

SINTERIZAÇÃO CONVENCIONAL DAS LIGAS NiTi EQUIATÔMICA E Ti₄₄-Ni₄₇-Nb₉ A PARTIR DE PÓS ELEMENTARES *

*Clara Beatriz Melo Moreira Caminha¹
Claudio José Ferro de Sá Ferreira Vasconcelos¹
Gabriel Fernandez Santos¹
Harllon Oliveira da Paz¹
Landerman Guimarães Lima¹
Tales Chaves Bezerra Rocha¹
Rodolfo da Silva Teixeira²
Andrey de Moraes Barcelos Casanova²
Naiara Vieira Le Sénéchal²
Thiago Henrique Fernandes Dias Ferrão²
Patrícia Freitas Rodrigues³
Talita Gama de Sousa³
Andersan dos Santos Paula⁴*

Resumo

O presente trabalho busca avaliar a viabilidade de produção de ligas de NiTi equiatômica e a liga ternária Ti₄₄-Ni₄₇-Nb₉, candidatas a apresentarem memória de forma, a partir do uso de pós elementares de alta pureza (Ti, Ni e Nb) em condições de sinterização convencional indicadas como boas práticas na literatura. O processamento deu-se a partir da simples mistura dos pós em moinho sem bolas, prensagem e sinterização convencional com fluxo passante de argônio a 1050 °C por quatro horas com taxa de aquecimento 10 °C/min e resfriamento com inércia térmica do forno. Os resultados das análises macroestruturais destacaram a presenças de poros em maior dimensão para a liga ternária. No entanto, pelos resultados de microscopia eletrônica de varredura em confronto com as análises de difração de Raios X, as duas ligas apresentaram microestrutura homogênea com matriz metálica baseada no intermetálico NiTi, concomitantemente à formação de precipitados de Ni_3Ti_2 e Ti_2Ni , à presença de óxidos (Ti_2O) e à presença de TiNb na liga ternária, sem retenção de nióbio puro na sua estrutura.

Palavras-chave: Memória de forma; Sinterização convencional; Liga NiTiNb; Microestrutura.

EQUIATOMIC NiTi AND Ti₄₄-Ni₄₇-Nb₉ ALLOY CONVENTIONAL SINTERING FROM ELEMENTARY POWDERS

Abstract

This paper focus on the production's viability of equiatomic NiTi alloy and ternary Ti₄₄-Ni₄₇- Nb₉ alloy, which has shape memory, based on Ti, Ni and Nb elemental powders, using conventional sintering based on the literature. The process started with a simple mix in ball mill, pressing and conventional sintering with argon flow and under 1050 °C per 4 hours, with 10 °C/min heating rate, and finally freezing with furnace thermal inertia. The analysis of macrostructural results shows more pores for the ternary alloy. On the other hand, the results of the scanning electron microscopy, in addition to the results of the X-ray diffraction, show that both alloys have homogeneous microstructure with a metallic matrix based on NiTi, in addition to precipitates (Ni_3Ti_2 and Ti_2Ni) and oxides (Ti_2O) formation in both alloys and TiNb precipitates on the ternary alloy, but without pure Nb on its structure.

Keywords: Shape memory; Elemental powder sintering; NiTiNb alloy; Microstructure.

- ¹ *Graduandos em Engenharia no Curso de Formação e Graduação (CFG), Curso Básico (SE-1), Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ² *Doutorandos do Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM), Seção de Engenharia de Materiais (SE-8), IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ³ *Pós-doutorandas do PPGCM, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ⁴ *Eng^a Metalurgista, M.Sc., D.Sc., Professora Associada do PGCM e da Graduação, SE-8, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

1.1 Ligas com Memória de Forma

As Ligas com Memória de Forma (LMF) são capazes de, após uma deformação plástica, retornar à forma original através de dois fenômenos em função do campo de estabilidade de distintas fases: o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE). A mudança de fase desses materiais se deve à transformação Martensítica (TM), na qual há uma mudança de fase no estado sólido ocorrida durante o resfriamento ou imposição de uma sollicitação externa, onde a fase austenita (fase mãe, estável em maior temperatura) e a fase martensita (fase produto, estável em menor temperatura). O EMF se coloca presente quando se deforma a fase martensita estável nestes materiais e após a remoção completa da tensão se aquece a liga até o campo de estabilidade da fase austenita para reversão da transformação e recuperação da forma original. Por outro lado, no campo de estabilidade da fase austenita se esta for deformada irá se transformar em martensita, mas se a tensão imposta for removida ter-se-á a reversão da transformação e recuperação completa da forma sem alteração da temperatura, contextualizando a Superelasticidade (SE) [1].

Dentro deste contexto, insere-se o estudo das ligas a base do intermetálico de NiTi, que exibem as melhores propriedades mecânicas no âmbito dos intermetálicos e apresentam tanto EMF quanto SE, o que amplia seu campo de aplicação. No que tange à estrutura da liga, ela assume uma estrutura cúbica de corpo centrada (CCC) desordenada quando em altas temperaturas e, em algumas faixas de temperaturas inferiores, com o decréscimo da temperatura ocorre uma transformação de desordem-ordem resultando em uma estrutura ordenada cúbica do tipo cloreto de cério (CsCl), denominada de austenita B2 e sendo fase mãe responsável pela TM [2]. Quando da transformação martensítica, seja por resfriamento ou aplicação de sollicitação mecânica, forma-se uma martensita de estrutura monoclinica, B19', e em alguns casos quando da presença de campos de tensões pode-se formar uma fase intermediária, também por TM, denominada fase R de estrutura trigonal com distorção romboédrica no ângulo α .

Shi *et al.* [3] estudaram uma a liga ternária do sistema NiTiNb, particularmente vinculada a composição química de Ti44-Ni47-Nb9 (% atômica) e avaliaram sua relação entre a deformação e a capacidade de recuperação conforme destacado na Figura 1.

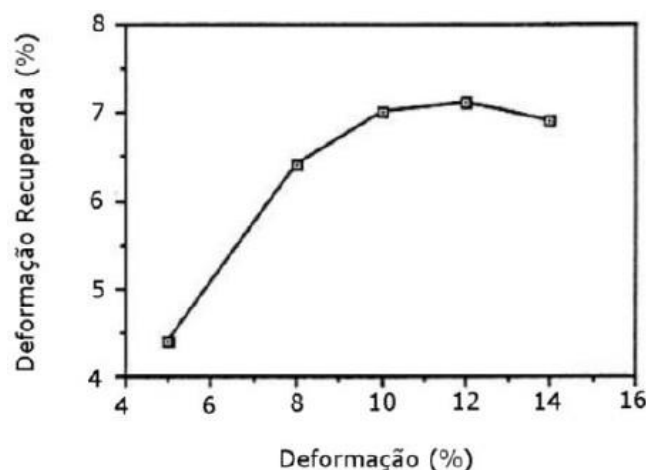


Figura 1. Efeito da pré-deformação da liga Ti44-Ni47-Nb9 (%at.) recozida a 850 °C na recuperação de forma, adaptado de [4].

Conforme, observado por Shi *et al.* [3], esta liga pode apresentar uma mistura de duas fases principais: uma matriz de NiTi e partículas de β -Nb dispersas, além de precipitados do sistema Ni-Ti-Nb. Há, neste material, a mesma propriedade EMF presente na liga de NiTi, entretanto, ao ser submetido a uma deformação plástica, sua recuperação é inferior à desta liga, possuindo um limite de recuperação de até 8% da deformação, ao passo que as ligas de NiTi conseguem uma recuperação completa para uma faixa de deformação de até 10%.

1.2 Metalurgia do Pó

Dentre as diversas técnicas de fabricação de produtos metálicos, destaca-se a metalurgia do pó, que consiste na produção de peças através da conformação de pós seguido por ou concomitante a sinterização. No caso do processo onde a conformação dos pós é conduzida a temperatura ambiente e posteriormente realizada a sinterização, é denominado de sinterização convencional. Nesse processo, o material é submetido a temperaturas elevadas, abaixo do seu ponto de fusão e sob atmosfera controlada para que não haja interação da amostra com o oxigênio. Através do fenômeno de empescoçamento, no qual há um aumento da superfície de contato das partículas, observa-se o principal fator responsável pelo início do processo de sinterização: diminuição da tensão superficial. Essa condição, aliada ao aumento da temperatura, facilita a difusão, obtendo-se a efetiva formação das ligações metálicas [5].

O processo é ecologicamente viável e exerce menor impacto ambiental em comparação aos processos tradicionais, principalmente devido ao menor consumo de energia e à utilização mais efetiva da matéria prima. Além disso, esse método permite a associação da fabricação em larga escala com o devido controle dimensional, reduzindo as perdas de matéria prima e, conseqüentemente, diminuindo os custos de produção [6]. Além disso, a possibilidade de se conjugar peças simples e partes sinterizadas também representa um fator de economia, permitindo a preservação da qualidade do produto, o alto controle composicional, a pureza dos componentes obtidos e a fácil automação dos processos. Essas vantagens fizeram com que a metalurgia do pó ganhasse cada vez mais espaço industrial, de modo que, atualmente, configura-se como uma importante fonte produtora de peças para praticamente todos os ramos da indústria, principalmente o automobilístico (cerca de 70% do volume produzido é destinado a componentes de suspensão, motores a combustão, câmbio e motores elétricos) [6].

Entretanto, em algumas situações, o uso da metalurgia do pó por meio da sinterização convencional não é viável. Um exemplo dessa inviabilidade faz-se presente no ramo comercial, onde a extração de peças a partir de uma matriz dificulta a produção de artefatos com furos ou rasgos.

Ademais, especialmente nas ligas do sistema de Ni-Ti, onde há razoável diferença de difusividade entre os elementos, torna-se difícil a formação de materiais densos. Além disso, fatores como tamanho médio das partículas influenciam no curso de fabricação, uma vez que pós mais grosseiros permitem, a princípio, uma maior quantidade de carga aplicada no momento da compactação, e pós mais finos tendem a se compactar melhor, o que diminui a retenção de poros no momento da sinterização.

No entanto, a produção de ligas, via metalurgia do pó, do sistema Ti-Ni-Nb depende de maior temperaturas. Em função de que o Nb, em relação ao Ni e Ti, tem maior

temperatura de fusão, para a sinterização, a partir de pós elementares, visando a obtenção de uma liga ternária TiNiNb exigirá temperaturas de sinterização superiores aquelas praticadas para a obtenção de ligas binárias de NiTi.

1.3 Objetivos

O objetivo do trabalho foi analisar as características das ligas baseadas em NiTi com e sem a adição de Nióbio, fazendo uso de parâmetros baseados em boas práticas de sinterização com uso de pós elementares de alta pureza e fabricação nacional e de acordo com literatura utilizada como base para definição da temperatura e tempo de encharque na sinterização [7]. De modo a cumprir tal objetivo, foi selecionada uma liga 44Ti – 47Ni – 9Nb a ser comparada com uma liga equiatômica baseada no intermetálico NiTi, fazendo uso da mistura de pós elementares, prensada a verde com carga similar e superior à adotada para a de composição equiatômica. As amostras sinterizadas foram avaliadas quanto a sua microestrutura via análise de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de Raios X (DRX).

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Materiais

Os materiais utilizados são pós de elevada pureza constituídos de titânio obtido por hidretação-dehidretação (HDH), níquel obtido por oxirredução (Redox) e nióbio de elevada pureza, sendo o primeiro fornecido e pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas, São Paulo (IPT/SP), o segundo pela empresa JB Química e o último pela Companhia Brasileira de Mineralogia e Mineração (CBMM). Foi fornecido pelos fabricantes, por meio de certificações, (como pode-se observar na Tabela 1), o percentual médio em peso, 99,56% de Ni, 99,41% de Ti e 99,12% de Nb.

Tabela 1. Composição mássica dos pós elementares de Ti, Ni e Nb utilizados no trabalho (% em massa)

| Pós Elementares | C | H | O | Ni | Fe | Ti | Nb |
|-----------------|------|------|------|-------|------|-------|-------|
| Pó de Ti | 0,02 | 0,04 | 0,41 | 0,04 | 0,08 | 99,41 | - |
| Pó de Ni | 0,07 | - | - | 99,56 | - | - | - |
| Pó de Nb | 0,01 | - | 0,30 | - | 0,10 | - | 99,12 |

2.2 Métodos

O fluxograma apresentado na Figura 2 retrata as etapas do experimento abordado neste trabalho.

Primeiramente, de modo a obter a mistura de pó associada as composições das ligas foco deste estudo, as porcentagens atômicas foram convertidas em porcentagem mássicas de acordo com a Tabela 2. Em seguida, os pós associados a cada uma das ligas foram pesados para se ter uma massa total de 20 g. Por fim, a mistura foi colocada em um vaso fechado para ser homogeneizada pelo processo de simples mistura em um moinho sem uso de bolas, em uma rotação constante por 10 minutos.

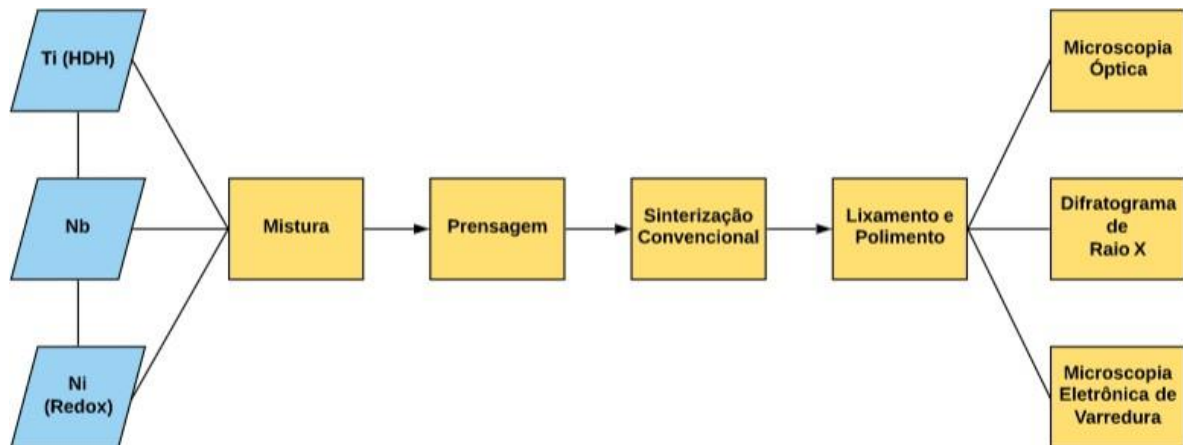


Figura 2. Fluxograma das etapas de produção de liga por metalurgia do pó e posterior análise.

Tabela 2. Balanço de carga TiNi e TiNiNb

| Ligas (% at) | % Peso | Mistura para 20 g |
|---------------|---------------------------------|--|
| Ti50-Ni50 | Ti: 44,9 Ni: 55,1 | Ti: 13,48 g Ni: 16,52 g |
| Ti44-Ni47-Nb9 | Ti: 30,1 Ni: 62,4 Nb: 7,5 | Ti: 6,02 g Ni: 12,47 g Nb: 1,51g |

Em seguida, 10 g da mistura foi colocada dentro da cavidade de uma matriz metálica de formato interno cilíndrico e com 20 mm de diâmetro interno, a fim de ser prensada e obter o chamado corpo ou pastilha verde. No experimento em questão, foram utilizadas cargas de 7 toneladas para as amostras Ti50-Ni50 e Ti44-Ni47-Nb9, além de uma carga de 9 toneladas para uma outra amostra de Ti44-Ni47-Nb9 tendo em vista que o material aceitava essa elevação de carga na prensagem (Tabela 3), obtendo-se assim pastilhas das ligas com as composições destacadas na Tabela 2 na forma de corpo/pastilha verde.

Tabela 3. Especificações das amostras das ligas em estudo e carga/tensão adotada nas respectivas prensagens

| Liga | Prensagem | | Nomenclatura das Amostras |
|------------------|----------------|-----------------|---------------------------|
| | Carga Aplicada | Tensão Aplicada | |
| 50%Ni-50%Ti | 7 ton | 218,5 MPa | A |
| 44%Ni-47%Ti-9%Nb | 7 ton | | B |
| 44%Ni-47%Ti-9%Nb | 9 ton | 280,9 MPa | C |

O corpo verde foi sinterizado em forno tubular (NOBODY modelo NBD-O1200-50IC) sob atmosfera com fluxo de argônio e com temperatura de encharque de 1050 °C durante 4 h, a qual foi atingida a partir de um gradiente de temperatura crescente a uma taxa de 10 °C/min. Após o decurso do tempo de encharque, o resfriamento ocorreu por inércia térmica. Após a obtenção das pastilhas das ligas metálicas sinterizadas, elas foram embutidas em resina acrílica de cura a frio para melhor manuseio do material durante a preparação metalográfica. A partir disso, realizou-se o processo de lixamento das amostras, utilizando uma série de lixas com granulometrias decrescentes, de 80 até 4000 mesh. Por fim, conduziu-se duas etapas de polimento. O primeiro utilizava um pano de polimento de maior dureza

junto a uma solução de alumina (20 g) com peróxido de hidrogênio de 40 volumes (20 mL) e água destilada (100 mL). Já o segundo polimento, com um pano de menor dureza, utilizou uma pasta de diamante sintético com granulometria de 3 μm , peróxido de hidrogênio de 40 volumes (10 mL) e lubrificante próprio para materiais não ferrosos (100 mL).

Através do microscópio óptico marca Olympus modelo BX53M, obteve-se imagens com ampliação de 50x da superfície polida das pastilhas sinterizadas com o intuito de registrar a presença de macroporos e ampliação de 200x para verificar a presença de microporos. Nas regiões onde não havia a evidência de poros a olho nu foi feita a caracterização da microestrutura do material sinterizado com auxílio do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) fazendo uso do detector de elétrons retroespalhados (BSED) a fim de evidenciar a homogeneidade da matriz metálica formada e qualquer presença de segunda fase, óxidos ou poros de menor dimensão. O equipamento utilizado foi um MEV com canhão de emissão de campo (FEG) do fabricante FEI, modelo Quanta 250 FEG, com tensão de 10 kV, spot size 4,5 e distância de trabalho de 10 mm. Tal equipamento também foi utilizado na caracterização, quanto a tamanho e formato, dos pós elementares de Ni, Ti e Nb, em condições de tensão de 10 (pó de Nb) e 20 kV (pós de Ti e de Ni), spot size de 5,0 e distância de trabalho de 10 mm com uso do detector de elétrons secundários.

Já as análises de difração de Raios X (DRX) foram conduzidas, a temperatura ambiente, através de um difratômetro com radiação $\text{Co K}\alpha$ (1,78901 Å) da marca PANalytical modelo X'PERT PRO MRD e detector PIXcel RMTS. Os ensaios foram realizados no modo Theta/2Theta acoplado, tensão de 40 kV, corrente de 40 mA, passo de 0,030° de 2Theta, tempo de varredura de 400 segundos por passo e a faixa angular de 20° a 100°. Estas análises foram realizadas com o objetivo de identificar as fases formadas nas distintas amostras em função da composição das ligas e tensão aplicada na prensagem prévia a sinterização. As fases foram identificadas conforme conduzida por Paula [8]:

- das fichas JCPDS (Ni - 88-2326, Ti - 44-1294, Nb - 89-3715, Ni₃Ti - 75-0878, Ni₄Ti₃ - 39-1113, Ni₃Ti₂ - 90-0006, Ti₂Ni - 72-0442, TiO₂ - 87-0920, Ti₄Ni₂O - 72-0443, TiC - 32-1383, e TiNb - 65-9438);
- das fichas obtidas via simulações no software PowderCell com geometria de Bragg- Brentano (NiTi (B2) - Estrutura cúbica do tipo CsCl e grupo espacial Pm-3m, NiTi (B19') - Estrutura monoclinica, grupo espacial P21/m, com parâmetros reticulares: $a_0 = 2,887 \text{ \AA}$, $b_0 = 4,120 \text{ \AA}$; $c_0 = 4,626 \text{ \AA}$ e $\beta = 98,8347^\circ$, e NiTi (R) - Estrutura trigonal e grupo espacial P3).

2.3 Resultados e Discussão

Para verificar a viabilidade de produção das ligas desejadas via sinterização convencional utilizando pós de titânio e de nióbio grosseiros em conjunto com um pó fino de níquel, foram apresentados resultados da caracterização morfológica individual dos pós elementares utilizados no estudo e da caracterização microestrutural das pastilhas sinterizadas a fim de criticar tanto dos aspectos associados aos pós em uso como também dos parâmetros de sinterização utilizados para esse trabalho.

2.3.1 Morfologia dos Pós

A partir da análise das imagens obtidas através das micrografias oriundas do MEV das partículas dos três pós elementares utilizados no estudo, constatou-se nítidas

diferenças de forma e dimensão entre elas (Figura 3). Relativamente ao tamanho, observou-se que as partículas de nióbio apresentam maior dimensão, superior a 300 μm , as de titânio de dimensão intermediária, com partículas grosseiras com dimensão próxima a 100 μm , e as de níquel com dimensão inferior, com grandes partes das partículas muito mais finas. Quanto ao formato, os pós de Nb e de Ti apresentam geometria irregular facetada e o pó de Ni, nas suas partículas de menor dimensão, geometria tendendo a esférica.

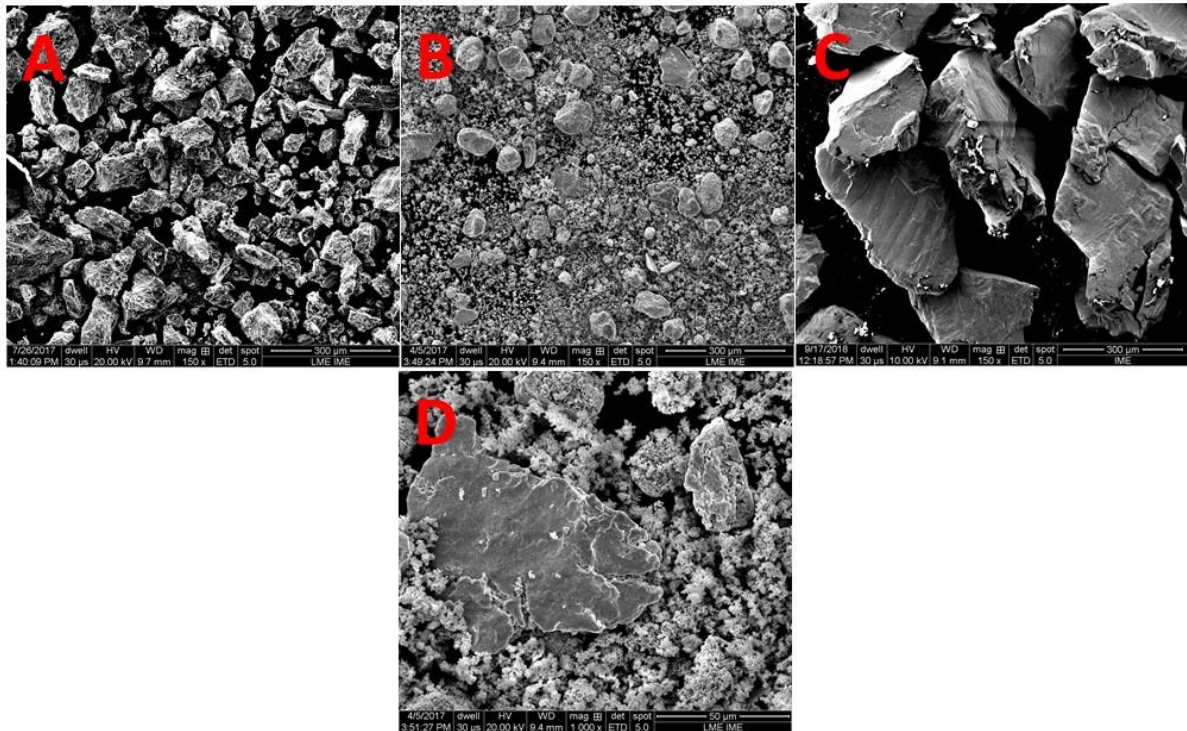


Figura 3. Aspecto morfológicos observados no MEV, com detector de elétrons secundários, dos pós elementares com aumento de (a,b,c) 150x e (d) detalhe do pó de Ni com 1000x.

Essas diferenças de tamanho e formato dos pós estão intimamente relacionadas à facilidade ou dificuldade de prensá-los e conseqüentemente na facilidade ou dificuldade de formar uma mistura homogênea (liga). Assim, espera-se que quanto menor o tamanho dos grãos, mais facilitado seja a formação da liga. Com essa visão, comparando com o artigo de Li e colaboradores [7], é possível observar que os autores fizeram uso de pós com uma menor granulometria e esféricos o que se distingue dos pós utilizados no presente trabalho. Portanto, analisou-se os efeitos dessas mudanças nos resultados.

2.3.2 Análise Microestrutural das Ligas Sinterizadas

Com base nos pós que foram misturados, prensados e sinterizados para a obtenção de pastilhas das ligas especificadas na Tabela 3, conduziu-se a análise microestrutural.

A partir da análise das imagens obtidas através das micrografias oriundas do microscópio óptico das três pastilhas sinterizadas, constatou-se que a amostra B (44%Ni-47%Ti-9%Nb com carga de 7 ton na superfície de análise resultante do desbaste na espessura da pastilha, apresenta uma distribuição de microporos superficiais heterogênea com alguns macroporos quando comparada às demais

amostras (Figura 4). No entanto, não é possível inferir como a carga de prensagem influenciou no tamanho desses poros, pois não foi realizada nenhuma análise volumétrica do perfil de distribuição de poros.

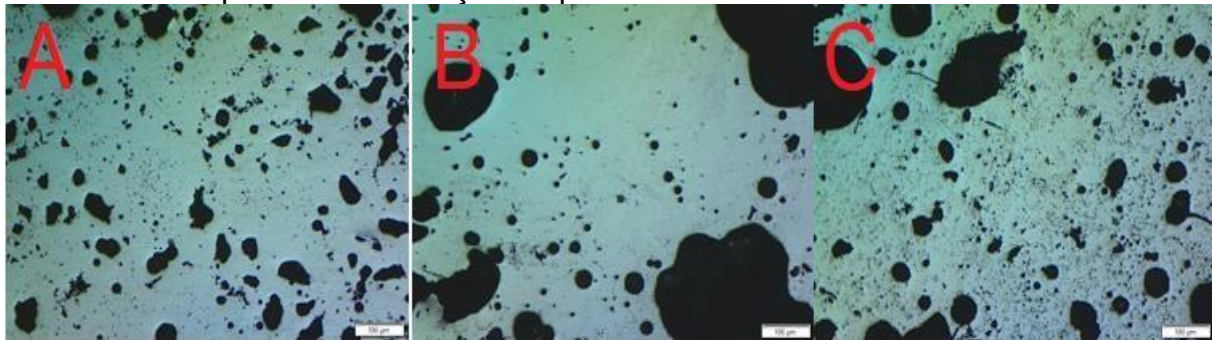


Figura 4. Micrografia obtidas por microscopia óptica das pastilhas sinterizadas, com aumento de 50x: (a) Ni50-Ti50, 7 ton; (b) Ti44-Ni47-Nb9, 7 ton; (c) Ti44-Ni47-Nb9, 9 ton.

Na sequência, analisou-se as imagens obtidas através das micrografias oriundas do microscópio óptico das mesmas três pastilhas com uma ampliação de 200x (Figura 5). Nessa nova análise, no plano de desgaste em análise, constatou-se que a amostra B apresenta menor quantidade de microporos superficiais quando comparada à amostra C (44%Ni-47%Ti-9%Nb com carga de 9 ton). Esse fato constitui mais uma evidência para o caráter heterogêneo da amostra B, que apresentou microporos superficiais maiores e mais espaçados, contrastando com o caráter mais homogêneo da amostra C, que apresentou microporos menores e mais uniformes em sua extensão. Essa observação permitiu inferir que a difusão dos elementos se deu de forma mais efetiva na amostra C. Ainda vale ressaltar que a aparência mais regular da amostra B na Figura 5, reflete tão simplesmente um plano de corte que favoreceu uma região que não evidenciava poros e não retrata a amostra como um todo.

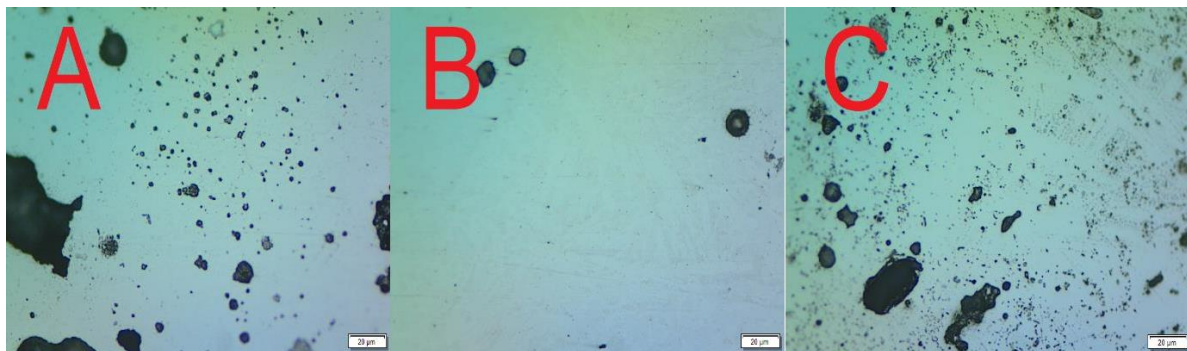


Figura 5. Micrografias obtidas por microscopia óptica das pastilhas sinterizadas, com aumento de 200x: (a) Ni50-Ti50, 7 ton; (b) Ti44-Ni47-Nb9, 7 ton; (c) Ti44-Ni47-Nb9, 9 ton.

Prosseguindo na análise das amostras produzidas via sinterização convencional, por intermédio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com uso do detector de elétrons retroespalhados (BSED) evidenciou especificidades sobre as microestruturas das pastilhas (Figura 6) em relação a matriz metálica e detalhes da segunda fase formada. Em função do detector utilizado para análises (BSED), sabe-se que regiões mais escuras reveladas nessa técnica de análise estão associadas a presença de elementos/compostos de menor peso atômico e regiões mais claras estão associada a compostos de maior peso atômico. Assim, observou-se em algumas regiões com tons mais claros de cinza, evidenciando áreas com excesso de

nióbio ou níquel na forma elementar ou de precipitados combinados ao Ti e regiões com tons mais escuros de cinza, associadas ao excesso de titânio na forma elementar ou de precipitados combinados ao Ni ou óxidos (TiO_2 pela oxidação no estado sólido ou $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}$ pela oxidação da fase líquida contendo titânio). As regiões em preto estão associadas aos poros retidos na microestrutura.

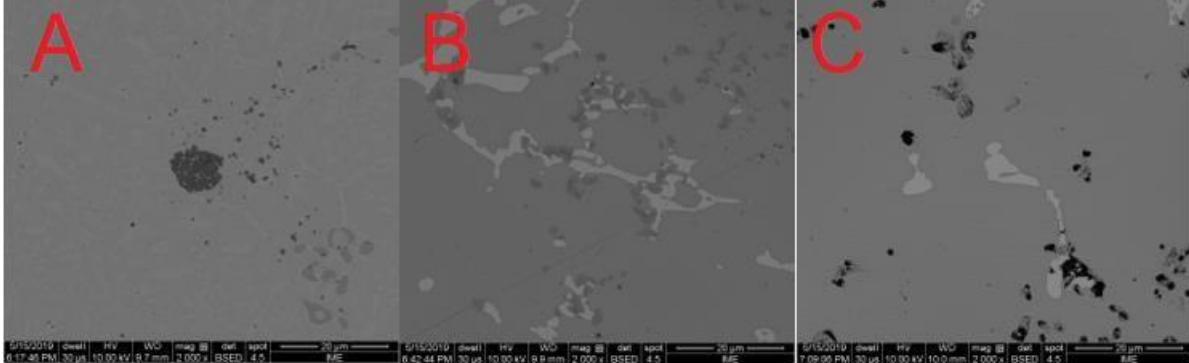


Figura 6. Micrografias obtidas por MEV, com uso do detector de elétrons retroespalhados, das pastilhas sinterizadas, com aumento de 2000x: (a) Ni50-Ti50, 7 ton; (b) Ti44-Ni47-Nb9, 7 ton; (c) Ti44-Ni47-Nb9, 9 ton.

Apesar de não ter sido conduzida uma análise quantitativa, Ni47-Nb9 previamente prensada com cargas de 7 e 9 ton, apresentadas na Figura 6 (b,c), pode se inferir que menor o número de regiões com tons diferentes da matriz, menor o número de precipitados, portanto, mais homogênea a liga, corroborando para a viabilidade da sinterização convencional com o uso de cargas superiores.

2.3.3 Análise das Fases Formadas nas Ligas Sinterizadas

De maneira qualitativa, conduziu-se a identificação das fases formadas nas ligas, após a sinterização para cada condição destacada na Tabela 3, com uso da técnica de difração de Raios X (DRX) e processando os dados com auxílio do Excel e das fichas de identificação dos planos de difração. Assim obteve-se os difratogramas indicados nas Figura 7, 8 e 9.



Figura 7. Difratograma da amostra A.

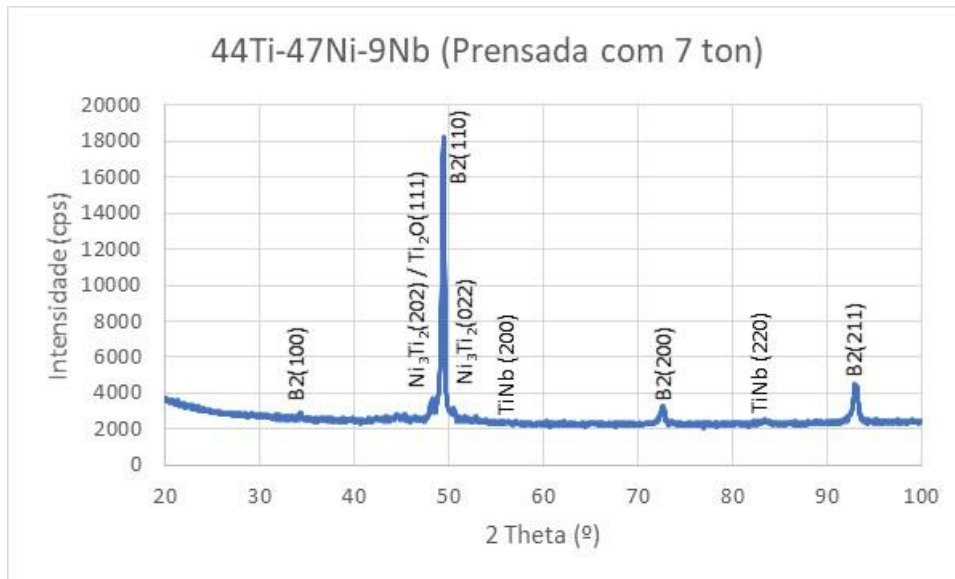


Figura 8. Difratograma da amostra B.

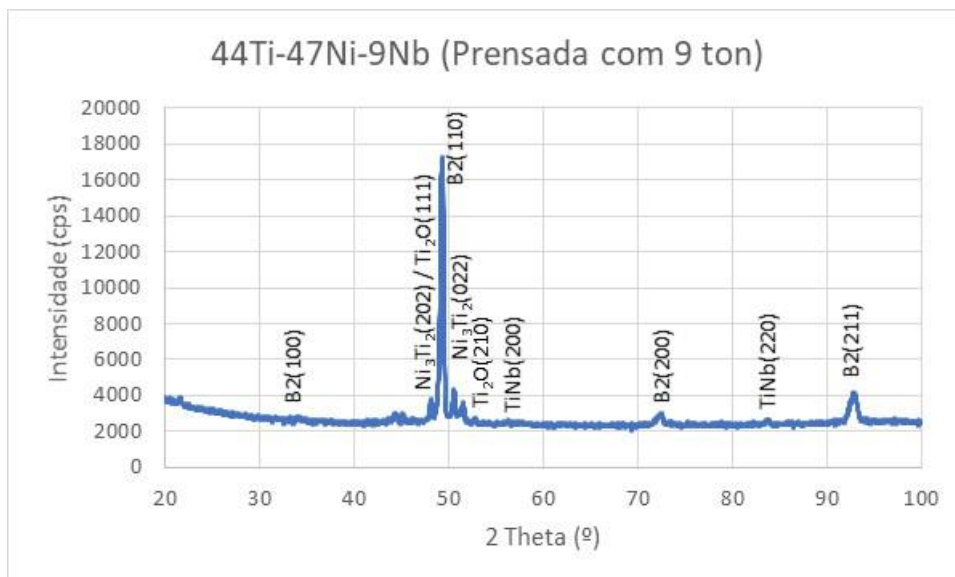


Figura 9. Difratograma da amostra C.

Com os dados do difratograma da amostra A (Figura 7) foi possível identificar as diferentes regiões presente na imagem do MEV dessa amostra (Figura 6). Da região mais clara para a mais escura: precipitado Ni_3Ti_2 , matriz metálica austenítica (característica em ligas de NiTi) conhecida por B2, precipitado Ti_2Ni e óxido Ti_2O .

Realizou-se a mesma análise para a amostra B baseado no difratograma apresentado na Figura

8. Da região mais clara para a mais escura: precipitado TiNb , precipitado Ni_3Ti_2 , matriz metálica austenítica (B2) e precipitado Ti_2Ni .

Novamente, para a amostra C, baseado no difratograma apresentado na Figura 9, de forma similar a amostra B, da região mais clara para a mais escura: precipitado TiNb , precipitado Ni_3Ti_2 , matriz metálica austenítica (B2) e óxido Ti_2O .

Não foi observada a presença de nenhuma fase com Ni, Ti ou Nb puros nas amostras em análise do presente trabalho, para as distintas amostras da liga Ti44-Ni47-Nb9, como o caso do Nb puro destacado nos resultados do artigo de Li e

colaboradores [1]. No entanto, as ligas em estudo apresentam traços de oxidação (Ti_2O), possivelmente o fluxo de argônio, utilizado durante todo o ciclo de sinterização, não foi suficiente para proteger as pastilhas da reação com o oxigênio residual na atmosfera.

3 CONCLUSÃO

Com base nos resultados apresentados e na discussão realizada conclui-se que a prática de sinterização utilizada foi efetiva para a produção de uma liga binária como também de uma liga ternária na composição proposta. Porém, no que diz respeito a presença e dimensão de poros, esse resultado não foi efetivo provavelmente associado a granulometria dos pós de Nb e Ti (muito grosseiros) utilizados. Com isso, pode-se obter nas condições adotadas ligas austeníticas a temperatura ambiente com presença de precipitados ricos em níquel e, para as ligas com nióbio, precipitado TiNb. No entanto as amostras apresentaram evidência de oxidação na forma de TiO_2 , destacando a necessidade de uso uma condição mais protetiva para atmosfera da sinterização na composição proposta, tanto no que diz respeito a temperatura/tempo de sinterização como também o incremento da carga de prensagem para a liga ternária.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao IPT e a CBMM pela doação dos pós de Ti HDH e Nb, respectivamente. A Seção de Engenharia de Materiais (SE-8) do IME pelos recursos laboratoriais disponibilizados para o trabalho. A autora N.V.L agradece a bolsa de mestrado da CAPES. Os autores A.M.B.C, R.S.T., N.V.S e T.H.F.D.F. agradecem as bolsas de doutorado da CAPES. As autoras P.F.R e T.G.S agradecem as bolsas de pós-doutorado da CAPES e CNPq, respectivamente. A autora A.S.P agradece a bolsa de produtividade a pesquisa PQ 2 do CNPq (Processo 307798/2015-1).

REFERÊNCIAS

- 1 Otsuka K, Wayman CM. Shape Memory Materials. Cambridge University Press, 1998.
- 2 Funakubo H. Shape Memory Alloys - Precision Machinery and Robotics. Gordon and Breach Science Publishers; 1987; vol. 1.
- 3 Shi H, Pourbabak S, Van Humbeek J, Schryvers D. Electron microscopy study of Nb-rich nanoprecipitates in Ni-Ti-Nb and their influence on the martensitic transformation. Scripta Materialia; 2012; 67(12); 939-942.
- 4 Duerig TW, Metlton KN. Wide Hysteresis NiTiNb alloys. The Martensitic Transformation in Science and Technology. [S.1.]: E. Hornbogen, N. Jost. 1989; 191-198.
- 5 Pelegrini L, Rodrigues D, Puletti P, Harold W, Schaeffer L. Revista Eletrônica de Materiais e Processos. 2011; 6(2): 103-108.
- 6 Norberto Moro, André Paegle Auras. Processos de fabricação: metalurgia do pó e o futuro da indústria. CEFET-SC, 2007 [Consultado em 30 Jun 2019]. Disponível em: <http://norbertocefetsc.pro.br/downloads/metalurgiadopo.pdf>.
- 7 Li J, Wang H, Liu J, Ruan J. Effects of Nb addition on microstructure and mechanical properties of TiNiNb alloys fabricated by elemental powder sintering. Materials Science & Engineering A. 2014; 609: 235-240.
- 8 Paula AS. Tratamentos Termomecânicos de Ligas do Sistema NiTi: Caracterização Estrutural e Otimização das Propriedades Associadas ao Efeito de Memória de Forma [Tese de doutorado]. Caparica, Portugal: FCT/UNL; 2006.