

ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DE FRATURA EM FIOS DE NiTi SUBMETIDOS À FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA¹

Brunella Campos Torres²

Isadora Maria Oliveira Anício Costa²

Ana Maria Gontijo Figueiredo³

Vicente Tadeu Lopes Buono⁴

Resumo

Na maioria de suas aplicações, as ligas NiTi são submetidas a solicitações cíclicas de origem térmica e/ou mecânica, podendo portanto sofrer tanto fadiga estrutural, ou seja, degradação da microestrutura, quanto fadiga funcional, com perda de suas propriedades funcionais. Visando contribuir para uma maior compreensão da fadiga mecânica nessas ligas, foram levantadas curvas de vida em fadiga de diferentes fios de NiTi de procedência comercial a partir de ensaios de flexão rotativa em diferentes deformações e temperaturas. As características das superfícies de fratura de fios rompidos em diferentes amplitudes de deformação na temperatura ambiente foram também avaliadas em imagens de microscopia eletrônica de varredura. Observou-se que as curvas de vida em fadiga dos fios de martensita e austenita estáveis foram aproximadamente paralelas, mas os fios martensíticos foram 100 vezes mais resistentes à fadiga do que os austeníticos. Já a vida em fadiga dos fios superelásticos apresentou um comportamento incomum para deformações intermediárias, com o número de ciclos aumentando à medida que a deformação aumentava. Da mesma forma, com o aumento da amplitude de deformação, a área de fadiga das superfícies de fratura permaneceu aproximadamente constante no intervalo de 4% a 7,5%, voltando a diminuir acentuadamente a partir de 8% de deformação.

Palavras-chave: Ligas de NiTi; Fadiga; Nucleação; Crescimento de trincas.

ANALYSIS OF THE FRACTURE SURFACE OF NiTi WIRES SUBMITTED TO ROTATION-BENDING FATIGUE

Abstract

In the majority of applications, NiTi alloys are subjected to cyclic solicitations of thermal and/or mechanical origin and are prone to undergo structural fatigue, with microstructure degradation, as well as functional fatigue, followed by loss of their functional properties. Aiming to contribute to a greater understanding of the mechanical fatigue of these alloys, fatigue life curves of different commercial NiTi wires were obtained by means of rotating-bending tests performed at different temperatures. The characteristics of the fracture surface of wires tested at various strain amplitudes at room temperature were also evaluated in scanning electron microscopy images. It was observed that the fatigue life curves of stable martensitic and austenitic wires were approximately parallel, although the martensitic wires were 100 times more fatigue resistant than the austenitic ones. On the other side, the fatigue life of the superelastic wires showed an uncommon behavior for intermediate strains, the number of cycles increasing as the strain increased. Similarly, as the strain amplitude increased, the fatigue area of the fracture surfaces remained approximately constant in the interval from 4% to 7.5%, and then started to decrease markedly after 8% strain.

Keywords: NiTi alloys, fatigue, crack nucleation and growth.

¹ *Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Graduanda do curso de Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG. Belo Horizonte, MG, Brasil.*

³ *Dra., Professora Adjunta do Departamento de Engenharia de Estruturas da UFMG. Belo Horizonte, MG, Brasil.*

⁴ *Dr., Professor Associado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG. Belo Horizonte, MG, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Alguns materiais, quando submetidos a grandes deformações, possuem a propriedade de recuperar a sua forma quando aquecidos (Efeito Memória de Forma - EMF) ou apenas com a retirada da solicitação (Superelasticidade - SE). Ambas as propriedades são devidas a transformações de fase adifusionais (martensítica e reversa), se diferenciando apenas com relação à temperatura em que se dá a deformação, relativamente às temperaturas de transformação do material. As ligas de NiTi estão entre as que apresentam EMF e SE. Com a composição da liga aproximadamente equiatômica, esse material vem despontando com os que apresentam melhores características para aplicações dessas propriedades, especialmente na área biomédica.⁽¹⁾

A recuperação de forma nas ligas NiTi se dá através da transformação reversa, da fase martensítica para a fase austenítica. A deformação pode ser acomodada seja pela transformação da austenita para martensita, quando a liga é austenítica e a temperatura de deformação não é muito elevada; ou pela reorientação das variantes de martensita (demaclação), quando a liga está no estado martensítico quando é deformada. A recuperação de forma ocorre com a elevação da temperatura no EMF, e apenas com o descarregamento, na SE.

A austenita, que é a fase estável a altas temperaturas, começa a se transformar em martensita ao ser resfriada a partir do ponto em que atinge a temperatura de início da transformação martensítica, Ms. O material torna-se completamente martensítico abaixo da temperatura final de transformação martensítica, Mf. Durante o aquecimento a partir da martensita, que é estável a baixa temperatura e sob tensão zero, o material permanece martensítico até a temperatura de início da transformação reversa, As. Acima da temperatura Af (temperatura final de transformação reversa), a liga é considerada totalmente austenítica.⁽¹⁾

A ocorrência do EMF ou do efeito superelástico depende essencialmente da temperatura de deformação em relação às temperaturas de transformação martensítica e reversa da liga. Conforme ilustrado na Figura 1, se a liga é deformada em temperaturas muito acima de Af, ou seja, na fase austenítica estável, o material se comporta como um metal tradicional, isto é, escoar e sofre deformação plástica até a ruptura (Figura 1a). Quando a deformação é abaixo de Ms, a martensita formada no resfriamento, dita martensita térmica, é a fase estável, mas suas variantes se reorientam em relação à tensão aplicada e acomoda a deformação. A reversão da martensita para austenita no aquecimento dá origem ao EMF (Figura 1b). Quando a deformação ocorre em uma temperatura acima de Af mas suficientemente próxima desta (Figura 1c), a liga apresenta o efeito superelástico, ou seja, ocorre transformação martensítica induzida por tensão e reversão da martensita para austenita com a retirada da tensão. Neste último caso, como a transformação martensítica ocorre em competição com a deformação plástica da fase austenítica, alguma deformação plástica sempre permanece após a transformação reversa na descarga. Nas ligas NiTi, a quantidade desta deformação residual depende principalmente do teor de níquel, da temperatura e do tipo de ciclagem termomecânica.⁽³⁻⁶⁾

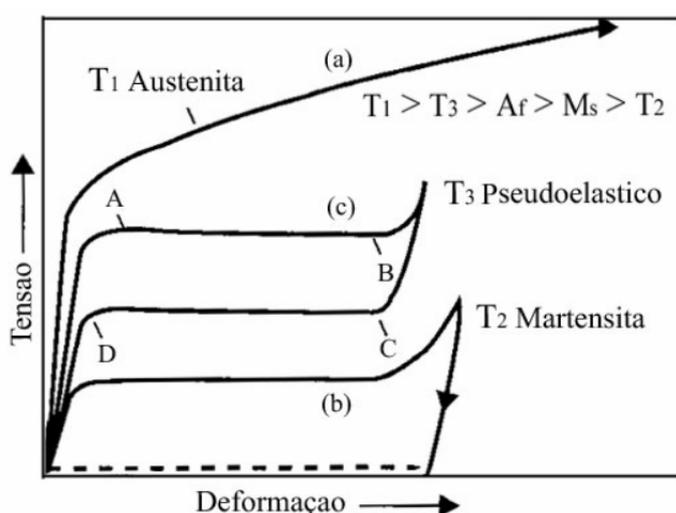


Figura 1. Curvas tensão-deformação para o material na forma (a) austenítica estável, (b) martensítica estável, e (c) superelástica.⁽²⁾

Na maioria de suas aplicações, as ligas NiTi são submetidas a solicitações térmicas e/ou mecânicas cíclicas, podendo portanto sofrer tanto fadiga estrutural, ou seja, degradação da microestrutura, quanto fadiga funcional, isto é, degradação de suas propriedades funcionais.^(7,8) Estudos realizados por Figueiredo, Bueno e Modenesi^(9,10) e Figueiredo et al.⁽¹¹⁾ apontam uma peculiaridade no comportamento em fadiga de ligas NiTi. As curvas de vida em fadiga (amplitude de deformação *versus* número de ciclos, ϵ_a-N_f) de um fio de NiTi superelástico, sob amplitudes de deformação inferiores a 4%, são coerentes com as da literatura e próximas à curva do fio austenítico estável. Sob amplitudes de deformação maiores, a vida em fadiga aumenta com a deformação, até que seja atingida a região próxima à curva do fio martensítico estável, quando então o número médio de ciclos até a fratura volta a diminuir com o aumento da amplitude de deformação. Esse comportamento incomum resulta em uma curva em forma de “Z”, conforme ilustrado na Figura 2.

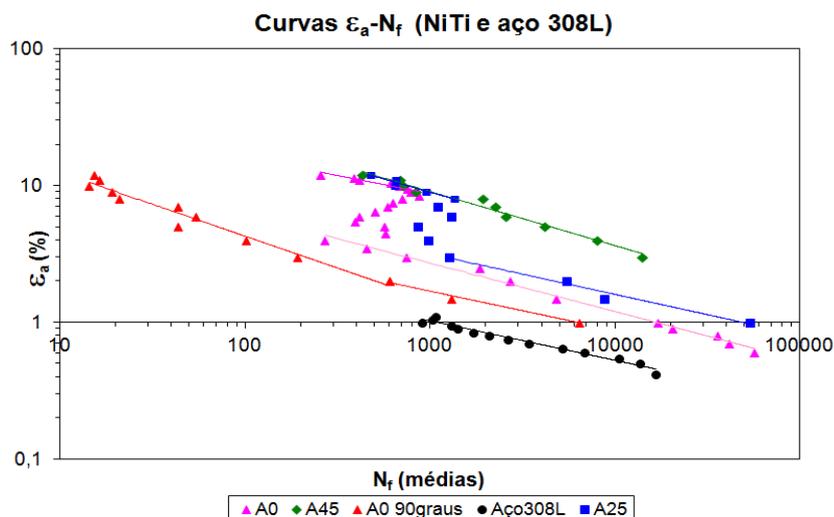


Figura 2. Curvas de vida em fadiga por flexão rotativa de ligas de NiTi e de aço.⁽⁹⁾

Visando contribuir para uma maior compreensão deste fenômeno, o presente trabalho avaliou a vida em fadiga de diferentes fios de NiTi de procedência comercial a partir dos resultados de ensaios de flexão rotativa em diferentes deformações e temperaturas, bem como a variação das características das superfícies de fratura de fios superelásticos rompidos em várias amplitudes de deformação à temperatura ambiente.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os testes foram realizados em dois fios de NiTi de 1mm de diâmetro, fabricados pela *Nitinol Devices and Components*. As temperaturas de transformação dos fios foram medidas por calorimetria exploratória diferencial (DSC) em equipamento DSC 60 da Shimadzu. Os ensaios de fadiga foram realizados em máquina de flexão rotativa, em que o fio é preso nas suas duas extremidades, fletido para atingir a amplitude de deformação desejada e, posteriormente, posto a girar em torno de seu próprio eixo até a ruptura (Figura 3). Os fios foram ensaiados na temperatura ambiente, mantida entre 25 e 30°C controlando-se a velocidade de rotação, e nas temperaturas de 80 e 90°C utilizando um banho térmico contendo água destilada. As amplitudes máximas de deformação por tração na superfície dos fios variaram entre 1 a 12%.

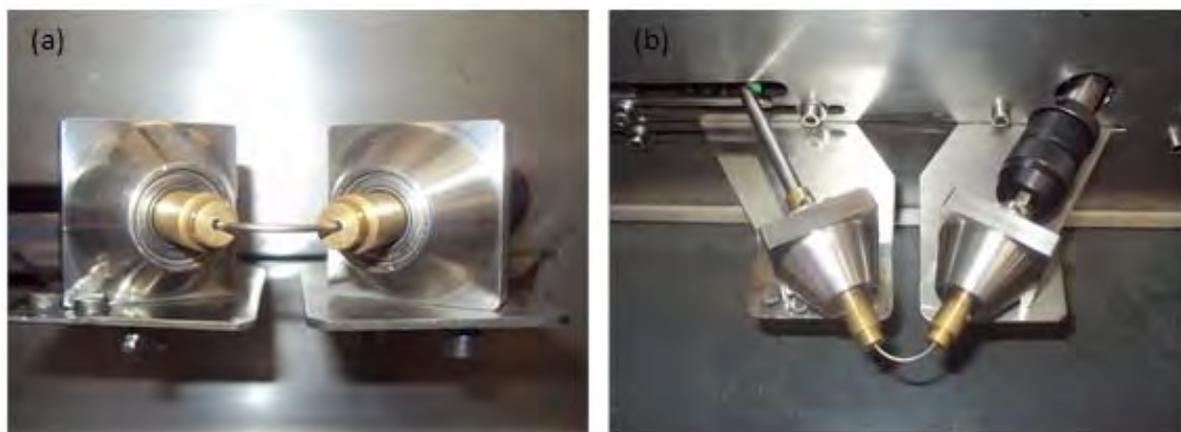


Figura 3. Detalhes da máquina de flexão rotativa (a) vista frontal (b) vista superior.

As superfícies de fratura dos fios rompidos durante o ensaio foram analisadas utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEI Inspect S50 operando a 15kV. A medida da fração das áreas rompidas por fadiga foi realizada empregando o programa de análise de imagens *ImageJ*®. A análise da morfologia das trincas nas seções longitudinais das amostras foi realizada a partir de imagens obtidas de amostras embutidas longitudinalmente, lixadas e polidas em pasta de diamante.

3 RESULTADOS

A temperatura média de final de transformação reversa, A_f , encontrada por DSC nos fios analisados foi de 12,6°C no fio superelástico e 57,3°C no fio com efeito memória e os mesmos foram então denominados fios SE e EM, respectivamente (Tabela 1). Desta forma, nas temperaturas de testes entre 25 e 30°C, o fio SE era completamente austenítico e o fio EM completamente martensítico.

Tabela 1. Temperaturas características de transformação (médias e desvios padrão) dos fios de NiTi

Temperaturas de Transformação (°C)	Fios de NiTi	
	SE	EM
As	-2,3 (1,0)	46,0 (1,0)
Af	12,6 (1,6)	57,3 (0,8)
Ms	3,4 (0,2)	1,5 (0,2)
Mf	-13,5 (1,0)	-19,8 (0,4)

As curvas de vida em fadiga obtidas são mostradas na Figura 4. Observa-se que as curvas dos fios SE80 e SE90 correspondem à austenita estável e são aproximadamente paralelas à curva do fio EM25, correspondente ao fio martensítico. Pode-se verificar, ainda, que a curva do fio superelástico SE25 está localizada entre as curvas dos fios austeníticos e martensítico estável.

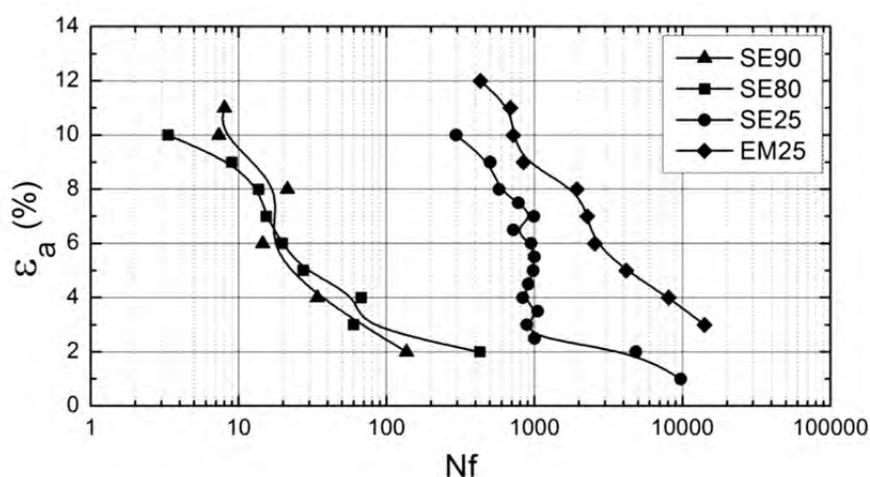


Figura 4. Curvas de vida em fadiga (ϵ_a - N_f) dos fios de NiTi austeníticos (SE80 e SE90) e martensítico (EM25) estáveis e superelástico (SE25).

A Figura 5 mostra imagens de elétrons secundários obtidas por MEV das superfícies de fratura de fios SE rompidos em fadiga em amplitudes de deformação de 2,0 a 10,0%. As superfícies de fratura são caracterizadas pela presença de uma região de nucleação e propagação lenta de trincas, localizada geralmente na periferia dos fios e denominada de região lisa ou área de fadiga. Na região mais central dos fios aparece a superfície rugosa, associada à ruptura dúctil final por sobrecarga de tração.

A variação, com a amplitude de deformação, da fração média de área de fadiga medida em 3 corpos de prova para cada condição é mostrada na Figura 6, ilustrando que em pequenas amplitudes de deformações a área de fadiga é maior, mas com o aumento dessas, a área não decresce linearmente e a tendência de diminuição contínua dessas áreas de fadiga é interrompida pela ocorrência de um patamar.

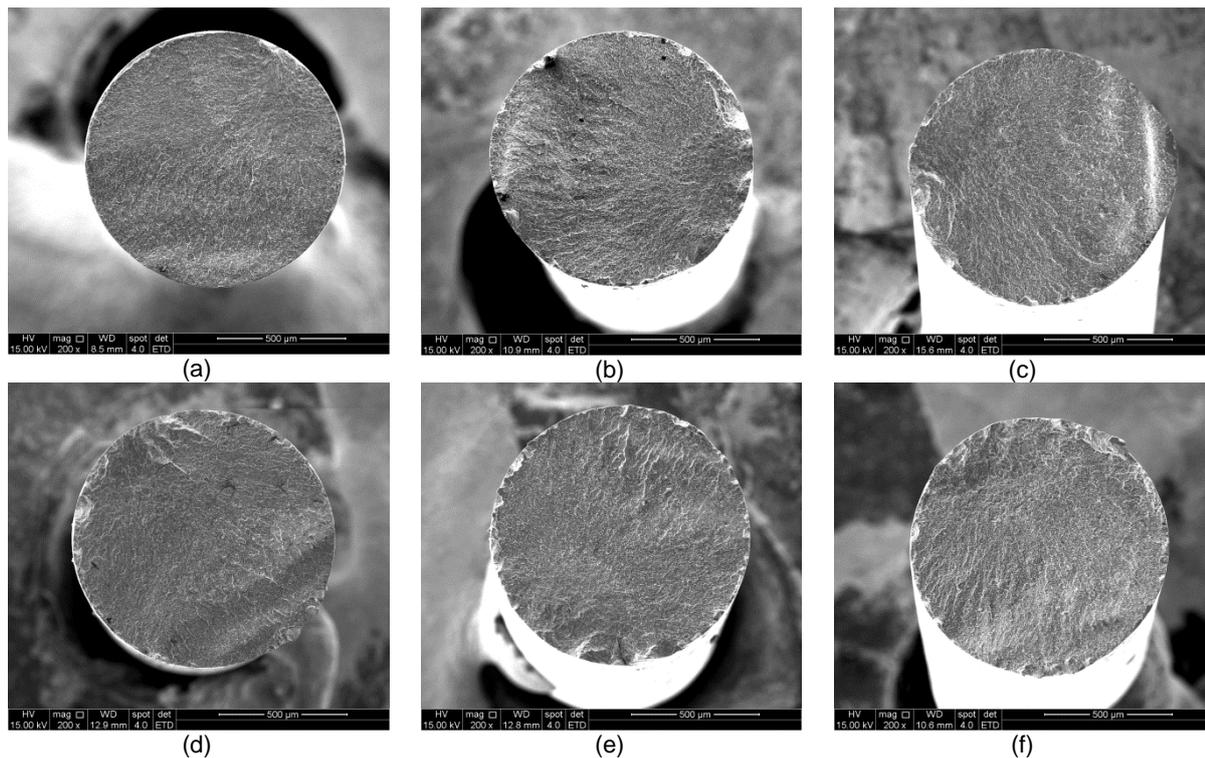


Figura 5. Superfícies de fratura de fios superelásticos NiTi submetidos a fadiga por flexão rotativa com amplitudes de deformação ϵ_a de (a) 2,0% (b) 4,0% (c) 5,5% (d) 8,0% (e) 9,0% (f) 10,0%.

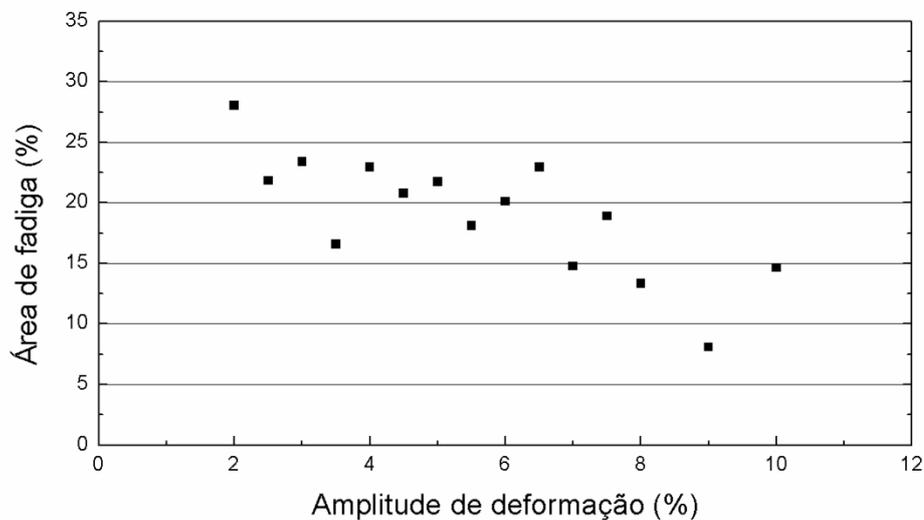


Figura 6. Variação da fração de área de fadiga em função da amplitude de deformação nos ensaios de fadiga por flexão rotativa.

A Figura 7 mostra imagens com 3000 vezes de aumento da seção longitudinal dos fios ensaiados nas amplitudes de deformação (ϵ_a) de 3% e 10%. As imagens foram coletadas em regiões próximas das superfícies de fratura e revelam que, nas menores deformações há uma tendência de nucleação de poucas trincas, que se propagam por longas distâncias, enquanto que, para deformações mais severas, a nucleação de trincas é mais intensa.

4 DISCUSSÃO

Diferentes autores têm estudado a resistência à fadiga de ligas NiTi, porém as amplitudes de deformação consideradas são sempre muito pequenas, menores que 2%.⁽¹²⁻¹⁴⁾ Esses autores registraram comportamentos semelhantes aos observados no presente trabalho na mesma faixa de deformação, ou seja, queda do número de ciclos até a fratura, N_f , com o aumento da amplitude de deformação, e_a . As curvas de vida em fadiga obtidas neste trabalho (Figura 4) são semelhantes às mostradas na Figura 2 e revelam o comportamento incomum das ligas NiTi superelásticas de aumentar ou pelo menos interromper a tendência de queda em N_f quando e_a aumenta a partir de valores intermediários, conforme observado em trabalhos anteriores.⁽⁹⁻¹¹⁾

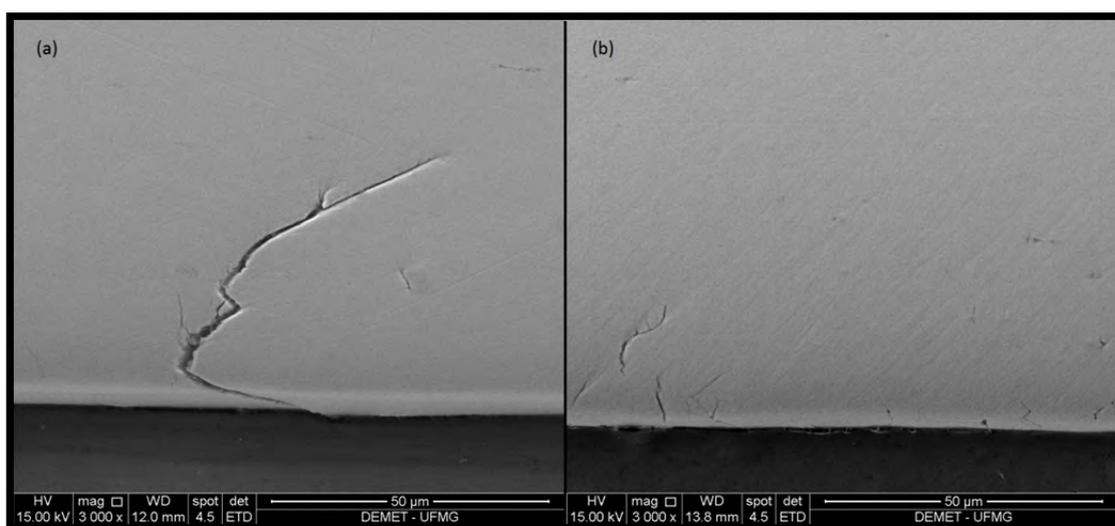


Figura 7. Imagens da seção longitudinal de amostras do fio superelástico de NiTi rompidas em ensaios de fadiga por flexão rotativa na temperatura ambiente com amplitudes de deformação (ϵ_a) de (a) 3% e (b) 10%.

A relação deste comportamento com a transformação martensítica induzida por tensão/deformação fica evidente quando a curva de fadiga do fio SE25 se aproxima da curva do fio martensítico, EM25, para maiores deformações. Isso se dá em amplitudes de deformação as quais, na curva de tração dos fios superelásticos representada esquematicamente na Figura 1, correspondem à formação de martensita. Portanto, mede-se, nos experimentos, a resistência à fadiga da martensita nos níveis mais elevados de ϵ_a .

Os resultados relativos à estabilização dos valores médios de área de nucleação e propagação de trincas de fadiga nas superfícies de fratura (Figura 6), bem como as morfologias típicas mostradas na Figura 7, são coerentes com o argumento de que o comportamento do fio mudou devido à transformação austenita-martensita. A maior resistência à fadiga da martensita nas ligas NiTi pode estar relacionada à nucleação múltipla de trincas de fadiga nas interfaces de variantes de martensita e contornos de maclas,^(14,15) dando origem às baixas taxas de nucleação e propagação de trincas observadas por outros autores.⁽¹⁶⁾

5 CONCLUSÃO

As curvas de vida em fadiga dos fios de martensita e austenita estáveis foram aproximadamente paralelas, mas os fios martensíticos foram 100 vezes mais resistentes à fadiga do que os austeníticos. Já a vida em fadiga dos fios superelásticos apresentou um comportamento incomum para deformações intermediárias, com o número de ciclos aumentando à medida que a deformação aumenta. Da mesma forma, com o aumento da amplitude de deformação, a área de fadiga permaneceu aproximadamente constante no intervalo de 4% a 7,5%, voltando a diminuir acentuadamente a partir de 8% de deformação.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais – FAPEMIG, pelo apoio financeiro e pelas bolsas de Iniciação Científica de Brunella Torres e Isadora Costa. À técnica Patrícia M. T. Azevedo, pelo apoio na caracterização do material por microscopia eletrônica de varredura.

REFERÊNCIAS

- 1 OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*, 1. ed. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998.
- 2 WILKES, K.E.; LIAW, P.K. The fatigue behavior of shape-memory alloys. *JOM*, v.52, n.10, p.45-51, 2000.
- 3 MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K.; SUZUKI, Y. Transformation pseudoelasticity and behavior in a Ti-50.6at%Ni alloy. *Scripta Metallurgica*, v.15, p.287-292, 1981.
- 4 MIYAZAKI, S.; OHMI, Y.; OTSUKA, K.; SUZUKI, Y. Characteristics of deformation and transformation pseudoelasticity in Ti-Ni alloys. *Journal de Physique*, Supplement 12, v.43, p.255-260, 1982.
- 5 MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K. Deformation and transition behavior associated with the R-Phase in Ti-Ni alloys. *Metallurgical Transactions A*, v.17A, p.53-63, 1986.
- 6 MIYAZAKI, S.; SUIZU, M.; OTSUKA, K.; TAKASHIMA, T. Effect of various factors on fatigue crack propagation rate in Ti-Ni alloys. In: OTSUKA, K.; SHIMIZU, K., editors. *Proc MRS International Meeting on Advanced Materials*. v.9. Pittsburgh: Materials Research Society; p.263-268, 1989.
- 7 HUMBEECK, J.V., STALMANS, R. Characteristics of shape memory alloys, In: OTSUKA, K., WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*, 1 ed. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998, 284p., Cap. 7, p. 149-183.
- 8 EGGELER, G., HORNBOKEN, E., YAWNY, A., HECKMANN, A., WAGNER, M. Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 378, p. 24-33, 2004.
- 9 FIGUEIREDO, A.M.G.; BUONO, V.T.L.; MODENESI, P.J. Curvas de vida em fadiga de baixo ciclo de ligas superelásticas NiTi. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, v. 3, p. 55-59, 2006.
- 10 FIGUEIREDO, A.M.G.; BUONO, V.T.L.; MODENESI, P.J. Low-cycle fatigue life of superelastic NiTi wires. *International Journal of Fatigue*, v. 31, p. 751-758, 2009.
- 11 FIGUEIREDO, A.M.G.; GONZALEZ, B.M.; BUONO, V.T.L.; MODENESI, P.J. Fatigue Life Curves of NiTi Alloys The Z Effect. *Materials Science Forum*, v. 643, p. 69-77, 2010.
- 12 TOBUSHI, H.; NAKAHARA, T.; SHIMENO, Y.; HASHIMOTO, T., Low-cycle fatigue of NiTi shape memory alloy and formulation of fatigue life. *Trans. ASME Journal of Engineering Materials and Technology*, v.112, p.186-191, 2000.

- 13 MIYAZAKI,S.; MIZUKOSHI,K.; UEKI,T.; SAKUMA,T.; LIU,Y., Fatigue life of Ti-50at.%Ni and Ti-40Ni-10Cu(at%) shape memory alloys wires. *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.658-663, 1999.
- 14 SAWAGUSHI,T.; KAISTRATER,G.;YAWNY,A.; WAGNER,M. EGGELER,G. Crack initiation and propagation in 50.9 at. pct Ni-Ti pseudoelastic shape memory wires in bending-rotation fatigue. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.34A, p.2847-2860, 2003.
- 15 BAHIA, M.G.A.; DIAS, R.F.; BUONO, V.T.L. The influence of high amplitude cyclic straining on the behaviour of superelastic NiTi. *International Journal of Fatigue*, v. 28, p. 1087-1091, 2006.
- 16 MCKELVEY A.L.; RITCHIE R.O. Fatigue-crack growth behavior in the superelastic and shape-memory alloy Nitinol. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.32A, p.731–743, 2001.