Efeito Memória de Forma (EMF) e Superelasticidade (SE), devido à sua excelente durabilidade, capacidade de recuperação de forma e resistência à corrosão [1]. Tradicionalmente, o processo industrial de fabricação dessas ligas envolve quatro etapas básicas: fusão e fundição, trabalho a quente e a frio, conformação/memorização e tratamento térmico. Contudo, a manufatura aditiva (AM) tem ganhado destaque para a produção de estruturas complexas e porosas de NiTi. Diversas rotas têm sido desenvolvidas com o uso de técnicas de manufatura aditiva, possibilitando a produção de NiTi com EMF e SE [2].

Nos últimos dez anos, a manufatura aditiva de metais avançou rapidamente, tornando-se uma tecnologia revolucionária que transforma o design de produtos em diversos setores industriais. Pioneiros como as indústrias biomédica e aeroespacial demonstraram que componentes projetados por manufatura aditiva oferecem melhorias significativas de desempenho. Contudo, há menos informações detalhadas sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas dos metais e ligas produzidos dessa forma. Para explorar plenamente o potencial da manufatura aditiva de metais, especialmente para peças estruturais, é imperativo entender a anisotropia e a heterogeneidade microestrutural e das propriedades mecânicas que esse processo geralmente apresenta [3-5].

A fusão seletiva a laser (FSL) é uma técnica de manufatura aditiva baseada na fusão de um leito de pó pré-depositado camada a camada. Também conhecida como uma forma avançada de sinterização seletiva a laser (SSL), quando a densidade de energia aportada não é suficiente para a fusão. Por outro lado, quando esta densidade de energia é suficiente para fusão, a FSL permite a fusão completa do pó de metal com distintas possibilidades de níveis de densificação, resistência mecânica elevada e uma forte texturização em relação a direção de construção. Na fabricação por Fusão ou Sinterização Seletiva a Laser (FSL/SSL), um modelo CAD (*Computer-Aided Design* - Projeto Assistido por Computador) da peça desejada é virtualmente dividido em camadas horizontais com espessuras entre 30 e 100 μm [6-9]. Durante o processo, um feixe de laser focalizado transmite as informações de contorno de cada camada para o leito de pó metálico, fundindo e solidificando, no caso da FSL, o material ponto a ponto conforme o trajeto do laser. Após a varredura de uma camada, a plataforma de construção é abaixada na espessura da próxima camada e recoberta por pó. Esse ciclo de varredura e recobrimento se repete até que todas as camadas sejam processadas. A peça é fixada à plataforma de construção através de estruturas de suporte e pode ser removida da máquina após a conclusão do processo [9-11].

A manufatura aditiva de metais tem o potencial de revolucionar o design e a construção de peças metálicas na era industrial digital. Nos últimos anos, as vendas de sistemas aditivos para metais aumentaram significativamente, e as tecnologias se tornaram mais maduras para aplicações industriais. Conseqüentemente, o interesse em pesquisas nesta área cresceu exponencialmente, especialmente nos últimos cinco anos [6, 9,11]. No entanto, a manufatura aditiva da liga NiTi para alcançar Efeito Memória de Forma (EMF) e Superelasticidade (SE) ainda está em desenvolvimento, principalmente no que se refere ao uso da mistura de pós elementares de níquel (Ni) e titânio (Ti). Estudos anteriores destacaram as dificuldades práticas em determinar os parâmetros necessários para produzir uma liga NiTi a partir de pós elementares de Ti HDH (hidretado-dehidretado) e Ni obtido

por oxirredução, de modo a obter uma peça de alta densificação, sem trincas e sem frações residuais significativas de Ni e Ti puros na microestrutura. Além disso, a forte reação exotérmica, em função da formação do intermetálicos Ni_xTi_y , que ocorre durante a manufatura aditiva com laser pode perturbar a poça de fusão, dificultando a obtenção das fases desejadas por fusão seletiva a laser [12].

Este trabalho tem como objetivo avaliar determinadas propriedades mecânicas obtidas por meio de ensaio de ultramicrodureza instrumentada da liga de NiTi produzida por meio da manufatura aditiva, utilizando a técnica de fusão seletiva a laser a partir de um leito de pó composto pela mistura de pós elementares de níquel, obtido por oxirredução, e titânio HDH.

2 DESENVOLVIMENTO

2.2 Materiais e Métodos

Os ensaios de ultramicrodureza foram conduzidos em amostras de NiTi fabricadas por FSL a partir de pós elementares de Ni (oxirredução) e Ti HDH, segundo o trabalho de Gonçalves [13], que explorou o procedimento de refusão a laser (*laser remelting*). No referido processamento por FSL na maior parte das amostras em estudo conduziu-se a aplicação de dois passes de laser em cada camada, conforme observado em estudos da literatura [14]: um primeiro com menor energia, para iniciar a interação e fusão entre as partículas, e o segundo passe de maior potência para promover homogeneização da microestrutura e uniformização da camada. Os processamentos de FSL foram realizados na empresa Omnitek Tecnologia Ltda em uma máquina Omnitek, modelo OmniSint-160.

Além disso, conduziu-se e selecionou-se, como controle, uma condição de processamento por FSL de única varredura do laser por camada com 44 J/mm^3 de densidade de energia e por se aproximar do trabalho de Oliveira [12] e se utilizou dos mesmos pós elementares. Com base nisto, a síntese dos parâmetros de processamentos adotados está descrita na Tabela 1, destacando que o par dígitos antes da “/” em densidade de energia é referente a primeira varredura por camada e o segundo par de dígitos para segunda varredura, nos casos de duas varreduras por camada.

Tabela 1. Principais parâmetros na produção das amostras NiTi por FSL.

| Densidade de energia (J/mm^3) | Potência de fusão (W) | Potência de refusão (W) | Velocidade de varredura (mm/s) |
|--|-----------------------|-------------------------|--------------------------------|
| 44* | 120 | - | 1263 |
| 30/45 | 60 | 90 | 1100 |
| 33/50 | 60 | 90 | 1000 |
| 37/55 | 60 | 90 | 900 |

* varredura única por camada.

As superfícies ensaiadas na ultramicrodureza instrumentada foram as correspondentes ao topo dos corpos de prova (CPs) de 8 mm, ou seja, a seção transversal, as quais passaram pela preparação metalográfica, concentrando as indentações na região central do CP.

Foi utilizado o ultramicrodurômetro instrumentado Shimadzu DUH-211S instalado no Instituto de Ciências Exatas da Universidade Federal Fluminense (ICEx-UFF), Volta Redonda - RJ, com penetrador piramidal Vickers com ângulo de 136° [15]. A partir de ensaios preliminares, a carga de 100 gf (980,665 mN) foi a que produziu a indentação de dimensão mais adequada para a medição das diagonais. A velocidade de carregamento/descarregamento foi de 1,0 gf/s (70,0670 mN/s), que é

a padrão execução configurada no equipamento, sem tempo de permanência na carga máxima. Realizou-se cinco indentações distribuídas de forma aleatória.

A representação básica da curva gerada pelo ensaio de ultramicrodureza instrumentada, e os principais pontos medidos, são mostrados na Figura 1 [15]. A mensuração da indentação instrumentada, entre as diversas modalidades de testes disponíveis, compreende um ciclo que engloba as fases de carga e descarga. Dentre os parâmetros fundamentais, destacam-se a máxima profundidade de penetração ($h_{m\acute{a}x}$), a carga máxima ($F_{m\acute{a}x}$), e a profundidade final após a descarga, designada como indentação permanente (h_p), manifestando-se após a completa retirada da carga. Considera-se também a profundidade de contato (h_c), que corresponde a distância em que o penetrador está de fato em contato com a superfície de ensaio, e a profundidade do retorno elástico (h_r), obtido pela interseção da reta tangente à curva de descarregamento iniciada a partir da carga máxima.

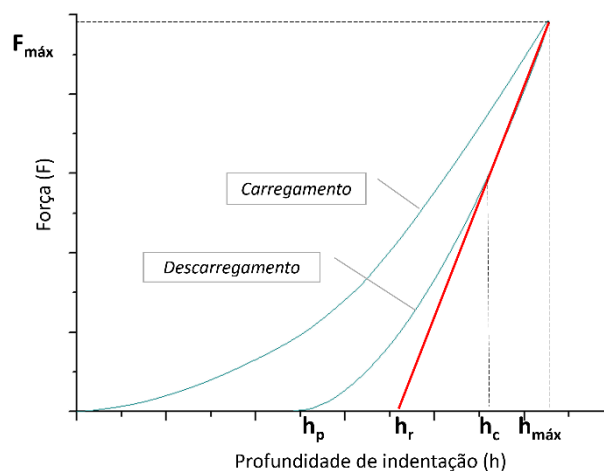


Figura 1. Representação da curva carga aplicada versus profundidade de indentação de um ensaio de ultramicrodureza instrumentada [adaptado de 15].

Para a determinação da dureza Vickers convencional (HV), realiza-se o cálculo da carga máxima aplicada dividida pela média das duas diagonais da indentação medida. A fórmula, utilizando-se a força (F) em newtons e a média das diagonais da indentação (d) em milímetros, aplica-se uma constante numérica de correção dimensional mostrada na Equação 1 [15,16].

$$HV = 0,1891 \frac{F(N)}{d^2(mm)} \quad (1)$$

A dureza dinâmica elastoplástica Vickers (DHV-1), Equação 2, associa a carga máxima do ensaio à razão da profundidade máxima da indentação $h_{m\acute{a}x}$ multiplicado pela constante numérica relativa ao fator de forma do penetrador. Semelhantemente, a dureza dinâmica plástica Vickers (DHV-2) pode ser obtida em função de $F_{m\acute{a}x}$ e da profundidade de indentação relacionada ao retorno elástico perfeito h_r através da Equação 3 [15].

$$DHV - 1 = 3,8584 \frac{F_{m\acute{a}x}}{h_{m\acute{a}x}^2} \quad (2)$$

$$DHV - 2 = 3,8584 \frac{F_{m\acute{a}x}}{h_r^2} \quad (3)$$

De acordo com a norma ISO 14577-1 (Anexo A), também é possível extrair o módulo de elasticidade a partir da relação entre a força e profundidade durante a indentação. O módulo de indentação (E_{it}), graficamente, é dado pela inclinação da reta tangente da Figura 1. Matematicamente, é expresso pela Equação 4 [15].

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_s^2}{E_{it}} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (4)$$

Onde:

E_{it} - Módulo de indentação.

E_r - Módulo de elasticidade convertido baseado no contato da indentação.

E_i - Módulo de elasticidade do indentador.

ν_i - Coeficiente de Poisson do indentador.

ν_s - Coeficiente de Poisson da amostra.

2.2 Resultados e Discussão

Na Figura 2 são apresentadas as curvas de carregamento e descarregamento do ensaio de ultramicrodureza com aplicação de carga máxima de 98,066 mN (100 gf) para as 4 amostras, descritas na Tabela 1. De um modo geral, os aspectos das curvas mostraram-se semelhantes nas 5 medidas realizadas contidas em pontos da região central da amostra, uma vez que não há dispersão significativa do posicionamento e andamento das curvas. Contudo, o corpo de prova de 44 J/mm³ apresentou maior variação que os demais. Tal constatação considera a dispersão de posicionamento das 5 curvas, como também, a declividade das curvas de carregamento e descarregamento, profundidade máxima de indentação e profundidade de indentação permanente.

Na Figura 3 estão relacionados os resultados da dureza dinâmica elastoplástica (DHV-1) e da dureza dinâmica plástica (DHV-2). Nota-se que numericamente os valores médios de DHV-2 são superiores a DHV-1 em todos os grupos ensaiados, uma vez que na determinação da dureza dinâmica elastoplástica considera-se a profundidade da indentação associada às deformações elástica e plástica. A profundidade máxima de indentação ($h_{m\acute{a}x}$) utilizada para cálculo de DHV-1, conforme Equação 2, apresenta valor superior a profundidade de indentação relacionada ao retorno elástico perfeito (h_r) utilizada para cálculo de DHV-2, conforme Equação 3. Isto faz com que o valor de DHV-2 seja superior a DHV-1 para um mesmo ponto de medida no ensaio de ultramicrodureza instrumentada em determinada amostra.

O gráfico da Figura 4 traz os resultados da dureza convencional Vickers (HV) e do módulo de indentação (E_{it}). Em primeiro momento, pode-se dizer que não houve diferença significativa de dureza Vickers para as amostras 30/45 e 33/50 J/mm³ ao observar seus valores médios, porém os resultados de 33/50 J/mm³ apresentam maior dispersão que 30/45 J/mm³ e entre as demais (44 e 37/55 J/mm³). Além disso, o resultado de 44 J/mm³ apresenta-se em faixa intermediária entre amostra de 30/45 J/mm³ o da amostra 37/55 J/mm³, inclusive observando a faixa da dispersão dos resultados de ambas. Logo, ao observar somente o grupo das amostras que passaram por refusão, tem-se a tendência de decréscimo da dureza com o aumento da densidade de energia, principalmente no que diz respeito às durezas dinâmicas DHV-1 e DHV-2 (Figura 3) em comparação a dureza Vickers HV (Figura 4).

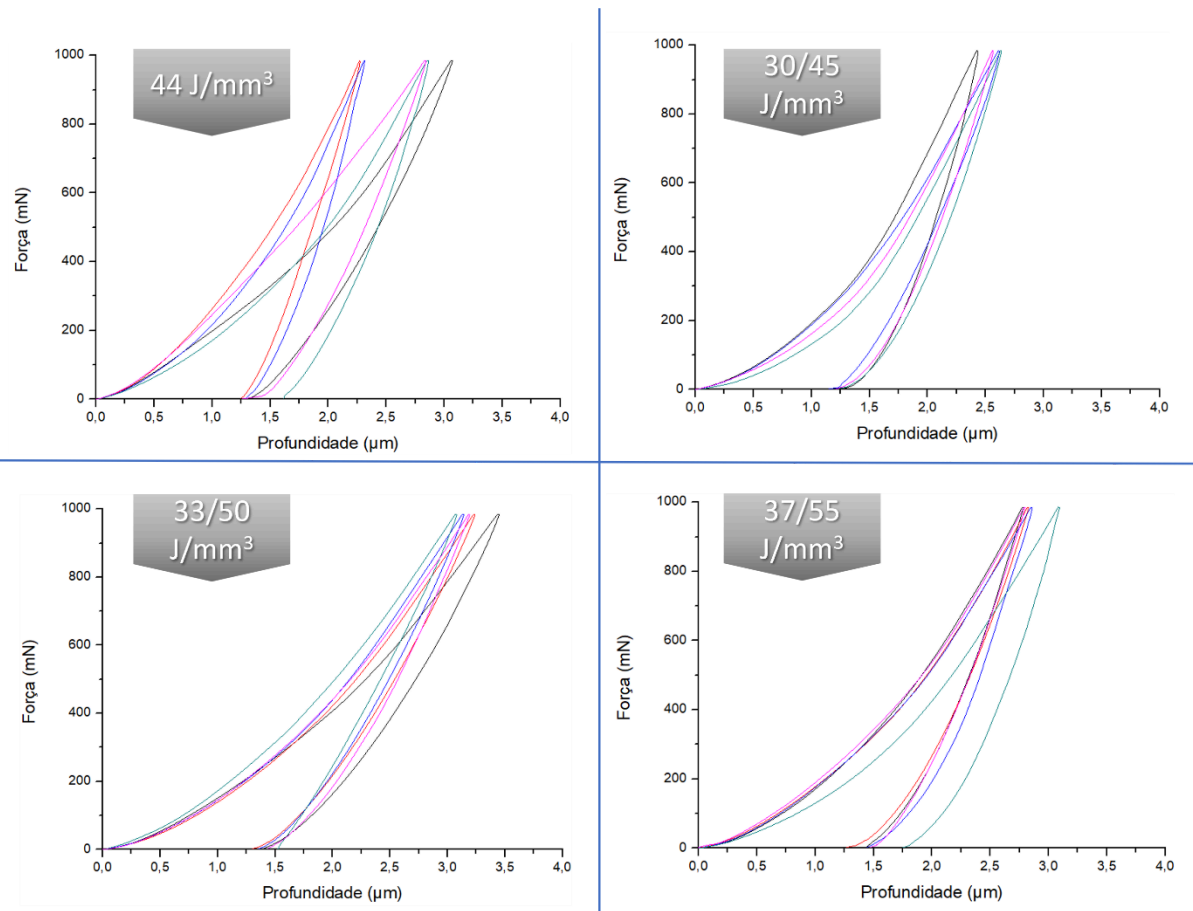


Figura 2. Curva de carga aplicada em função da profundidade de indentação para os CPs: 44, 30/45, 33/50 e 37/55 J/mm³.

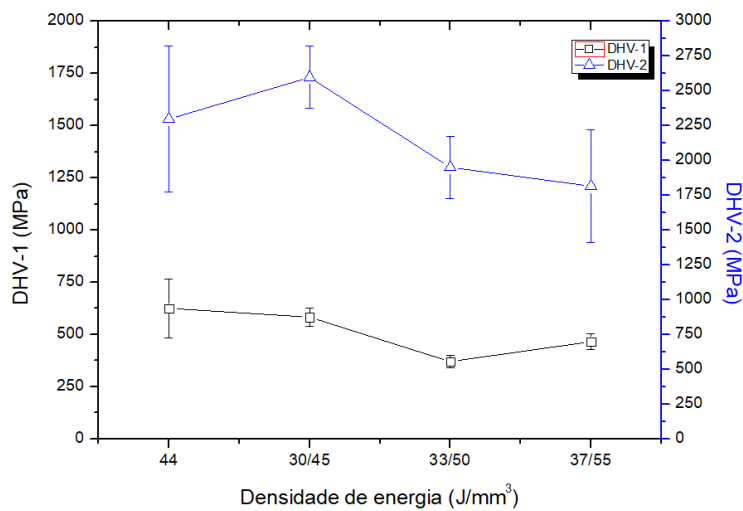


Figura 3. Resultados de dureza dinâmica elastoplástica Vickers (DHV-1) e dureza dinâmica plástica Vickers (DHV-2).

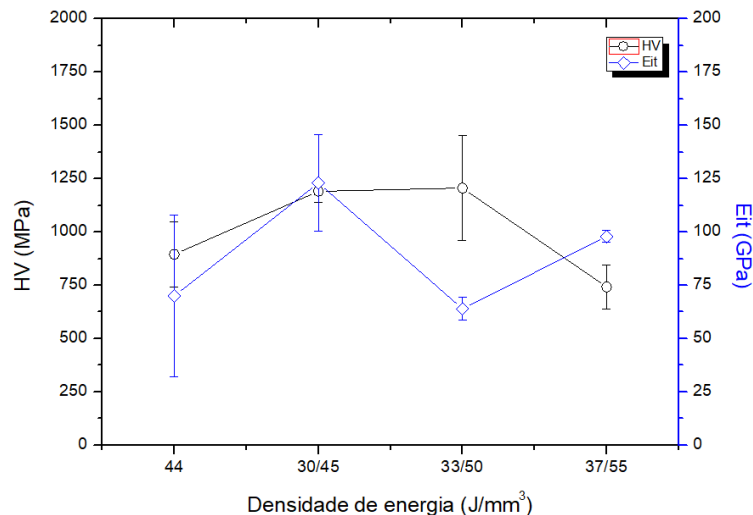


Figura 4. Resultados de dureza Vickers (HV) e módulo de indentação (Eit)

No estudo de Gonçalves [13] são apresentados resultados da análise de difração de raios X e difração de elétrons retroespalhados (EBSD), em um microscópio eletrônico de varredura com canhão de emissão de campo (FEG), das amostras do presente estudo destacando as fases intermetálicas não equiatômicas (Ni_xTi_y) do sistema Ni-Ti juntamente com o intermetálico equiatômico NiTi em suas distintas estruturas (fases B2, B19' e R), que foram observadas. No referido estudo é evidenciado que a presença de precipitados, principalmente o Ni_3Ti (1071 HV), é o que justifica o incremento da dureza da matriz de NiTi, pois estes última na sua forma austenítica B2 tem dureza na faixa de 275 HV e na forma martensita B19' apresenta valores de aproximadamente 112 HV de dureza respectivamente. Enquanto a fase intermetálica rica em Ti, $NiTi_2$, apresenta dureza de 163 HV [17,18]. Por outro lado, a literatura [19] reporta que a dureza e módulo de indentação da fase R são menores que da fase B2, apesar de apresentarem recuperação elástica próxima, quando da avaliação das propriedades por ensaio de dureza instrumentada.

A menor dureza, em termos de HV, DHV-1 e DHV-2 e valores intermediários com menor dispersão de E_{it} , se comparada as demais amostras ensaiadas, encontrada em 37/55 J/mm³, é um indício de homogeneidade microestrutural na seção transversal a direção de construção das amostras no formato de discos.

O módulo de indentação se relaciona com a rigidez elástica da região ensaiada, ou seja, quanto menor o valor deste maior será a capacidade de retorno elástico das fases presentes. Assim como, maior será a recuperação da forma/reversão da transformação de fase no caso da existência de B2 ou R, ao serem submetidas a um esforço mecânico sem ação da movimentação das discordâncias. Apesar dos resultados de E_{it} estarem dentro da mesma faixa para os 4 CPs, quando se observa os resultados do ponto de vista da sua dispersão, quanto maior a potência aplicada no passe de refusão (segunda varredura), menor esta dispersão. Destaca-se os valores de E_{it} com magnitude próxima a 100 GPa, para a amostra 37/55 J/mm³, e próximo a 60-70 GPa, para 33/55 J/mm³, estes se revelam muito próximos aos resultados observados por Domashenkov *et al.* [19] ao analisarem as fases B2 e R, respectivamente.

Akbarpour *et al.* [16], para uma liga composta majoritariamente por NiTi-B2 e Ni_3Ti , com quantidade menores de NiTi-B19' e $NiTi_2$, alcançou dureza de 750 HV, semelhante a presente tese. Justifica-se desta forma os valores elevados das

durezas dos CPs ensaiados e a menor dispersão dos resultados do módulo de indentação.

3 CONCLUSÃO

Com base nos ensaios de ultramicrodureza realizados, observou-se que as curvas de carregamento e descarregamento apresentaram padrões semelhantes entre as amostras, exceto para a amostra com 44 J/mm^3 , que demonstrou maior variação. As análises das durezas dinâmica elastoplástica (DHV-1) e dinâmica plástica (DHV-2) revelaram que DHV-2 apresentou valores médios superiores a DHV-1 em todos os grupos testados. Além disso, a dureza Vickers (HV) e o módulo de indentação (E_{it}) mostraram uma tendência de diminuição da dureza com o aumento da densidade de energia nas amostras que passaram por refusão.

O comportamento mecânico quanto ao aumento da dureza da matriz de NiTi, foi atribuído a presença de precipitados, como Ni_3Ti , pois as fases austenítica B2 e martensitas B19' e R, associadas ao NiTi, possuem valores de dureza inferiores. A amostra de $37/55 \text{ J/mm}^3$ destacou-se por sua menor dureza e menor dispersão de E_{it} , indicando uma maior homogeneidade microestrutural. O módulo de indentação relacionou-se com a rigidez elástica das regiões testadas, sendo menor para amostras com maior capacidade de recuperação elástica.

A análise dos resultados sugere que a variação na densidade de energia aplicada durante a fabricação afeta significativamente as propriedades mecânicas e a homogeneidade microestrutural das ligas de NiTi. A otimização desses parâmetros é de fundamental importância para melhorar a qualidade e o desempenho das peças produzidas por manufatura aditiva, especialmente para aplicações que exigem alta resistência e recuperação elástica.

Agradecimentos

Os autores expressam sua gratidão ao IPT, São Paulo/SP – Brasil, pela produção de pó de Ti HDH, ao Sr Antônio Fasano presidente da Omnitek Tecnologia Ltda, pelo processamento FSL, e ao IME, Rio de Janeiro/RJ – Brasil, pelo acesso aos recursos do Laboratório de Microscopia Eletrônica. As bolsas de mestrado, doutorado e pós-doutorado estão associadas ao Projeto CAPES (Processo 88887.285953/2018-00 – Bolsa Pró-Defesa IV) e à bolsa de produtividade em pesquisa PQ-2 do CNPq (Processo 307798/2015-1). Por fim, os agradecimentos ao CAPES pelo recurso de CAPES/PROEX que apoia as atividades de pesquisa desenvolvimento no âmbito do PPGCEM/IME.

REFERÊNCIAS

- 1 NAKAHATA, T. Industrial processing of titanium–nickel (Ti–Ni) shape memory alloys (SMAs) to achieve key properties. Shape Memory and Superelastic Alloys - Applications and Technologies. Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering, 2011. p. 53. DOI: <https://doi.org/10.1533/9780857092625.1.53>
- 2 ELAHINIA, M, MOGHADDAM, NS, ANDANI, MT, AMERINATANZI, A, BIMBER, BA, HAMILTON, RF. Fabrication of NiTi through additive manufacturing: A review. Progress in Materials Science, v. 83, 2016, p. 630. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2016.08.001>
- 3 TURNEY, D. History of 3D Printing: It's older than you think. 2021. Disponível em: <www.autodesk.com/design-make/articles/history-of-3d-printing>

- 4 PRAKASH, KS, NANCHARAIH, T, RAO, VV. Additive manufacturing techniques in manufacturing - An overview. *Materials Today: Proceedings*, v. 5, n. 2, 2018, p. 3873. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.11.642>
- 5 KOK, Y, TAN, XP, WANG, P, NAI, ML, LOH, NH, LIU, E, TOR, SB. Anisotropy and heterogeneity of microstructure and mechanical properties in metal additive manufacturing: A critical review. *Materials and Design*, v. 139, 2018, p. 565. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.11.021>
- 6 HARUN, WS, KAMARIAH, MS, MUHAMAD, N, GHANI, SA, AHMAD, F, MOHAMED, Z. A review of powder additive manufacturing processes for metallic biomaterials. *Powder Technology*, v. 327, 2018, p. 128. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.12.058>
- 7 BORMANN, T, SCHUMACHER, R, MÜLLER, B, MERTMANN, M, WILD, MD. Tailoring selective laser melting process parameters for niti implants. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 21, n. 12, 2012, p. 2519. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11665-012-0318-9>
- 8 ZHANG, B, CHEN, J, CODDET, C. Microstructure and transformation behavior of in-situ shape memory alloys by selective laser melting Ti–Ni mixed powder. *Journal of Materials Science & Technology*, v. 29, n. 9, 2013, p. 863. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.05.006>
- 9 VOLPATO, N. *Manufatura Aditiva: Tecnologia e aplicações da impressão 3D*. São Paulo: Blucher, 2017. 400 p. ISBN: 9788521211501
- 10 GIBSON, I, ROSEN, D, STUCKER, B. *Additive manufacturing technologies: 3Dprinting, rapid prototyping, and direct digital manufacturing, second edition*. Springer New York, 2015. 498 p. ISBN 9781493921133.
- 11 GIBSON, I, ROSEN, D, STUCKER, B. *Additive manufacturing technologies: Rapid prototyping to direct digital manufacturing*. Springer US, 2010. 459 p. ISBN 9781441911193
- 12 OLIVEIRA, RV. Potencialidade de uso de pós elementares de Ti e de Ni para obtenção de liga de NiTi equiatômica via processos de metalurgia do pó. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, 2019. Consultada em 09/06/2024 no link <http://aquarius.ime.br/~debiasi/tese%20Rebeca.pdf>
- 13 GONÇALVES, DAC. Elaboração da liga NiTi por fusão seletiva a laser a partir dos pós de Ni e Ti HDH. Tese (Doutorado) - Instituto Militar de Engenharia, 2023. Consultada em 09/06/2024 no link <http://aquarius.ime.br/~debiasi/tese%20Danilo>
- 14 BERNARD, A, KRUTH, JP, CAO, J, LANZA, G, BRUSCHI, S, MERKLEIN, M, VANEKER, T, SCHMIDT, M, SUTHERLAND, JW, DONMEZ, A, SILVA, EJ. Vision on metal additive manufacturing: Developments, challenges and future trends. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, v. 47, 2023, p. 18. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cirpj.2023.08.005>
- 15 Shimadzu Coporation. *Manual Shimadzu DUH-211S*. [S.l.], 2018.
- 16 American Society for Testing and Materials. *Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic (E92-23)*. 2023. Disponível em: <http://www.ansi.org>
- 17 AKBARPOUR, MR, ALIPOUR, S, NAJAFI, M, EBADZADEH, T, KIM, HS. Microstructural characterization and enhanced hardness of nanostructured Ni₃Ti– NiTi (B2) intermetallic alloy produced by mechanical alloying and fast microwave-assisted sintering process. *Intermetallics*, v. 131, 2021, p. 107119. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2021.107119>.
- 18 LI, YF, TANG, SL, GAO, YM, MA, SQ, ZHENG, QL, CHENG, YH. Mechanical and thermodynamic properties of intermetallic compounds in the Ni-Ti system. *International Journal of Modern Physics B*, v. 31, n. 22, 2017, p. 1750161. DOI: <https://doi.org/10.1142/S0217979217501612>
- 19 DOMASHENKOV, A, DOUBENSKAIA, M, SMUROV, I, SMIRNOV, M, TRAVIANOV, A. Selective laser melting of NiTi powder. *Proceedings do Congresso: Lasers in Manufacturing Conference*, 2017.