

ESTUDO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO EM LIGAS NITI COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA

Estefani Alves da Silva Calabria¹
Rita de Cássia Mendonça Sales Contini²
Heide Heloise Bernardi³

Aluno do CST em Manufatura Avançada da FATEC São José dos Campos; e-mail:
estefani.calabria@fatec.sp.gov.br¹

Professor da FATEC São José dos Campos; e-mail: rita.sales@fatec.sp.gov.br²

Professor da FATEC São José dos Campos; e-mail: heide.bernardi@fatec.sp.gov.br³

Área do Conhecimento: 3.03.00.00-2 Engenharia de Materiais e
Metalúrgica/3.03.04.00-8 Metalurgia Física/3.03.04.05-9 Corrosão

Palavras-chave: NiTi. Corrosão. Ensaio de perda de massa.

INTRODUÇÃO

A liga de Nitinol é um metal bastante conhecido por uma de suas propriedades chamada de Efeito de Memória de Forma (EMF). Estas ligas são utilizadas em aplicações nas áreas da saúde até a de engenharia, pois essa propriedade faz com que após ocorrer uma deformação no material, este ao ser aquecido volta a sua forma original, sendo assim muito visado na utilização em *stents*. Em ligas NiTi equiatômicas, o EMF é um fenômeno que ocorre em associação com a transformação martensítica termoelástica, da fase mãe com a estrutura ordenada B2 (CCC) para a fase com estrutura monoclinica B19', ou em dois estágios $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$.

Outra propriedade da liga NiTi é a resistência a corrosão, um processo químico, eletroquímico ou eletrolítico que causa a degradação na estrutura do material. Esse fenômeno é muito comum em elementos metálicos, diminuindo a vida útil do material, causando também perda de elétrons por conta da oxidação, pois através do contato da superfície do material com o oxigênio ou líquidos ocorre a corrosão. Nos *stents*, por exemplo, as ligas NiTi formam uma camada passiva de óxido de titânio (TiO₂) que contribui com a resistência a corrosão, porém o meio oxidante pode afetar essa camada e liberar Ni o que pode causar efeitos biológicos adversos provocando reações alérgicas, tóxicas e cancerígenas quando em contato prolongado com fluídos e tecidos corpóreo [1].

OBJETIVOS

Este trabalho teve como objetivo geral o estudo da resistência à corrosão em ligas de NiTi com Efeito de Memória de Forma em duas composições diferentes.

METODOLOGIA

Os materiais utilizados para a realização do projeto foram as ligas NiTi com EMF, todas produzidas em forno de indução a vácuo (VIM). Os lingotes produzidos foram conformados até diâmetro de 10 mm. As amostras forjadas foram solubilizadas a 850°C por 1 h e resfriadas em água, sendo este o material de partida para ambas as ligas. No estado solubilizado a liga é uma solução sólida supersaturada e livre de precipitado. A composição química das ligas está descrita na Tabela 1. As amostras serão nomeadas como: Ti-55,27%p.Ni como Ti55Ni e Ti-56,00%p.Ni como Ti56Ni, para facilitar a identificação e o entendimento dos resultados.

Tabela 1. Composição química (%peso) das ligas NiTi.

Liga	Ti (%p)	Ni (%p)	C (%p)	O (%p)
Ti-55,27%p.Ni (Ti55Ni)	Balanço	55,27	0,060	0,0564
Ti-56,00%p.Ni (Ti56Ni)	Balanço	56,00	0,036	0,0515

Com o intuito de preparar a superfície para os ensaios de corrosão, foi necessário fazer uma preparação metalográfica utilizando as seguintes etapas: (a) embutimento em resina fenólica a quente; (b) lixamento até gramatura de 1200; (c) polimento com suspensão de pasta de diamante (6 μm e 1 μm) e finalizá-las com polimento em sílica coloidal. Para o processo de embutimento foi utilizado um equipamento da AROTEC do Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos da FATEC SJ. O processo de polimento foi feito utilizando uma politriz automática da ALLIED modelo Met-Pret3, utilizando uma força de 22N.

Foram realizados ensaios de corrosão por imersão em solução de NaCl 3,5%, NaCl 0,9% e Refrigerante de Cola, todos os ensaios foram realizados em temperatura ambiente. As amostras nas condições solubilizadas foram ensaiadas nas 3 soluções, já as amostras na condição forjada foram ensaiadas apenas na solução de NaCl 3,5%. Os ensaios de corrosão foram realizados de acordo com a norma ASTM G 31 [2] e todas as análises foram feitas em triplicata. Todas as amostras tiveram suas dimensões medidas com o auxílio de um paquímetro e suas massas quantificadas em uma balança analítica. Em seguida imersas em 50 ml de cada solução e colocadas dentro de um dessecador, para controle da temperatura. Após um período total de 720 horas imersas, as amostras foram retiradas dos recipientes, lavadas com água deionizada, secas e pesadas novamente.

Foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) TESCAN VEGA3 da Shimatzu no modo de elétrons secundários (SE) equipado com EDS e com filamento de tungstênio. Foram realizadas micrografias em todas as amostras após o ensaio de imersão. As análises de DRX (X-Ray Diffraction) foram realizadas no difratômetro de raios-X da marca PANalytical modelo Empyrean, utilizando-se radiação $K\alpha$ do cobre ($\lambda = 1,542 \text{ \AA}$), tensão de 45kV, corrente de 40 mA, varredura entre 2θ de 10° a 90° (amostras corroídas) e 20° a 120° (amostras iniciais) e velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 2 mostra os resultados das porcentagens de perda de massa para todas as condições das amostras Ti55Ni e Ti56Ni. Pode-se observar que independente da solução utilizada e da composição e condição das amostras não há perda de massa maior que 1%. Algumas amostras apresentaram ganho de massa, pois houve o acúmulo e oxidação em regiões não polidas das amostras.

Tabela 2. Porcentagem de perda de massa para todas as amostras ensaiadas em solução de NaCl 3,5%, NaCl 0,9% e refrigerante de cola.

Condição forjada e ensaiada em solução de NaCl 3,5%	
Amostras	Perda de massa (%)
1 Ti55Ni	0,025664
2 Ti55Ni	-0,01629
3 Ti55Ni	0,130067
1 Ti56Ni	-0,08794
2 Ti56Ni	-0,08359
3 Ti56Ni	-0,06321
Condição solubilizada e ensaiada em solução de NaCl 3,5%	
1 Ti55Ni	0,1538
2 Ti55Ni	0,3578
3 Ti55Ni	0,2727
1 Ti56Ni	-0,0219
2 Ti56Ni	-0,0169

3 Ti56Ni	-0,1003
Condição solubilizada e ensaiada em solução de NaCl 0,9%	
1 Ti55Ni	0,0579
2 Ti55Ni	-0,0400
3 Ti55Ni	0,9549
1 Ti56Ni	0,2233
2 Ti56Ni	0,3011
3 Ti56Ni	0,3336
Condição solubilizada e ensaiada em solução de refrigerante de cola	
1 Ti55Ni	0,1853
2 Ti55Ni	0,2111
3 Ti55Ni	0,2699
1 Ti56Ni	0,0575
2 Ti56Ni	-0,0280
3 Ti56Ni	-0,0212

Após os ensaios de imersão, as amostras foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura. Observou-se que, de forma geral, independente das soluções utilizadas todas as amostras apresentaram um aspecto superficial parecido. A Figura 1 mostra a microscopia da amostra Ti55Ni no estado solubilizado submetida aos ensaios de imersão em soluções de NaCl 3,5%, NaCl 0,9% e refrigerante de cola. Ambas as amostras apresentam pequenas “trincas” na superfície, podendo ser referente a camada de óxido formada, pontos escuros que correspondem a precipitados de carboneto de titânio (TiC) e regiões esbranquiçadas, no qual pode estar relacionado com o acúmulo de óxido ou resíduos das soluções.

Observando os difratogramas das amostras após os ensaios de imersão nas soluções de NaCl e refrigerante de cola, verifica-se que as amostras Ti56Ni apresentam com maior intensidade os picos relacionados a fase austenítica, não tendo nenhum pico significativo para formação de óxido, nem mesmo o TiO_2 . No entanto as amostras da liga Ti55Ni mostram ainda os picos relacionados as fases presentes inicialmente (martensita), porém apresenta pequenos picos em torno de $19,4^\circ$ e 48° que podem estar relacionados ao TiO_2 , porém esse óxido não é produto da corrosão, ela é uma película passivadora que se forma nas ligas NiTi.

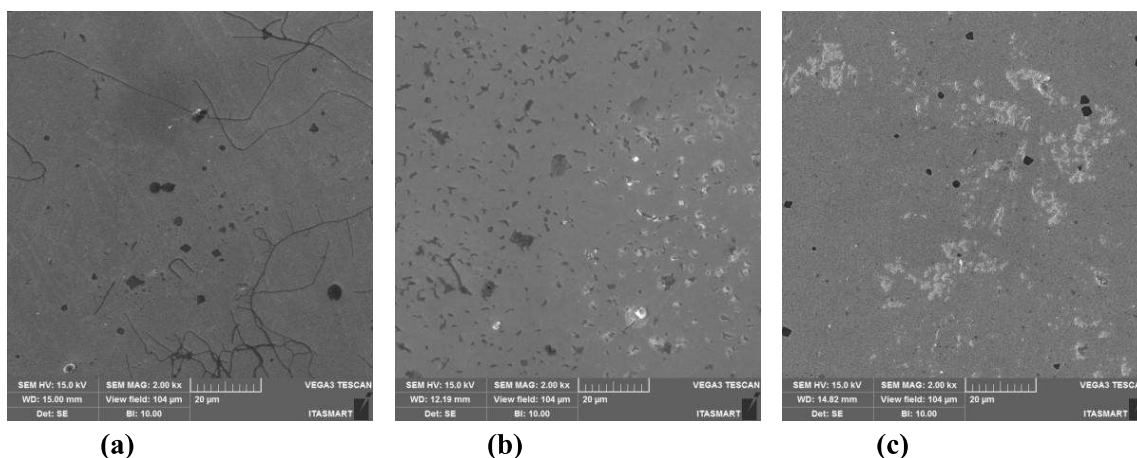


Figura 1. Micrografia da liga Ti55Ni na condição solubilizada após imersão em solução de (a) NaCl 3,5%, (b) NaCl 0,9% e (c) refrigerante de cola.

CONCLUSÕES

Ao longo do estudo da resistência à corrosão nas Ligas NiTi com Efeito de Memória de Forma, foi possível verificar indícios de corrosão nas amostras solubilizadas e forjadas em ambas as soluções utilizadas neste estudo. Apesar das amostras estarem imersas nas soluções por um tempo de até 720h, a liga de NiTi demonstrou-se mais resistente a corrosão em soluções de NaCl do que em refrigerantes de cola. A corrosão nas amostras solubilizadas imersas no NaCl 0,9% e NaCl 3,5% apresentaram uma taxa de corrosão de perda de massa muito próxima (as forjadas demonstram o mesmo desempenho que as solubilizadas). As ligas solubilizadas tanto a Ti55Ni quanto a Ti56Ni imersas no Refrigerante de Cola (pH 2,6), obtiveram ganho de massa.

As análises de microscopia mostram um acúmulo de resíduo nas amostras submetidas às soluções de NaCl, porém não evidencia nenhum ponto agressivo de corrosão. Já as análises de DRX mostram a presença de TiO₂ nas amostras Ti55Ni, porém nas amostras Ti56Ni não é identificado nenhum pico relacionado a formação de um óxido, somente as fases existentes na amostra.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1.] Cronemberger, M.E.R. Estudo da resistência à corrosão em ligas de memória de forma NiTiNb com diferentes teores de Nb. Tese de Doutorado. Universidade Federal de São Carlos. Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia. Departamento de Engenharia de Materiais (2018).
- [2.] American Society for Testing and Materials (ASTM) G31: Standard Practice for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals. G 31 – 72 Reapproved (2004).

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao PIBIT-CNPq pela concessão da bolsa de Iniciação Tecnológica (Projeto: 152289/2021-6). Ao Laboratório de Plasmas e Processos do Instituto Tecnológico de Aeronáutica por proporcionar as análises no equipamento DRX e ao Departamento de Materiais e Processos do ITA pela utilização do MEV.