



DEPOSIÇÃO DO PÓ DA LIGA NÍQUEL-TITÂNIO EM LÂMINA DE VIDRO

Bruna Teixeira Costa¹ (Costa,B.T.), Luciano Lucas Fernandes Lima² (Lima, L. L. F); Maxwell Santana Libório³ (Libório, M. S); Nicolau Apoema Castro⁴ (Castro. N. A), Michelle Cequeira Feitor⁵ (Feitor, M.C.) Thércio Henrique de Carvalho Costa⁵ (Costa,T.C).

1. *Bacharelado em Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, RN.*
2. *Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, RN.*
3. *Escola de Ciência e Tecnologias, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, RN.*
4. *Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, RN.*
5. *Programa de Pós-graduação em Engenharia Têxtil, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, RN.*
6. *Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, RN.*

*brunateixeira644@gmail.com¹, luciano.fernandes.089@ufrn.edu.br²
, maxwell.liborio@ufrn.br³, nicolau.castro@ufrn.br⁴
michelle.feitor@ufrn.br⁵, thercioc@gmail.com⁶.*

RESUMO

As ligas de níquel-titânio, também conhecidas na literatura por NiTiNoI, são principalmente validadas devido a sua característica de memória de forma - SMA (do inglês Shape Memory Alloy). Tais ligas são notáveis devido a sua capacidade de sofrer deformações e retornar a forma original quando aquecidas. Todavia, junto a isto, apresentam boas propriedades mecânicas, como superelasticidade, elevada

resistência a corrosão, alta biocompatibilidade e boa capacidade de recuperação substancial após deformação. Devido a essas características, a demanda por ligas com memória de forma tem crescido significativamente nas áreas médicas e aeroespaciais, com ênfase para a liga de NiTiNol, uma vez que essa possui um custo relativamente baixo quando comparada as demais disponíveis no mercado. Sob essa perspectiva, o presente estudo tem como objetivo a deposição de nitinol em lâmina de vidro por meio do método deposição por plasma com cilindros catódicos. A deposição foi realizada utilizando um cilindro compactado de pó de NiTi, com condições de tratamento com atmosfera de gás de Argônio e Oxigênio, variando o tempo de deposição. As análises para caracterização dos filmes foram realizadas por meio das técnicas de Difração de Raios-X (DRX), responsável por apresentar as fases presentes no filme, e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), técnica essa encarregada de evidenciar a morfologia e espessura do filme depositado. Juntas, elas corroboram no intuito de expor a capacidade de aderência e deposição realizada. Em trabalhos futuros, pretende-se dar continuidade a esta pesquisa, buscando realizar a deposição de nitinol nas mesmas condições apresentadas neste estudo, porém em substrato polimérico. Isso visa avaliar a aderência das características de memória de forma no material após a deposição, e instigar a aplicabilidade da liga em outras áreas de pesquisa.

Palavras-chave: Deposição de NiTiNol; memória de forma; superelasticidade; nitinol;

INTRODUÇÃO

A busca por materiais com características de memória de forma tem crescido de forma constante. Estes materiais, comumente conhecidos como ligas de memória de forma (Shape Memory Alloys - SMAs), são caracterizados pela capacidade de "memorizar" uma forma, mesmo após sofrerem deformações. Em outras palavras, uma vez que esses materiais são deformados a baixas temperaturas, eles permanecem na forma deformada até que sejam aquecidos, momento em que retornam espontaneamente à sua forma original, anterior à deformação. O princípio fundamental para que esse efeito ocorra é a capacidade

desses materiais de se transformarem entre a fase martensítica e outras fases microestruturais com relativa facilidade (1).

Um exemplo amplamente reconhecido entre os materiais SMAs é a liga binária de níquel-titânio (NiTi). Essa liga é amplamente utilizada devido à sua capacidade de gerar grandes estresses mecânicos para recuperar grandes deformações, na faixa de 6-8%, e à sua compatibilidade com tecidos humanos (2).

A fabricação de dispositivos como atuadores primários com sistemas nanoeletromecânicos junto ao campo de sistemas microeletromecânicos (MEMS) são áreas de grande atuação de filmes finos quando aplicados sob certas frequências (3). Nesse contexto, as ligas de NiTi com memória de forma tem uma série de aplicações devido a sua alta capacidade de amortecimento, biocompatibilidade e pseudoelasticidade, tornando-a assim reconhecida como um material favorável e de alto desempenho (4).

Por outro lado, existem dificuldades ao fabricar filmes finos com liga de NiTi, sendo uma destas a limitação na taxa de resfriamento do material. Entretanto, isso pode ser parcialmente resolvido uma vez que a relação superfície/volume é aumentada (5).

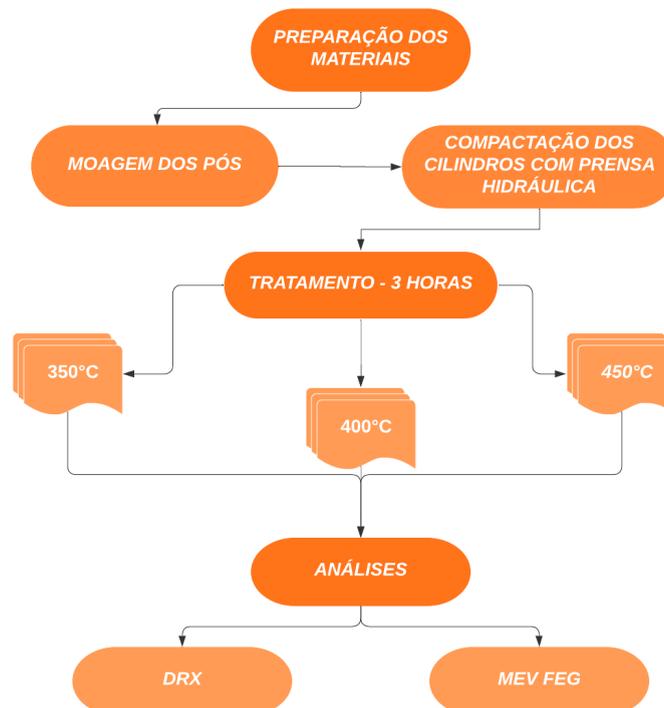
Muitos estudos apresentam a técnica de pulverização catódica para obter filmes finos de NiTi (3), (4), (5), (6). Todavia, seu método convencional de alvo único tem ocasionado dificuldades para obtenção da composição específica do filme devido a baixa taxa de pulverização dos átomos de Ti quando comparados com os átomos de Ni (7).

Dessa forma o presente trabalho tem como objetivo realizar a deposição de filmes finos de NiTi utilizando a técnica de deposição por plasma com cilindros catódicos (CCyPD) e analisar a mudança de fase dos filmes quando submetidos a estímulos externos, caracterizando a propriedade de memória de forma.

MATERIAIS E MÉTODOS

A figura 1 ilustra os procedimentos metodológicos utilizados para o desenvolvimento deste trabalho, onde lâminas de vidro com dimensões de 26 x 25 x 2 mm foram utilizadas como amostras. Essas amostras foram limpas em banho ultrassônico por 20 minutos em álcool e posteriormente secas em ar.

Figura 1 - fluxograma ilustrativo dos procedimentos metodológicos



Os pós de titânio e níquel foram submetidos a um processo intensivo de moagem por 18 horas. Após a moagem, os pós foram peneirados utilizando uma peneira com abertura de 325 mesh. A preparação do cilindro envolveu a mistura dos pós na proporção de 60% em peso de Níquel e 40% em peso de Titânio. A compactação foi realizada utilizando prensa hidráulica com uma carga aplicada de 3 toneladas e duração de 1 minuto, resultando na fabricação de um único cilindro com peso total de 0,15g.

A disposição dos cilindros na tampa da gaiola catódica foi planejada de forma a posicionar o cilindro da liga NiTi centralmente, enquanto os espaços restantes foram fechados com tampas de aço inox do próprio equipamento como demonstrado na figura 2.

Figura 2 - foto da tampa do dispositivo de cilindros catódicos com o cilindro de 60%Ni e 40%Ti (% em peso)



No interior do reator, a organização foi realizada conforme relatado por (8), onde o substrato de vidro foi posicionado sobre uma base de alumina, sendo este abrigado pela gaiola contendo os cilindros catódicos.

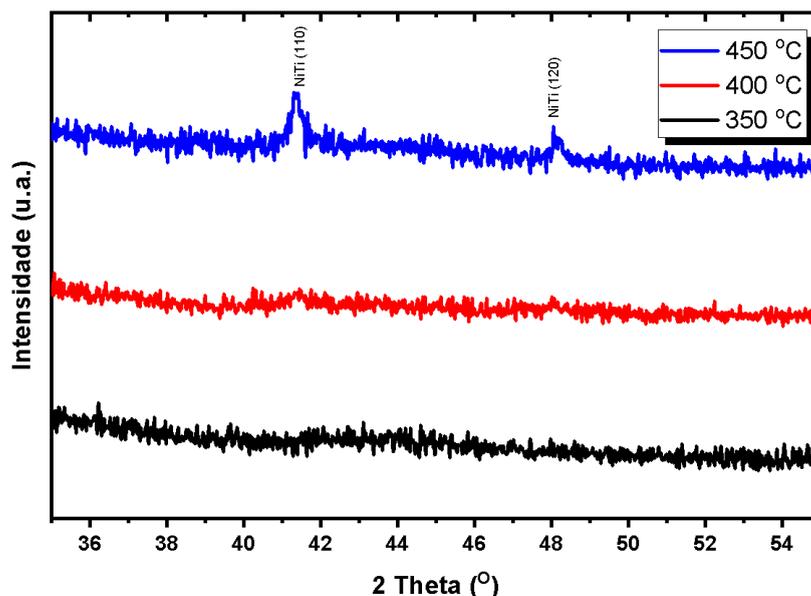
Foram realizados três tratamentos, cada um deles com uma temperatura diferente, sendo estes: 350°C, 400°C e 450°C. Durante todo o processo, o reator foi mantido sob vácuo com uma pressão estabilizada em torno de 1 mBar. A deposição teve uma duração total de aproximadamente 3 horas após atingir a temperatura desejada, garantindo o confinamento do plasma durante todo o período de tratamento. A atmosfera foi controlada contendo dois gases, Argônio (7sccm) e Hidrogênio (4sccm).

A estrutura cristalina dos filmes foi analisada utilizando, a princípio, um difratômetro de raios X com configuração Bragg-Brentano, utilizando um ânodo de Cu sob tensão de 40kV e corrente de 30 mA com radiação $K\alpha$ de 1,5406 Å e varredura entre 35 a 55 °. Posteriormente o filme com melhor resultado foi analisado utilizando um difratômetro de raios X, com configuração de incidência rasa (1°). Foi utilizado um ânodo de Cu sob tensão de 40 kV e corrente de 30 mA com radiação $K\alpha$ de 1,5406 Å e varredura entre 20 e 80 °. A morfologia dos filmes foi analisada utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura com emissão de campo (MEV-FEG).

RESULTADOS

A figura 3 ilustra os resultados da difração de raios X para os filmes depositados a 350, 400 e 450 °C, analisados na configuração Bragg-Brentano.

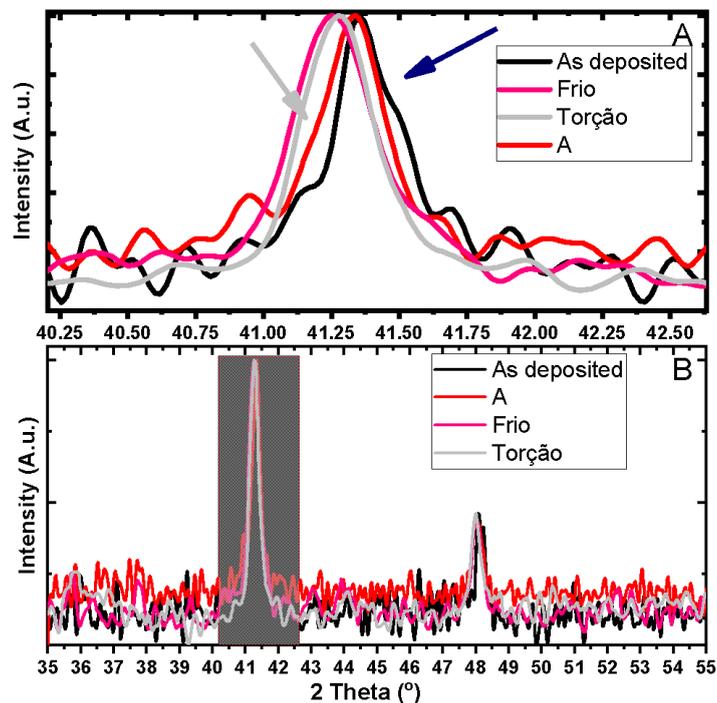
Figura 3 - DRX dos filmes depositados a diferentes temperaturas



É possível verificar que a formação da fase austenita NiTi em 41,35° e 48,09°, equivalentes as orientações (110) e (120), respectivamente. Esse resultado confirma a formação na deposição da fase que pode apresentar a característica de memória de forma.

Posteriormente, o filme depositado a 450 °C foi resfriado (-6°C), depois submetido a uma flexão, posteriormente reaquecido (60 °C), após cada processo o filme foi analisado por difração de raios X, ainda na configuração Bragg-Brentano, a figura 4 ilustra o resultado dessas análises.

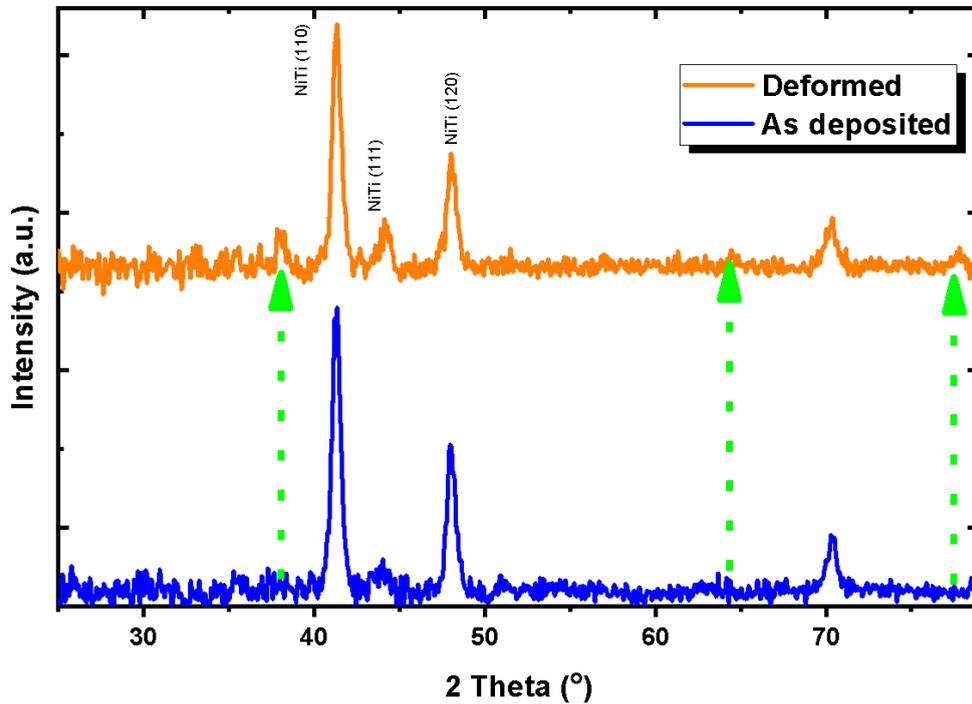
Figura 4 - DRX do filme depositado a 450 °C, submetido a estímulos térmicos e mecânico (a) ampliação de 40,25 a 42,50 °(b) varredura de 35 a 55 °



Verifica-se na figura 4 (A) que o pico de difração correspondente ao pico da austenita da fase NiTi sofre deslocamento quando resfriado e torcido para a esquerda, configurando uma deformação na estrutura cristalina, provavelmente proveniente da mudança de fase para a fase de martensita, assim como nota-se a possível alteração de fase quando o filme é reaquecido, configurando o retorno a estrutura austenítica. Para verificar se essa variação não se deu somente por promoção e alívio de tensão residual no filme, submeteu-se o filme a um procedimento de Resfriamento, Flexão, Aquecimento, Flexão, Aquecimento, Flexão e Resfriamento, posteriormente analisou-se por difração de raios X com incidência rasante (1 °), com a intenção de identificar a formação de fases secundárias.

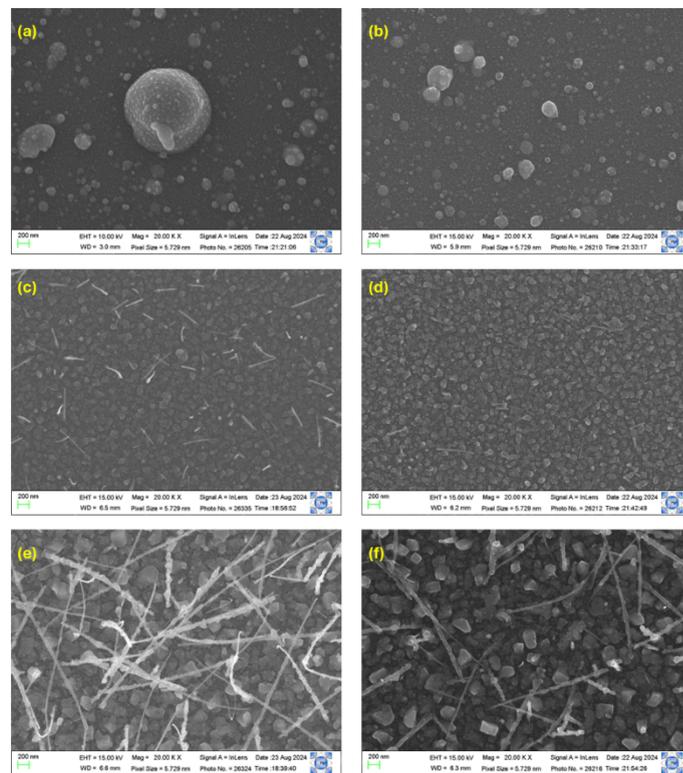
Na figura 5, estão ilustrados os resultados de DRX para o filme assim que depositado e para o filme que passou por todos os processos de estímulos conforme descrito acima. Verifica-se a formação de fases secundárias de martensita (indicadas pelas setas na figura 5), bem como uma formação de austenita residual, uma vez que o pico do NiTi (110), deslocou-se a direita.

Figura 5 - DRX com incidência rasante dos filmes depositados a 450 °C



Na figura 06 estão ilustrados os resultados de MEV das amostras depositadas é possível verifica que nas figuras 6 (a) e (b) não há a presença de precipitados colunares como visto nas figuras 6 (c), (d), (e) e (f). Destaca-se que as figuras 6 (a), (c) e (e) são os filmes como depositados, já nas figuras 6 (b), (d) e (f) são os filmes depositados e deformados por flexão. Nota-se que ao submeter o filme a um estímulo externo, como a flexão os precipitados de NiTi, fraturam-se soltam-se da superfície da amostra, resistindo mais na amostra depositada a 450 °C.

Figura 6 - MEV das amostras (a) 350 °C, (b) 350 °C flexionada, (c) 400 °C, (d) 400 °C flexionada, (e) 450 °C e (f) 450 °C Flexionada



CONCLUSÃO

Os resultados deste estudo indicam que a deposição de filmes finos de NiTi em lâminas de vidro, utilizando a técnica de deposição por plasma com cilindros catódicos, foi realizada com sucesso. As análises de Difração de Raios X (DRX) confirmaram a formação da fase austenítica do NiTi, responsável pela propriedade de memória de forma, em todas as amostras analisadas, sendo que a deposição a 450°C apresentou maior estabilidade térmica e resistência à deformação mecânica.

A caracterização microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) revelou que a flexão dos filmes induz a formação de precipitados de NiTi, observada com maior intensidade nas amostras tratadas a temperaturas mais elevadas. Esse comportamento reforça o potencial do material em aplicações que exigem grande resistência a deformações e recuperações precisas, como em dispositivos biomédicos e atuadores inteligentes.

Além disso, o comportamento dos filmes depositados a diferentes temperaturas demonstrou que o controle térmico durante a deposição é um fator determinante para otimizar as propriedades de memória de forma e resistência do material, evidenciando a importância de ajustar parâmetros de deposição conforme a aplicação desejada. Esses resultados contribuem para o avanço da compreensão das características das ligas de NiTi e sua viabilidade em aplicações tecnológicas.

REFERÊNCIAS

- (1) C.M. Wayman, T.W. Duerig, *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, British Library, 1990, p. 3.
- (2) P. Pappas , D. Bollas , J. Parthenios , V. Dracopoulos , C. Galiotis
Estrutura Mater. Inteligente , 16 (6) (2007).
- (3) T.M. Adams, S.R. Kirkpatrick, Z. Wang, A. Siahmakoun
NiTi shape memory alloy thin films deposited by co-evaporation
Mater. Lett., 59 (2005), pp. 1161-1164
- (4) Karki, V., Debnath, A. K., Kumar, S., & Bhattacharya, D. (2020). Synthesis of co-sputter deposited Ni–Ti thin alloy films and their compositional characterization using depth sensitive techniques. *Thin Solid Films*, 697, 137800.
<https://doi.org/10.1016/J.TSF.2020.137800>
- (5) Kim, S. W., Jeon, Y. M., Park, C. H., Kim, J. H., Kim, D. H., & Yeom, J. T. (2013). Martensitic phase transformation of TiNi thin films fabricated by co-sputtering deposition. *Journal of Alloys and Compounds*, 580, 5–9.
<https://doi.org/10.1016/J.JALLCOM.2013.05.092>
- (6) Fontes, A. v., Freitas Rodrigues, P., Santo, D., & Ramos, A. S. (2024). Exploring the Influence of the Deposition Parameters on the Properties of NiTi Shape Memory Alloy Films with High Nickel Content. *Coatings*, 14(1), 138.
<https://doi.org/10.3390/coatings14010138>
- (7) Ho, K. K., & Carman, G. P. (2000). Sputter deposition of NiTi thin film shape memory alloy using a heated target. *Thin Solid Films*, 370(1–2), 18–29.
[https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(00\)00947-0](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(00)00947-0)

(8) L. L. F. Lima, M. S. Libório, J. F. Medeiros Neto, K. S. Coan, L. S. Rossino, R. R. M. Sousa, M. G. C. B. Barbosa, R. M. do Nascimento, M. C. Feitor, and T. H. C. Costa, *Materials Research* 26, e20220623 (2023).

ABSTRACT

Nickel-titanium alloys, also known in the literature as NiTiNol, are primarily validated due to their shape memory property – SMA (Shape Memory Alloy). These alloys are notable for their ability to undergo deformations and return to their original shape when heated. Alongside this, they exhibit excellent mechanical properties, such as superelasticity, high corrosion resistance, biocompatibility, and significant recovery capacity after deformation. Due to these characteristics, the demand for shape memory alloys has grown significantly in the medical and aerospace fields, with an emphasis on NiTiNol alloys, as they have a relatively low cost compared to other available options on the market. From this perspective, the present study aims to deposit nitinol on glass slides using the plasma deposition method with cathodic cylinders. The deposition was performed using a compacted cylinder of NiTi powder, under treatment conditions with an Argon and Oxygen gas atmosphere, with variations in deposition time. The film characterization analyses were carried out using X-ray Diffraction (XRD), responsible for identifying the phases present in the film, and Scanning Electron Microscopy (SEM), a technique used to reveal the morphology and thickness of the deposited film. Together, these analyses demonstrate the adhesion and deposition capability achieved. Future research aims to continue this study by depositing nitinol under the same conditions on polymer substrates, with the goal of evaluating the adhesion of shape memory characteristics after deposition and exploring the alloy's applicability in other research areas.

Keywords: NiTiNol deposition; shape memory; superelasticity; nitinol.