

3

CAPÍTULO

PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

O fluxograma apresentado na figura 3.1 mostra o procedimento experimental adotado para a realização do estudo para obtenção de fios de Nitinol.

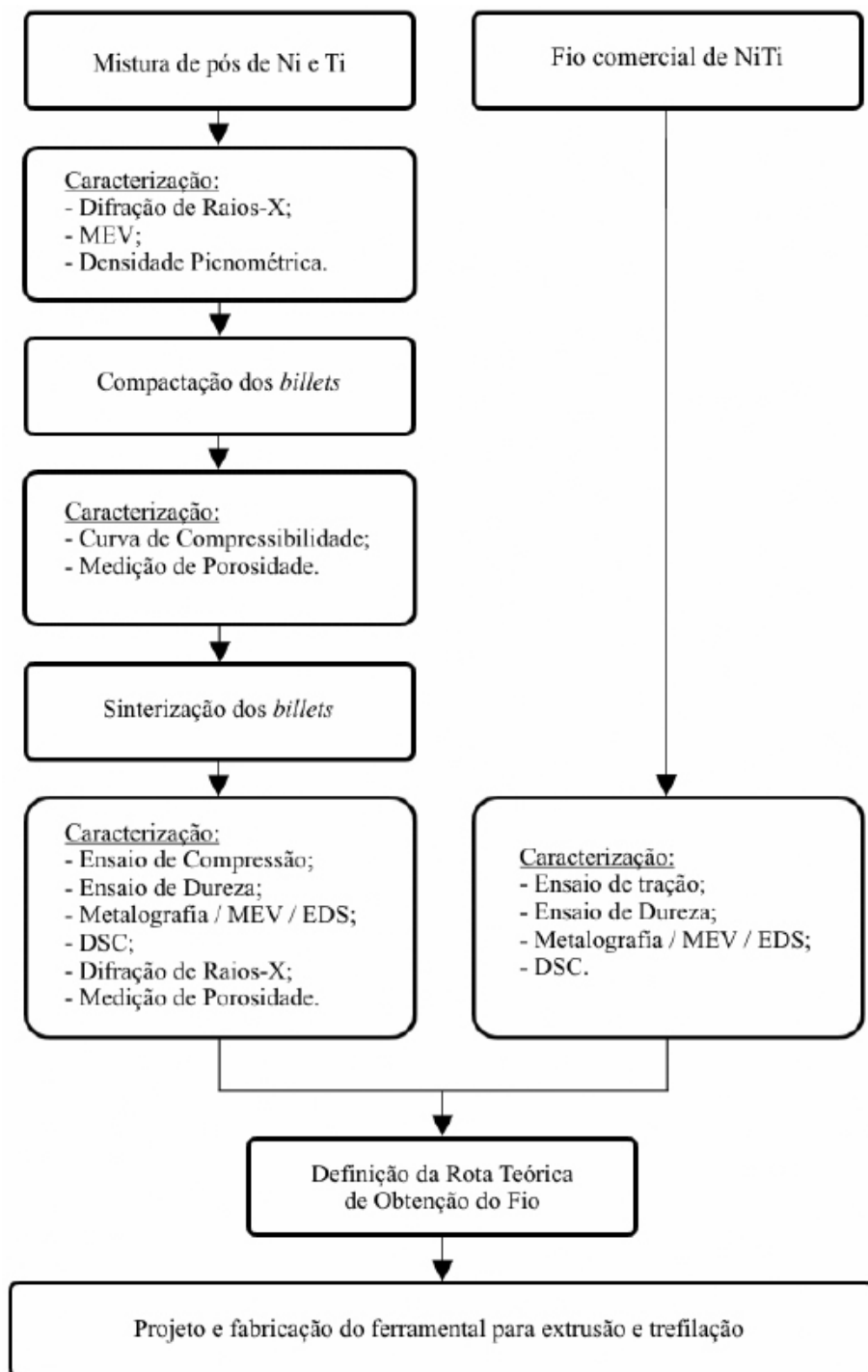


Figura 3.1 - Procedimento experimental adotado para o estudo de obtenção de fios de NiTi.

O procedimento adotado tem o objetivo de caracterizar o fio comercial de NiTi e comparar suas propriedades com as amostras obtidas por metalurgia do pó convencional. A obtenção da curva de escoamento do fio comercial é importante para que seja possível definir a rota teórica de obtenção do fio.

3.1. CARACTERIZAÇÃO DE FIO COMERCIAL DE NITINOL

Os fios superelásticos de NiTi de diâmetro de 0,155mm que foram utilizados para caracterização foram comprados da empresa Nitinol Devices & Components Inc. (NDC, Fremont, Califórnia, E.U.A.), a liga escolhida do tipo S foi a SE508 em estado de fornecimento austenítico, recozido e com superfície polida (anexo I). A caracterização deste fio foi realizada através de ensaio de tração, medição de dureza, ensaio metalográfico, MEV, Espectroscopia de Raios-X por Energia Dispersiva (EDS) e DSC.

3.1.1. ENSAIO DE TRAÇÃO

Para a realização de cálculos de redução de um corpo de seção transversal cilíndrica de Nitinol considerando etapas de recozimento, são necessários alguns dados fornecidos pelo ensaio de tração, como: limite de resistência R_e , tensão de ruptura verdadeira R_r , entre outros.

Tendo em vista que foram comprados fios de Nitinol diretamente no mercado, optou-se por realizar o ensaio de tração para a obtenção direta dos dados [ASTM E 8M – 00b, 2000]. Foi utilizado um par de garras de aperto pneumático para ensaios de tração em fios e cordoneis de capacidade máxima 5kN de marca EMIC (São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) modelo GR026. A máquina de ensaios universais EMIC DL 500 (com capacidade máxima de 5kN) foi utilizada com célula de carga de 1kN. Este ensaio (figura 3.2) foi realizado com velocidade constante de 1,5mm/min e na temperatura ambiente de 25°C.

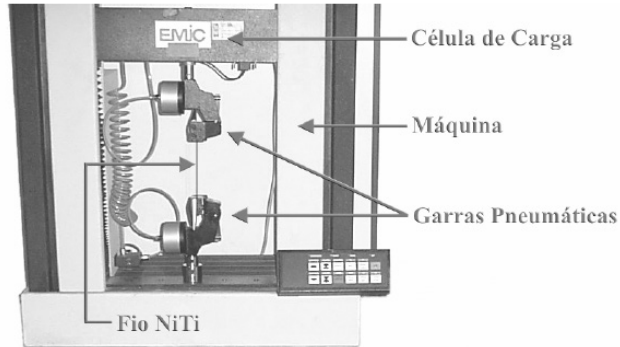


Figura 3.2 – Máquina de ensaios universais EMIC DL 500 equipada com acessórios para ensaio de tração de fios de NiTi.

3.1.2. ENSAIO DE DUREZA

O método de dureza escolhido para o fio foi o de microdureza Vickers por questão do tamanho da amostra ser muito reduzido. O microdurômetro utilizado foi o de marca Shimadzu (Kiyamachi-Nijo, Kyoto, Japão) e tipo M. O tempo de indentação foi de quinze segundos com carga de 100g na temperatura ambiente de 25°C [Yokoyama, 2005; ASTM E 384 – 99, 1999]. As indentações foram realizadas na seção transversal do fio de uma extremidade à outra, totalizando cinco pontos de medição (figura 3.3).

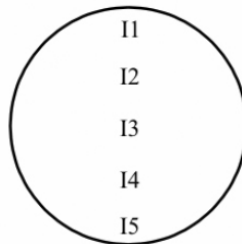


Figura 3.3 – Distribuição das indentações no fio de NiTi ao longo da seção transversal.

3.1.3. ENSAIO METALOGRÁFICO, MEV E EDS

Na preparação para a análise metalográfica o fio foi cortado no equipamento modelo PANCUT – 70 de marca PANTEC, empresa PANAMBRA (São Paulo, São Paulo, Brasil) em sua seção transversal e foi embutido à quente em resina baquelite juntamente com uma amostra longitudinal. Realizado o embutimento, as amostras passaram pela seqüência de lixas #600 e #1200, girando a amostra em 90° na troca de granulometria para uma melhor remoção dos riscos. O polimento foi realizado em panos com pastas de diamante de granulometrias 4µm seguida de 1µm com lubrificação

através de álcool 96°GL.

Terminada a etapa de polimento foi realizado o ataque químico que foi administrado por um minuto na solução composta de: 30mL de ácido acético glacial, 5mL de ácido nítrico e 2mL de ácido fluorídrico. Com a microestrutura revelada foram realizadas as micrografias ópticas com registro fotográfico digital e também MEV com tensão de aceleração de 20kV e Espectroscopia de Raios-X por Energia Dispersiva (EDS) no aparelho de marca JEOL (Akishima, Tóquio, Japão) modelo JSM 5800 do Centro de Microscopia (CME/UFRGS).

3.1.4. CALORIMETRIA DIFERENCIAL EXPLORATÓRIA

A Calorimetria Diferencial Exploratória foi realizada no Centro Tecnológico de Polímeros (CETEPO/SENAI) no equipamento DSC TA Q100 da empresa TA Instruments (New Castle, Delaware, E. U. A.). O software para aquisição de dados utilizado foi o TA Universal Analysis. A precisão calorimétrica utilizada no equipamento foi de 1%, baseada em amostras padrão.

Os parâmetros fixados foram a taxa de aquecimento e de resfriamento constante de 10°C/min em uma faixa de temperaturas que variou de 100°C até -150°C. Foi utilizado portaamostra de alumínio não hermético, gás nitrogênio para o resfriamento e amostras de massa aproximada à 10mg [ASTM D 3418 – 03, 2003].

Esta análise foi realizada com o objetivo de identificar as temperaturas de transformação de fase que ocorrem e, conseqüentemente, avaliar a propriedade de memória de forma.

3.2. OBTENÇÃO DE *BILLETS* DE NITI

A etapa de obtenção de *billets* de NiTi foi realizada através da metalurgia do pó convencional, que se divide em: mistura de pós de Ni e Ti, compactação e sinterização.

A mistura dos pós foi caracterizada por análise de difração de raios-X, MEV e determinação da densidade picnométrica. Já a compactação ideal do *billet* foi analisada através da geração de uma curva de compressibilidade, e de sua porosidade.

3.2.1. MISTURA DE PÓS DE NÍQUEL E TITÂNIO

Nesta mistura foram utilizados pós de níquel e titânio (figura 3.4) com 99,8% e 99,5% de pureza, respectivamente. Ambos possuem granulometria abaixo de 325mesh (equivalente a 44,5µm) e foram fornecidos pela empresa Alfa Aesar (Hard Will, Massachusetts, E. U. A.).



Figura 3.4 – Pós de níquel e titânio utilizados para a compactação dos billets de Nitinol.

A mistura de pós foi realizada em um moinho atritor de marca NETZSCH (Pomerode, Santa Catarina, Brasil) modelo MOLINEX PE 5 utilizando atmosfera controlada de argônio e refrigeração à água; a rotação foi fixada em 800RPM pelo tempo de 4h na proporção de 50% em massa de pó de Ni e 50% em massa de pó de Ti (figura 3.5). Também foi utilizado lubrificante estearato de zinco em 1% da massa total de Ni e Ti e a razão de esferas e pó foi de 10:1 em massa, respectivamente. Estudos anteriores demonstraram que o tempo de 4 horas de mistura foi o mais adequado e este parâmetro foi fixado [Vearick, 2006 B]

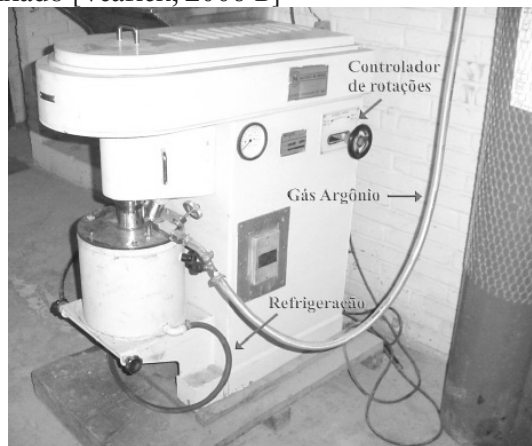


Figura 3.5 – Moinho atritor utilizado para realizar a mistura dos pós de níquel e titânio no LdTM/UFRGS.

Os ensaios de difração de raios-X da mistura de pós foram realizados com tensão de operação de 40kV em um aparelho de marca Philips modelo X'pert MPD (Eindhoven, Brabante do Norte, Holanda) com monocromador de grafite e ânodo de cobre, presente no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER/UFRGS). A análise ao MEV da mistura foi obtida com tensão de aceleração de 20kV no aparelho de

marca JEOL (Akishima, Tóquio, Japão), modelo JSM 5800 do Centro de Microscopia (CME/UFRGS).

A densidade picnométrica foi determinada através de um multipicnômetro de marca Quantachrome (Boynton Beach, Flórida, E. U. A.) que fornece o volume verdadeiro de materiais sólidos ou na forma de pó. Isto significa que o valor medido é correspondente à densidade de uma amostra sem porosidade. A técnica de medição utiliza o princípio de Arquimedes no deslocamento de fluido, no caso, o gás hélio [Nyberg, 2005]. Este gás penetra em poros de até 1Å (10-10m). Conhecidos o volume e a massa da amostra, sua densidade verdadeira é determinada.

3.2.2. COMPACTAÇÃO

Os *billets* de Nitinol de dimensões de 8,3mm de diâmetro e 12,45mm de altura foram obtidos em uma matriz de compactação projetada no LdTM/UFRGS (figura 3.6) em aço ABNT D6 com dureza final de 50HRC de modo que os corpos de prova resultantes obedecessem a razão de altura/diâmetro de 1,5, visto que é condição necessária para o ensaio de compressão [ASTM E 9 – 89a, 2000]. Para isto foram realizados testes que comprovaram que a massa de 3,8g da mistura de 4 horas de pó de níquel e titânio é suficiente para atingir a razão desejada.

Com a definição da massa do *billet*, é necessária a realização da curva de compressibilidade para determinação da força ideal para compactação. O procedimento foi realizado da seguinte forma: pesam-se algumas amostras de 3,8g de pó que são compactadas progressivamente, amostra por amostra, aumentando-se a força gradualmente. Cada *billet* será resultado de uma força de compactação diferente, mas com a mesma massa. Após as compactações foi medida a densidade à verde de cada corpo de prova, dividindo-se a massa pelo volume, que é obtido pelo método de Arquimedes [Nyberg, 2005], originando os pontos da curva de compressibilidade.

A prensa apresentada na figura 3.7 foi utilizada para a compactação dos *billets* no LdTM/UFRGS e possui capacidade máxima de 300tonf. Os equipamentos acoplados a esta foram: uma matriz fechada de compactação (figura 3.6), uma célula de carga confeccionada e calibrada no LdTM/UFRGS com capacidade máxima de 20tonf conectada ao condicionador de sinais da empresa Hottinger Baldwin Messtechnik (HBM, Merck, Darmstadt, Alemanha) modelo KWS/T-5 e um multímetro digital para leitura da força de compactação.



Figura 3.6 – Matriz de compactação e punções fabricados no LdTM/UFRGS para obtenção dos billets de 8,3mm de diâmetro e 12,45mm de altura.

Para a medição de porosidade do *billet* à verde (definido pela curva de compressibilidade) primeiro mediu-se a densidade utilizando o método de Arquimedes com água destilada e após, comparou-se o valor encontrado com o valor de densidade picnométrica da mistura dos pós de Ni e Ti (correspondente à um *billet* sem porosidade). Esta diferença percentual entre as densidades é a porosidade resultante do *billet* [Nyberg, 2005]. Para as medições foram utilizados *billets* somente compactados e também impermeabilizados com verniz incolor. Esta diferenciação foi experimentada para verificar a possibilidade de alteração de resultados da densidade/porosidade por penetração da água destilada nos poros.



Figura 3.7 – Equipamento existente no LdTM/UFRGS utilizado para as compactações dos billets de Nitinol.

3.2.3. SINTERIZAÇÃO

O processo de sinterização dos *billets* utilizou um forno construído e presente no LdTM/UFRGS (figura 3.8). O gás argônio foi utilizado para evitar a oxidação das amostras, enquanto que a refrigeração utilizou água corrente em temperatura ambiente para evitar o superaquecimento e conseqüente desprendimento da união flange/tubo cerâmico. Na figura 3.9 é apresentada a curva de sinterização com patamares (taxa de aquecimento de 2,2°C/min) que foi executada através de programação do controlador do forno.



Figura 3.8 – Forno de sinterização fabricado no LdTM/UFRGS.

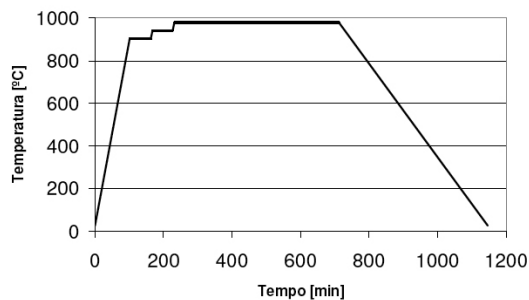


Figura 3.9 – Ciclo térmico utilizado na sinterização (980°C) de NiTi [Vearick, 2006 B].

3.3. CARACTERIZAÇÃO DOS *BILLETS* DE NITINOL OBTIDOS

Os *billets* de Nitinol obtidos foram caracterizados através do ensaio de compressão para obtenção da curva de escoamento, medição de dureza, ensaio metalográfico, MEV, EDS, difração de raios-X, DSC e medição de porosidade. A porosidade do *billet* resultante da sinterização foi realizada utilizando o mesmo método do *billet* compactado [Nyberg, 2005].

3.3.1 ENSAIO DE COMPRESSÃO

Este ensaio também utilizou a prensa de capacidade máxima de 300tonf (figura 3.10) e a força foi medida utilizando uma célula de carga de capacidade máxima de 300tonf que foi desenvolvida e calibrada no LdTM/UFRGS. Os punções utilizados e recomendados pela literatura foram os apresentados em detalhe na figura 3.10 com o lubrificante teflon® aplicado as duas interfaces *billet*/punção. A velocidade utilizada foi constante e de 0,1mm/s, a temperatura foi de 25°C e o *billet* respeitou a razão de diâmetro/altura de 1,5 indicada pela norma [ASTM E 9 – 89a, 2000].

O sistema de aquisição de dados utilizado foi o Spider 8 da empresa HBM com o software Catman Express V.3.1 que possibilitou a aquisição de dados da curva média de tensão vs. deformação.

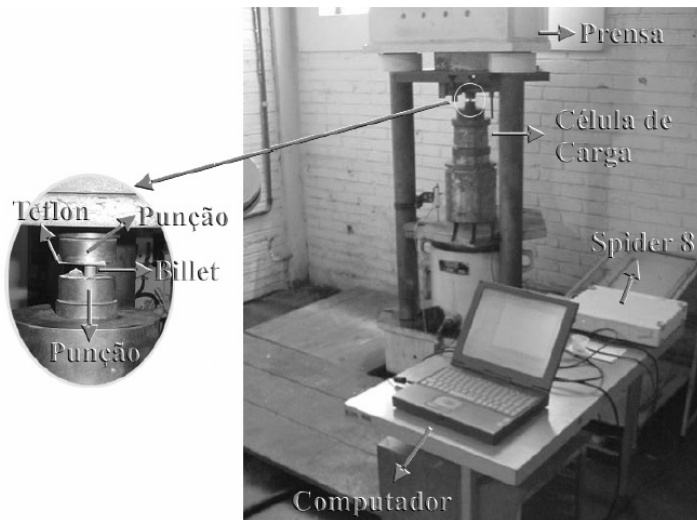


Figura 3.10 – Montagem experimental para o ensaio de compressão à 25°C dos billetes de Nitinol no LdTM/UFRGS.

3.3.2. MEDIÇÃO DE DUREZA

Os *billets* possuem porosidade relativamente alta, então a microdureza não é a técnica mais adequada para obter uma média geral para a amostra, pois as medidas realizadas apresentam desvio-padrão alto. Como alternativa para este problema, utilizou-se a dureza Rockwell de escala C com identador de diamante esferocônico com ângulo de 120°, pré-carga de 10kgf e carga de 150kgf por quinze segundos em temperatura ambiente de 25°C. As identações foram empregadas na seção transversal

do *billet* seguindo a mesma distribuição das realizadas no fio comercial de NiTi (figura 3.3) e o durômetro utilizado foi o da marca MITUTOYO (Suzano, São Paulo, Brasil) série 90118.

3.3.3. ENSAIO METALOGRAFICO, MEV, EDS E DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A preparação metalográfica dos *billets* seguiu o mesmo procedimento adotado para o fio comercial, com exceção da seqüência de lixas #120, #240, #320, #400, #600 e #1200.

Neste caso também foram realizadas as análises micrográficas ao microscópio óptico, MEV e EDS no CME/UFRGS com os mesmos parâmetros e aparelhos que os utilizados para os fios comerciais. Já os ensaios de difração de raios-X foram realizados com tensão de operação de 40kV em um aparelho de marca Philips modelo X'pert MPD (Eindhoven, Brabante do Norte, Holanda) com monocromador de grafite e ânodo de cobre, presente no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER/UFRGS).

3.3.4. CALORIMETRIA DIFERENCIAL EXPLORATÓRIA

A Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC) dos *billets* de NiTi foi realizada com o mesmo equipamento e parâmetros descritos no item 3.1.4 com o intuito de comparação com a DSC obtida no fio comercial e citada pela literatura (figura 2.1).

Este ensaio promove a determinação da temperatura em que ocorrem as transformações de fase e também comprova a propriedade de memória de forma do *billet* de NiTi obtido.

Os resultados e discussões preliminares apresentados são baseados na caracterização do fio comercial de Nitinol e do *billet* obtido por metalurgia do pó convencional. Primeiramente serão apresentados e discutidos os resultados da caracterização do fio comercial, após os resultados dos *billets* produzidos e, finalmente, é apresentada uma rota teórica de obtenção do fio.