

OBTENÇÃO DA LIGA DE NITINOL POR METALURGIA DO PÓ CONVENCIONAL¹

Samanta Bianchi Vearick²
Marcelo Dall'Onder Michelin³
Eduardo Cristiano Milke⁴
Lirio Schaeffer⁵

Resumo

O processo de obtenção da liga foi iniciado pela determinação do tempo de mistura em moinho atritor de pós elementares de níquel e titânio, seguido do processo de compactação e sinterização. As misturas de pós e os corpos de prova sinterizados foram analisados por difração de raio-X, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e distribuição granulométrica. A análise dos resultados evidencia a obtenção da liga de Nitinol, com os melhores resultados na mistura de pós de 4 horas.

Palavras-chave: Nitinol; Metalurgia do pó; Obtenção da liga.

NITINOL ALLOY OBTAINMENT BY POWDER METALLURGY

Abstract

The alloying process included determination of the milling time for a mixture of nickel and titanium powders followed by compaction and sintering. The powder mixture and the sintered billets were analyzed by X-ray diffraction, scanning electron microscopy (SEM) and granulometry. The analyses showed that alloying was successful, with the best results obtained with 4 hours of milling.

Key words: Nitinol; Powder metallurgy; Alloying.

¹ Contribuição técnica apresentada na 61º Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro – RJ

² Engenheira Metalúrgica. Pesquisadora do Laboratório de Transformação Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

³ Engenheiro Mecânico. Pesquisador do Laboratório de Transformação Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

⁴Dr. Eng. Pesquisador do Laboratório de Transformação Mecânica – Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

⁵Dr. Ing. Coordenador do Laboratório de Transformação Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

INTRODUÇÃO

O Nitinol apresenta um grande interesse científico e comercial devido as suas propriedades, como: memória de forma, excelentes propriedades mecânicas, boa resistência à corrosão e biocompatibilidade.⁽¹⁾ O potencial uso para as ligas com memória de forma tem-se tornado o corpo de muitos projetos de pesquisa. As diversas aplicações para estes metais tem sido de incrível importância para o mundo, tanto em nossos dias como no que esperamos do futuro. O Nitinol pode ser empregado nas mais diversas áreas, como: em aeronaves F-14 desde o final dos anos setenta; na medicina: arames ortodônticos, *stents*, filtros de veia cava, fio guia para cateterismo, entre outras aplicações.⁽²⁾

A obtenção da liga de Nitinol pelo processo de fundição já é bastante conhecido, surge então a metalurgia do pó com suas diversificadas rotas como um método de fabricação alternativo. Pode-se citar como os mais utilizados: *Reactive Sintering*, *Explosive Shock Synthesis* e *Hot Isostatic Pressing*.⁽³⁾ Uma das dificuldades do uso do processo de metalurgia do pó é a tendência de formação de outras fases intermetálicas como: NiTi_2 e Ni_3Ti , conforme Figura 1, que não apresentam memória de forma.⁽⁴⁾

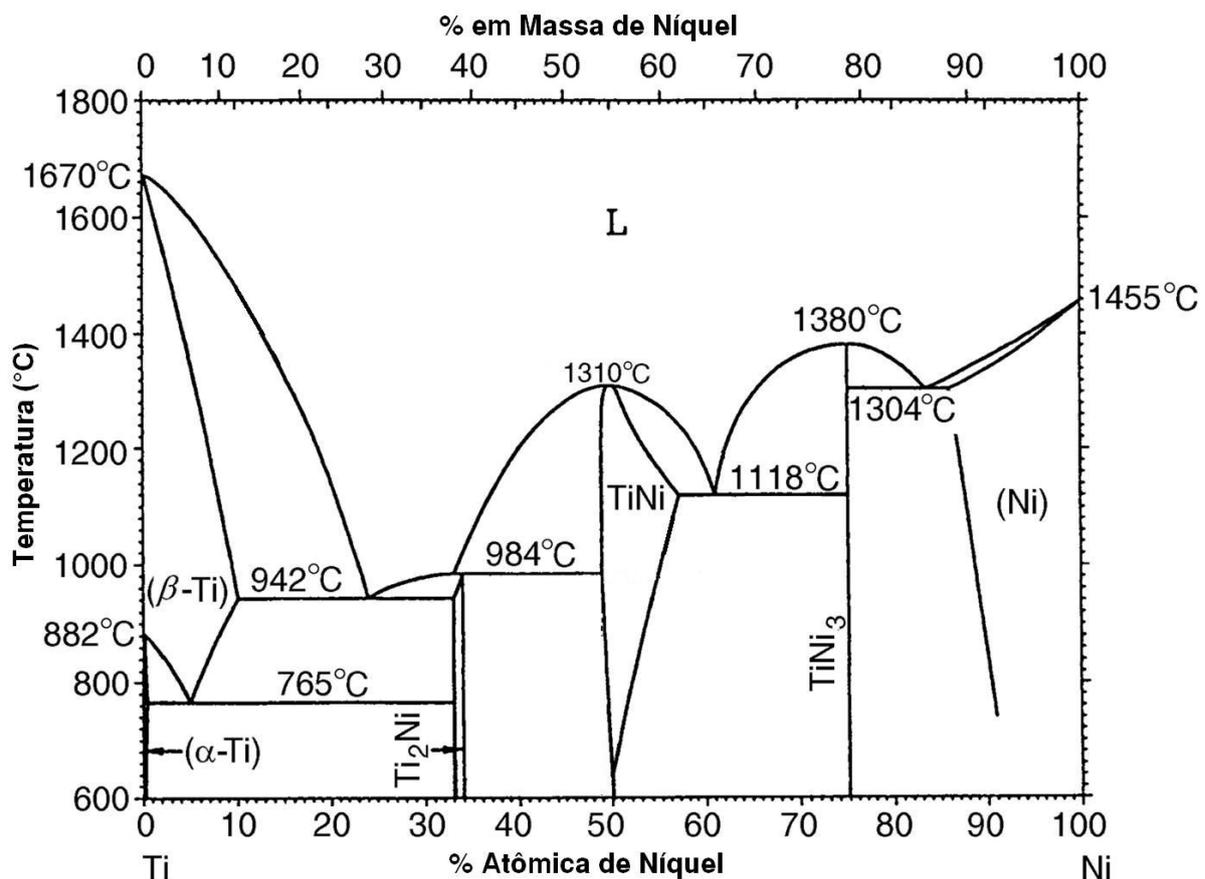


Figura 1. Diagrama de fases do Nitinol.⁽⁵⁾

MATERIAIS E MÉTODOS

Na mistura foram utilizados pós de níquel e titânio com 99,8% e 99,5% de pureza, respectivamente. Ambos possuem granulometria de 325mesh (equivalente a 44,5 μ m) e foram fornecidos pela empresa Alfa Aesar (Washington, E.U.A.).

A mistura de pós fora realizada no moinho atritor da empresa NETZSCH (Pomerode, Santa Catarina, Brasil) modelo MOLINEX PE 5 utilizando atmosfera controlada de argônio e refrigeração a água, a rotação foi fixada em 800RPM na proporção de 50% em massa de pó de Ni e 50% em massa de pó de Ti. Também foi utilizado lubrificante estearato de zinco em 1% da massa total de Ni e Ti e a proporção de esferas e pó fora de 10:1 em massa, respectivamente. As misturas foram diferenciadas pela variação do tempo de processo em ½, 1, 2 e 4 horas.

Terminadas as misturas, foram caracterizados os pós através de análise de raio-X e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O levantamento da curva de diâmetro vs. tempo foi realizado pelo método de MacCammon com eficiência de 97% em um Granulometro à Laser Cilas 1064.⁽⁶⁾

Foram compactadas 8 gramas de cada tempo de mistura em prensa de ação simples. Estas amostras foram sinterizadas à 980°C por 8h, conforme Figura 2.

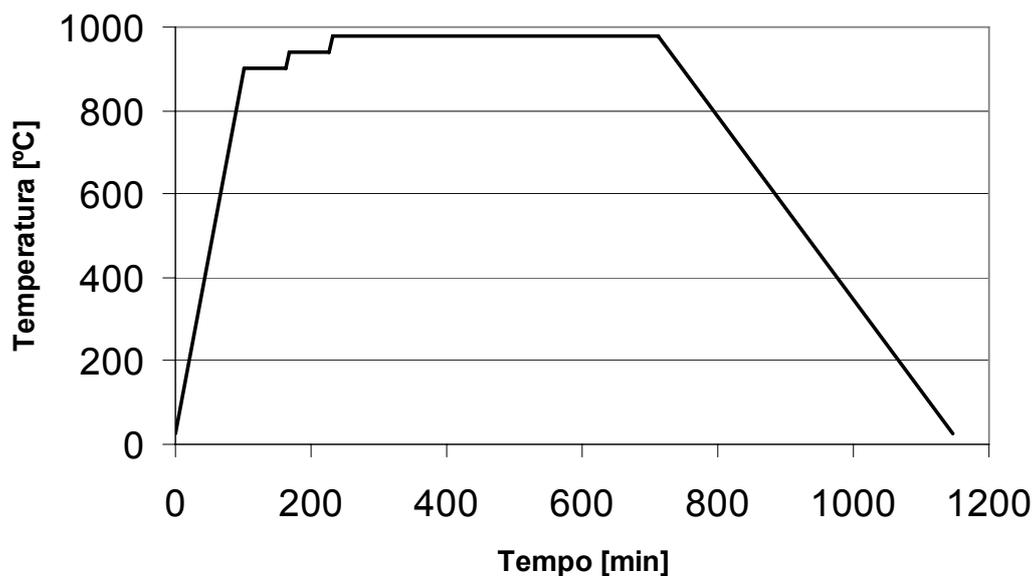


Figura 2. Curva de sinterização utilizada.

Após a sinterização foram realizadas análise de raio-X e metalografia, onde as amostras foram lixadas de 100 a 1000mesh e polidas com pasta de diamante de 1 e 4 μ m sendo, após, atacadas quimicamente com a seguinte solução: 2mL de ácido fluorídrico, 5mL de ácido nítrico e 30mL de ácido acético glacial.

RESULTADOS

A Figura 3 apresenta o resultado da difração de raio-X dos diferentes tempos de mistura dos pós de níquel e titânio.

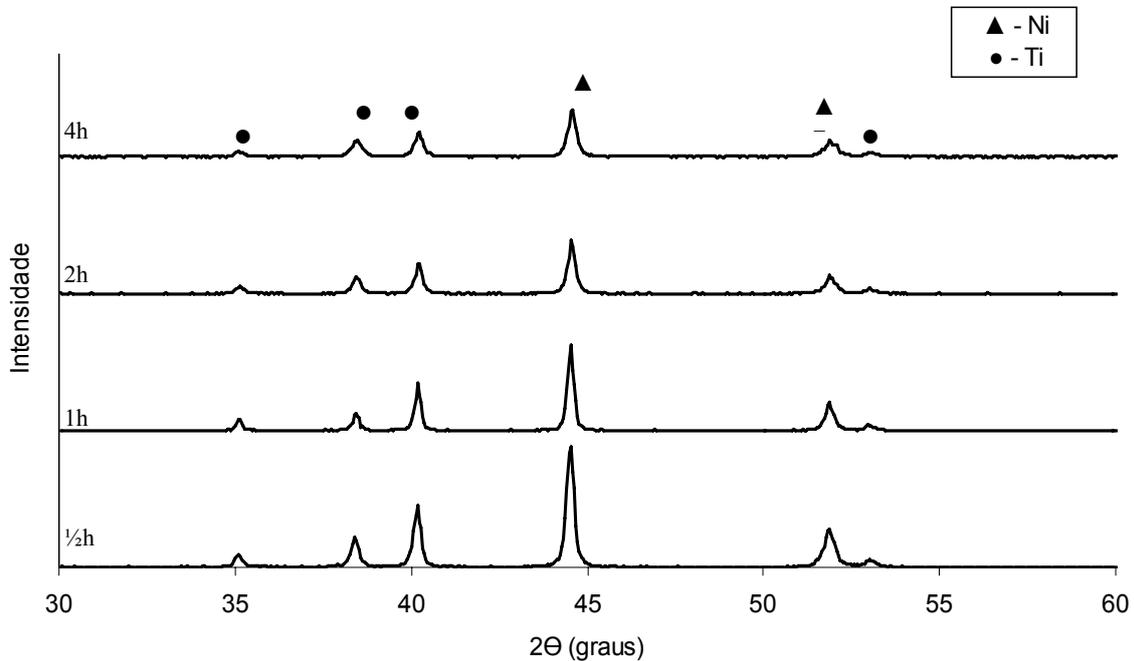


Figura 3. Análise de raio-X dos pós após diferentes tempos de mistura.

Paralelamente com o difratograma de raio-X foi realizada a distribuição granulométrica das misturas, Figura 4.

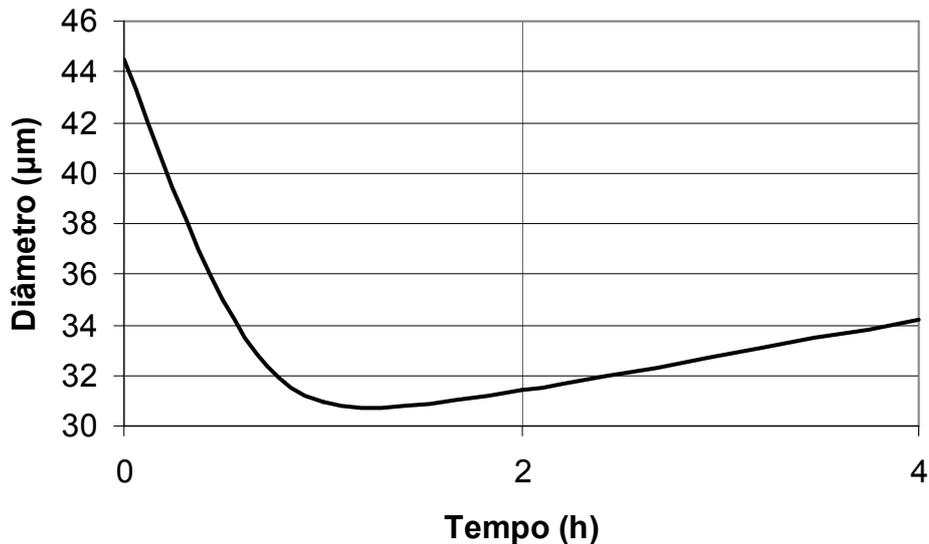


Figura 4. Distribuição granulométrica utilizando método MacCammon.

Complementando os ensaios citados tem-se a análise no MEV de todos os tempos de mistura dos pós que possibilita visualizar as micrografias, conforme a Figura 5.

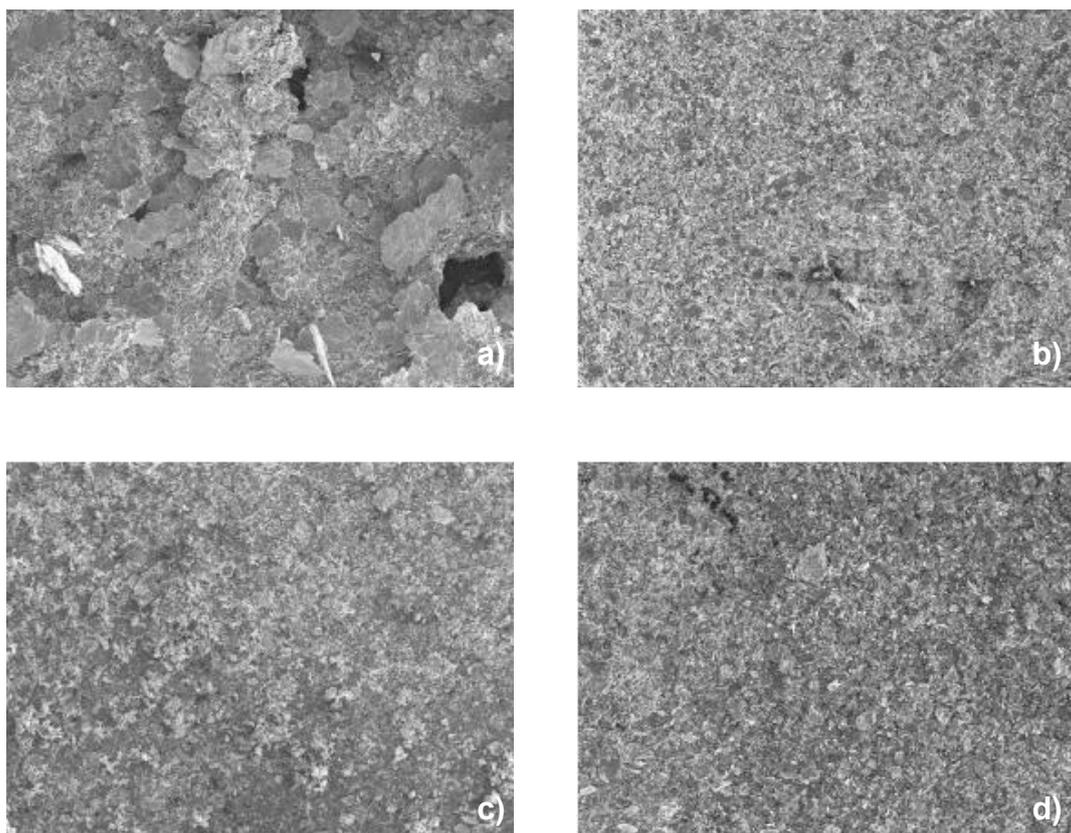


Figura 5. Análise das diferentes misturas de pós no MEV: a) ½ hora; b) 1 hora; c) 2 horas, d) 4 horas. Todas as micrografias estão com aumento de 50x.

Após as misturas, as amostras foram compactadas, sinterizadas e divididas em duas partes. A primeira foi encaminhada ao raio-X, conforme figura 6, e da outra parte foi realizado o ensaio metalográfico, cujas micrografias são apresentadas na Figura 7.

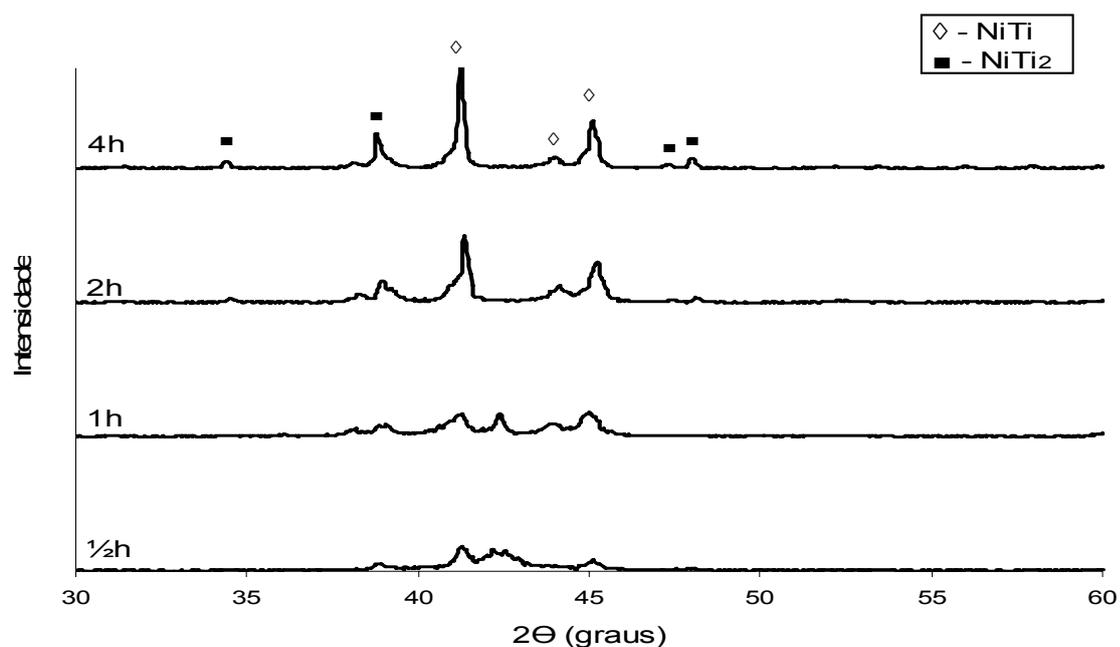


Figura 6. Difratoograma de raio-X das amostras sinterizadas.

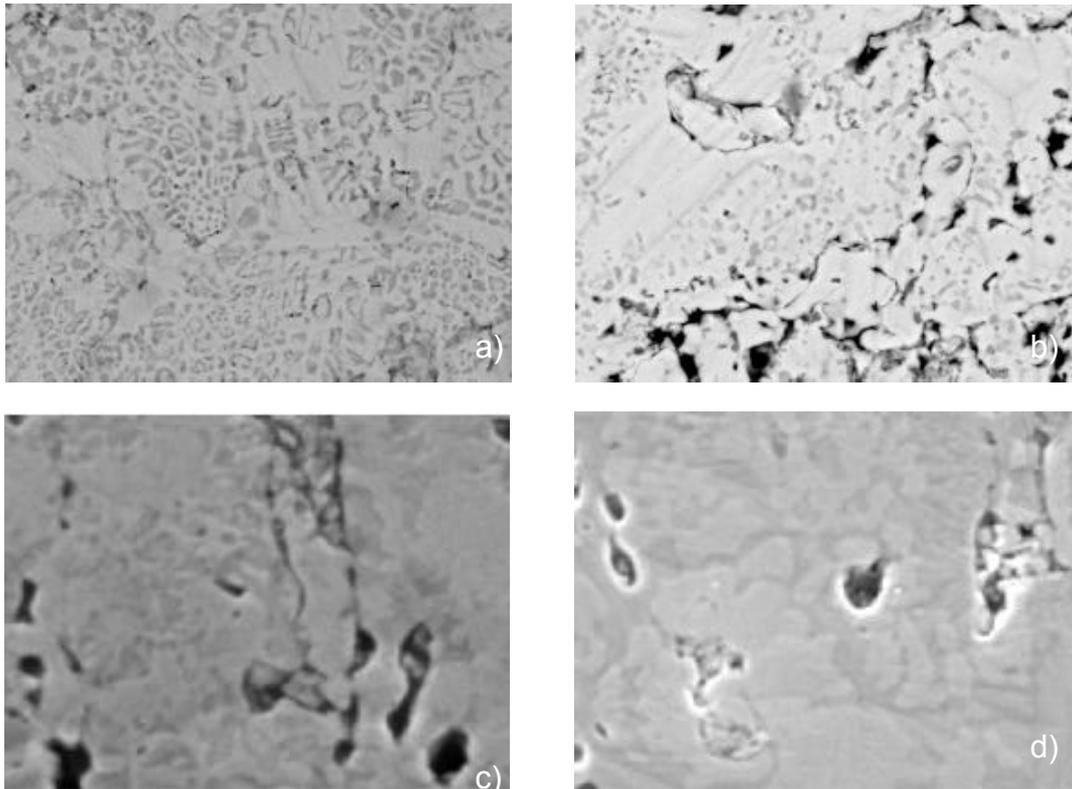


Figura 7. Análise metalográfica das peças sinterizadas: a) ½ hora; b) 1 hora; c) 2 horas; d) 4 horas. Todas as imagens apresentam aumento de 3000X e foram atacadas quimicamente.

DISCUSSÕES

A caracterização dos pós foi realizada através dos difratogramas de raio-X, onde observa-se que aumentando o tempo de mistura dos pós há uma redução na intensidade das linhas de difração. Na distribuição granulométrica, conforme esperado ocorre uma diminuição no tamanho de partícula até o tempo de mistura de 1 hora, a partir de 2 horas as partículas apresentam um aumento de tamanho devido a segregação que ocorre durante a moagem. Essa segregação ocorre até um certo nível de encruamento, onde então as partículas cisalham e o processo recomeça. Este comportamento, no caso do nitinol, ocorre com tempo de mistura superior a 4 horas quando realizado nas condições deste trabalho.

Através dos difratogramas das peças sinterizadas observa-se que quanto maior o tempo de mistura do pó, maior a evidência de nitinol nas peças sinterizadas.

CONCLUSÕES

Tornou-se decisivo o resultado da difração de raio-X, que apresenta a mistura de 4 horas como melhor resultado, por ser mais intensificada a presença de Nitinol. Sendo assim, o resultado mais eficaz foi obtido com a mistura de pós de 4 horas sinterizada à 980°C por 8h.

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.

Ao MSc. Eng. Antônio Schigueaki Takimi pela realização dos difratogramas de raio-X no Laboratório de Materiais Cerâmicos da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LACER/UFRGS).

Aos bolsistas de Iniciação Científica do Laboratório de Transformação Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LdTM/UFRGS) Leonardo Bittencourt da Silva e Maurício Tejada Nunes pelo auxílio na preparação das amostras.

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

- 1 SAITO, S., WACHI, T., HANADA S. A new fabrication process of TiNi shape memory wire. *Materials Science and Engineering*, v. A161, p.91-96, 1993.
- 2 BRAGA, A. A. C., LIMA, S. L. T. Materiais inteligentes (smart materials). *Revista Científica do IMAPES*, v. 1, n.1, p. 5-12, abril. 2003.
- 3 LOCCI, A. M., ORRÙ, R., CAO G., MUNIR, Z. A. Field-Activated pressure-assisted synthesis of NiTi. *Intermetallics*, v. 11, p. 555-571, 2003.
- 4 BRAM, M., AHMAD-KHANLOU, A., HECKMANN, A., FUCHS, B., BuCHKREMER, H.P., STÖVER D. Powder metallurgical fabrication processes for NiTi shape memory alloy parts. *Materials science and Engineering*, v. A337, p. 254-263, 2002.
- 5 MCNEESE, M. D., LAGOUDAS, D. C., POLLOCK, T. C. Processing of TiNi from elemental powders by hot isostatic pressing. *Materials Science and Engineering*, v. A280, p. 334-348, 2000.
- 6 DIAS, J. M. A. A análise sedimentar e o conhecimento dos sistemas marinhos. Portugal: Universidade do Algarve, 2004.

¹61º ABM Anual Congress – July 24 to 27, 2006 – Rio de Janeiro – RJ – Brazil

²*Metallurgical Engineer. Researcher of Metal Working Laboratory of Federal University of Rio Grande do Sul.*

³*Mechanical Engineer. Researcher of Metal Working Laboratory of Federal University of Rio Grande do Sul.*

⁴*Dr. Eng. Researcher of Metal Working Laboratory of Federal University of Rio Grande do Sul.*

⁵*Dr. Ing. Coordinator of Metal Working Laboratory of Federal University of Rio Grande do Sul.*