



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO  
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA  
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

NOSLEN PEDRO DOS SANTOS DA SILVA BOTELHO

**CARACTERIZAÇÃO DE UMA JUNTA SOLDADA A LASER REALIZADA EM  
UMA LIGA NI-TI COM EFEITO MEMÓRIA DE FORMA**

Recife

2024

NOSLEN PEDRO DOS SANTOS DA SILVA BOTELHO

**CARACTERIZAÇÃO DE UMA JUNTA SOLDADA A LASER REALIZADA EM  
UMA LIGA NI-TI COM EFEITO MEMÓRIA DE FORMA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito para obtenção do Grau de Bacharel em Engenharia Mecânica.

**Orientador:** Prof.<sup>o</sup> Dr. Carlos Augusto do Nascimento Oliveira.

Recife

2024

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do programa de geração automática do SIB/UFPE

Botelho, Noslen Pedro dos Santos da Silva.

Caracterização de uma junta soldada a laser realizada em uma liga Ni-Ti com efeito memória de forma / Noslen Pedro dos Santos da Silva Botelho. - Recife, 2024.

44 p. : il.

Orientador(a): Carlos Augusto do Nascimento Oliveira

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Engenharia Mecânica - Bacharelado, 2024.

1. Liga Ni-Ti. 2. Soldagem à laser. 3. Memória de forma. 4. Transformações martensíticas. I. Oliveira, Carlos Augusto do Nascimento. (Orientação). II. Título.

620 CDD (22.ed.)

NOSLEN PEDRO DOS SANTOS DA SILVA BOTELHO

CARACTERIZAÇÃO DE UMA JUNTA SOLDADA A LASER REALIZADA EM UMA  
LIGA NI-TI COM EFEITO MEMÓRIA DE FORMA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito para obtenção do Grau de Bacharel em Engenharia Mecânica.

Aprovada em: 15/03/2024.

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof<sup>o</sup>. Dr. Carlos Augusto do Nascimento Oliveira (Orientador)  
Universidade Federal de Pernambuco

---

Prof<sup>o</sup>. Dr. Adson Bezerra da Silva (Examinador Interno)  
Universidade Federal de Pernambuco

---

Eng<sup>o</sup>. Mestre Manoel Cândido Júnior (Examinador Externo)  
Universidade Federal de Pernambuco

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a Deus, pelas oportunidades que tive ao longo do meu caminho.

Agradeço infinitamente a minha mãe, Ivete dos Santos da Silva Botelho, que esteve me apoiando, motivando e me dando forças para que eu continuasse na luta durante essa etapa da minha vida, obrigado minha mãe, por todo o esforço, dedicação, pelas palavras de alerta e motivação, e por toda a educação.

Agradeço ao meu avô José Pedro e ao meu pai Nelson Botelho, de onde meu nome faz referência, pelas boas lembranças e tenho certeza que eles estão orgulhosos de mim.

Quero agradecer também aos professores do Departamento de Engenharia Mecânica, em particular ao meu professor e orientador Carlos Augusto por todo o conhecimento transmitido ao longo do meu percurso, e toda a atenção e tempo dedicado a este trabalho..

Agradeço ao mestrando Manoel Cândido pelo apoio na realização dos ensaios mecânicos e tratamento térmico.

E por fim, agradeço a todos aqueles que contribuíram de alguma forma para minha formação acadêmica, profissional e pessoal até o momento. Sendo eles professores, familiares e amigos que fizeram parte de forma direta ou indireta da minha formação.

## RESUMO

Ligas metálicas com efeito de memória de forma têm como característica principal retomar uma forma ou tamanho previamente definido quando sujeitas a estímulos externos capazes de induzir a transformação martensítica. Foram analisados corpos de prova da liga metálica Ni-Ti em formato de fios com 2,2mm de diâmetro e com composição química de 56,2% em peso de níquel, parte dessas amostras foram inicialmente submetidas ao processo de soldagem à laser. Após o processo de soldagem, todas as amostras foram envelhecidas por tratamento térmico a temperaturas de 400°C, sendo aquecidos uniformemente por 10 minutos e resfriados em água. Este trabalho é desenvolvido através de um conjunto de técnicas que formam o procedimento experimental. O comportamento mecânico dos materiais foi avaliado por meio de microdureza Vickers para observar o comportamento da microdureza no centro e nas extremidades da região soldada, dentre as outras técnicas direcionadas a caracterização dos fios de Ni-Ti foram utilizadas a calorimetria diferencial de varredura (DSC) para determinar as temperaturas de transformação de fases; análises por meio de espectrometria de raios-x por dispersão de energia (EDS) da concentração química dentro e fora do cordão de solda, para identificar o comportamento dos elementos de liga no cordão de solda após o processo de soldagem e os efeitos provenientes das transformações de fases; microscopia óptica com o objetivo de observar as novas fases e suas morfologias devido ao processo de soldagem, e por fim, realização de análise por difração de raios X (DRX) a fim de estudar a cristalografia. Os resultados obtidos permitiram a análise de parâmetros como temperatura e entalpia de transformação, tratamento térmico e resistência mecânica. A análise destes resultados mostra que: a) A soldagem a laser induziu alterações na composição química do material, resultando em uma maior deposição de titânio no cordão de solda; b) A soldagem a laser reduziu consideravelmente a resistência mecânica da zona termicamente afetada pelo calor, principalmente nas extremidades da zona de fusão; c) Nenhuma das amostras tratadas termicamente a 400°C, seja soldada ou não, apresentou a formação de fase intermediária (Fase-R).

**Palavras-chave:** Liga Ni-Ti; Soldagem à laser; Memória de forma; Transformações martensíticas.

## ABSTRACT

Shape memory alloys are characterized by their ability to return to a predefined shape or size when exposed to external triggers that can induce martensitic transformation. Ni-Ti alloy samples in wire shape with 2.2mm diameter, composed by 56,2% (wt%) of nickel were analyzed, some of these samples were initially laser-welded. After the welding process, all the samples were heat-treated to 400°C, heated uniformly for 10 minutes and cooled in water. After the heat treatment, the samples were subjected to the laser-welding process. This research is carried out using a set of techniques that represent the experimental approach. The characterization of the Ni-Ti metal alloy was performed by Vickers microhardness analysis to observe the microhardness behavior in the center and at the edges of the welded zone, differential scanning calorimetry (DSC) to determine the phase transformation temperatures, Energy dispersive X-ray spectrometry (EDS) analysis of the chemical concentration inside and outside the weld bead to identify the new composition of the material after the welding process, optical microscopy testing to identify which phases are present in the alloy, and also X-ray diffraction (XRD) analysis to study the crystallography. Based on the results obtained, parameters such as temperature and enthalpy of transformation, heat treatment, and mechanical strength were measured. The analysis of these results shows that: a) Laser welding induced changes in the chemical composition of the material, resulting in a higher deposition of titanium in the weld bead; b) Laser welding considerably reduced the mechanical strength of the heat-affected zone, especially at the edges of the fusion zone; c) None of the samples heat-treated at 400°C, whether welded or not, showed the formation of an intermediate phase (Phase - R).

**Keywords:** Ni-Ti alloy; Laser Welding; Shape memory; Martensitic transformation.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1. Representação esquemática do efeito memória de forma cíclica.....	12
Figura 4.1. Forno câmara com painel regulável Jung.....	20
Figura 4.2. Grupo de trinta amostras para ensaio no DRX antes do tratamento térmico a 400°C.....	23
Figura 4.3. Comparativo entre grupo de amostras sem TT e submetidos a 400°C.....	24
Figura 4.4. Difratômetro de raios X - XRD 7000.....	24
Figura 4.5. Ampliação do ensaio de difração de raios X.....	24
Figura 5.1. Curva de DSC para os fio de Ni-Ti tratado termicamente a 400°C.....	25
Figura 5.2. Curva de DSC da junta soldada de Ni-Ti tratada termicamente a 400°C.....	26
Figura 5.3. Microscopia Óptica da amostra não soldada com ampliação de 100X.....	28
Figura 5.4. Colônias de Martensita observadas no cordão de solda com ampliação de 100X.....	28
Figura 5.5. Plotagem das 20 indentações realizadas no fio de Ni-Ti não soldado.....	29
Figura 5.6. Plotagem das 20 indentações realizadas na amostra soldada do fio de Ni-Ti.....	30
Figura 5.7. Análise de composição química por linha.....	32
Figura 5.8. Distribuição da composição química do fio de Ni-Ti no cordão de solda.....	32
Figura 5.9. Análise difratária da amostra não soldada.....	34
Figura 5.10. Análise difratária da amostra soldada.....	34

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
Af	Temperatura final da transformação austenítica no processo de aquecimento (finish)
As	Temperatura inicial da transformação austenítica no processo de aquecimento (start)
B19'	Designação para estrutura cristalina monoclinica da martensita
B2	Designação para estrutura cristalina cúbica de corpo centrado da austenita
DSC.	Calorimetria Diferencial de Varredura (Differential Scanning Calorimeter)
DRX	Difração de raios X
ec	Amplitude térmica para ciclo de resfriamento (cold)
EDS.	Espectrometria de raios-x por dispersão de energia
eh	Amplitude térmica para ciclo de aquecimento (hot)
EMF.	Efeito memória de forma
et al.	e outro
id.	do mesmo autor
il.	ilustrado, ilustração
INTM	Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais
LMF.	Ligas de memória de forma
MEV	Microscópio Eletrônico de varredura
Mf	Temperatura final da transformação martensítica no processo de resfriamento (finish)
Ms	Temperatura inicial da transformação martensítica no processo de resfriamento (start)
Ni	Níquel
NITINOL	Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory
Ni-Ti.	Liga metálica de Níquel-Titânio
Rf	Temperatura final da transformação intermediária (Fase R) no processo de resfriamento (finish)
Rs	Temperatura inicial da transformação intermediária (Fase R) no processo de resfriamento (start)
SS	Aço Inoxidável
TCC.	Trabalho de Conclusão de Curso
Ti	Titânio
TT.	Tratamento térmico
UFPE	Universidade Federal De Pernambuco

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>10</b>
1.1 JUSTIFICATIVA.....	11
1.3 OBJETIVOS.....	11
1.3.1 Objetivo Geral.....	11
1.3.1 Objetivos Específicos.....	11
<b>3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA / REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	<b>12</b>
3.1 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA.....	12
3.2 O QUE SÃO TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS?.....	13
3.3 SOLDAGEM DE NI-TI COM MATERIAIS DISSIMILARES.....	14
3.4 SOLDAGEM DA LIGA METÁLICA NI-TI.....	16
3.4.1 Soldagem TIG em LMFs.....	16
3.4.2 Soldagem com arco a plasma em LMFs.....	16
3.4.3 Soldagem a Laser em LMFs.....	17
3.5 APLICAÇÕES DA LIGA METÁLICA NI-TI.....	18
<b>4. METODOLOGIA</b> .....	<b>19</b>
4.1 MATERIAIS E MÉTODOS.....	19
4.2 TRATAMENTO TÉRMICO.....	19
4.3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....	20
4.3.1 Calorimetria diferencial de varredura.....	20
4.3.2 Preparação Metalográfica e Microscopia Óptica.....	21
4.3.1 Ensaios de Microdureza.....	22
4.3.4 Espectrometria por dispersão de energia.....	22
4.3.5 Difração de raios X.....	23
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	<b>25</b>
5.1 ANÁLISE CALORIMÉTRICA.....	25
5.4 CARACTERIZAÇÃO DOS FIOS POR MICROSCOPIA ÓTICA.....	27
5.3 ANÁLISE DE MICRODUREZA VICKERS.....	29
5.2 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA NO CORDÃO DE SOLDA.....	31
5.5 ANÁLISE DA FORMAÇÃO DE PRECIPITADOS (DIFRAÇÃO DE RAIOS X).....	33
<b>6. CONCLUSÃO</b> .....	<b>37</b>
<b>7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>39</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>40</b>

## 1. INTRODUÇÃO

Materiais inteligentes são materiais que ao receber um estímulo externo são capazes de responder de forma pré-determinada (VECHIETTI, 2012). Atualmente as pesquisas com estes materiais envolvem grandes investimentos devido às suas propriedades físicas e mecânicas que geram interesse para aplicações nas áreas médico-odontológica, aeroespacial, automotiva, energia, nanotecnologia, segurança, eletrônica e entre outras áreas.

As pesquisas sobre o Ni-Ti, também conhecido como nitinol (*Níquel Titânio Naval Ordnance Laboratory*) se intensificaram a partir de 1962, quando o EMF foi descoberto nesta liga (ARIEL *et al.*, 2016). Ela apresenta até 8% de recuperação de forma após deformação em temperaturas de -50°C a 110°C, biocompatibilidade e fácil deformação em baixas temperaturas, além de excelente resistência à corrosão. Os sensores térmicos são largamente usados em aplicações domésticas e em equipamentos industriais para controle de temperatura (BAST. F *et al.*, 2011).

Ligas metálicas a base de nitinol, estão entre os materiais com efeito memória de forma (EMF) de melhor desempenho, e as propriedades incomuns dessa liga metálica derivam de uma transformação de fase de estado sólido reversível, conhecida como transformação martensítica (MOURA, 2017). O EMF pode ser definido como a capacidade de certos materiais, voltarem ao estado original com a aplicação de tensões, ou o aquecimento a temperaturas acima da temperatura final de transformação Austenítica ( $A_f$ ), após serem deformados plasticamente no estado martensítico (MEI, P.R, 1999). Fabricar componentes com geometrias complexas usando esses materiais é um desafio técnico que pode ser superado utilizando técnicas eficazes de união dessas ligas por soldagem, principalmente à laser (OLIVEIRA, 2016).

A soldagem a laser de uma amostra de Nitinol pode levar a efeitos indesejáveis, como a formação de microestruturas frágeis, a modificação da microestrutura e o bloqueio do EMF. A aplicação do tratamento térmico pós-soldagem é essencial para as análises das transformações martensíticas, novas temperaturas de transição de fase, e os efeitos residuais presentes no material devidos ao processo de soldagem, pois além de aliviar tensões residuais, reduzindo o risco de falhas prematuras devido à fadiga ou ruptura, também pode ajudar a refinar a microestrutura do material, melhorando sua resistência, tenacidade e estabilidade dimensional.

## 1.1 JUSTIFICATIVA

A soldagem a laser de materiais com memória de forma tem sido bem reconhecida no cenário científico. Apesar da existência de diversas publicações que discorrem sobre as propriedades das ligas de Ni-Ti em variadas aplicações, a questão de “conectar” um componente inteligente com ele mesmo ou com material diferente é um desafio importante que pode culminar na limitação de seu uso (RAO *et al.*, 2015). Porém, este processo pode alterar as propriedades do material devido ao aquecimento localizado e ao resfriamento rápido, resultando em mudanças na microestrutura e, conseqüentemente, nas propriedades mecânicas.

A caracterização minuciosa dos cordões de solda e a otimização dos parâmetros de soldagem deste material pode não apenas melhorar a qualidade das junções, mas também reduzir o tempo de produção e os custos associados, além de expandir significativamente sua aplicabilidade para um amplo espectro de novos cenários. (MIRSHEKARI *et al.*, 2013). Compreender como a soldagem a laser afeta as propriedades do material é fundamental para garantir a funcionalidade e desempenho adequados dos componentes fabricados com o Nitinol.

## 1.3 OBJETIVOS

### ***1.3.1 Objetivo Geral***

Estudar e caracterizar o cordão de solda proveniente de soldagem a laser em uma liga metálica de Ni-Ti, avaliando as suas transformações martensíticas e propriedades.

### ***1.3.1 Objetivos Específicos***

1. Efetuar um estudo sobre as ligas de Ni-Ti.
2. Realizar a soldagem a laser dos fios de Ni-Ti e um posterior tratamento térmico a 400°C utilizando os parâmetros sugeridos durante o processo.
3. Caracterizar as fases de transformação do material após processo de soldagem através das técnicas experimentais.
4. Analisar os impactos da soldagem a laser nesse tipo de material e as mudanças nas temperaturas de transformação de fase derivadas desse processo.

### 3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA / REVISÃO DA LITERATURA

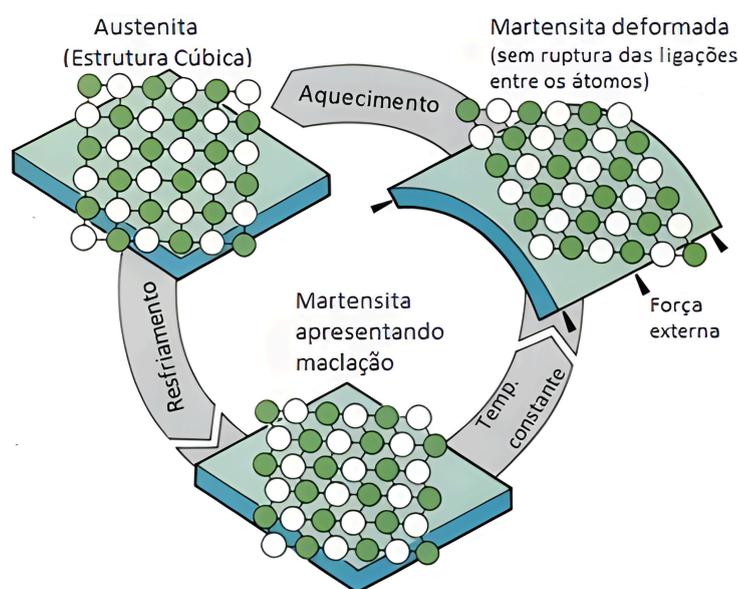
#### 3.1 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA

As Ligas com Memória de Forma (LMF) representam uma classe singular e especial de materiais com a capacidade de recuperar sua forma após deformação pseudo-plástica e, posteriormente, reverter tal deformação mediante o aumento de temperatura, diferentemente dos metais estruturais convencionais (OLIVEIRA, 2016).

O efeito memória de forma é desencadeado tanto pela variação de temperatura, quanto pela aplicação de uma tensão. Em temperatura ambiente, as Ligas com Memória de Forma exibem a fase monoclinica B19 conhecida como martensita. Com o estímulo de aumento da temperatura, ocorre a diminuição da estabilidade da fase martensítica, levando os cristais a adotarem uma forma cúbica B2, caracterizando a fase austenítica (FOOK, 2015).

A capacidade da fase martensítica de sofrer maclação é o fator principal para a ocorrência do efeito de memória de forma. A maclação é um fenômeno cristalográfico que descreve a deformação ou distorção temporária de uma rede cristalina onde os cristais são orientados em diferentes direções, mas ainda estão ligados em uma interface comum que não permite que ocorra uma modificação permanente ou irreversível na estrutura cristalina (THOMPSON, 2000). A figura 3.1 a seguir esquematiza o conceito de EMF.

Figura 3.1. Representação esquemática do efeito memória de forma cíclica



Ao aplicar uma força externa, as LMFs são deformadas plasticamente sem que haja ruptura das ligações entre átomos pois a tensão aplicada é induzida a uma direção preferencial (as maclas da martensita) sendo um processo similar ao cisalhamento, evitando danos permanentes à sua estrutura. Isso possibilita que, quando o material for aquecido acima de sua temperatura de transformação de fase austenítica (Af), a LMF vai recuperar a sua forma original por transformação reversa para a fase austenítica original, que apresentará a mesma estrutura que possuía antes de sofrer qualquer deformação, pois a martensita não foi permanentemente modificada (LAGOUDAS, 2008).

O evento de “memorização” proveniente da fase austenítica, mesmo quando a liga sofre deformações em temperaturas mais baixas, não apenas esclarece o mecanismo da memória de forma, mas também a razão pela qual esse fenômeno foi nomeado dessa maneira. Além disso, quando o Efeito de Memória de Forma (EMF) é observado apenas durante o aquecimento sob temperaturas acima a Af, é referido como memória de forma simples. Se esse efeito também ocorrer durante o resfriamento sob temperaturas inferiores a temperatura final de transformação martensítica (Mf), é denominado como um efeito de memória de duas vias (FERNANDES, 2003).

### 3.2 O QUE SÃO TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS?

Na transformação martensítica, o movimento dos átomos é altamente coordenado, envolvendo a movimentação cooperativa e sincronizada dos átomos vizinhos. Este processo ocorre em sólidos de natureza não difusional e é caracterizado pela ausência de movimento livre ou individual dos átomos, ao contrário do que é observado em gases, líquidos ou mesmo nas transformações sólidas difusionais (VILLARINHO, 2010).

A transformação martensítica é não-difusional, portanto a mudança de volume que ocorre na transformação de fase austenítica para martensítica se dá sem movimento atômico, em que o cristal formado possui um plano de hábito definido, com orientações definidas em relação a fase austenítica e com alívio superficial definido, levando a conclusão que a martensita se forma através de movimento coordenado e ordenado de átomos na rede cristalina formando um “plano diretor” para o movimento da rede, os átomos envolvidos nesse mecanismo de cisalhamento coordenado no interior da célula cristalina são os responsáveis por essa movimentação coordenada. Esse comportamento é fundamental na compreensão da transformação martensítica (WIGGERS, 2011).

A transformação da austenita em martensita se inicia, quando a liga passa no resfriamento com temperatura crítica denominada  $M_s$  (*Martensite Start*) e se completa em  $M_f$  (*Martensite Finish*). Se alguma austenita, que por algum motivo não conseguiu se transformar, essa se chamará de austenita retida. Já em relação à transformação austenítica, pode ser considerada a transformação reversa, o sentido oposto, se inicia no aquecimento na temperatura  $A_s$  (*Austenite Start*) e termina em  $A_f$  (*Austenite Finish*), quando então o material é completamente austenítico.

Na liga de Ni-Ti, a austenita é a fase de alta temperatura que possui estrutura cúbica do tipo B2 (CsCl). A fase martensita é monoclinica (B19) e representa a fase de baixa temperatura (FRENZEL. J *et al*, 2010., PAULA. A.S, 2006). A martensita pode ser obtida em uma única etapa da fase B2  $\rightarrow$  B19 ou ainda em duas etapas B2 $\rightarrow$ R $\rightarrow$ B19 (OTSUKA; REN, 2005). A mudança estrutural para a transformação martensítica se dá quando a estrutura de alta temperatura B2 é transformada na estrutura B19.

Entretanto, ao considerarmos essa transformação reversa B19  $\rightarrow$  B2 (austenítica), observamos um mecanismo distinto da transformação martensítica. Em Ligas com memória de forma, a transformação reversa é favorecida pela energia elástica acumulada na rede durante o processo de transformação martensítica ( B2  $\rightarrow$  B19 ), análogo ao comportamento de uma mola comprimida que retorna à sua posição inicial de forma favorecida (VECHIETTI, 2012). Essa explicação fundamenta o motivo pelo qual, nessas ligas, a temperatura inicial da fase austenítica ( $A_s$ ) frequentemente é menor do que a temperatura inicial da fase martensítica ( $M_s$ ), como será observado mais a frente.

### 3.3 SOLDAGEM DE NI-TI COM MATERIAIS DISSIMILARES

O processo de soldagem é definido como um procedimento de unir metais através de uma fonte de calor, garantindo na junta soldada a continuidade das propriedades físicas, químicas e metalúrgicas. (FOOK, 2015). Os processos relacionados à soldagem são empregados não apenas para unir metais, mas também para a recuperação de peças desgastadas, aplicação de revestimentos especiais em superfícies metálicas, manutenção e corte.

O sucesso da soldagem está intrinsecamente ligado a vários fatores, sendo a sua simplicidade operacional um deles. Embora a maioria das ligas metálicas seja soldável, a facilidade de soldagem varia consideravelmente entre elas, dependendo do processo empregado. É crucial mencionar que a soldagem pode, em muitas situações, prejudicar o

material devido à aplicação de uma alta densidade de energia, sob a forma de calor, em um volume reduzido do material. Tal processo pode resultar em alterações estruturais e de propriedades significativas na região da solda e em suas proximidades (OLIVEIRA, 2016).

Na esfera industrial e de pesquisa, uma diversidade de processos de soldagem é empregada. Cada processo apresenta suas próprias características, juntamente com vantagens, desvantagens, aplicações e limitações específicas. A classificação primária dos processos de soldagem inclui soldagem por pressão e soldagem por fusão.

Os processos de soldagem por pressão abrangem principalmente técnicas como soldagem por ultrassom, fricção, forjamento, resistência elétrica, difusão e explosão. Nesses métodos, a união é predominantemente alcançada por meio da deformação do material, limitada a uma região próxima da junta (MODENESI, 2011).

Os processos de soldagem por fusão são muito mais numerosos porém não são recomendados para soldagem de LMFs, os principais processos de soldagem por fusão utilizados para soldar ligas com memória de forma são: soldagem a laser, soldagem a plasma e soldagem TIG. A soldagem a laser foi a técnica utilizada para a junção dos materiais desta dissertação e por isso receberá uma maior atenção nos próximos tópicos.

Soldagem de juntas dissimilares consiste em unir materiais não similares e geralmente requer o uso de materiais de adição. Esses materiais compreendem um grupo de metais usados em pequenas quantidades durante a soldagem para ajudar a unir metais diferentes de uma forma que incentive a compatibilidade entre os materiais e ajude a prevenir problemas como corrosão e fragilidade. Na região da solda, onde ocorre a fusão do metal de base com o metal de adição, ou na região da interface de união no caso de soldas autógenas, ocorre diluição do metal-base com o metal de adição (ou diluição de duas juntas), produzindo uma região de composição intermediária (MODENESI, 2011).

A diferença na composição química dos materiais a serem soldados afeta a soldabilidade da junta soldada e suas propriedades mecânicas, isso evidencia a importância da utilização de metais de adição. Existem dois tipos de dissimilaridades envolvidos em soldagem de metais distintos que têm importantes consequências na formação da microestrutura da solda. Primeiro, dissimilaridade em termos de propriedades termo-físicas, como condutividade térmica e coeficiente de temperatura da tensão superficial. O segundo tipo de dissimilaridade é a origem metalúrgica (química) que se manifesta através da formação de fases de estruturas cristalinas diferentes, oriundos da fusão heterogênea (CHATTERJEE *et al.*, 2008).

### 3.4 SOLDAGEM DA LIGA METÁLICA NI-TI

A liga de Ni-Ti é amplamente adotada entre as Ligas com Memória de Forma devido às suas propriedades mecânicas, porém sua baixa usinabilidade ainda representa uma limitação na pesquisa para o desenvolvimento de componentes mais complexos para novas aplicações. Tornou-se de grande relevância aprimorar técnicas capazes de unir essas ligas.

#### **3.4.1 Soldagem TIG em LMFs**

O *Gas Tungsten Arc Welding* (GTAW), conhecido como TIG (*Tungsten Inert Gas*) no Brasil, é um processo que visa a fusão dos metais através do aquecimento gerado por um arco estabelecido entre um eletrodo não consumível de tungstênio e a peça a ser unida. O processo de soldagem TIG é utilizado quando uma boa aparência da solda e uma elevada qualidade da junta soldada são necessários.

Neste processo, um arco elétrico é formado entre um eletrodo de tungstênio e o metal de base. A região de arco está protegida por um gás inerte, tal como argônio ou hélio, ou uma mistura dos dois. O eletrodo de tungstênio é aquecido a temperaturas suficientemente altas para a emissão dos elétrons necessários para o funcionamento do arco. No processo TIG clássico, o arco é gerado entre um eletrodo de tungstênio em formato de bastão e um eletrodo planar, que, no caso, corresponde à própria peça a ser soldada.

O processo de soldagem TIG é considerado o mais controlável dos processos cuja fonte de energia é o arco elétrico e pode ser executada de forma manual ou mecanizada, porém tem certas limitações devido a baixa produtividade e o alto custo dos equipamentos e consumíveis (MODENESI *et al.*, 2012).

#### **3.4.2 Soldagem com arco a plasma em LMFs**

O *Plasma Arc Welding* (PAW), ou soldagem com arco a plasma, é um procedimento de união de materiais que envolve o uso de um gás inerte e um eletrodo não-consumível para criar um arco elétrico altamente concentrado. Esse processo é uma extensão da técnica de TIG (*Tungsten Inert Gas*), na qual a coluna do arco elétrico é estreitada por meio da passagem do arco através de um orifício de diâmetro reduzido e de parede refrigerada, geralmente feita de

cobre e resfriada a água. A fusão do metal ocorre devido ao calor gerado pelo arco elétrico concentrado (WAINER *et al.*, 1992).

Embora este processo de soldagem seja uma extensão da técnica de TIG, ele requer do operador maior conhecimento do processo. A tocha é mais complexa, o eletrodo requer configuração e posicionamento precisos, havendo também necessidade de seleção correta do diâmetro do bocal de compressão do orifício e da vazão do gás de plasma de proteção (DESIGNERS HANDBOOK, 1988).

### **3.4.3 Soldagem a Laser em LMFs**

A denominação Laser corresponde a abreviatura inglesa do processo *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*. A soldagem com laser (*LBW – Laser Beam Welding*) é um processo que evoluiu muito nos últimos anos. Dois tipos de lasers estão sendo empregados em aplicações de soldagem: o de CO<sub>2</sub> e o de Nd:YAG (*Neodymium – Yttrium Aluminium Garnet*). Ambos emitem radiação eletromagnética em comprimentos de ondas entre as faixas do ultravioleta e infravermelho (OLIVEIRA, 2016). O laser type Nd:YAG a uma potência de 1200W foi utilizado para realizar o processo de soldagem nas amostras deste trabalho.

A soldagem a laser é um procedimento que envolve a fusão localizada da junta mediante a incidência concentrada de um feixe de luz de alta intensidade. Esse feixe é capaz de fundir e, em alguns casos, vaporizar parcialmente o material da junta no ponto de contato, resultando em um furo, que penetra profundamente no metal de base (MARQUES *et al.*, 2009).

À medida que esse feixe de laser se desloca ao longo da peça, o metal fundido preenche a área atrás do furo e solidifica-se, criando a solda. Essa técnica permite alcançar elevadas velocidades de soldagem, exigindo um controle extremamente preciso das variáveis operacionais, como energia do feixe, distância focal, velocidade de soldagem e duração do pulso, para garantir o sucesso da operação (MARQUES *et al.*, 2009).

De acordo com (FALVO *et al.*, 2005), a soldagem a laser é uma técnica muito promissora para a soldagem da LMF Ni-Ti, uma vez que permite a união de peças com espessuras pequenas devido a alta precisão e reduzida zona termicamente afetada, além de um bom controle dos parâmetros, que permitem reprodução satisfatória. No entanto é uma técnica que aumenta consideravelmente o custo do material, que já possui um valor agregado elevado.

Em geral, a seleção do processo de soldagem e das condições de soldagem devem ser cuidadosamente avaliadas para garantir que as propriedades termomecânicas do cordão de solda sejam similares às do metal base.

### 3.5 APLICAÇÕES DA LIGA METÁLICA NI-TI

Além de exibir notável resistência à fadiga, resistência à corrosão e biocompatibilidade, a liga Ni-Ti se destaca entre as outras ligas com memória de forma, demonstrando resultados superiores na recuperação da forma em comparação com as outras LMFs e por isso são as mais comumente utilizadas no desenvolvimento de novas tecnologias, como em acoplamentos, dispositivos elétricos, magnéticos, antenas de satélites, abas de ar condicionado e entre várias outras finalidades (SANTOS, 2018).

Dispositivos metálicos ou instrumentos de nitinol apresentam estabilidade em ambientes complexos, uma vez que suas superfícies possuem uma tendência preferencial de oxidação para o titânio, resultando em uma camada superficial de óxido de  $TiO_2$  que protege a forma e a estrutura do material à corrosão, criando uma barreira física e química contra a oxidação do níquel (CAMPISTA, 2005).

Embora o nitinol seja a LMF mais comum no desenvolvimento de novas tecnologias, as propriedades dessa liga são altamente dependentes da composição química do material, uma vez que, a variação na relação Ni/Ti pode modificar as propriedades mecânicas e térmicas da liga, possibilitando sua transição para as fases martensítica, austenítica ou uma fase R mista (Ni-Ti B19 + Ni-Ti B2) em temperatura ambiente de acordo com a razão Ni/Ti utilizada, além disso, o níquel, se solubilizado em resposta a tratamentos térmicos ou pelo processo de soldagem a laser, promove a formação de precipitados ricos em níquel, e essa variação na proporção dos elementos na fase matriz impacta consideravelmente na aplicação da liga em materiais funcionais (VILLARINHO, 2010).

Todo o níquel presente na superfície do nitinol está em seu estado elementar, seus efeitos toxicológicos e o alto teor de níquel são conhecidos como as principais preocupações em relação ao nitinol e sua influência na biocompatibilidade deste material aplicado em implantes, por exemplo. A aplicação de tratamento térmico é um dos métodos utilizados para produzir uma camada de óxido de titânio resistente a corrosão sobre a superfície da liga Ni-Ti que tem como função evitar os efeitos tóxicos e alérgicos da liberação dos íons de Ni (VECHIETTI, 2012).

## 4. METODOLOGIA

### 4.1 MATERIAIS E MÉTODOS

O material foi adquirido a partir da empresa paulista SANDINOX, sendo o fio de nitinol com diâmetro de 2,2mm e referência ASTM F2063. A composição química da liga conforme informada pelo fabricante foi de Ni-43,7%Ti, além da presença de outros metais como ferro, cobre, cromo, e nióbio, e de elementos não metálicos como carbono, nitrogênio, oxigênio e hidrogênio em sua composição.

O fornecedor do material informou que os fios de Ni-Ti fornecidos passaram por um processo de recozimento depois da trefilação dos fios. Este processo de recozimento definiu vários aspectos que serão analisados posteriormente.

Antes da realização do tratamento térmico, os fios de nitinol de 2,2mm foram cortados em tamanhos de 10mm de comprimento, e amarrados a fios de cobre para facilitar o manuseio dentro do forno. O objetivo da preparação dos corpos de prova para o tratamento térmico foi assegurar condições de procedimento idênticas em todas as amostras para posterior processo de caracterização. Antes do processo de tratamento térmico, parte das amostras foram direcionadas para o processo de soldagem a laser, onde foi utilizada uma potência de 1200W e uma velocidade de soldagem de 100ms para unir cada par de amostras.

### 4.2 TRATAMENTO TÉRMICO

Os tratamentos térmicos referem-se a procedimentos controlados de aquecimento de um material até uma temperatura específica, seguidos de um período determinado para resfriamento, com o objetivo de conferir propriedades particulares ao material. Essas operações são conduzidas através da manipulação da temperatura, tempo de aquecimento e/ou taxa de resfriamento, ou uma combinação de ambos (CHIAVERINI, 2010).

O procedimento de tratamento térmico consistiu no aquecimento da amostra por 10 minutos a temperatura constante de 400°C, seguido de resfriamento em água a temperatura ambiente de 25°C.

Figura 4.1. Forno câmara com painel regulável Jung



Fonte: (Autor, 2022)

### 4.3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Os procedimentos experimentais foram conduzidos nos laboratórios do Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE). As amostras submetidas ao processo de soldagem a laser, foram transportadas para a realização do procedimento na University of Vigo, na Espanha, porém os parâmetros de solda e diretrizes do processo foram alvo da metodologia deste trabalho sendo previamente definidos.

#### ***4.3.1 Calorimetria diferencial de varredura***

Ao trabalhar com ligas de memória de forma, a primeira consideração é compreender as temperaturas de transformação ( $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$ ,  $A_f$ ,  $R_s$ ,  $R_f$ ). As propriedades físicas de uma liga Ni-Ti variam conforme a quantidade de cada fase presente no material, dependendo da temperatura da liga. Portanto, uma forma de determinar a temperatura em que uma fase se transforma em outra é através da medição de alguma propriedade física do material diretamente associada à quantidade da fase presente ao longo de uma faixa de temperatura específica.

No presente trabalho, o método utilizado para determinar as temperaturas de mudanças de fase foi o DSC (*Differential Scanning Calorimeter*). O ensaio de DSC é amplamente

empregado para a determinação das temperaturas de transformação de ligas com memória de forma (BRADLEY & BRANTLEY, 1996, 1996). Esse método consiste em medir a quantidade de calor emitida ou absorvida durante a mudança de fase, comparativamente ao comportamento conhecido da amostra. Durante o resfriamento, ocorre a formação da martensita acompanhada de emissão de calor, caracterizada por um pico (ou vale, dependendo da convenção do aparelho) na curva de resfriamento.

Para evitar a oxidação do material, a câmara de aquecimento do DSC foi preenchida com gás nitrogênio. Além de permitir a identificação das temperaturas de transformação sem aplicação de cargas, esta técnica permite, a partir da quantidade de calor emitida ou absorvida durante o ensaio, a identificação da entalpia de transformação.

A identificação das temperaturas de transformação de fase foi realizada pela técnica de calorimetria diferencial de varredura, com o instrumento localizado nas dependências do INTM. Uma amostra de liga de Ni-Ti com comprimento de 3,0 milímetros e massa de 5 miligramas foi ensaiada entre as temperaturas de -20 e 120°C a uma taxa constante de aquecimento e resfriamento de 10°C/min. Na etapa de análise de resultados, foi possível obter o valor das entalpias de transformação de fases utilizando o recurso de cálculo diferencial do software Origin 8.0. Obtendo os valores da taxa de calor em função da temperatura do ciclo e equacionando estes valores com a massa da amostra (5mg).

#### ***4.3.2 Preparação Metalográfica e Microscopia Óptica***

Para uma análise minuciosa da estrutura microscópica obtida, utilizou-se o microscópio óptico ZEISS Axio Lab A1 com ampliações de 50X, 100X e 200X. A preparação metalográfica do material envolveu o processo de embutimento, seguido por etapas de lixamento e polimento. A revelação da microestrutura resultante foi realizada por meio de um ataque químico utilizando o reagente Kroll (HF-HNO<sub>3</sub>-CH<sub>3</sub>COOH) na proporção de 2:5:5, com uma duração de 5 segundos.

Por meio da microscopia óptica, foram realizadas ampliações de 50X, 100X e 200X das amostras dos fios de Ni-Ti tratados termicamente a 400°C em sua forma original e no cordão de solda, as Figuras 5.1 e 5.2 representam as ampliações 100X obtidas para o fio de Ni-Ti fora da zona termicamente afetada e no cordão de solda, respectivamente.

Após o embutimento a quente de três amostras soldadas e três amostras uniformes, todas submetidas ao tratamento térmico de 400°C, foi utilizada a lixadeira e politriz RISITEC, localizada no laboratório do INTM. O processo de lixamento foi realizado com lixas p80,

p120, p220, p320, p480 e por fim p1200. Ao fim do processo de lixamento das amostras foi utilizado o pano metalográfico juntamente com a pasta de óxido de alumina para a realização do polimento metalográfico das amostras embutidas.

#### ***4.3.1 Ensaios de Microdureza***

Foram realizados ensaios de microdureza Vickers (HV), com carga de 980,7mN por 30 segundos em amostras de fios de Ni-Ti e no cordão de solda das amostras que foram submetidas a este processo, ambas devidamente polidas tratadas termicamente a 400°C, foi possível obter 20 indentações em cada ensaio.

Estes ensaios foram realizados num microdurômetro da marca Shimadzu, modelo HMV-2, instalado no Laboratório de Mecânica Aplicada do DEMEC. Neste teste de dureza, uma pirâmide com base quadrada e ângulo de 136° é prensada com uma carga definida sobre a superfície polida do material. A dureza Vickers, é obtida por meio da relação entre a carga aplicada pela área projetada pelo penetrador, sempre ao longo do sentido de trefilação dos fios.

#### ***4.3.4 Espectrometria por dispersão de energia***

A técnica de Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS) apresenta relevância não apenas na investigação de possíveis alterações na composição química das ligas, mas também na determinação da distribuição de elementos químicos em diferentes regiões da amostra.

Adicionalmente, o EDS é capaz de oferecer insights sobre a microestrutura e o tamanho das partículas presentes na amostra, aspectos cruciais para compreender as propriedades mecânicas e físicas do material. A aplicação da técnica de EDS também se mostra útil na identificação da presença de impurezas ou contaminações que podem impactar a qualidade do material.

No espectrômetro utilizado, a ampola de raios X que atua como fonte irradia uma amostra diretamente, e a fluorescência proveniente da amostra é medida com um detector de energia dispersiva. Esse detector é capaz de medir as energias diferentes da radiação característica que vem diretamente da amostra (MALVERN PANALYTICAL, 2024).

A intensidade da radiação desses instrumentos é geralmente medida em contagens por minuto (cpm) ou contagens por segundo (cps), porém os dados dos gráficos dos ensaios realizados no presente trabalho foram obtidos com a intensidade de radiação descrita em

(cps/eV) pois assim é possível comparar facilmente espectros (com base em diferentes resoluções de energia e diferentes larguras de passos) com respeito às integrais do espectro sem determinar as resoluções energéticas individuais em razão da unidade de energia dispersa pelo equipamento (keV), Sendo o cps uma forma de exprimir a taxa de contagens por unidade de tempo registrada no instrumento de monitorização de radiação (CONNOR, 2019).

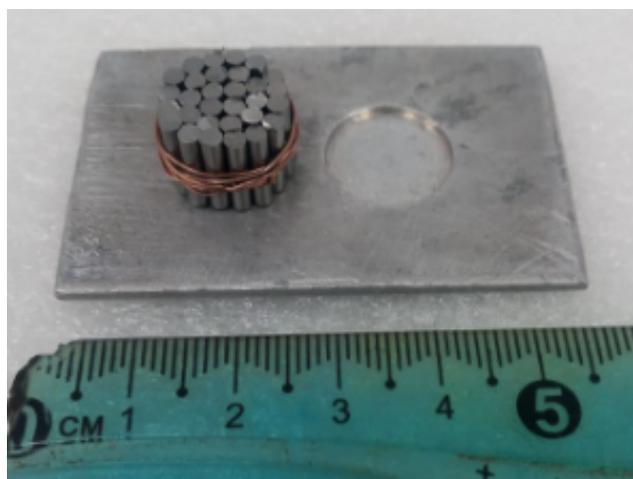
#### 4.3.5 Difração de raios X

As análises de difração de raio X (DRX) foram feitas a fim de encontrar os difratogramas de cada amostra, a partir de cada difratograma é possível entender qual plano da microestrutura é mais denso e qual plano é mais escasso observando os picos de difração apresentado pelo gráfico e também aliando com a análise de composição química é possível identificar quais fases estão presentes no espectro. O ensaio foi realizado com radiação Cu-K $\alpha$ , com um comprimento de onda  $\lambda=1,5406 \text{ \AA}$  e o ângulo de varredura analisado variou de 15° até 55°.

Para este procedimento experimental, as amostras foram cortadas em dimensões de 10 milímetros de comprimento e 2,2 milímetros de diâmetro. Com o término da sessão de cortes, as amostras foram submetidas ao tratamento térmico a 400°C.

Após os cortes das 60 amostras de 10 milímetros do fio de nitinol, foram distribuídas em 2 grupos com 30 amostras cada. Sendo amarradas por um fio de cobre como ilustrado na Figura 4.2, e preparadas para a sessão de tratamentos térmicos na temperatura de 400°C.

Figura 4.2. Grupo de trinta amostras para ensaio no DRX antes do tratamento térmico a 400°C



Fonte (Autor, 2022)

Figura 4.3. Comparativo entre grupo de amostras sem TT e submetidos a 400°C



Fonte (Autor, 2022)

Após os tratamentos térmicos a 400°C, foi necessária a realização de uma nova preparação metalográfica em todo o conjunto, sendo refeitos os processos de embutimento a quente, lixamento e polimento metalográficos já descritos no presente trabalho.

Ao final da preparação metalográfica, foi necessária a utilização de massa de modelar buscando manter a superfície superior de trabalho do conjunto de amostras planejado, pois é nessa superfície que os elétrons serão difratados no ensaio de difração de raios X. As Figuras 4.4 e 4.5 representam o ensaio de difração de raios X realizado no difratômetro japonês da marca SHIMADZU, modelo XRD - 7000.

Figura 4.4. Difratômetro de raios X - XRD 7000

Figura 4.5. Ampliação do ensaio de difração de raios X



Fonte: (Autor, 2022)

Fonte: (Autor, 2022)

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

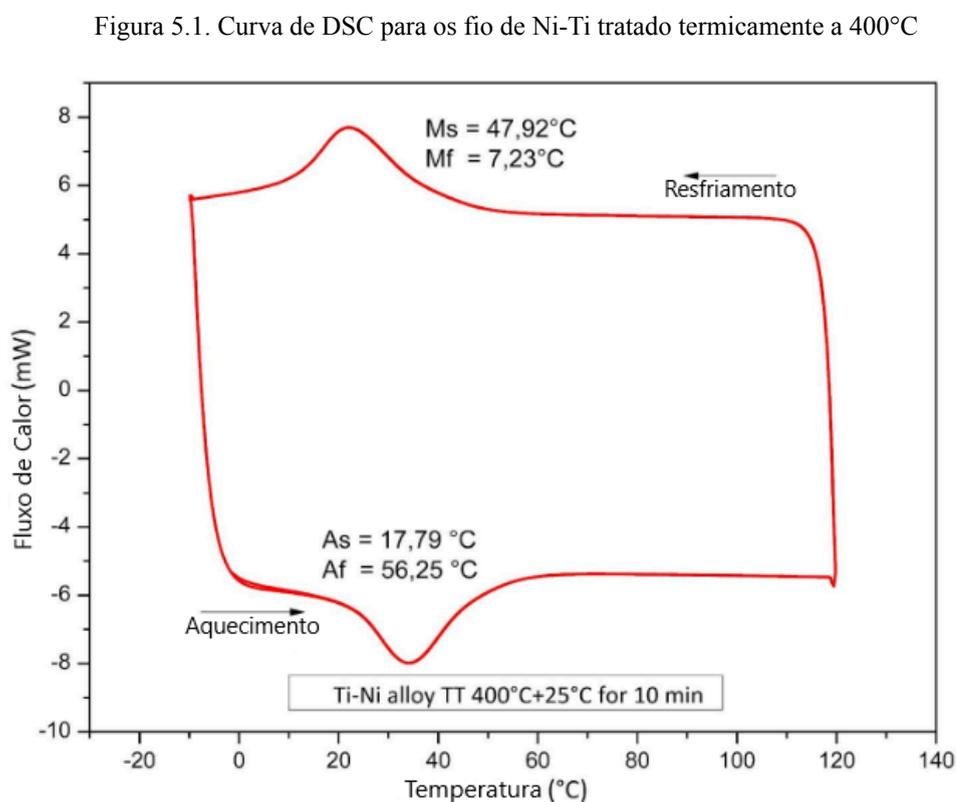
Neste tópico serão apresentados os resultados obtidos com a evolução do trabalho, bem como, as principais discussões envolvidas e observadas sobre o tema.

### 5.1 ANÁLISE CALORIMÉTRICA

A Figura 5.1 apresenta a evolução da análise calorimétrica do material não submetido ao processo de soldagem, já na figura 5.2 está representada a curva de DSC da junta soldada para o mesmo tipo de amostra (Tratada termicamente a 400°C).

Analisando a Figura 5.1, é perceptível que o ciclo se iniciou no processo de aquecimento, onde foi possível extrair as temperaturas de início e fim ( $A_s$  e  $A_f$ , respectivamente) de transformação da fase Austenítica. Sendo elas identificadas por:  $A_s=17,79^\circ\text{C}$  e  $A_f=56,25^\circ\text{C}$ .

Ao fim do ciclo calorimétrico, no processo de resfriamento, foi possível extrair as temperaturas de início e fim ( $M_s$  e  $M_f$ , respectivamente) de transformação da fase Martensítica. Sendo elas identificadas por:  $M_s = 47,92^\circ\text{C}$  e  $M_f = 7,23^\circ\text{C}$ .



Fonte: (Autor, 2022)

A partir da Figura 5.1, também foram extraídas as entalpias de transformação de fase direta ( $\Delta H_d$ ) no resfriamento e reversa ( $\Delta H_r$ ) no aquecimento e os picos endotérmicos e exotérmicos destas transformações de fase, sendo:

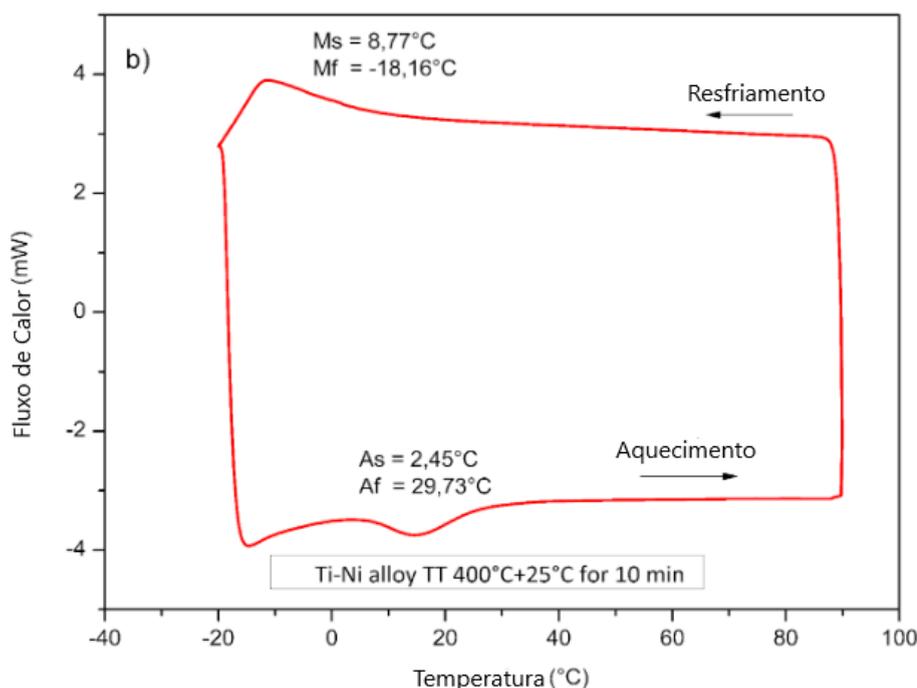
- Entalpia de transformação de fase direta: ( $\Delta H_d$ ) = 22 J/g. Pico Exotérmico: 22,2°C na operação de resfriamento, liberando 7,69mW de calor para o ambiente por segundo.
- Entalpia de transformação de fase reversa: ( $\Delta H_r$ ) = 34 J/g. Pico Endotérmico: 34,09°C na operação de aquecimento, consumindo 7,98mW de calor por segundo.

Para a junta soldada, tendo resultados apresentados na Figura 5.2 foi possível observar um fluxo de calor bem menor em comparação à amostra não soldada, além disso, a diferença nas temperaturas de início e fim de mudança de fases foi menor para a análise calorimétrica do cordão de solda.

O ciclo se iniciou também no processo de aquecimento, onde foi possível extrair as temperaturas de início e fim ( $A_s$  e  $A_f$ , respectivamente) de transformação da fase Austenítica. Sendo elas identificadas por:  $A_s = 2,45^\circ\text{C}$  e  $A_f = 29,73^\circ\text{C}$ .

Ao fim do ciclo calorimétrico, no processo de resfriamento, foi possível extrair as temperaturas de início e fim ( $M_s$  e  $M_f$ , respectivamente) de transformação da fase Martensítica. Sendo elas identificadas por:  $M_s = 8,77^\circ\text{C}$  e  $M_f = -18,16^\circ\text{C}$ .

Figura 5.2. Curva de DSC da junta soldada de Ni-Ti tratada termicamente a 400°C



A partir da figura 5.2, também foram extraídas as entalpias de transformação de fase direta ( $\Delta H_d$ ) no resfriamento e reversa ( $\Delta H_r$ ) no aquecimento e os picos endotérmicos e exotérmicos destas transformações de fase, sendo:

- Entalpia de transformação de fase direta: ( $\Delta H_d$ ) = 7 J/g. Pico Exotérmico: -11,7°C na operação de resfriamento, liberando 3,90mW de calor para o ambiente por segundo.
- Entalpia de transformação de fase reversa: ( $\Delta H_r$ ) = 22 J/g. Pico Endotérmico: 14,4°C na operação de aquecimento, consumindo 3,75mW de calor por segundo.

A diminuição da entalpia de transformação de fase direta pode ser justificada por mudanças na estrutura cristalina do material durante o processo de tratamento térmico ou por algum tipo de variação química da amostra devido ao processo de soldagem a laser.

De acordo com Otsuka *et al.*, amostras submetidas a tratamentos térmicos apresentam uma maior intensidade de entalpia durante ciclos endotérmicos nas transformações de fase além de maiores valores de picos endotérmicos em comparação com os picos exotérmicos. Isso ocorre devido a precipitação de novos intermetálicos que diminuem a fração do volume da fase Ni<sub>2,67</sub>Ti<sub>1,33</sub>, detectada por DRX nesta pesquisa.

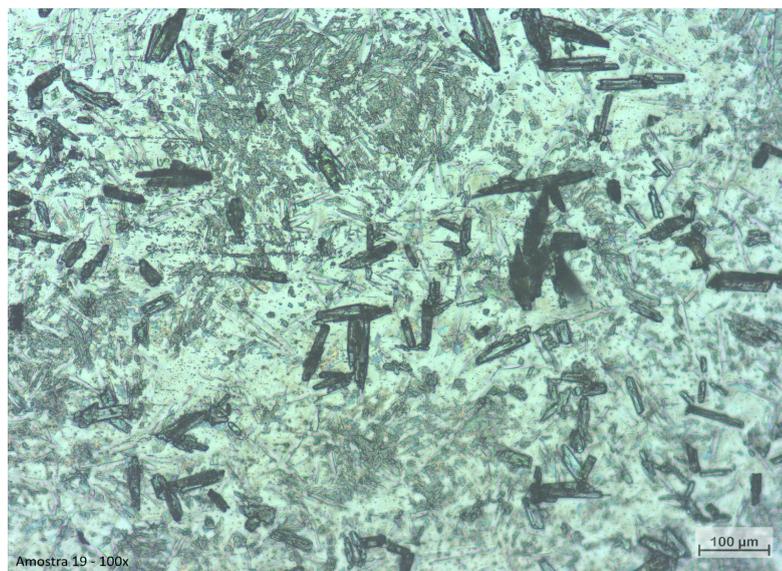
Os gráficos de DSC referentes ao comportamento das amostras sugerem que o processo de soldagem a laser afetou a transformação de fase significativamente, resultando em alterações nas temperaturas e nas entalpias, tais resultados podem ser explicados pela influência do aporte térmico da solda que pode ter afetado a microestrutura do material e as condições termodinâmicas do sistema.

Também a partir da análise das curvas de DSC e dos valores de entalpia encontrados, é possível propor que as transformações de fase observadas não envolvem transformações intermediárias (envolvendo a martensita conhecida por fase-R). Esta conclusão também pode ser feita com base em que a transformação da Fase-R libera pouca energia quando comparada com a transformação martensítica completa e sua reversão, que apresentam valores de entalpia típicos situados entre 19 e 32 J/g (OTSUKA; WAYMAN, 1999).

#### 5.4 CARACTERIZAÇÃO DOS FIOS POR MICROSCOPIA ÓTICA

A microestrutura identificada na imagem da Figura 5.3 é heterogênea e apresenta grãos da fase austenítica sendo as áreas de coloração mais clara e a fase martensítica em forma de agulhas mais escuras, que tem sua formação diretamente relacionada ao tratamento térmico de 400°C.

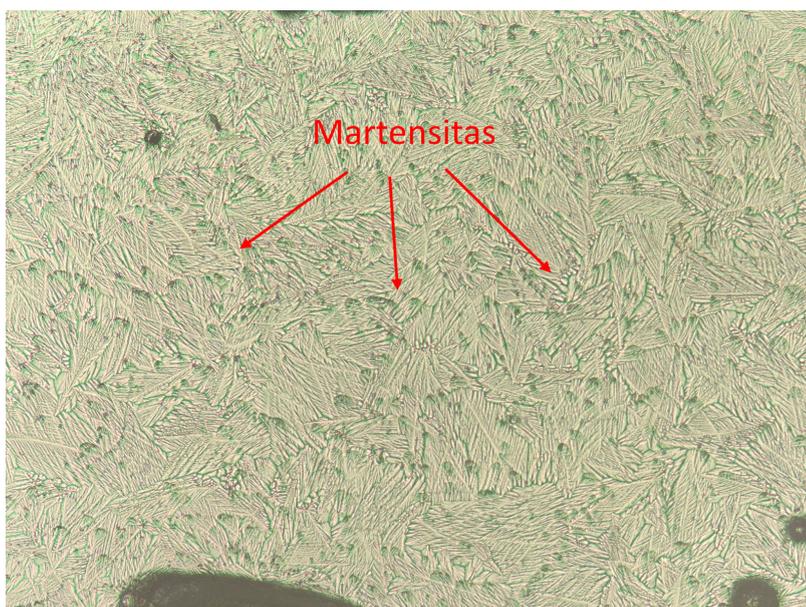
Figura 5.3. Microscopia Óptica da amostra não soldada com ampliação de 100X



Fonte: (Autor, 2022)

A partir da análise da Figura 5.4, no cordão de solda, foi possível observar a presença de colônias de plaquetas de martensita distribuídas em grãos bem definidos e dispostos em múltiplas direções. Essa complexa disposição dos grãos sugere um processo de soldagem que envolveu uma alta variação de temperatura e um gradiente térmico que resultou na formação dessa microestrutura característica. A identificação dessas plaquetas de martensita é de grande importância pois elas podem influenciar as propriedades mecânicas e funcionais da liga.

Figura 5.4. Colônias de Martensita observadas no cordão de solda com ampliação de 100X



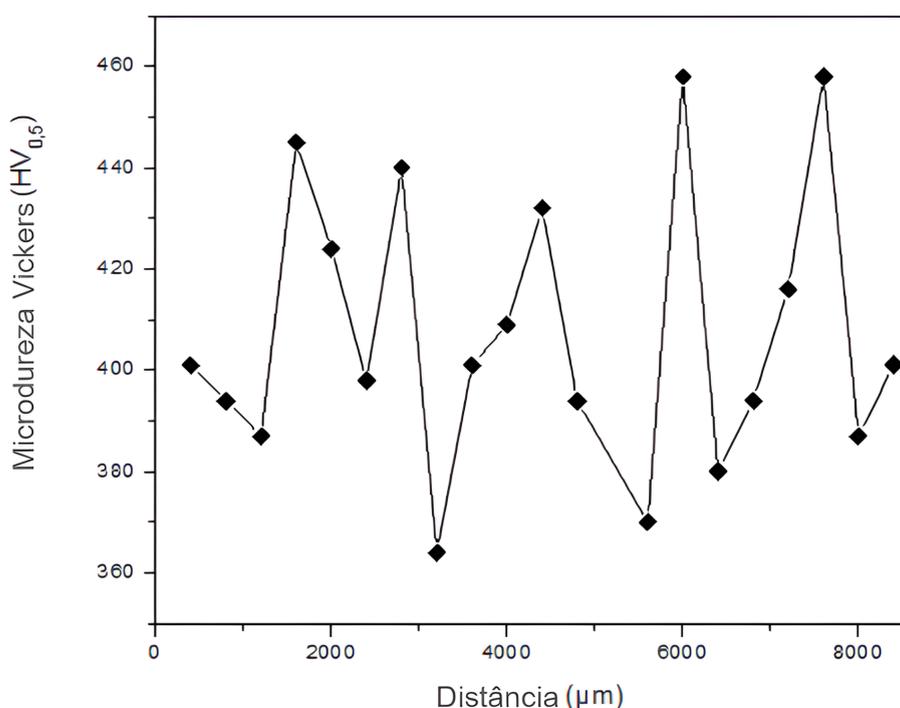
Fonte: (Autor, 2022)

Os resultados obtidos da análise via DSC apresentou valores de  $A_s$  e  $M_s$  que permitem supor a existência de ambas as fases em temperatura ambiente para a amostra da Figura 5.3. Também foi possível observar a presença de fase austenítica em temperatura ambiente para a amostra soldada, representada na Figura 5.4 como sendo a ampliação realizada no cordão de solda a temperatura ambiente ( $25^\circ\text{C}$ ), porém a partir das identificações de microscopia óptica foi possível evidenciar apenas a formação predominante de cristais martensíticos em formato de lâminas, o que pôde ser atribuído ao preparo da amostra.

### 5.3 ANÁLISE DE MICRODUREZA VICKERS

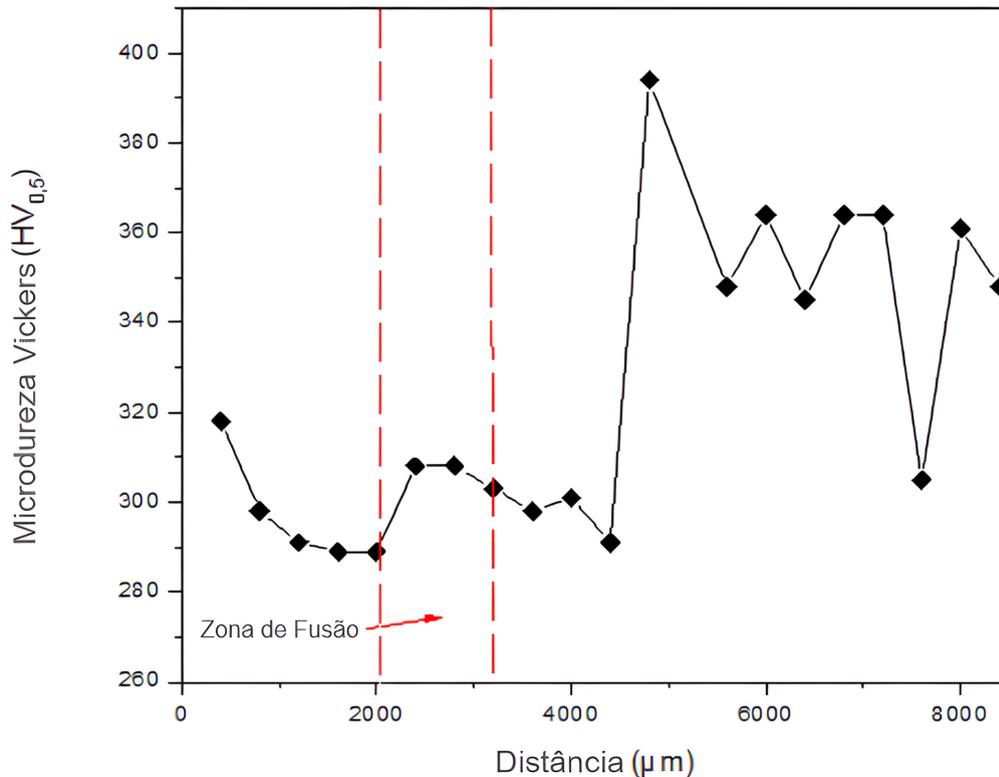
Os gráficos das Figuras 5.5 e 5.6 apresentam o perfil de microdureza para a amostra não submetida ao processo de soldagem a laser (Figura 5.5) e para o cordão de solda, ambas amostras tratadas termicamente a  $400^\circ\text{C}$ . A partir da análise das indentações do processo, foi possível observar o perfil de dureza nas zonas termicamente afetadas pelo calor e também na região fundida.

Figura 5.5. Plotagem das 20 indentações realizadas no fio de Ni-Ti não soldado



Fonte:(Autor, 2022)

Figura 5.6. Plotagem das 20 indentações realizadas na amostra soldada do fio de Ni-Ti



Fonte: (Autor, 2022)

De acordo com a figura 5.6, houve uma drástica redução no valor da microdureza Vickers no cordão de solda e nas proximidades da região soldada. Além disso, foi possível observar um pico de microdureza no centro do cordão de solda. De acordo com Mirshekari, A razão para essa tendência de microdureza na zona termicamente afetada é que a área próxima à zona de fusão (Centro do cordão de solda) passa por uma taxa de resfriamento lenta e, portanto, tem microestrutura de grãos grosseiros, enquanto a área próxima ao metal base passa por uma alta taxa de resfriamento devido a gradientes térmicos mais acentuados e, consequentemente, tem microestrutura de granulação fina. O metal de base apresentou o valor mais alto de microdureza devido à estrutura de grãos mais finos e à maior homogeneidade química e microestrutural do que a zona de solda

A microestrutura da zona de fusão solidificada depende do gradiente de temperatura ( $G$ ), da taxa de solidificação ( $R$ ), do sub-resfriamento ( $\Delta T$ ) e da composição da liga. Partindo do centro da solda em direção às extremidades da zona termicamente afetada, a taxa de solidificação aumenta enquanto o gradiente de temperatura diminui. Isso quer dizer que o

centro do cordão de solda é a região que mais demora a se solidificar, devido a esse atraso na solidificação ocorre a formação de grãos maiores e mais grosseiros. o processo de solidificação ocorre pela formação de grãos do tipo planar (mais finos) nas extremidades da zona termicamente afetada, seguidos por grãos do tipo celular, de tamanho consideravelmente maior. Quando a solidificação se inicia em direção ao centro da solda, é observado o crescimento do grão dendrítico, de tamanho superior e mais grosso em comparação aos anteriores (MIRSHEKARI, 2013).

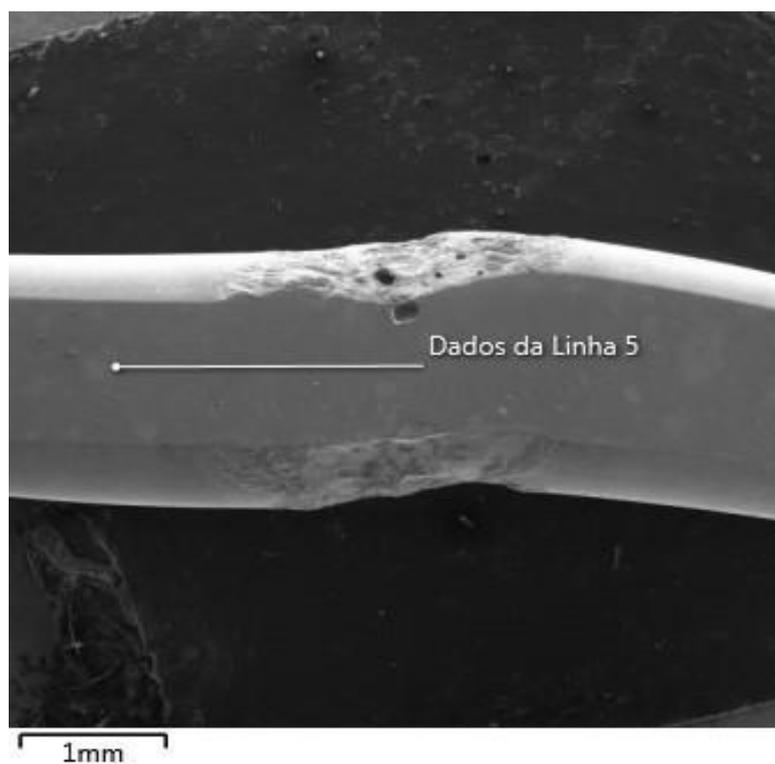
Realizando um comparativo entre ambos os resultados, foi possível observar valores similares de microdureza em ambas amostras nas regiões mais distantes da zona de fusão, ainda assim, os valores de microdureza obtidos na amostra soldada foram ligeiramente menores em comparação ao material puro, submetido apenas ao tratamento térmico de 400°C. Isso se deve pelo fato de ser uma zona termicamente afetada pelo calor, mesmo não estando envolvida diretamente com a zona de fusão.

## 5.2 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA NO CORDÃO DE SOLDA

Através da análise por EDS, foi possível obter informações importantes sobre a concentração do elemento químico Ni em diferentes partes do fio. A Figura 5.7 apresenta os resultados dessa análise, que foram obtidos a partir de uma linha traçada no centro do fio. Esses resultados são essenciais para a compreensão das propriedades químicas dessas amostras de fio, bem como para a identificação de possíveis diferenças e semelhanças entre elas.

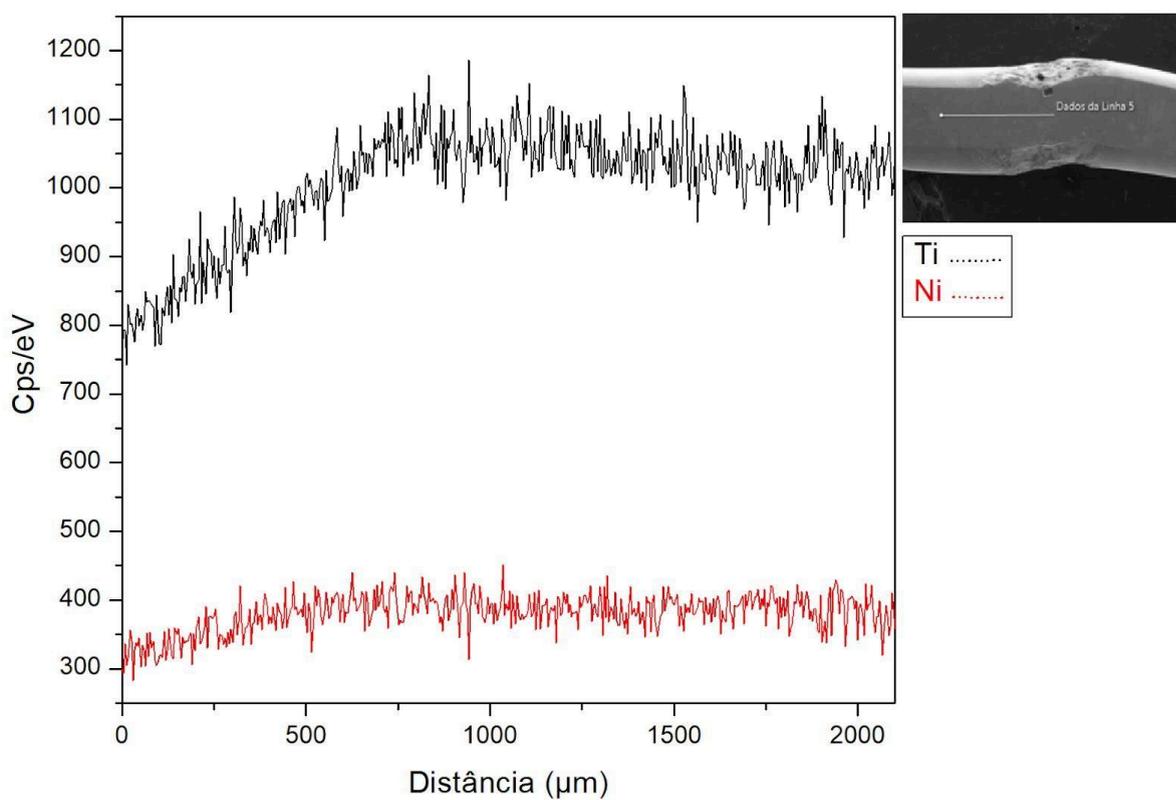
As medições foram expressas em contagens por segundo (cps) por elétron-volt (eV) por unidade de distância em micrômetros. Essa combinação de unidades representa a taxa de detecção de fótons emitidos por um material quando exposto a elétrons acelerados, normalizada pela energia do elétron incidente e pela área da amostra analisada. A inclusão da distância em micrômetros visa oferecer uma dimensão espacial para a análise da distribuição dos elementos químicos na amostra, complementando as informações energéticas obtidas em eV.

Figura 5.7. Análise de composição química por linha



Fonte: (Autor, 2022)

Figura 5.8. Distribuição da composição química do fio de Ni-Ti no cordão de solda



Fonte: (Autor, 2022)

Na análise da composição química apresentada na figura 5.8 foi observado um aumento expressivo da concentração de titânio em direção ao centro do cordão de solda, também houve um aumento na concentração de níquel em direção ao centro do cordão de solda, porém com uma intensidade inferior à apresentada pela concentração de titânio, essa divergência dos valores de composição também podem ser explicadas pela volatilidade do níquel no processo de soldagem por alta temperatura em comparação com o titânio (GALE, WILLIAM F., TOTEMEIER, 2003).

A deposição de titânio na zona afetada pelo calor pode elevar os valores de recuperação a deformação pelo efeito memória de forma além de aumentar os parâmetros termodinâmicos como entalpia e entropia, além de aumentar as propriedades mecânicas e ductilidade da liga a temperatura ambiente (GARCIA *et al.*, 2020). O aumento da ductilidade é justificado pela possível diminuição do tamanho da estrutura do grão devido ao processo de solidificação pós-soldagem.

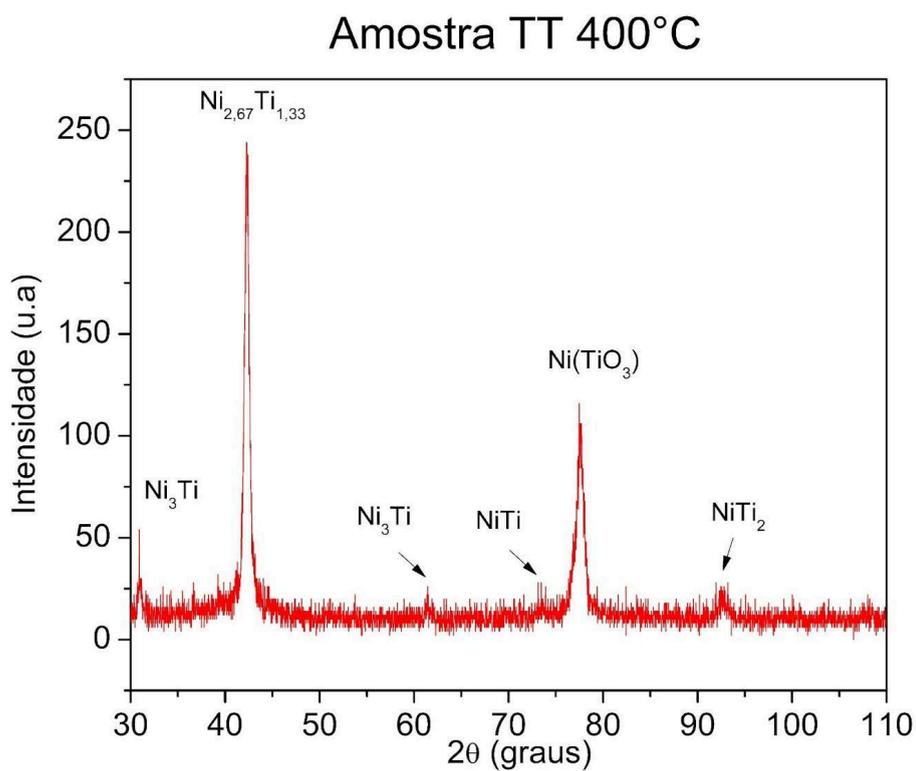
Os resultados obtidos por meio dos ensaios de microscopia e EDS indicam uma significativa mudança de composição na região do cordão de solda em todas as condições estudadas. É presumível que essa mudança na composição possa alterar a dissolução dos elementos na fase matriz, o que pode levar à decomposição do Ni-Ti em fases como NiTi<sub>2</sub>, Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>, Ni<sub>2</sub>Ti<sub>3</sub>, e Ni<sub>3</sub>Ti.

A deposição de titânio no cordão de solda significa uma redução na concentração de níquel nessas regiões, e isso impacta diretamente nas temperaturas de transformação. Essa maior deposição de titânio no cordão de solda pode justificar as baixas temperaturas de transformação de fase obtidas na análise das curvas de DSC para essa amostra. De acordo com Oliveira (OLIVEIRA, 2016), a redução no percentual de níquel nessas regiões induz uma redução nas temperaturas de transformação, além de influenciar na formação de precipitados.

## 5.5 ANÁLISE DA FORMAÇÃO DE PRECIPITADOS (DIFRAÇÃO DE RAIOS X)

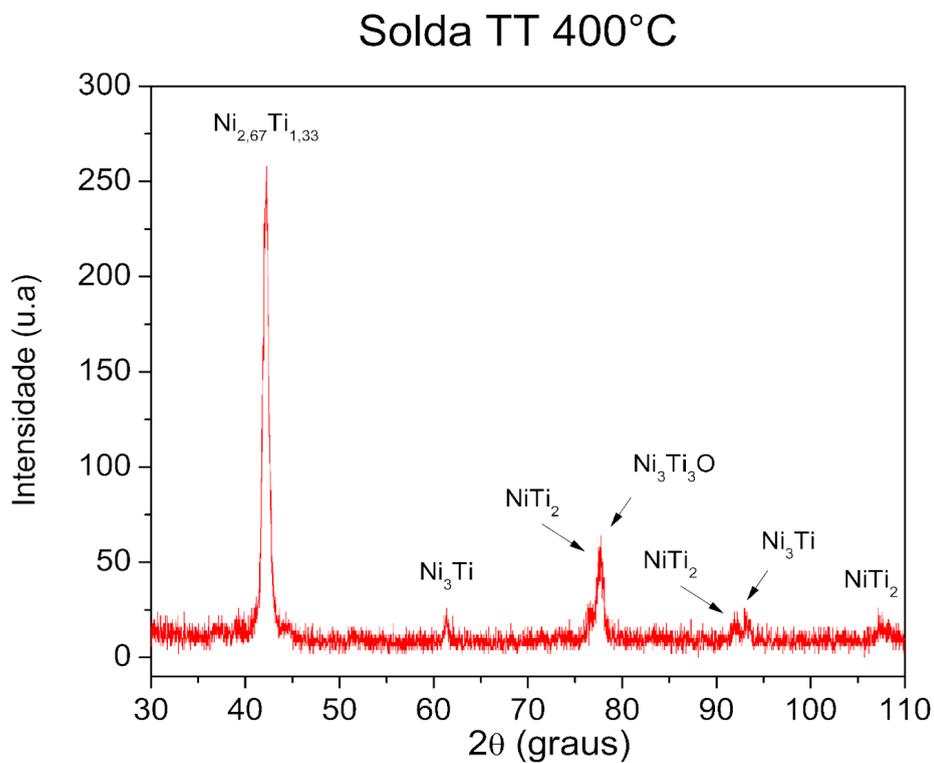
A técnica de Difração de Raios-X (DRX) é interessante não apenas para detectar fases e precipitados no material, mas também porque ela pode fornecer informações importantes sobre a estrutura cristalina do material e sobre as mudanças que ocorrem na estrutura durante o processo de tratamento térmico, por exemplo. Além disso, a técnica de DRX é não destrutiva, ou seja, não é necessário danificar ou alterar permanentemente a amostra para realizar o teste. Os dados obtidos nos ensaios de Difração de Raios X foram transformados em difratogramas para melhor compreensão dos dados gerados.

Figura 5.9. Análise difratária da amostra não soldada



Fonte:(Autor, 2022)

Figura 5.10. Análise difratária da amostra soldada



Fonte:(Autor, 2022)

Durante a soldagem, a liga é submetida ao aquecimento e resfriamento rápido, o que pode provocar mudanças na sua estrutura cristalina, além da geração de tensões residuais que podem afetar a posição dos picos de difração nos gráficos do DRX. Portanto é de suma importância levar em consideração os efeitos da solda a laser ao analisar a estrutura e as propriedades da liga (FALVO, 2005).

Além do aquecimento e surgimento de precipitados, devido ao processo de soldagem, ocorrem deformações elásticas no material, que podem deslocar os picos de difração para esquerda ou direita em virtude da expansão térmica do material durante a fase de aquecimento, seguida de uma recuperação elástica à sua condição inicial a medida que o material resfria. Essas deformações elásticas constituem um fenômeno relevante a ser considerado no contexto das análises estruturais durante o processo de soldagem a laser.

Os difratogramas das condições analisadas revelaram a presença de diversas fases decorrentes do processo de decomposição do Ni-Ti. As únicas fases que estão presentes nos dois difratogramas em ângulos de difração de elétrons semelhantes, foram identificadas sendo:

- O precipitado  $\text{Ni}_{2,67}\text{Ti}_{1,33}$ , a aproximadamente  $42,3^\circ$  de difração;
- O precipitado  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ , a aproximadamente  $61,38^\circ$  de difração;
- O precipitado  $\text{NiTi}_2$ , a aproximadamente  $92,94^\circ$  de difração.

A formação da fase  $\text{Ni}_{2,67}\text{Ti}_{1,33}$  ocorre devido a uma alta e duradoura liberação de íons do material e representa uma fase binária do Ni-Ti tendo como resultado a alteração da composição da liga da matriz adjacente. Além de favorecer a liberação de Ni, ele altera suas propriedades mecânicas como suas temperaturas de transformações de fases e resistência à corrosão (SHABALOVSKAYA, 2009). O excesso da presença desse precipitado pode afetar a capacidade da liga de nitinol de recuperar sua forma original após ser deformada. Isso ocorre porque a formação de precipitados intermetálicos pode dificultar o movimento das fronteiras de martensita durante a transformação martensítica, que é responsável pela memória de forma da liga.

Os espectros das Figuras 5.10 e 5.11 sugerem que a fase  $\text{Ni}_{2,67}\text{Ti}_{1,33}$  é a principal constituinte da liga Ni-Ti tratada termicamente a  $400^\circ\text{C}$ . As fases intermetálicas como  $\text{NiTi}$ ,  $\text{NiTi}_2$ , ou  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  apresentam picos menores, são fases mais estáveis e se formam por meio de simples flutuações na composição local da liga. Estas fases são sobrepostas pelo pico da fase  $\text{Ni}_3\text{Ti}_3\text{O}$  para a amostra soldada, ou pelo pico da fase  $\text{Ni}(\text{TiO}_3)$  considerando a amostra apenas tratada termicamente, ou seja, estes precipitados oferecem contribuições mais impactantes para as características do material.

Realizando um comparativo entre os dois difratogramas apresentados nas Figuras 5.10 e 5.11, também foi possível identificar deslocamentos nos picos de difração, embora seja possível identificar as mesmas fases, isso se deve à expansão térmica do material durante a fase de aquecimento. A nova caracterização destes precipitados pode ser influenciada por vários fatores, incluindo o próprio processo de soldagem a laser.

## 6. CONCLUSÃO

Os fios de Ni-Ti submetidos a soldagem a laser apresentaram modificações na transformação de fase em comparação com as ligas apenas tratadas termicamente. As temperaturas de transformação diminuíram para as amostras submetidas à soldagem a laser. A análise quanto ao aspecto estrutural e microestrutural realizada no cordão de solda por meio de microscopia óptica, permitiu a visualização de colônias de plaquetas de martensita, no entanto, o tempo e temperatura de envelhecimento no tratamento térmico facilitam a formação de novas fases, bem como, o crescimento de grãos, o que dificulta a classificação da estrutura visualizada como puramente martensítica.

Por meio de análise calorimétrica, microscopia óptica e ensaios de DRX da junta soldada de Nitinol, foi possível obter uma melhor compreensão das faixas de temperatura em que ocorre o efeito de memória de forma, além de supor quais fases estão presentes na micrografia estudada e as entalpias de transformação. A partir das análises das curvas de DSC e dos resultados obtidos para as entalpias de transformação, foi perceptível a ausência de fase intermediária em ambos os tipos de amostra. Analisando os resultados da microscopia óptica foi possível propor uma formação predominante de colônias de martensita na amostra soldada, e uma disposição de fases heterogênea na amostra não-soldada, com a presença de fase austenítica e fase martensítica. Já através da análise via DRX, foi possível observar a fase  $Ni_{2,67}Ti_{1,33}$  sendo a principal constituinte da liga tratada termicamente a 400°C.

Constatou-se também que a soldagem a laser modificou os efeitos termomecânicos da liga de Ni-Ti tratada a 400°C. Através da análise via DRX foi possível identificar os efeitos da soldagem a laser, deslocando os picos de difração para esquerda ou direita em virtude da expansão térmica do material durante a fase de aquecimento. Além de análise por Microdureza Vickers, onde foi constatada uma redução drástica da microdureza nas extremidades da zona de fusão devido a formação dos grãos no processo de solidificação. Também foi possível identificar uma leve redução na microdureza do material soldado mesmo em regiões distantes da zona de fusão, por ainda ser uma zona termicamente afetada pelo calor. E por fim, através da espectrometria de raios-x por dispersão de energia por linha, foi visualizado um aumento expressivo na concentração do titânio no cordão de solda, essa deposição foi maior no centro do cordão de solda, em relação a todos os outros pontos analisados do material. Foi proposto que a redução nas temperaturas de transformação de fase na amostra soldada está diretamente relacionada com essa alta deposição de titânio no cordão de solda, e ao tratamento térmico.

Conclui-se dessa forma que os objetivos deste trabalho foram alcançados, foi possível caracterizar os efeitos nocivos do processo de soldagem no nitinol tratado termicamente a 400°C, bem como foi possível analisar as variações nas transformações de fase na liga, além disso, muito provavelmente os dados coletados neste trabalho estarão disponíveis para servir como base para a comunidade científica futura.

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Estas são algumas sugestões de possíveis pesquisas futuras para as ligas de Ni-Ti, que podem contribuir para o desenvolvimento de novas aplicações e tecnologias no vasto ecossistema da engenharia.

1. Investigar a formação e crescimento de precipitados em ligas de Ni-Ti ricas em Ni a fim de desenvolver novas técnicas para otimizar as propriedades mecânicas e estruturais dessas ligas promissoras
2. Investigar a diferença de diferentes elementos de liga, como Al, Fe e Cu, na microestrutura e propriedades das ligas de Ni-Ti, afim de ampliar o conhecimento sobre o comportamento mecânico e térmico dessas ligas.
3. Avaliar o desempenho das ligas de Ni-Ti em ambientes extremos, como em temperaturas muito baixas ou elevadas, e em ambientes químicos corrosivos, para entender melhor o comportamento dessas ligas em aplicações industriais e de outras áreas.
4. Investigar novos processos de fabricação, como a impressão 3D, para produzir componentes complexos de Ni-Ti, com geometrias personalizadas, e avaliar as propriedades mecânicas desses componentes.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARIEL J. A. L.; BEATRIZ S. T.; MARIANA G. M., NATÁLIA F. G. S.; NICOLAS S. M. M. O.; PAULA S. Y.; CARLOS N. E.; **Caracterização de ligas Ni-Ti com efeito de memória de forma.** Instituto Militar de Engenharia (IME), 2016.

BAST. F, WEIKERT.S, SCHROM.T, **Treatment of Otosclerosis with a Superelastic Nitinol Piston:** First Results. Indian J Otolaryngol Head Neck Surg,v 63, pp 126-131, 2011.

BRADLEY, T.; BRANTLEY, W.; ALBERTSON, B. **Differential scanning calorimeter (DSC) analyses of superelastic and nonsuperelastic nickeltitanium orthodontic wires.** American Journal of Orthodontics. June, 1996. 109,6, 589-96.

CAMPISTA.C.S. **Comportamento Mecânico de Ligas com Efeito Memória – Relação do Processamento Termomecânico com a Eficiência em Tratamento.** Tese de doutorado. UFRJ, 2005.

CHATTERJEE, S.; ABINANDANAN, T. A.; CHATTOPADHYAY, K. **Phase formation in Ti/Ni dissimilar welds.** Materials Science and Engineering A, v. 490, p. 7-15, 2008.

CHIAVERINI, VICENTE, **Aços e ferros fundidos.** Associação Brasileira dos Metais - ABM., 1982.

DESIGNERS HANDBOOK. **Welding of stainless steels and other joining methods.** American Iron and Steel Institute, distribuído por Nickel Development Institute, 1988.

FALVO, A.; FURGIUELE, F. M.; MALETTA, C. **Laser welding of a Ni-Ti alloy: Mechanical and shape memory behavior.** Materials Science and Engineering A, v. 412, p. 235-240, 2005.

FERNANDES, F. M. B. **Ligas Com Memória de Forma.** Universidade de Lisboa, Departamento de Ciência dos Materiais (CENIMAT), 2003.

FOOK, NATHALIA CRISTINA MORAIS LIA. **AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO EM FIOS SOLDADOS DE Ni-Ti PARA USO ORTODÔNTICO.** Campina

Grande: Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. Universidade Federal de Campina Grande, 2015. Dissertação de Mestrado.

FRENZEL, J. *et al*, 2010. **Influence of Ni on martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys**. Acta Materialia. Vol. 58. pp 3444–3458, 2010.

GALE, WILLIAM F., TOTEMEIER, T. C. **Smithells metals reference book**. 7. ed. Butterworth-Heinemann, 2003.

KAUFFMAN, G. B.; MAYO, I. No Title. , v. 2, n. 2, p. 1–21, 1996.

LAGOUDAS, D. C. **Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications**. Texas: Springer, 2008.

LUCAS, W. **TIG and plasma welding: Process techniques, recommended practices and applications**. Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England, 1990.

LUIZ G. JR, **Tratamento térmico aplicado à soldagem**. publicado na Coleção tecnológica SENAI – 1a ed., 1997.

MALVERN PANALYTICAL, **Fluorescência de raios X por energia dispersiva**. [www.malvernpanalytical.com/br/products/technology/xray-analysis/x-ray-fluorescence/energy-dispersive-x-ray-fluorescence](http://www.malvernpanalytical.com/br/products/technology/xray-analysis/x-ray-fluorescence/energy-dispersive-x-ray-fluorescence), 2023.

MANSUR, TANIUS RODRIGUES, **Estudo das tensões residuais em juntas soldadas de materiais dissimilares e determinação dos limites de resistência à fadiga dos metais de base**. Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear - CDTN, Belo Horizonte, MG, Brasil, 2011.

MARQUES, P. V.; MODENESI, P. J.; BRACARENSE, A. Q. **Soldagem – fundamentos e tecnologia**. Editora: UFMG, 2009.

MEI, P.R.; **Materiais com efeito memória de forma**; Fundação e Serviços;, set.1999. pp.132

MIRSHEKARI, G. R.; SAATCHI, A.; KERMANPUR, A.; SADRNEZHAAD, S. K. Optics & Laser Technology Laser welding of Ni-Ti shape memory alloy : Comparison of the similar and dissimilar joints to AISI 304 stainless steel. **Optics and Laser Technology**, v. 54, p. 151–158, 2013.

MODENESI, P. J.; MARQUES, P. V.; SANTOS, D. B. **Introdução a Metalurgia da Soldagem**. Universidade Federal de Minas Gerais, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2012.

MODENESI, PAULO J. **Soldabilidade de Algumas Ligas Metálicas**. Universidade Federal de Minas Gerais, 2011

MOURA, DANILO MAIA. **ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS Ni-Ti COM EFEITO MEMÓRIA DE FORMA**. Universidade Federal Rural do Semiárido – UFRSA, Centro de Engenharias para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia Mecânica, 2017.

OLIVEIRA, MATHEUS JOSÉ, **Soldagem dissimilar de chapas finas de liga com memória de forma Ni-Ti e aço inoxidável AISI 304 usando micro gtaw**. Universidade Federal de Campina Grande, Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais, 2016.

OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. **Shape Memory Materials**. Cambridge University press, 1999.

OTSUKA, K.; REN, X. **Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys**. Progress in Materials Science, Volume 50, Issue 5, 2005.

RAMOS, ALANA PEREIRA. **INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO NAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO DE LIGA Ni-Ti-Cu SOLIDIFICADA RAPIDAMENTE COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA**. Alunos da Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, UFCG, Campina Grande, PB. Brasil

RAO, A.; SRINIVASA, A. R.; REDDY, J. N. **Design of Shape Memory Alloys (SMA) Actuators**. Springer, 2015.

SANTOS, L. A.; JORGE O.; NELSON B. L.; OSMAR S.S.; DANIELI A. P. R. **ANÁLISE DA TRANSFORMAÇÃO DE FASE DA LIGA Ni-Ti APÓS O ENVELHECIMENTO\***. n: 73 Congresso Anual da Associação Brasileira de Materiais e Metalurgia. Rio de Janeiro, 2018.

GARCIA, D. N.; BERNARDI R. A.; LIMA A. K. F. **Análise da zona afetada pelo calor em soldagem dupla camada utilizando o método dos elementos finitos**. Universidade Federal do Pará, 2020.

SHABALOVSKAYA, S ; RONDELLI, G ; RETTENMAYER, M. **Nitinol Surfaces for Implantation**. Journal of Materials Engineering and Performance. Volume 18. pp 5–6, 2009.

THOMPSON, S. A. **An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry**. *International endodontic journal*, v. 33, n. 4, p. 297–310, 2000.

VECHIETTI, FERNANDA ALBRECHT. **ESTUDO DAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO DE FASES E DA CARACTERIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE DA LIGA Ni-Ti SUBMETIDA A DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS PARA APLICAÇÃO EM ÓRTESE METÁLICA**. Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, 2012.

VILLARINHO, DENIS JARDIM. **Caracterização de uma liga Ni-Ti visando confecção e aplicação como material biomédico em órtese Grampo de Judet**. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGEM), 2010.

WAINER, E.; BRANDI, S. D.; MELLO, F. D. H. **Soldagem processos e metalurgia**. Editora Edgard Blucher Ltda, 1992.

WIGGERS. W. S. **Efeito do Tempo de Tratamento Térmico de Fios de Ni-Ti Conformados a frio na Temperatura Final de Transformação Austenítica**. Dissertação de mestrado. UFSC. 2011

WITT, ALANA ROCHA SCHMIDT. **CARACTERIZAÇÃO ELETROQUÍMICA DE NITINOL ANODIZADO.** Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.