

CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E RESISTÊNCIA À FADIGA DE FIOS DE NITI APÓS DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS*

Maria Luiza Andrade Almeida¹
Pedro Damas Resende²
Jéssica Dornelas Silva³
Bárbara Moreno Pagotto⁴
Caio Martins dos Santos⁵
Natália Isabel de Azevedo Lopes⁶
Vicente Tadeu Lopes Buono⁷

Resumo

As ligas NiTi apresentam propriedades de superelasticidade e/ou efeito memória de forma que possibilitam seu emprego nas indústrias médica e odontológica. É comum que seu uso se dê em situações de carregamento cíclico, que podem levar à fadiga. Um importante procedimento para aumentar a resistência à fadiga é a submissão dos fios a recozimento, proporcionando alteração em seus comportamentos mecânico e funcional. Neste trabalho foram avaliadas as variações na resistência à fadiga por flexão rotativa a 25°C de fios NiTi superelásticos, tratados termicamente a temperaturas de 300°C a 500°C durante 1 hora. Os fios passaram por caracterização física através de análises de DSC, caracterização mecânica por ensaios de tração e de recuperação de forma, além de ensaio de fadiga por flexão rotativa. Os resultados exibiram um aumento nas temperaturas de transformação dos fios devido ao recozimento, formação de fase R intermediária à transformação de austenita/martensita e a redução da tensão de patamar. Foi observado que a resposta do comportamento em fadiga dos fios para deformações acima de 7% é insensível aos tratamentos térmicos. Para deformações abaixo de 7% os tratamentos térmicos promoveram aumento da resistência à fadiga.

Palavras-chave: Ligas Ni-Ti; Fadiga; Tratamentos térmicos.

MECHANICAL AND FATIGUE RESISTANCE CHARACTERIZATION OF HEAT-TREATED NITI WIRES

Abstract

NiTi alloys have properties of superelasticity and / or shape memory effect so that it can find use in the medical and dental industries. It is common for it to be used in cyclic loading applications, which can lead to fatigue failure. An important procedure to increase the fatigue resistance is annealing, providing a change in their mechanical and functional behavior. In this work, the variations in fatigue strength were evaluated by rotary bending fatigue tests at 25 ° C of superelastic NiTi wires, heat treated at temperatures of 300 ° C to 500 ° C for 1 hour. The wires underwent physical characterization through DSC analysis, mechanical characterization by tensile and shape recovery tests, as well as fatigue tests. The results showed an increase in the wire transformation temperatures due to annealing, intermediate R phase formation to the austenite / martensite transformation and the reduction of the plateau stress. It was observed that the fatigue behavior response of the wires to strains above 7% is insensitive to the applied heat treatments. For strain amplitudes below 7% the thermal treatments increased fatigue resistance.

Keywords: Ni-Ti alloys; Fatigue; Heat treatments.

- ¹ *Graduanda do curso de Engenharia Metalúrgica, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*
- ² *Engenheiro metalurgista, mestrando, PPGEM/UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*
- ³ *Engenheira metalurgista, mestranda, PPGEM/UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*
- ⁴ *Graduanda do curso de Engenharia Metalúrgica, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*
- ⁵ *Graduando do curso de Engenharia Metalúrgica, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*
- ⁶ *Engenheira química, pós doutoranda, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*
- ⁷ *Físico, doutor, Professor Titular, DEMET/UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil..*

1 INTRODUÇÃO

Ligas aproximadamente equiatômicas de NiTi são ligas popularmente utilizadas em aplicações nas indústrias médica e odontológica devido à sua elevada resistência à corrosão e excelente biocompatibilidade, aliadas a propriedades funcionais de superelasticidade e efeito memória de forma [1,2].

Superelasticidade (SE) e efeito memória de forma (EMF) são propriedades apresentadas por materiais capazes de recuperar altos níveis de deformação, da ordem de 8%, graças à ocorrência de uma transformação de fases martensítica reversível. Esta transformação de fases, denominada termoelástica, envolve uma fase matriz austenítica de alta temperatura se transformando em uma fase martensítica de baixa temperatura. Enquanto o EMF é observado quando a estrutura é deformada em sua fase martensítica e aquecida até uma temperatura crítica A_f , a SE ocorre quando a estrutura é deformada na fase austenítica, induzindo a formação de martensita por tensão, e a recuperação se dá simplesmente pela retirada da carga. Em ambos os casos, o retorno à forma inicial se dá por meio da transformação reversa de martensita para austenita [3].

Durante sua aplicação, fios NiTi são frequentemente submetidos a esforços repetitivos, como em limas endodônticas, fios ortodônticos, fios-guia cardiovasculares, stents arteriais, entre outras [4,5]. Assim, além de preocupações com a resposta biológica em seu uso, estas aplicações envolvem um risco de fratura por fadiga, que ocorre sem sinais macroscópicos prévios e pode gerar complicações inesperadas [6,7].

Tratamentos térmicos constituem uma importante ferramenta para a obtenção de melhorias no comportamento em fadiga destas ligas. Nestes tratamentos, a submissão dos fios a temperaturas elevadas promove a formação de nanoprecipitados e alterações nas temperaturas de transformação da liga. Desta forma, uma mesma liga pode ter seus comportamentos mecânico e funcional alterados graças a uma mudança nas fases presentes na temperatura de trabalho e em seu estado termomecânico [8,9]. Apesar do mecanismo de fadiga e sua relação com a microestrutura não serem claros, sabe-se que tratamentos térmicos causam alterações na resistência à fadiga de ligas NiTi [4,6,9]. Neste contexto, este trabalho tem como objetivo avaliar a resistência à fadiga por flexão rotativa a 25 °C de fios NiTi inicialmente superelásticos após tratamentos térmicos a diferentes temperaturas por 60 min.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Materiais e Métodos

Para a realização deste trabalho foram utilizados fios de NiTi de composição nominal de 50,8%at. Ni, inicialmente superelásticos (*Nitinol Device and Company, Fremont, CA*). Os fios foram cortados e submetidos a tratamentos térmicos em forno tubular a temperaturas de 300, 350, 400, 450 e 500 °C, durante 1h. Foi utilizada atmosfera de argônio de elevada pureza de forma a minimizar a formação de óxidos na superfície dos fios. Após os tratamentos os fios foram resfriados em água à temperatura ambiente.

Os fios, tanto como recebidos quanto recozidos, passaram por caracterização para determinação das temperaturas de transformação. Foi utilizado um calorímetro exploratório diferencial (DSC - DSC 60, Shimadzu, Japão). As análises realizadas compreenderam a faixa de temperaturas entre -80 e 80 °C. A taxa de resfriamento/aquecimento utilizada em todas as análises foi de 10 °C/min. As temperaturas de transformação foram determinadas pelo método das interseções das tangentes.

A caracterização mecânica dos fios foi realizada por meio de ensaios de tração em máquina universal de ensaios Instron 5582 (Canton, MA, EUA). Três amostras de cada uma das condições analisadas no trabalho foram levadas até a ruptura. Outras três amostras foram carregadas até 4% de deformação para avaliação dos efeitos dos tratamentos térmicos na deformação remanescente após carregamento. Todos os ensaios mecânicos foram realizados com uma taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} e comprimento útil de 90 mm à temperatura ambiente ($T \sim 25 \text{ °C}$). As propriedades calculadas a partir dos ensaios de tração até a ruptura foram tensão de indução de martensita (σ_P), limite de resistência em tração (σ_R) e deformação total até a fratura (ϵ_f). Nos ensaios de carga e descarga até 4% de deformação foi determinada a recuperação de forma dos corpos de prova em termos da deformação residual aparente (ϵ_r) após descarga.

Os ensaios de fadiga foram conduzidos em equipamento de bancada dedicado a este fim (AN8042, Analógica Instrumentação e Controle, Belo Horizonte, MG, Brasil). A montagem permite que sejam conduzidos ensaios de fadiga com amplitude de deformação controlada, em que a deformação depende do diâmetro do fio utilizado ($D = 1 \text{ mm}$) e do raio de curvatura do arco formado entre as garras do equipamento. O fio é submetido a rotação com velocidade controlada por um seletor de velocidades e posicionado no interior de uma cuba com líquido de temperatura controlada para que se garanta uma condição de ensaio isotérmico.

Foram utilizadas amplitudes de deformação de 1 a 11 %, calculadas do ponto de deformação máxima em tração, variando a cada 1 %. Para cada deformação realizada, foram utilizados cinco fios e o número de ciclos para a falha (N_f) foi determinado como a média entre os cinco valores obtidos para cada temperatura de recozimento a cada deformação.

2.2 Resultados e discussão

2.2.1 Temperaturas de transformação

As análises de DSC realizadas têm seus resultados sumarizados na tabela 1.

Tabela 1. Temperaturas de transformação, em °C, para cada condição de recozimento.

Amostra	A_s	A_f	R_s	R_f	M_s	M_f
Como recebida	-27,5	7,7	-	-	6,8	-35,9
300°C	-7,8	18,6	-	-	20,9	-15,9
350°C	-6,3	34,3	-	-	38,0	-13,7
400°C	13,2	47,5	-	-	42,5	31,1
450°C	19,8	42,1	32,2	25,5	-34,2	-69,7
500°C	20,0	39,4	22,0	13,1	-17,0	-37,5

Nota-se que os fios no estado como recebido têm temperatura A_f abaixo das temperaturas dos ensaios de fadiga e de tração (25 °C), desta forma, apresentam-se com comportamento superelástico em ambos os testes.

O recozimento trabalhou no sentido de aumentar as temperaturas de transformação das amostras tratadas quando comparadas ao estado como recebido. Houve transição de comportamento superelástico para efeito memória de forma entre os tratamentos de 300 °C e 350 °C, uma vez que a 350°C a temperatura A_f se encontra acima da temperatura ambiente. Para as temperaturas de recozimento de 300 °C, 350 °C e 400°C houve um aumento de todas as temperaturas de transformação com a progressão do aumento das temperaturas de recozimento utilizadas. Nos recozimentos de 450 °C e 500°C foi possível detectar a formação de uma fase intermediária no resfriamento.

É bem aceito pela literatura que o recozimento de ligas Ni-Ti levemente ricas em Ni promove a precipitação de fases metaestáveis ricas em Ni para temperaturas entre 300 °C e 500°C. Essa precipitação altera as temperaturas de transformação devido à sensibilidade desta propriedade ao teor de níquel da matriz do NiTi. O recozimento faz com que a precipitação de Ti_3Ni_4 coerente seja capaz de endurecer a matriz do NiTi e, portanto, favorecer tanto efeito memória de forma quanto a superelasticidade. A introdução destes precipitados finos e homoganeamente dispersos também é responsável pela formação da fase R, intermediária à formação de B19' a partir da austenita. [2,3]

2.2.2 Ensaio mecânicos

As curvas obtidas a partir dos ensaios de tração até a ruptura dos corpos de prova utilizados são apresentadas na figura 1. As curvas obtidas são características para NiTi. Inicialmente nota-se uma zona de deformação elástica das fases estáveis quando se dá o início do ensaio. Após a deformação elástica das fases iniciais obtém-se um patamar característico dos fenômenos de superelasticidade e/ou efeito memória de forma. A estes patamares podem estar associados eventos de transformação martensítica induzida por tensão ou a demaiação de martensita, variando apenas pela relação entre as temperaturas de transformação do material e a temperatura de ensaio. Após o patamar de tensão, ocorre a deformação elástica da martensita induzida por tensão e/ou da martensita demaída, até que se atinge o limite de escoamento dessa fase e a ruptura, usualmente com baixa deformação plástica.[2,3]

As propriedades mecânicas obtidas dos ensaios de tração são apresentadas na tabela 2.

Tabela 2. Propriedades mecânicas obtidas dos ensaios de tração.

Amostra	σ_p (MPa)	σ_R (MPa)	E_f (%)
Como recebida	503	1307	13,9
300°C	457	1312	16,0
350°C	411	1427	14,9
400°C	319	1489	15,5
450°C	264	1393	16,8
500°C	215	1100	35,9

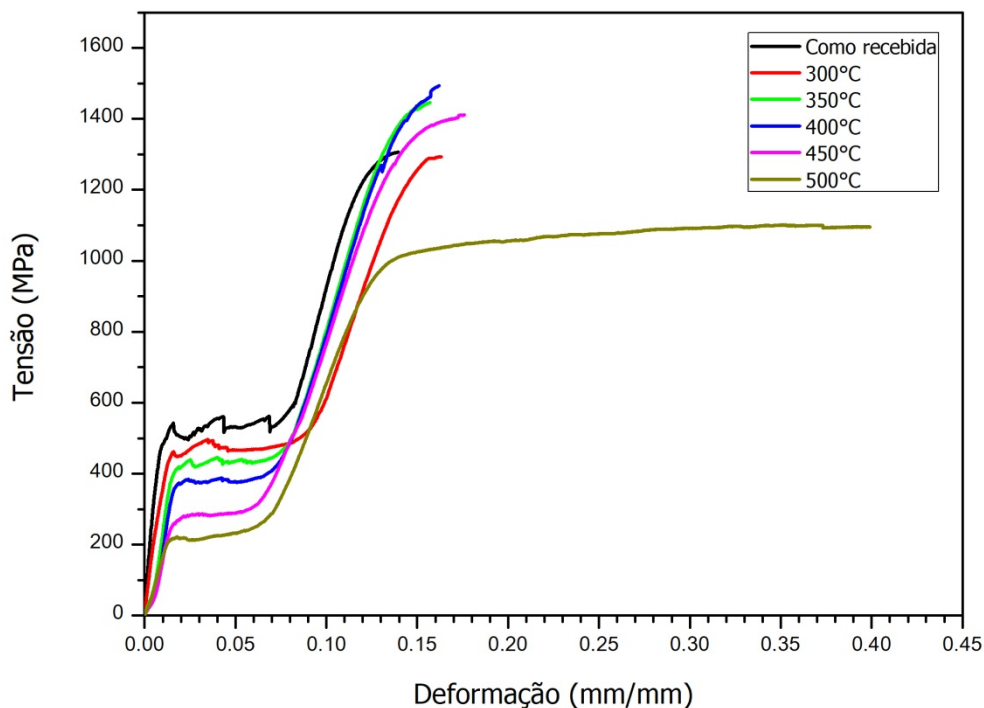


Figura 1. Curvas de tração até a ruptura de todos os grupos amostrais.

É possível notar que os tratamentos térmicos aplicados ao fio de NiTi superelástico promovem uma redução da tensão necessária para início do patamar. Este fato está intimamente relacionado à alteração das temperaturas de transformação de fase dos fios. Nos grupos experimentais em que há ocorrência de austenita a temperatura ambiente (300 °C e 350°C), o aumento da temperatura A_f faz com que a martensita possa ser induzida a tensões mais baixas, uma vez que a diferença entre a temperatura de ensaio e a temperatura acima da qual a austenita é estável diminui, favorecendo a formação de martensita com menor acréscimo de tensão. Já nas amostras em que há uma microestrutura mista os patamares ocorrem a tensões mais baixas, associando uma transformação da austenita remanescente e demacção da martensita estável à temperatura de ensaio. Nota-se também que o comprimento dos patamares nos ensaios é reduzido para temperaturas de recozimento acima de 300°C, corroborando a hipótese da mudança do modo de deformação de transformação de fase induzida por tensão para demacção de martensita estável.

O limite de resistência observado aumentou para os grupos recozidos até 450°C, sugerindo um efeito de endurecimento da matriz pela precipitação. Os valores de deformação total na fratura permaneceram aproximadamente constantes para as temperaturas de recozimento até 450 °C, em torno de 15%. Apenas para os fios recozidos a 500°C houve uma diminuição considerável do limite de resistência e um aumento da deformação total até a fratura. É possível que para esta temperatura, a liga em seu estado termomecânico inicial desconhecido, tenha sofrido processos de recuperação parcial de defeitos e então apresentado tal comportamento.

As curvas tensão-deformação dos ensaios de recuperação de forma são apresentadas na figura 2. A tendência apresentada em função da temperatura de recozimento para a variação da tensão de patamar pode ser verificada nesta figura com facilidade.

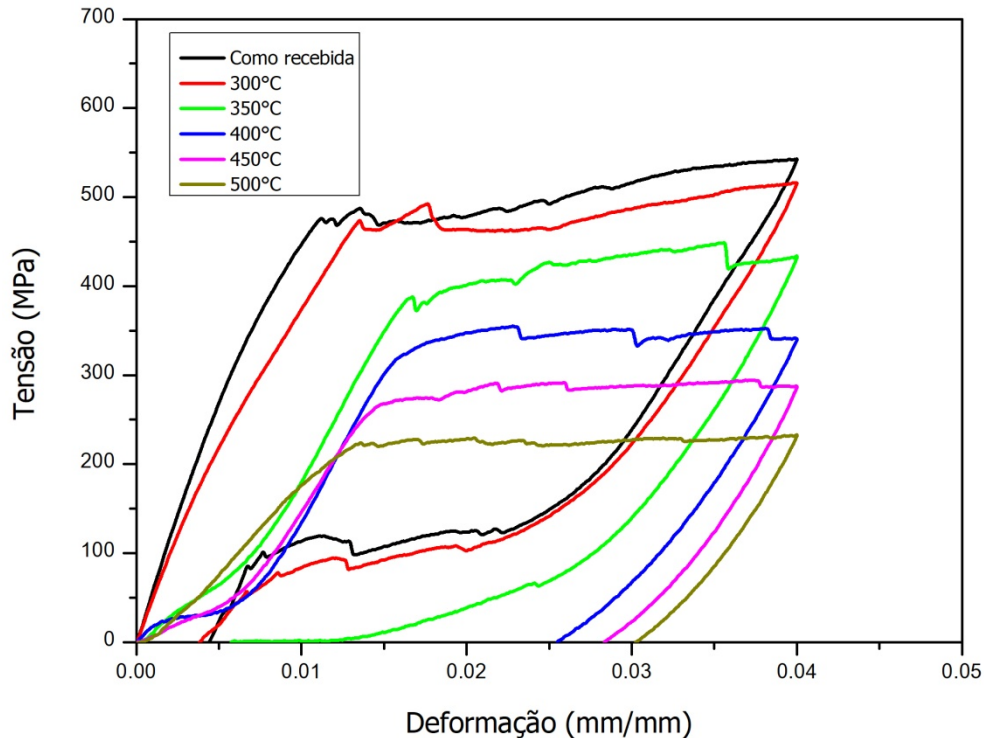


Figura 2. Curvas tensão-deformação para os ensaios de recuperação de forma.

Tabela 3. Deformação residual após ciclo de carga e descarga a 4%.

Amostras	ϵ_r (%)
Como recebida	0,4
300°C	0,4
350°C	1,2
400°C	2,5
450°C	2,8
500°C	3,0

A análise da figura 2 e da tabela 3 evidencia que a amostra recozida a 300°C apresenta deformação residual semelhante à amostra como recebida. Esta pequena deformação residual está diretamente ligada à geração de defeitos na rede oriundos da movimentação da interface B2/B19' que tendem a estabilizar a martensita e diminuir a histerese mecânica da transformação. O comportamento semelhante destas amostras é consistente com o fato de que ambas são as únicas com temperatura de deformação totalmente acima de A_f . À medida que as temperaturas de recozimento aumentam, e, portanto as temperaturas de A_f , a deformação residual aumenta ao mesmo passo. A alteração das inclinações da porção inicial das curvas para os ensaios das amostras recozidas acima de 300°C é um indício forte da presença de fases martensíticas quando do início do ensaio, produzindo como efeito combinado uma redução do módulo aparente de elasticidade.

2.2.3 Ensaios de fadiga

Os resultados dos ensaios de fadiga são apresentados na figura 3 em termos da deformação utilizada em função do número de ciclos até a falha por fadiga do material.

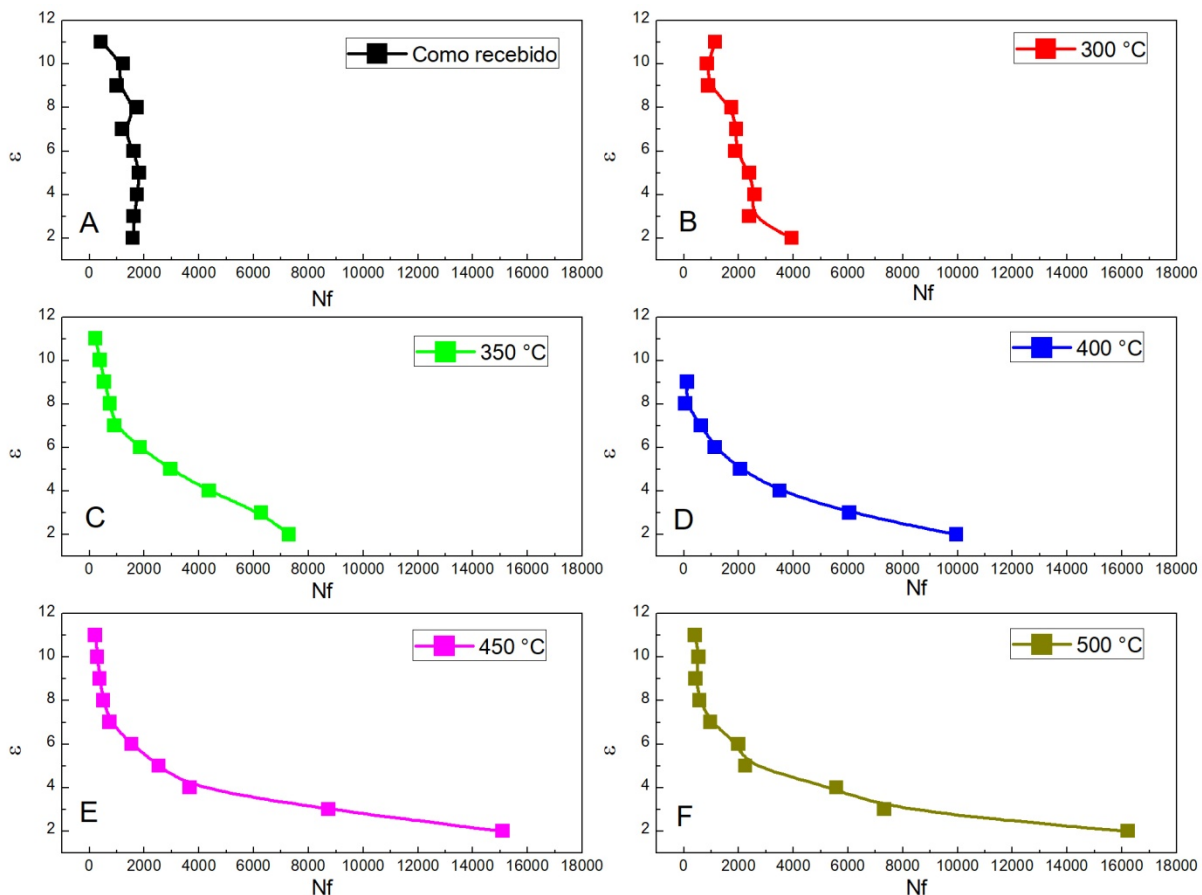


Figura 3. Curvas ϵ -Nf dos grupos amostrais ensaiados em fadiga, (A) Como recebido, recozidos a (B) 300 °C, (C) 350 °C, (D) 400 °C, (E) 450 °C e (F) 500 °C.

Os resultados apresentados na figura 3 mostram uma transição clara nos mecanismos que regem o comportamento em fadiga das amostras ensaiadas. Para deformações acima de 7% o número de ciclos para a falha se torna insensível aos tratamentos térmicos. É possível notar dos ensaios mecânicos que essa ordem de deformação é capaz de produzir uma microestrutura martensítica para todos os grupos amostrais. Dessa forma, nota-se que em uma região em que não há transformação de fase ou demacção de martensita estável, gera-se uma insensibilidade da resposta em fadiga em função das propriedades da liga.

Já para deformações abaixo de 7% nota-se um ganho considerável da vida em fadiga quando se compara uma condição de recozimento com alguma de menor temperatura. Para estas amostras a diminuição da tensão de indução de martensita favorece o aumento do número de ciclos até a falha uma vez que para uma mesma deformação o material se encontra sob menor tensão. Desta forma, este pode ser entendido como um mecanismo de aumento de resistência à fadiga uma vez que a tensão na ponta da trinca é menor para condições de mais altas temperaturas de recozimento. Além do fato de haver uma diminuição da tensão na ponta das trincas devido à transformação de fases [10,11], a microestrutura martensítica é favorável a aplicações em que carregamentos cíclicos são inerentes ao uso do material. Devido à quantidade de interfaces desta microestrutura há uma variação do modo de propagação das trincas quando comparados aos materiais austeníticos. Em materiais austeníticos uma trinca principal atinge um tamanho crítico e cresce até a

falha final rápida. Já em materiais martensíticos as interfaces são capazes de promover a ramificação da trinca principal reduzindo consideravelmente a taxa com que se reduz a área capaz de suportar o carregamento, efeito traduzido em um aumento considerável do número de ciclos até a falha [11].

3 CONCLUSÃO

O presente trabalho avaliou a influência de tratamentos térmicos aplicados a fios de NiTi superelásticos em suas propriedades mecânicas, térmicas e de resistência a fadiga. Como conclusões gerais do trabalho enumeram-se:

- Os tratamentos térmicos foram capazes de alterar as temperaturas de transformação de fases do material expressas pela temperatura A_f , desta forma favorecendo efeito memória de forma em detrimento da superelasticidade;
- Os tratamentos térmicos de 450 °C e 500 °C foram capazes de fazer com que houvesse formação de fase R intermediária à transformação de austenita/martensita;
- Houve redução de tensão de patamar para todas as amostras tratadas termicamente, sendo σ_P tanto menor quanto maior fosse a temperatura de recozimento;
- Os tratamentos térmicos não foram capazes de produzir efeitos consideráveis no limite de resistência dos fios, exceto de recozimento a 500°C;
- Os tratamentos térmicos não foram capazes de produzir efeitos consideráveis na deformação total até a ruptura dos fios, exceto de recozimento a 500 °C;
- O recozimento a 500 °C pode ter sido suficiente para recuperação de defeitos no material, traduzida na redução do limite de resistência e aumento da deformação total até a fratura;
- A resposta do comportamento em fadiga dos fios é insensível aos tratamentos térmicos para deformações acima de 7%;
- Para deformações abaixo de 7% os recozimentos aumentam a resistência à fadiga dos fios tanto quanto maior for a temperatura de recozimento.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, CAPES/Proex e à FAPEMIG pelo apoio financeiro para realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 FENINAT, F. EL; LAROCHE, G.; FISET, M.; MANTOVANI, D. Shape Memory Materials for Biomedical Applications. *Advanced Engineering Materials*, 2002, v. 4, n. 3, p. 91–104.
- 2 OTSUKA, K.; REN, X. Physical metallurgy of Ti – Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*, 2005, v. 50, p. 511–678.
- 3 OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. *Shape Memory Materials*. Cambridge ed. Cambridge University Press, 1998.
- 4 GALL, K.; TYBER, J.; WILKESANDERS, G.; et al. Effect of microstructure on the fatigue of hot-rolled and cold-drawn NiTi shape memory alloys. *Materials Science & Engineering A*, 2008, v. 486, p. 389–403.
- 5 WEAVER, J. D.; GUTIERREZ, E. J. Comparing Rotary Bend Wire Fatigue Test Methods at Different Test Speeds. *Journal of Materials Engineering and Performance*,

- 2015, v. 24, n. 12, p. 4966–4974.
- 6 FIGUEIREDO, A. M.; MODENESI, P.; BUONO, V. Low-cycle fatigue life of superelastic NiTi wires. *International Journal of Fatigue*, 2009, v. 31, n. 4, p. 751–758.
 - 7 DIETER, G. E. *Mechanical Metallurgy*. Nova York: McGraw-Hill Book Company, 1961.
 - 8 KUHN, G.; JORDAN, L. Fatigue and Mechanical Properties of Nickel- Titanium Endodontic Instruments. *Journal of Endodontics*, 2002, v. 28, n. 10, p. 716 – 720.
 - 9 SHEN, Y.; ZHOU, H.; ZHENG, Y.; PENG, B.; HAAPASALO, M. Current Challenges and Concepts of the Thermomechanical Treatment of Nickel-Titanium Instruments. *Journal of Endodontics*, 2013, v. 39, n. 2, p. 163–172.
 - 10 MALETTA, C.; SGAMBITTERRA, E.; FURGIUELE, F. Crack tip stress distribution and stress intensity factor in shape memory alloys. 2013, 36, 903–912.
 - 11 FIGUEIREDO, A.M.; MODENESI, P.; BUONO, V. Low-cycle fatigue of superelastic NiTi wires. *International Journal of Fatigue*. 2009, v. 31, p. 751-758.