

MÉTODOS DE PREPARAÇÃO METALGRÁFICA DE LIGAS DE Ni-Ti COM EFEITO MEMÓRIA DE FORMA E SUPERELASTICIDADE PARA ANÁLISE DE EBSD/MEV¹

Taffael Gonçalves Andrade²

Shimeni Baptista Ribeiro³

Daniel de Carvalho Silva²

Andersan dos Santos Paula⁴

Karimbi Koosapa Mahesh⁵

Francisco Manuel Braz Fernandes⁶

Jorge Otubo⁷

Resumo

Amostras de ligas de Ni-Ti, apresentando efeito de memória de forma ou superelasticidade a temperatura ambiente, foram submetidas a dois procedimentos mecânicos distintos de preparação metalográfica com o intuito de definir métodos futuros para obter medidas confiáveis de microtextura através do acessório de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD). As sequências e as temperaturas de transformação de fase foram previamente avaliadas por calorimetria diferencial de varredura (DSC) e resistividade elétrica (RE), e as propriedades mecânicas por ensaio de microdureza a temperatura ambiente. A microestrutura final revelou a importância do controle da pressão exercida durante as etapas de lixamento/polimento de modo a não produzir uma falsa microestrutura na superfície da amostra induzida por tensão e/ou reorientação de variantes, e deformação por deslizamento de discordâncias.

Palavras-chave: Ligas de Ni-Ti; Efeito memória de forma; Superelasticidade; Microestrutura.

Ni-Ti ALLOY WITH SHAPE MEMORY EFFECT AND SUPERELASTICITY METALLOGRAPHIC PREPARATION METHODS FOR EBSD/SEM ANALYSE

Abstract

Ni-Ti alloys samples showing shape memory effect or superelasticity at room temperature were submitted to two distinct metallographic preparation sequences with the goal to define future methods to obtain the real microtexture measurement through the Electrons Backscattering Diffraction (EBSD) accessory. The sequences and the phase transformation temperatures were evaluated by differential scanning calorimetry (DSC) and electrical resistivity, and the mechanical properties by microhardness tests at room temperature. The final microstructure revealed the importance of control of the imposed pressure during the sanding/polishing steps in order to not produce a false microstructure on sample surface induce by tension and/or variants reorientation, and dislocations slip deformation.

Key words: Ni-Ti alloys; Shape memory effect; Superelasticity; Microstructure.

¹ Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

² Graduandos de Eng. Metalúrgica e Bolsistas de IC, UFF-EEIMVR-VMT, Volta Redonda – RJ, Brasil

³ M.Sc., Doutoranda em Eng. Metalúrgica, UFF-EEIMVR-PPGEM – Volta Redonda, RJ – Brasil.

⁴ D.Sc., Professora Adjunta, UFF/EEIMVR-VMT e PPGEM, Volta Redonda – RJ, Brasil

⁵ Ph.D., Pesquisador, CENIMAT/I3N, FCT/UNL, Caparica, Portugal.

⁶ D.Sc., Professor Associado, CENIMAT/I3N, FCT/UNL, Caparica, Portugal.

⁷ D.Sc., Professor Adjunto, ITA/DEM, São José dos Campos – SP, Brasil.



1 INTRODUÇÃO

As ligas de níquel-titânio (Ni-Ti), susceptíveis a transformação martensítica termoelástica, com efeito de memória de forma (EMF) e superelasticidade (SE) têm sido investigadas ao longo do tempo devido às suas especiais propriedades. Ambos os efeitos podem ser observados numa mesma amostra dependendo da temperatura do teste e da história termomecânica da liga.⁽¹⁾ Três fases cristalinas podem ser encontradas nestas ligas em campos distintos de temperatura, sendo elas: martensita (B19' – fase de estável em campos de temperatura inferiores), fase-R (fase estável em campos de temperaturas intermediárias) e austenita (B2 – fase estável em campos de temperatura superiores). As temperaturas de transformação de fase são geralmente observadas acima da temperatura ambiente para as ligas ricas em Ti, enquanto nas ricas em Ni se situam abaixo da temperatura ambiente.^(1,2)

Estas ligas apresentam grande ductilidade à temperatura ambiente em ambas as fases B2 e B19'. Quando submetida a deformação, esta ligas sofrem mudanças estruturais, tanto a partir do campo de B2 como do campo de B19' ou da fase R.⁽³⁻⁶⁾

Dependendo do nível de deformação a que foi submetida, esta pode ou não ser permanente (até 6% ou 8% para condições estruturais a partir de B2 e B19', ou até 1% para condições estruturais a partir da fase-R). No caso de níveis de deformações superiores estes estão associados a movimentação/geração de discordâncias e a deformação será permanente, como ocorre com os materiais metálicos convencionais, causando mudanças estruturais no material onde a fase B19' demaçada (reorientação das suas variantes) será fixada como resultado de uma densidade de discordâncias superior à da estrutura original. Durante a aplicação de esforços mecânicos, quando os níveis de deformações alcançam valores inferiores a este limite, as mudanças estruturais e de forma podem ser revertidas da seguinte forma: (i) remoção da carga – em materiais deformados a partir do campo de B2 ou da fase-R; ou (ii) reaquecimento acima da temperatura final da transformação austenítica (A_f) – em materiais deformados no campo de estabilidade de B19'.

Durante as etapas de corte, lixamento e polimento mecânico estão associadas a remoção de material da superfície da amostra a ser analisada por esforços mecânicos cisalhantes, que por consequência geram uma camada deformada abaixo da nova superfície com uma espessura que se reduz com o decréscimo da granulometria dos abrasivos empregados nas lixas e suspensões de polimento. No caso da preparação metalográfica por processos mecânicos de amostras das ligas de Ni-Ti com EMF e SE, deve-se usar a menor força a fim de promover a menor deformação possível na superfície que está sendo preparada, pois assim garante-se que microestrutura do material não foi modificada pelo processo de preparação metalográfica. Dessa forma o material em questão pode ser analisado pelas técnicas de microscopia óptica e eletrônica, ou qualquer outra técnica de caracterização, com os dados mais confiáveis o possível.

O objetivo do presente trabalho, inserido no escopo de um projeto de iniciação científica, visa verificar no futuro a viabilidade de definir os melhores métodos de preparação metalográfica por meio de lixamento e polimento mecânico, com o intuito de realizar análises de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) visando obter informações estruturais/cristalográficas de ligas de Ni-Ti com EMF e SE sem artefatos de preparação. As metodologias definidas neste trabalho juntamente com testes futuros de preparação da superfície de análise, através de polimento eletrolítico ou desbaste/polimento com feixe de íons através de um MEV *dual beam* (FEG/FIG – feixe de elétrons por emissão de campo e feixe de íons), permitirão

definir as melhores práticas para preparação de amostras de ligas de Ni-Ti com EMF e SE para análise de textura (macro, micro e mesotextura) por EBSD. Estas análises estão inseridas no escopo do projeto de pesquisa da orientadora (A.S.Paula) fundamentado em publicações prévias de sua autoria e de colaboradores,^(1,7,8) onde se pretende associar condições de processamento termomecânico e composição química com evolução das propriedades termofísicas e texturais de forma a otimizar as características funcionais para cada tipo de aplicação na engenharia, medicina e odontologia. Poucos são os trabalhos que relatam resultados relativos a análises de EBSD em ligas de NiTi outras ligas com com EMF e SE, permitindo assim explorar as evidências cristalográficas das transformações martensíticas termoelásticas a nível de maior detalhamento quanto a micro-textura, relação de orientação entre a fase mãe e produto.⁽⁹⁻¹¹⁾

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material em Estudo

Os materiais em estudo são duas ligas metálicas binárias constituídas por Níquel (Ni) e Titânio (Ti), uma rica em Ti (49,0%at.Ni-51,0%at.Ti – LIGA 1, segundo informações do fornecedor e 2,00 mm de espessura) que apresenta características de memória de forma acima da temperatura ambiente (T_{amb}) e uma outra rica em Ni (50,8%at.Ni-49,2%at.Ti – LIGA 2, segundo informações do fornecedor e 1,00 mm de espessura) que apresenta características superelásticas (SE) à T_{amb} . A Tabela 1 apresenta os resultados da análise química destes materiais segundo análise de espectroscopia de energia dispersiva de Raio-X (EDS) instalado no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), conforme especificação detalhada abaixo. A diferença entre a composição de especificação do fornecedor e o resultado da análise de EDS se justifica por dois fatos: (i) a análise de EDS ser uma análise semi-quantitativa; e (ii) somado ao fato da contaminação de carbono e oxigênio decrescer os teores de Ti e Ni efetivo na liga pela formação de TiC e Ti₂O e/ou Ti₄Ni₂O.

Tabela 1. Composição química das ligas em estudos segundo análise de EDS/MEV (percentual atômico e em peso)

Ligas	%at, Ti	%p. Ti	%at. Ni	%p. Ni
Liga 1	50,28	45,21	49,72	54,79
Liga 2	49,46	44,39	50,54	55,61

As ligas de Ni-Ti com EMF e SE foram fornecidas pela empresa Memory-Metalle GmbH, situada na Alemanha (www.memory-metalle.de). Segundo informações cedidas pelo fornecedor, as ligas de Ni-Ti foram fundidas num forno de indução sob vácuo e atmosfera de argônio, usando cadinhos de grafita compactada, e fornecida na condição, final de processamento, recozida sob tensão com temperatura de encharque de 500°C, denominada neste trabalho de condição como recebida (CR).

2.2 Caracterização Termofísica e Mecânica

Com o intuito de definir a condição estrutural antes da preparação metalográfica, condição como recebida (CR), quanto a(s) fase(s) presente(s) nas duas Ligas em estudo foram realizadas análises termofísicas (DSC e RE) e mecânica (microdureza). Dessa forma, pode-se obter informações para criticar os resultados

da preparação metalográfica quanto a morfologia microestrutural revelada após o contraste gerado pela solução de ataque metalográfico descrita abaixo (item 2.3).

Amostras com uma massa entre 40 mg e 50 mg foram cortadas para análise de DSC (SETARAM DSC92). O ciclo térmico para a análise de DSC compreendeu: (i) aquecimento até 180°C, (ii) manutenção por 360 s e (iii) subsequente resfriamento até -30°C com taxa de aquecimento e de resfriamento de 7,5°C/min.

A caracterização por resistividade elétrica (RE) foi realizada em um equipamento projetado e construído no CENIMAT/I3N pertencente a UNL/FCT (Portugal), onde encontra-se instalado, como parte experimental integrante da bolsa de pós-doutorado de K.K. Mahesh (2003-06). O equipamento consiste na medida de resistividade em 4 pontos, onde 4 eletrodos de cobre com pontas em cunha em contato com a amostra em posições equidistantes, as quais são imersas, juntamente com a amostra, em um banho de óleo de silicone com temperatura controlada. O posicionamento dos eletrodos bem como a pressão que elas exercem na amostra é individualmente controlado. Uma fonte de tensão controlável foi utilizada para aplicar a corrente (1.600 mA) na amostra. Uma placa de aquisição de dados (National Instruments, USA) com precisão superior a 1 μ V foi utilizada para enviar os sinais de temperatura e corrente a um computador pessoal. As amostras foram analisadas na faixa de temperatura entre -20°C a 150°C.

Foram realizados ensaios de microdureza Vickers (HV) nas amostras em estudo a temperatura ambiente em um microdurômetro modelo Micromet 3 – Micro Hardness Tester, Buhler LTD, instalado nos laboratório da EEIMVR/UFF. A carga de ensaio usada foi de 200 gf e tempo de permanência de 20 s. Foram realizadas 10 medidas em pontos equidistantes da amostra.

2.3 Preparação Metalográfica e Caracterização Microestrutural

As amostras das ligas em estudo foram extraídas da chapa por meio de processo de corte abrasivo e uma máquina de corte de precisão com auxílio de um disco de diamante, e em seguida foram decapadas por imersão em solução ácida por 20 min (10%vol. HF, 45%vol. HNO₃ e 45%vol. H₂O) com o objetivo de remover a camada afetada pelo de corte e o filme de óxido do material como recebido. Posteriormente as amostras foram embutidas a frio (resina epóxi – pico exotérmico 28°C) e preparadas para análise metalográfica com base em dois procedimentos mecânicos distintos de preparação (Procedimentos “a” e “b”) e ataque metalográfico. Onde estes procedimentos mecânicos se diferem no que diz respeito às etapas de lixamento e polimento semi-automático, como descrito abaixo.

O lixamento foi procedido de forma manual utilizando o grupo de lixas, descritas abaixo, tendo-se o cuidado de ao mudar de lixa lavar as amostras em água corrente e fazer uma rotação de 90° para que fosse possível visualmente verificar a eliminação dos riscos da lixa anterior:

- Procedimento “a”: 240 mesh, 320 mesh, 600 mesh, 800 mesh, 1.000 mesh, 1.200 mesh, 1.500 mesh, 2.500 mesh e 4.000 mesh;
- Procedimento “b”: foram utilizadas as mesmas lixas utilizadas procedimento “a”, porém as amostras apenas foram postas a tocar a superfície das lixas, minimizando a força aplicada sobre as mesmas pelo peso da mão.

Polimento manual: foi usada pasta de diamante de 6 μ m, 3 μ m e 1 μ m, e como líquido lubrificante/refrigerante álcool etílico hidratado. Nesta etapa procedemos com base em procedimentos distintos de polimento manual, como descrito abaixo:

- Procedimento “a”: Polimento com duração de 30 minutos na pasta diamante de granulometria de 6 μm e 15 minutos para as pastas de granulometria de 3 e 1 μm . No que diz respeito a mudança da pasta de 6 para 3 μm apenas observou-se a eliminação dos arranhões visíveis a vista desarmada. No entanto, na mudança da pasta de diamante de 3 para 1 μm , primeiramente as amostras foram analisadas no microscópio óptico para verificar a parcial eliminação dos riscos existente antes de iniciar a etapa de polimento com pasta de 3 μm . Com o uso da pasta de 1 μm após 10 minutos, as amostras foram analisadas novamente no microscópio óptico para verificar a completa eliminação dos riscos.
- Procedimento “b”: duração de 20 minutos na pasta diamante de granulometria de 6 μm e 15 minutos para as pastas de granulometria de 3 μm e 1 μm . Para todas as mudanças de pastas as amostras foram observadas no microscópio óptico, conforme critério descrito acima.

Polimento semi-automático: foram utilizados dois abrasivos distintos em cada um dos procedimentos de polimento adotado, conforme descrito abaixo:

- Procedimento “a”: As amostras foram polidas em Alumina 0,3 μm e 0,05 μm por 30 minutos, em cada granulometria, e em sílica coloidal por 90 minutos, o equipamento (Minimet 1000) foi ajustado com velocidade de 15 rpm, força de 5 N.
- Procedimento “b”: As amostras foram polidas em Alumina 0,3 μm e 0,05 μm por 30 minutos e 15 minutos respectivamente, em cada granulometria, e em sílica coloidal por 30 minutos. O equipamento foi ajustado com velocidade de 15 rpm e força de 5 N para ambos os abrasivos.

Com o objetivo de observar a presença de martensita e a sua morfologia, as amostras, após os dois Procedimentos de preparação metalográfica, foram contrastadas por imersão numa solução de ácido fluorídrico concentrado (HF), ácido acético concentrado ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$) e ácido nítrico concentrado (HNO_3) na proporção de 1:5:5 durante 10 s. Este contrastante ataca os limites entre as agulhas da martensita, colocando em evidência o relevo criado à superfície pela transformação induzida termicamente (amostra martensítica a temperatura ambiente – LIGA 1) e por tensão seguida de deformação por deslizamento (amostra austenítica a temperatura ambiente – LIGA 2).

As amostras foram analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura Zeiss modelo EVO MA10 operando com filamento de hexaboreto de lantânio (LaB_6), onde se encontra instalado o sistema integrado de EDS e de EBSD (Difração de Elétrons Retroespalhados) modelo Pegasus MX4i da marca da EDAX.

3 RESULTADOS

Os resultados apresentados a seguir referem-se às análises empregadas nos materiais em estudo.

A Tabela 2 apresenta os resultados referentes às análises de DSC e RE, com base em resultados publicados anteriormente,⁽⁷⁾ onde pode-se observar as temperaturas e sequências de transformação de fase nos materiais em estudo, em amostras extraídas antes da realização da preparação metalográfica. Estes valores foram determinados a partir das curvas de cinética de transformação pela integração das curvas de DSC.^(12,13) A Tabela 3 apresenta os resultados de dureza a partir de dos ensaios de microdureza realizados a temperatura ambiente nas ligas em estudo,

similar as análises de DSC e RE, em amostras extraídas antes da execução dos procedimentos da preparação metalográfica. Com base nas análises de DSC e RE (Tabela 2), pode-se confirmar que a LIGA 2 é austenítica à temperatura ambiente e a LIGA 1 é martensítica a esta temperatura. Pelas evidências dos valores de dureza dos materiais em estudo, de acordo com a literatura,⁽¹⁾ pode-se também verificar que a amostra da LIGA 1 é martensítica à temperatura ambiente e a amostra da LIGA 2 é austenítica, visto que a martensita das ligas de Ni-Ti com EMF e SE é menos dura que a austenita que lhe dá origem (Tabela 3).

Tabela 2. Sequências e Temperaturas de Transformação de Fase extraídas com base nas análises de DSC e RE

Amostras	Sequências e Temperaturas de transformação de Fase (°C)											
	Resfriamento						Aquecimento					
	B2→R		B2→B19'		R→B19'		B19'→R		B19'→B2		R→B2	
	R _{ir}	R _{if}	M _i '	M _f '	M _i ''	M _f ''	R _{ia}	R _{fa}	A _i '	A _f '	A _i ''	A _f ''
LIGA 1	64,9	44,3	58,7	*	*	13,5	66,8	*	*	*	*	106,6
LIGA 2	29,6	-16,0	-	-	-40,4	-100,8	-30,6	*	*	*	1,9	27,9

A, R e M referem-se as fases B2, R e B19', respectivamente. Os subscritos i e f referem-se as temperaturas de início (1% formado) e de fim (99% formado) da transformação de fase durante o resfriamento (r) e aquecimento (a). (-) não detectado. (*) identificado somente por RE.⁽⁷⁾

Tabela 3. Medidas de dureza obtidas a partir de ensaios de microdureza nos materiais em estudo

	LIGA 1	LIGA 2
Dureza (HV) – média de 10 medidas	262,0	320,5
Desvio Padrão	16,82	6,22

As Figuras 1, 2, 3 e 4 apresentam as imagens referentes aos distintos Procedimentos de preparação metalográficas (“a” – Figura 1a,b e 3a,b; e “b” – Figura 2c,d,e e 4c,d) utilizadas para caracterizar a microestrutura das amostras das Ligas de Ni-Ti em estudo (LIGA 2 – Figuras 1 e 2, e LIGA 1 – Figuras 3 e 4) com o intuito de no futuro possibilitar o uso da técnica de EBSD para avaliação da microtextura destes materiais.

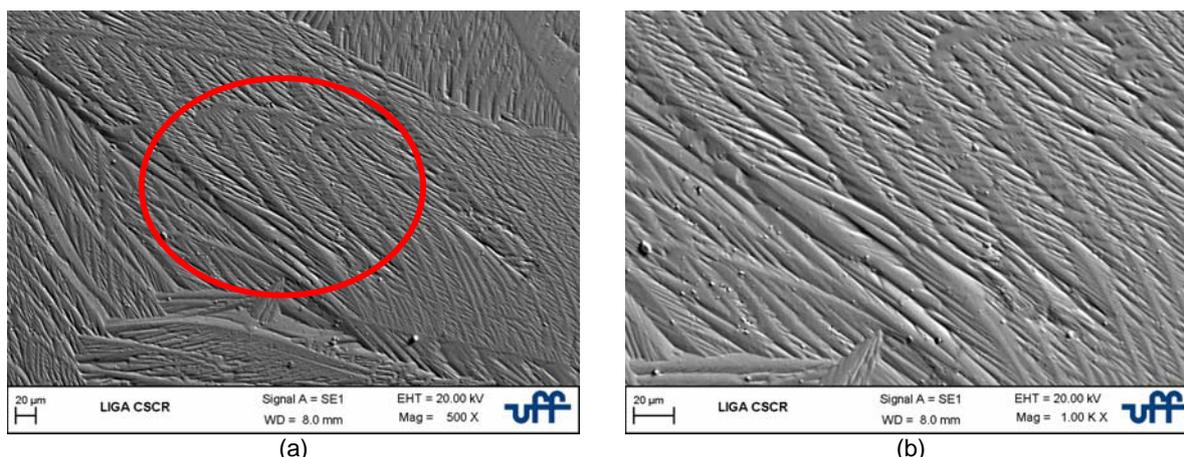
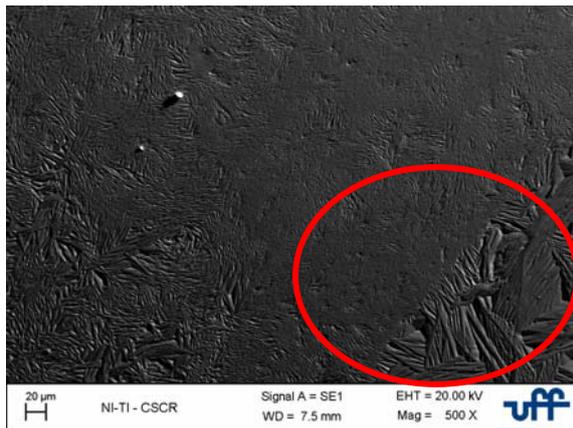
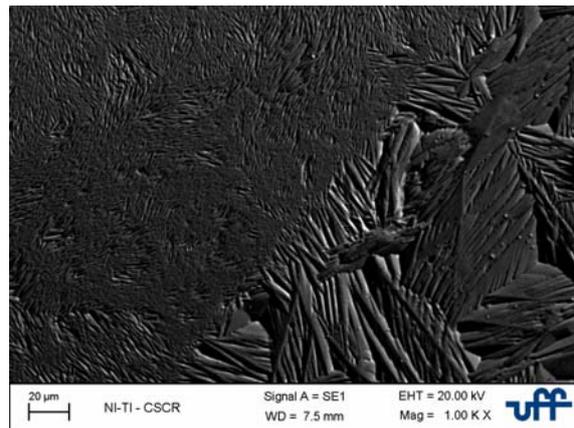


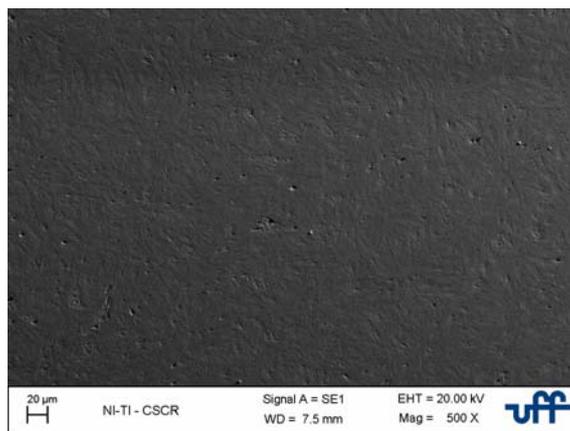
Figura 1. Imagens de Elétrons Secundários oriundas da análise no MEV da LIGA 2, oriundas da preparação metalográfica (descrita no item 2.3) de acordo com o Procedimento “a”: (a) centro da amostra, 500x e (b) detalhe em 1.000x da Figura 1a.



(a)

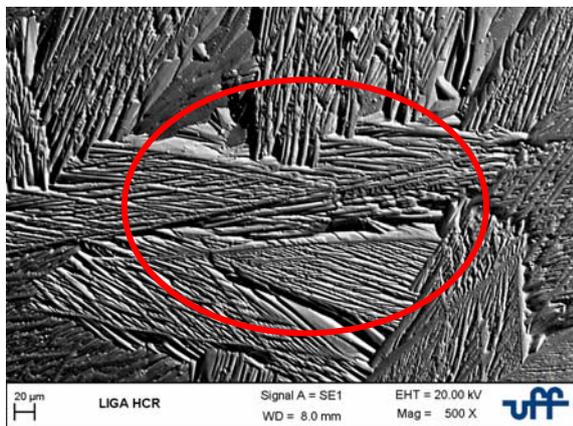


(b)

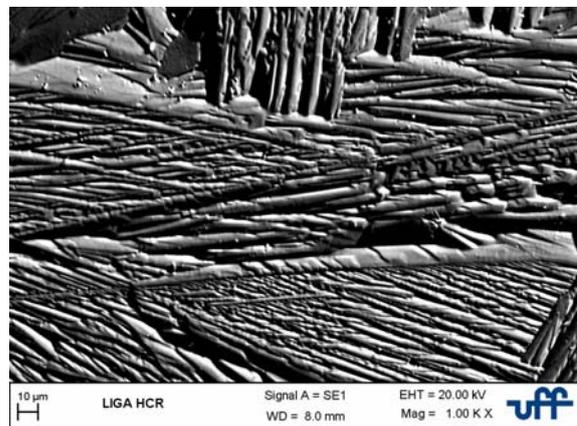


(c)

Figura 2. Imagens de Elétron Secundários oriundas da análise no MEV da **LIGA 2**, oriundas da preparação metalográfica (descrita no item 2.3) de acordo com o **Procedimento "b"**: (a) borda da amostra, 500x, (b) detalhe em 1.000x da Figura 2a, e (c) centro da amostra, 500x.



(a)



(b)

Figura 3. Imagens de Elétron Secundários oriundas da análise no MEV da **LIGA 1**, oriundas da preparação metalográfica (descrita no item 2.3) de acordo com o **Procedimento "a"**: (a) 500x e (b) detalhe em 1.000x da Figura 3a.

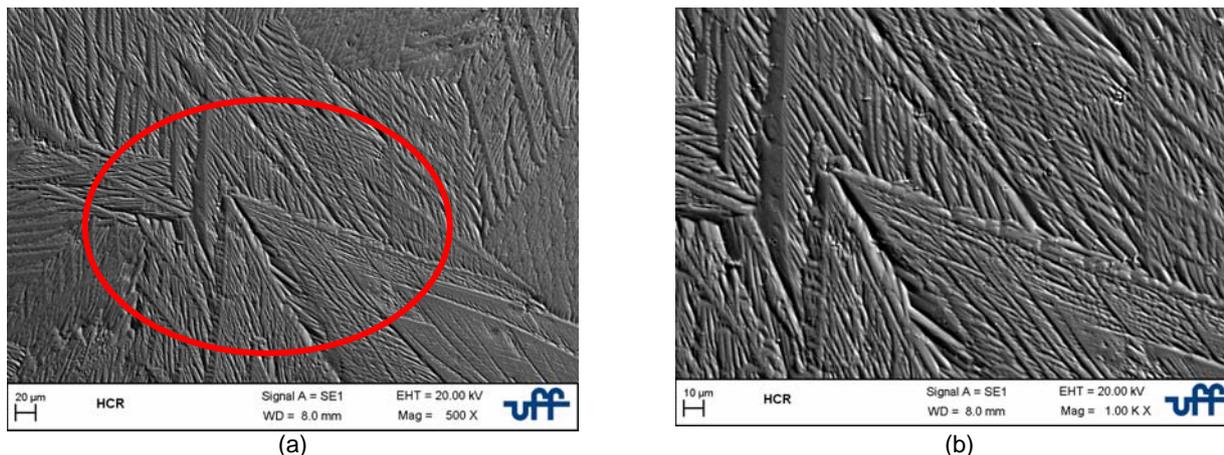


Figura 4. Imagens de Elétrons Secundários oriundas da análise de MEV da amostra da **LIGA 1**, oriundas da preparação metalográfica (descrita no item 2.3) de acordo com o **Procedimento “b”**: (a) 500x e (b) detalhe em 1.000x da Figura 4a

4 DISCUSSÃO

De posse destas evidências químicas (Tabela 1) e estruturais reveladas nas análises de DSC, RE e microdureza (Tabelas 2 e 3), procedeu-se à preparação metalográfica das amostras tendo como roteiro dois procedimentos de preparação (descritos no item 2.3) para as duas amostras em estudo. Ao utilizar o Procedimento “a” de preparação pode-se observar após o ataque químico para contraste da microestrutura a presença de martensita em ambas as Ligas (Figuras 1 e 3). O que se encontra em desacordo com a análise de DSC, RE e de microdureza para a amostra da LIGA 2 (Tabelas 2 e 3), visto que a mesma é austenítica à temperatura ambiente. Sendo assim, é notório que o Procedimento “a” de preparação utilizado promoveu esforços mecânicos o suficiente para a transformação de B2→B19’ induzida por tensão, seguida de reorientação das variantes de B19’, somando-se a deformação por deslizamento de discordância. Justificando assim a fixação de uma microestrutura martensítica na superfície observada da LIGA 2 austenítica (Figura 1). Dessa forma, podemos inferir que durante a preparação metalográfica, relativa ao Procedimento “a”, a amostra da LIGA 1 (Figura 3) também foi submetida a deformação por deslizamento de discordâncias à qual se veio somar a deformação pela reorientação das variantes de B19’. Este fato pode ser suportado pela evidência dos valores de dureza (Tabela 3), sendo a martensita mais macia que a austenita, as deformações introduzidas pelo Procedimento “a” de preparação foram suficientes para deformação por deslizamento discordâncias em ambas as Ligas, após ter ocorrido a transformação induzida por tensão (B2→B19’) na LIGA 2 e a reorientação das variantes de B19’ em ambas as ligas.^(3,5,6,11,13)

Ao adotar o novo Procedimento de preparação metalográfica (Procedimento “b”) se teve o cuidado de pressionar o mínimo possível a amostra contra as lixas durante a etapa de lixamento manual e também contra os panos de polimento na etapa de polimento manual com diamante. Somando-se a estes fatos o uso de menores tempos nas etapas de polimento com diamante de 6 µm (30 minutos no Procedimento “a” e 20 minutos no Procedimento “b”) e com sílica (90 minutos no Procedimento “a” e 30 minutos no Procedimento “b”). Após o ataque químico para contraste da microestrutura das amostras preparadas de acordo com o Procedimento “b” verificaram-se significativas alterações microestruturais nas

superfícies de análise. No que diz respeito à amostra da LIGA 2 somente as regiões da borda da amostra (junto a interface amostra resina de embutimento) apresentaram evidências de martensita com relevo profundo e bem definido, conforme mostrado na Figura 2a e no seu detalhe na Figura 2b. Porém ao se analisar a região central da amostra da LIGA 2 preparada segundo o mesmo Procedimento (“b”) verifica-se evidências de martensita pouco definida e com leve relevo, como mostrado na Figura 2c. Ao observar o resultado da preparação metalográfica segundo o Procedimento “b” da amostra da LIGA 1 após ataque químico (Figura 4a,b) verifica-se uma microestrutura martensítica mais refinada que aquela apresentada na Figura 3a,b (Procedimento “a” de preparação metalográfica). Estas evidências sugerem que o Procedimento “b” de preparação metalográfica não introduziu tanta deformação na superfície e sub-superfície das amostras em estudo, porém como algumas regiões martensíticas bem definidas se fizeram presentes na superfície da amostra da LIGA 2. Sendo assim, é notório que precisa-se atuar nas últimas etapas da preparação com o intuito de remover por completo as camadas de deformação introduzidas principalmente com as primeiras lixas no lixamento, as quais são mais difíceis de remover seus efeitos junto a borda da amostra próximo a resina de embutimento.

5 CONCLUSÃO

Com base nas evidências das análises químicas, termofísicas e mecânicas na condição como recebida e procedimentos de preparação metalográfica adotados nos presente trabalho, podemos concluir que:

- a temperatura ambiente a liga rica em Ti (Liga 1) é martensítica e a rica em Ni (Liga 2) é austenítica;
- o Procedimento “a” de preparação metalográfica, promoveu a fixação de martensita na superfície de análise da Liga 2. Como também promoveu o aumento da espessura das agulhas da martensita presentes na superfície de análise da Liga 1 a qual é martensítica a temperatura ambiente;
- o Procedimento “b” de preparação metalográfica, apesar de estar associado ao emprego de níveis inferiores de esforços mecânicos, não foi suficiente para remover por completo a deformação permanente introduzida na superfície de análise da Liga 2, a qual revelou ainda regiões com presença de martensita;
- estas ligas em estudo são susceptíveis a modificações estruturais por transformação $B2 \rightarrow B19'$ de fase induzida por tensão e/ou reorientação das variantes de $B19'$ à qual se vem somar a deformação por deslizamento de discordâncias, fatores que irão produzir durante um procedimento de preparação metalográfica inadequadas informações microestruturais na superfície do material, as quais nada têm a ver com a microestrutura do material (com base na sua composição química e campo de estabilidade de fases).

Agradecimentos

Os autores agradecem a Faperj pelos subsídios concedidos ao projeto APQ-1 (E-26/110.414/2010 – A.S. Paula) e bolsa de iniciação científica (E-26/101.365/2010 - T.G. Andrade), e ao CNPq pela bolsa de doutorado (S.B. Ribeiro) e bolsa de iniciação científica PIBIC (IC101228 - D.C. Silva). Os autores K.K. Mahesh e F.M.



Braz Fernandes agradecem a FCT/MCTES pelo suporte financeiro plurianual ao CENIMAT/I3N. O autor J. Otubo agradece a FAPESP (2000/09730-1), CAPES, CNPq Universal (473612/2006-2), CNPq Casadinho - UFCG/ITA (620091/2008-8); CNPq PQ 303624/2008-6; FINEP/PRO-INFRA e AEB. Os autores agradecem ao Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da UFF pela utilização do MEV e equipamentos de preparação e análise de amostras.

REFERÊNCIAS

- 1 OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. Shape Memory Materials, Cambridge University Press, 1998.
- 2 OTUBO, J.; RIGO, O.D.; COELHO, A.A.; NETO, C.M.; MEI, P.R. The Influence of Carbon and oxygen Content on the Martensitic Transformation Temperatures and Enthalpies of NiTi Shape Memory Alloy, *Materials Science and Engineering A*, v. 481-482, p. 639-642, 2008.
- 3 MELTON, K.N.; MERCIER, O. The mechanical properties of NiTi-based shape memory alloys, *Acta Metallurgica*, v. 29, p. 393-398, 1981.
- 4 MELTON, K.N. Ni-Ti Based Shape Memory Alloy, in: *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys* (Ed. Duerig T.W.), pp. 21-35, Butterworth-Heinemann, London, 1990, Editorial.
- 5 LOPEZ, H.F.; SALINAS, A.; CALDERON, H. Plastic straining effects on the microstructure of a Ti-rich NiTi shape memory alloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 32, p. 717-729, 2001.
- 6 PAULA, A.S.; SILVA, R.J.C.; CANEJO, J.P.H.G.; MAHESH K.K.; BRAZ FERNANDES, F.M. Tensile Test Fracture Analysis in Ti-Rich Niti Shape Memory Alloy, In: *Proceedings da 10th Portuguese Conference on Fracture*, Fev. 2006.
- 7 PAULA, A.S.; SANTOS, C.M.L.; CANEJO, J.H.P.G.; MAHESH, K.K.; BRAZ FERNANDES, F.M.; VIANA, C.S.C. Textural Evolution in Ti rich and Ni rich Ni Ti Shape Memory Alloys Submitted to Thermomechanical Treatment with Marforming Steps, In: *Proceedings do 62º Congresso Anual da ABM*, p. 3426-3434, 2007.
- 8 PAULA, A.S., MAHESH, K.K., BRAZ FERNANDES, F.M., Textural Evolution by Multiple Steps of Marforming in Ti-Rich Ni Ti Shape Memory Alloy, *Proceedings do ESOMAT2009*.
- 9 LACKMANN, J. REGENSPURGER, R., MAXISCH, M., GRUNDMEIER, G., MAIER, H.J. Defect Formation in Thin Polyelectrolyte Films on Polycrystalline NiTi Substrates, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 3, p. 436-445, 2010.
- 10 MAO, S.C., LUO, J.F., ZHANG, Z. WU, M.H., LIU, Y., HAN, X.D. EBSD Studies of the Stress-induced B2-B19' Martensitic Transformation in NiTi Tubes under Uniaxial Tension and Compression, *Acta Materialia*, v. 58, p. 3357-3366, 2010.
- 11 LACKMANN, J., NIENDORF, T., MAXISCH, M., GRUNDMEIER, G., MAIER, H.J., High-resolution in-situ Characterization of the Surface Evolution of a Polycrystalline NiTi SMA-alloy under Pseudoelastic Deformation, *Materials Characterization*, v. 62, p. 298-303, 2011.
- 12 BRAZ FERNANDES, F.M.; PAULA, A.S.; CANEJO, J.; MAHESH, K.K.; SILVA, R.J.C. Kinetics Characterization of Martensitic Transformation on Ti-Rich NiTi SMA, In: *Proceedings do SMST2004*, p. 51-56, 2004.
- 13 PAULA, A.S. Tratamentos termomecânicos de ligas do sistema Ni-Ti: Caracterização estrutural e otimização das propriedades associadas ao efeito de memória de forma, Tese de Doutorado, FCT/UNL, 2006.