# INFLUÊNCIA DA POTÊNCIA DO LASER PARA O CORTE DE UMA LIGA DE NITI COM AUSTENITA ENCRUADA\*

Andersan dos Santos Paula<sup>1</sup> Claudia Marques Fontanezz<sup>2</sup> Patrícia Rodrigues Freitas<sup>3</sup> Shimeni Baptista Ribeiro<sup>4</sup> Ana Carolina de Souza Rodrigues<sup>5</sup> Guilherme Costa de Oliveira<sup>6</sup> Saulo Brinco Diniz<sup>7</sup> Milton Sergio Fernandes de Lima<sup>8</sup>

## Resumo

O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência da potência do laser Yb:vidro a fibra, no que diz respeito a extensão dos efeitos estruturais promovido e a possibilidade de corte de uma chapa de NiTi equiatômica austenítica com evidência de encruamento. Após a tentativa de corte a laser, a caracterização foi realizada através de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) / espectroscopia de energia dispersiva de Raios X (EDS) e análise de nanoindentação instrumentada. De acordo com os resultados obtidos pode-se observar que nenhum dos parâmetros de corte a laser usados nos 3 cortes distintos foi suficiente para promover o seccionamento da chapa, bem como revelou evidências de recristalização em conjunto a uma significativa oxidação superficial na zona termicamente afetada. **Palavras-chave**: Liga de NiTi equiatômica; Austenita encruada; Corte a laser.

# LASER POWER INFLUENCE TO CUT AN NITI ALLOY WITH HARDENED AUSTENITE

#### Abstract

The purpose of this work was to evaluate the influence of fiber Yb:glass laser power, respect to the extent of structural effects promoted and the possibility of cutting an austenitic equiatomic NiTi alloy plate with structure hardening evidence. After trying laser cutting, the material characterization was performed by Optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM) / X-ray energy dispersive spectroscopy (EDS) and instrumented ultra-micro hardness analysis. According to the results, it can be seen that none of the laser cutting parameters used in three distinct cutting was sufficient to promote the sheets separation, and revealed recrystallization evidences in conjunction of a significant surface oxidation on heat-affected zone.

Keywords: Equiatomic NiTi alloy; Hardened austenite; Laser cutting.

- <sup>1</sup> Eng. Metalurgista, D.Sc. em Ciência dos Materiais, Professora Adjunta da SE-4/IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil; e orientadora credenciada do PPGEM/UFF, Volta Redonda, RJ, Brasil.
- <sup>2</sup> Dentista, M.Sc. em Ciência dos Materiais.
- <sup>3</sup> Química Industrial, M.Sc. em Ciência dos Materiais, Doutoranda em Ciência dos Materiais no CENIMAT/i3N FCT/UNL, Caparica, Portugal.
- <sup>4</sup> Eng. Metalurgista, D.Sc. em Eng. Metalúrgica, Professora da UniFOA, Volta Redonda, RJ, Brasil.
- <sup>5</sup> Graduanda em Engenheira Mecânica, EEIMVR/UFF, Volta Redonda, RJ, Brasil.
- <sup>6</sup> Graduando em Engenheira Metalúrgica, EEIMVR/UFF, Volta Redonda, RJ, Brasil.
- <sup>7</sup> Eng. Metalurgista, M.Sc. em Eng. Metalúrgica, Doutorando em Ciência dos Materiais na SE-4/IME,; e Técnico de Educação - Soldagem, CTS-Solda, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- <sup>8</sup> Físico, D.Sc. em Eng. Metalúrgica, Pesquisador do IEAv, São José dos Campos, SP, Brasil. Professor nos Programas de Pós-Graduação: em Eng. Mecânica e Aeronáutica do ITA, São José dos Campos, SP, Brasil; e da REMAT da UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

\* Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 17 a 21 de agosto de 2015, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.



As ligas de níquel e titânio (NiTi), de faixa estreita de composição, são atualmente uma das escolhas de materiais para a fabricação de peças e dispositivos para medicina/odontologia, já que possuem características próprias que advém de suas propriedades mecânicas favoráveis à aplicação biomédica, bem como para aplicação na engenharia. Sendo comumente conhecida como Nitinol, cujo nome deve-se à junção dos elementos químicos, Níquel e Titânio, mais as iniciais do laboratório de material bélico naval dos Estados Unidos (Naval *Ordnance Laboratory*), onde a liga e suas características singulares foram verificadas pela primeira vez. A composição desta liga varia de 49 a ~ 51% at. de níquel e, o restante, de titânio. O Nitinol possui uma composição ao redor da equiatômica e, é um material sensível a pequenas variações composicionais, as quais causam grandes mudanças nas temperaturas de transformação de fase, afetando assim, o campo de aparecimento do efeito memória de forma e superelasticidade [1,2].

No caso de operações de cortes, tanto corte de natureza mecânica como também térmica devem ser observados com atenção nestes materiais tendo em vista sua habilidade de modificação estrutural por solicitação mecânica e/ou ciclo térmico. No caso de cortes de natureza térmica, onde forma-se uma zona fundida deve-se buscar opções que produzam as mínimas extensões de modificação estrutural e contaminações no metal fundido que fica aderido à linha de corte. Neste sentido o corte a laser com os parâmetros adequados vem a trazer pontos positivos no resultado final, mesmo para o corte para produção de peças delicadas como os *stents* [3].

O presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência da potência de um laser Y:vidro a fibra e a extensão dos efeitos estruturais promovido pelo mesmo, a fim de cortar uma chapa de NiTi equiatômica. Para tal objetivo, foram usadas técnicas de Microscopia Óptica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) / Espectrômetro de Energia Dispersiva de Raios X (EDS), Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), Difração de Raios X (DRX) e ensaios de nanoindentação.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

## 2.1 Material

O material utilizado neste estudo foi uma chapa de uma Liga de NiTi de composição próxima a equiatômica com 49,93%at.Ni (55%Ni, 0,05%C, 0,084%O em peso (p/p) – lingote VIM51) doada pelo professor e pesquisador Dr. Jorge Otubo do Instituto Tecnológica da Aeronáutica (ITA), Brasil. Tal liga foi elaborada segundo o processo de fusão por indução a vácuo (VIM), e a partir do lingote gerado, foi extraída uma bolacha circular de 18 mm de espessura, a qual foi submetida a um tratamento de solubilização a 850°C por uma hora e em seguida laminada a quente (temperatura de início 850°C) por diversos passes de redução até atingir a espessura de 1,6 mm. Conforme trabalhos prévios de Rodrigues [4,5] referentes a análises quanto às fases presentes por DRX (Figura 1) e transformação de fase por DSC (Figura 2), o material como recebido (CR) apresenta-se totalmente austenítico a temperatura ambiente, com evidências de precipitados de Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> (associados aos planos (202) e (232)). Outro fato que também foi observado pela análise de DRX, é que a amostra na condição CR apresenta um nível de tensão residual elevado na sua estrutura evidenciada pelo alargamento do pico de difração identificado para fase B2 (110).

\* Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 17 a 21 de agosto de 2015, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.





Figura 1. Difratograma de DRX da amostra CR a temperatura ambiente [4,5].



Figura 2. Gráfico de DSC para amostra CR, a linha tracejada indica a temperatura de 20°C (temperatura ambiente) [4].

## 2.2 MÉTODOS

#### 2.2.1 Corte a laser

Antes do corte a laser uma das faces (a qual seria "iluminada" pelo laser) da amostra foi submetida ao lixamento com lixas de carbeto de silício em duas etapas intercalada por um polimento químico (45 mL HNO<sub>3</sub>, 45 mL H<sub>2</sub>O, e 10 mL HF, por 60 minutos de imersão) entre as etapas de lixamento. A primeira etapa de lixamento foi conduzida com lixas de carbeto de silício de 220 a 1200 mesh, e a última etapa de

\* Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 17 a 21 de agosto de 2015, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. lixamento foi conduzida com lixas de carbeto de silício de 1200, 2500 e 4000 mesh. Em ambas as etapas de lixamento fez-se uso de água como lubrificante. Após a preparação, a espessura final da amostra foi de 1,45 mm.

O laser utilizado neste estudo foi um laser de Yb:vidro a fibra da marca IPG, modelo YLR-2000 (instalado no Instituto de Estudos Avançados – IEAv, em São José dos Campos, SP - Brasil), com potência máxima de 2000 W, podendo trabalhar no regime contínuo e pulsado. O diâmetro focal mínimo é de 0,1 mm, comprimento de onda de 1070 nm e com ótica de focalização de 168 mm. A movimentação da peça a ser cortada faz-se com uso de um CNC (Comando Numérico Computadorizado). As condições do corte a laser adotadas neste trabalho foram: velocidade de deslocamento de 1000 mm/s; utilizou-se o Argônio como gás de proteção, com uma vazão de 30 L/min; laser pulsado em 2 ms com frequência de 0,25 x 10<sup>-3</sup> s e com o foco do laser na porção interna (abaixo) da superfície superior. Foram realizados 3 cortes distintos, no qual variou-se a potência e a quantidade de passada do laser. No Corte "1", foi realizado com 1 passada e potência de 500 W, no Corte "2", foi realizado com 2 passadas e potência de 500 W, e no Corte "3", foi realizado com 2 passadas e potência de 1000 W.

## 2.2.2 Caracterização

Após a realização das três linhas de corte foram conduzidas análises superficiais (aspecto macroscópico, microscopia óptica e eletrônica de varredura (MEV) associadas as dimensões da modificação superficial vinculada a ZTA (zona termicamente afetada) e linhas de corte (perfil de entrada a saída do corte), além dos aspectos superficiais destas regiões. Os aspectos macroscópicos resultantes do corte foram registrados por uma câmera digital. Enquanto que os aspectos microscópicos superficiais com baixo aumento com auxílio de um microscópio óptico (marca Olympus, modelo BX51) acoplado a uma câmera digital colorida (marca Olympus, modelo SC30) controlada pelo software de aquisição e análise de imagens Olympus Stream 1.8. Somado as análises dos aspectos microscópicos superficiais topográficos dos pontos de entrada e saída dos cortes, em um Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV (marca Carl Zeiss, Modelo EVO MA10) com filamento de hexaboreto de lantânio (LaB<sub>6</sub>), instalado na EEIMVR/UFF, com uso do detectores de elétrons secundários (spot size de 450, distância de trabalho de 8,5 mm, tensão de aceleração de 8 kV) e espectrômetro de energia dispersiva de Raios X (EDS) (spot size de 600, distância de trabalho de 10,0 mm, tensão de aceleração de 8 kV).

O perfil das propriedades mecânicas, na seção transversal (do metal base, passando pela ZTA e linhas de corte), foram avaliadas por meio de medidas em um ultramicrodurômetro instrumentado (marca Shimadzu, modelo DUH-211S, instalado no laboratório multiusuário de caracterização estrutural do Instituto de Ciências Exatas (ICEx) da UFF). Tendo como condições de análise a carga mínima de 0,02 gf e carga máxima de 100 gf, com velocidade de aplicação de carga de 1,33 gf/s, na condição de carregamento e descarregamento e tempo de permanência nas cargas máxima e mínima de 20 s. Nesta análise, foram realizadas medidas a cada 100  $\mu$ m, a partir da ZTA em direção ao metal base. Tais medidas foram realizadas sobre a superfície superior da chapa que foi previamente lixada e polida quimicamente antes da etapa de corte a laser, a meio do comprimento entre os pontos de entrada e saída do laser.

\* Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 17 a 21 de agosto de 2015, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. \_

# **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Na Figura 3 é apresentado o aspecto macrográfico dos cortes realizadas na chapa em estudo. Onde verifica-se a não separação das partes após cada um dos cortes realizados, ou seja, potência de 500 W e 1 passada (corte "1"), potência de 500 W e 2 passadas (corte "2"), e potência de 1000 W e 2 passadas (corte "3"). Desta forma, resultou-se em zonas fundidas (região de passagem do laser) de coloração escura apresentadas nas Figuras 3 e 4a,b,d,f,g. De acordo com a Figura 3 verifica-se um aspecto quebradiço na zona fundida do corte "3", com uma separação do ponto de entrada do laser (porção superior da chapa). Além disso, observa-se uma mudança de coloração na superfície da chapa nas regiões adjacentes ao corte.

Ao se observar a superfície da chapa no microscópio óptico com câmera digital colorida (Figura 4), pode-se verificar um nuance de cores associadas ao efeito do corte sobre a superfície da chapa nas regiões adjacentes ao corte. Indicando a possível oxidação da superfície e a ineficiência do gás argônio tanto para proteção da superfície, como a vazão baixa para garantir a separação da chapa após cada corte através da expulsão do metal líquido formado. Esta nuance de cores pode ser diretamente relacionada qualitativamente a espessura da camada de óxido formada (mais espessura junto a linha de corte).

Ao medir a dimensão da extensão dessa possível oxidação superficial, como mostrado nas Figuras 5, 6 e 7, observa-se:

- um incremento da extensão com aumento do número de passada para uma mesma potência (500 W – Corte "1" (uma passada) e Corte "2" (duas passadas)) e com o incremento da potência do corte e/ou número de passadas (Corte "3" – 1000 W e 2 passadas);

- uma diferença um pouco mais significativa dos valores entre os lados do corte (esquerdo e direito) somente para o caso do corte "3", o qual foi resultado da potência de 1000 W e 2 passadas.



**Figura 3.** Fotomacrografia dos cortes em estudo: (1) 500 W em uma única passada; (2) 500 W em duas passadas; (3) 1000 W em duas passadas.



Figura 4. Aspecto superficial da chapa após o corte nas regiões da linha de corte e entre as mesmas. (a) Chapa a esquerda do corte "1"; (b) Corte "1"; (c) Chapa entre os cortes "1" e "2"; (d) Corte "2"; (e) Chapa entre os cortes "2" e "3"; (f) Corte "3"; (g) Chapa a direita do corte "3". Microscópio óptico. Superfície previamente lixada e polida quimicamente com solução de 45 mL HNO<sub>3</sub>, 45 mL H<sub>2</sub>O, e 10 mL HF, por 60 minutos de imersão.



Figura 5. Detalhamento do aspecto superficial e medidas da modificação do aspecto da superfície referente ao corte "1".

<sup>t</sup> Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro



Figura 6. Detalhamento do aspecto superficial e medidas da modificação do aspecto da superfície referente ao corte "2".



**Figura 7.** Detalhamento do aspecto superficial e medidas da modificação do aspecto da superfície referente ao corte "3".

Com uso do MEV pode-se observar com mais detalhes o aspecto topográfico da superfície de corte, principalmente nas regiões de entrada e saída (somente saída para o corte "3" devido a separação já presente na região resultante da entrada do laser). As imagens obtidas (Figura 8) revelam a zona fundida a nível acima da superfície para os pontos de entrada e saída do Corte "2" e uma leve depressão para o corte "1", enquanto uma maior depressão no corte "3" na região de saída apesar de não ter sido suficiente para completa separação em nenhum dos casos estudados. Com auxílio do detector de EDS foi evidenciada a presença de O e C na superfície e regiões adjacentes a zona fundida dos distintos corte. Sendo o oxigênio atribuído a formação de óxidos devido a fusão promovida durante a passagem do laser e o pouco fluxo de argônio para garantir a proteção da poça de fusão e zonas adjacentes. Enquanto o carbono pode estar associado a queima de alguma sujidade e/ou das inclusões de TiC presentes nesta liga. Neste último caso o C não teria sido incorporado durante o corte, mas uma contaminação da etapa inicial de elaboração da liga de NiTi, ou seja, as inclusões de TiC não são exclusivas da ZTA.

\* Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 17 a 21 de agosto de 2015. Rio de Janeiro. RJ. Brasil.



**Figura 8.** Aspecto superficial da chapa após o corte. Corte "1" pontos de (a) entrada e (b) saída do corte. Corte "2" pontos de (c) entrada e (d) saída. (e) Corte "3" ponto de saída. (f) Resultado representativo de EDS na região da linha de corte. Microscópio Eletrônico de Varredura. Superfície sem preparo.

De acordo com o perfil da distribuição dos valores de dureza Vickers obtido ao longo da linha ZTA – metal base (Figura 9a) na superfície superior da chapa cortada, pode-se observar que há uma certa tendência de decréscimo da dureza de regiões perto do corte (100 µm) em direção ao metal base (2700 µm). Outro fato também observado da Figura 9a, é que a dispersão dos valores de dureza Vickers obtidos acima de 1700 µm, é bem menor do que os valores de 100 a 1600 µm, no qual tem como média acima de 1700 µm de 389,7 HV e desvio padrão de 51,05 HV. Com base nos resultados prévios de Rodrigues [4], comparando com o valor de dureza Vickers médio obtido das chapas com auxílio de um microdurômetro convencional antes da operação de corte, que foi de 317 HV e com desvio padrão de 17,49 HV, pode-se observar que estes valores são relativamente próximos levando em consideração as pequenas diferenças de cada técnica. Desta forma, há indícios que a operação de corte a laser possa ter promovido pequenas mudanças

\* Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 17 a 21 de agosto de 2015. Rio de Janeiro, RJ, Brasil.



O valor de Eit\* apresentado na Figura 9b se traduz na razão entre o módulo da indentação (de valor aproximado ao módulo de Young do material) e a diferença da unidade com o quadrado do coeficiente de Poisson do material  $(1 - v^2)$ , e este apresentou comportamento similar ao da dureza Vickers, no qual a pequena dispersão nos valores obtidos foi observada acima de 1600 µm, onde apresentou uma média de 1,4 x 10<sup>4</sup> N/mm<sup>2</sup> e um desvio padrão de 0,058 N/mm<sup>2</sup>.

Tal comportamento do Eit\* pode-se traduzir como uma modificação estrutural significativa do material inicialmente encruado, sem habilidade de ocorrência de transformação martensítica termoelástica seja por efeito do ciclo térmico ou tensão/deformação. Porém nesta região mais próxima a linha de corte a energia térmica do corte pode ter afetado mais significativamente a microestrutura ao ponto de promover a recristalização da mesma, ou seja, permitindo que a liga austenítica a temperatura ambiente recuperasse sua capacidade superelásticas (total ou parcialmente em função da região medida). Sendo assim em função da orientação do(s) grão(s) na região indentada, mais próxima a linha de corte, pode-se se dar a transformação da austenita em martensita pela deformação imposta durante a penetração do indentador, refletindo assim nos valores de dureza e Eit\* medidas na análise de nanoindentação instrumentada.

Porém em termos de objetivos buscados com o corte é desejado que esta região de modificação estrutural seja a mínima possível, a fim de preservar as condições estruturais do material de partida.



**Figura 9.** Perfil da dureza (a) Vickers e do (b) Eit\* em relação ao posicionamento da medição ao longo da linha ZTA - metal base.

# 4 CONCLUSÃO

Com base nos resultados apresentados foi possível concluir que para espessura do material e tipo de laser em estudo:

- o uso de potência de laser de 1000 W ainda não é suficiente para promover a separação, ou seja, ter um corte efetivo;

- o fluxo adotado de argônio como gás de proteção e de sopro para expulsar o material da zona fundida não foi efetivo;

\* Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 17 a 21 de agosto de 2015. Rio de Janeiro, RJ, Brasil.



- quando maior a potência do laser e números de passadas, maior a extensão da camada de óxido formada na superfície da chapa nas regiões adjacentes a linha de corte;

- a modificação estrutural, associada a uma possível recristalização, promovida pela energia térmica do corte estende-se por uma extensão superior (2200 m) a extensão além das camadas mais espessas da camada de óxido formada, onde os gradientes de cores estão diretamente relacionados a espessura desta última.

# Agradecimentos

Os autores P.F.R., S.B.R., C.M.F. e A.S.P agradecem à Faperj e a CAPES pelo suporte financeiro (APQ-1 2009/02 E-26/110.414/2010, APQ-1 2011-2 E-26/110.269.2012, E-26/111.435/2012) e bolsa de doutorado (S.B.R., C.M.F. e S.B.D. no Brasil, e P.R.F pelo CsF em Portugal). Os autores agradecem ao professor Jorge Otubo do ITA pela doação da chapa da liga de NiTi objeto de estudo.

# REFERÊNCIAS

- 1 Otsuka K, Wayman CM. Shape Memory Materials, Cambridge University Press, 1998.
- 2 Krishnan RV, Delaey L, Warlimont H, *et al.* Thermoelasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations, Part. 1 Structural and microstructural changes. Journal of Materials Science, vol. 9, p.1521-1535, 1974.
- 3 Pfeifer R, *et al.* Pulsed Nd:YAG cutting of NiTi shape memory alloys Influence of process parameters. Journal of Materials Processing Technology. v. 210. p. 1918-1925. 2010.
- 4 Rodrigues PF. Evolução Estrutural e das Transformações de Fase em uma liga de Niti equiatômica Laminada a Quente Submetida a Tratamentos Térmicos de Solubilização e Envelhecimento em Tempos Curtos, Dissertação de Mestrado, PPGEM/UFF, Volta Redonda/RJ – Brasil, 2012.
- 5 Rodrigues PF, Ribeiro SB, Paula AS, Fontanezzi CM, Bernardi HH, Otubo J. Evolução Estrutural das Transformações de Fase em uma Liga de Ni-Ti Equiatômica Submetida ao Tratamento de Envelhecimento em Tempos Curtos, 67º Congresso da ABM – Internacional, Rio de Janeiro/RJ – Brasil, 2012, p. 2674-2683.
- 6 Padilha AF, Siciliano Jr F. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura, 3ª edição revisada e ampliada, São Paulo, Associação Brasileiro de Metalurgia e Materiais, 2005.