

# COMPORTAMENTO MECÂNICO DE FIOS NITI SUBMETIDOS A ENSAIOS DE FADIGA\*

João Victor Lucas Amim<sup>1</sup> Jéssica Dornelas Silva<sup>2</sup> Lorena Isabela de Oliveira Ribeiro<sup>3</sup> Pedro Damas Resende<sup>4</sup> Suzanny Cristina Soares Martins<sup>5</sup> Vicente Tadeu Lopes Buono<sup>6</sup> Leandro de Arruda Santos<sup>7</sup>

#### Resumo

Ligas com memória de forma de NiTi são frequentemente submetidas a esforços cíclicos durante suas aplicações, o que pode acarretar em fratura por fadiga. Entretanto, o comportamento em fadiga destas ligas ainda não é completamente compreendido. Neste trabalho foi realizada uma avaliação das propriedades mecânicas de fios superelásticos, antes e após tratamento térmico, por meio de ensaios de ciclagem mecânica uniaxial após submissão a diferentes frações da vida em fadiga por flexão. O tratamento térmico foi realizado a 400°C por 30 min, seguido de resfriamento em água. As fases foram identificadas por meio de difração de raios-x e as temperaturas de transformação foram determinadas por análise calorimétrica diferencial. Os resultados obtidos mostraram que fios austeníticos apresentaram comportamento superelástico durante toda sua vida em fadiga. Entretanto, o acúmulo de danos pôde ser notado como um aumento na tensão máxima atingida durante a ciclagem mecânica após ensaios até diferentes frações da vida em fadiga. Os fios tratados, por outro lado, passaram por deformações elásticas da martensita, caracterizando comportamento similar ao de fadiga de alto ciclo de materiais convencionais. Nestes fios, as tensões máximas atingidas se estabilizaram, indicando que o acúmulo de danos é desprezível se comparada aos fios superelásticos.

Palavras-chave: NiTi; Efeito memória de forma; Superelasticidade; Fadiga.

#### MECHANICAL BEHAVIOR OF NITI WIRES SUBJECTED TO FATIGUE

#### Abstract

NiTi shape memory alloys are frequently subjected to cyclic stress and straining conditions, being prone to failure by fatigue. However, the fatigue of behavior of these alloys is not yet fully comprehended. In this paper, the mechanical properties of superelastic and heat-treated wires were analyzed by means of uniaxial mechanical cycling after being subjected to different fatigue life fractions on flexural fatigue. The heat-treatment was performed at 400°C for 30 min and cooled in room-temperature water. The microstructure was characterized via XRD analysis and the transformation temperatures were determined by DSC analysis. The results showed that the austenitic wires presented superelastic behavior through all of their fatigue life. However, damage accumulation could be noted as an increase in the maximum achieved stresses after different fractions of the fatigue life. The heat-treated wires, on the other hand, presented elastic deformation of the induced martensite, a behavior similar to the observed in the high-cycle fatigue of conventional materials. In these wires, the maximum stresses achieved during cycling stabilized, meaning that the damage accumulation is not as high as in the superelastic condition.

Keywords: NiTi; Shape Memory Effect; Superelasticity; Fatigue.

<sup>7</sup> Engenheiro de Materiais, doutor, Professor Titular, DEMET, UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Graduando do curso de Engenharia Metalúrgica, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Engenheira Metalurgista, doutoranda, PPGEM, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Graduanda do curso de Engenharia Metalúrgica, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Engenheiro Metalurgista, mestrando, PPGEM, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Engenheira de Materiais, doutoranda, PPGEM, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> Físico, doutor, Professor Titular, DEMET, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.



### 1 INTRODUÇÃO

Ligas de NiTi são conhecidas por serem ligas funcionais capazes de se recuperar de deformações superiores à deformação elástica, graças ao efeito memória de forma e à superelasticidade. Tais materiais passam por uma transformação martensítica reversível a partir de uma fase austenítica de alta temperatura para uma fase martensítica de baixa temperatura. Ao se aplicar tensão na liga no estado austenítico, a transformação martensítica é induzida e deformações da ordem de 8% podem ser obtidas macroscopicamente. No descarregamento, a ocorrência da transformação reversa é acompanhada da recuperação da forma inicial e o efeito superelástico é observado. Por outro lado, ao se aplicar tensão na liga no estado martensítico, a deformação macroscópica é obtida por meio de um mecanismo de reorientação das variantes. No descarregamento, a deformação é mantida e a liga passa apenas por uma recuperação elástica. Neste caso, a forma inicial pode ser recuperada por meio de um aquecimento moderado através do qual se obtém a transformação reversa de martensita para austenita e o efeito mentoria de forma é observado [1-4].

Graças a uma combinação adequada entre suas propriedades funcionais, mecânicas e resistência à corrosão, ligas NiTi são comumente aplicadas como sensores, atuadores e biomateriais [1]. Dentre suas aplicações, são frequentemente submetidas a esforços cíclicos. Na endodontia, limas de NiTi rotatórias são submetidas a condições agressivas de deformação cíclica quando utilizadas no tratamento de canais curvos. A fratura por fadiga ocorre sem aviso prévio, já que o acúmulo de danos não causa modificações externas aparentes, podendo prejudicar o tratamento caso os fragmentos não sejam removidos [5-7].

O comportamento não linear e dependente da temperatura dificulta a previsão da vida em fadiga em ligas NiTi. Além disso, a ocorrência de transformações induzidas e a sensibilidade das propriedades mecânicas com relação ao histórico de processamento termomecânico tornam o comportamento em fadiga destas ligas complexo e de difícil compreensão. Desta forma, os mecanismos de acúmulo de danos durante a ciclagem ainda não é completamente compreendido [8,9]. Neste contexto, diversos trabalhos ainda têm sido realizados sob diversas perspectivas para investigação do comportamento em fadiga de fios e limas de NiTi [9-16]. Em trabalhos recentes destes autores, buscou-se avaliar o comportamento de fios tratados termicamente em diferentes temperaturas e notou-se que a resistência à fadiga de baixo ciclo de fios inicialmente superelásticos melhora consideravelmente após tratamentos térmicos entre 400°C e 450°C [17,18].

Neste trabalho, buscando-se contribuir para uma melhor compreensão dos mecanismos envolvidos durante acúmulo de danos em fadiga bem como da melhoria da resistência à fadiga em fios tratados termicamente, avaliou-se a evolução de propriedades mecânicas ao longo da vida em fadiga de fios NiTi inicialmente superelásticos antes e depois de serem tratados termicamente. Para isto, ciclos de tensão uniaxial foram realizados em amostras no estado inicial e após serem submetidos a 50% e 80% da vida em fadiga por flexão rotativa. Os testes realizados com 30 ciclos de carregamento até 4% de deformação em tração seguido de descarregamento até carga nula em amostras em estágios diferentes da vida em



fadiga permitiram uma observação das tensões envolvidas e do comportamento de fios de NiTi durante a ciclagem mecânica.

### 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Fios de NiTi superelásticos de 1mm de diâmetro, de composição nominal de 51at%Ni e 49at%Ti, foram utilizados nesse estudo. Amostras de 12cm de comprimento foram cortadas e submetidas a um tratamento térmico em forno tubular à 400°C por 30 minutos sob atmosfera controlada de argônio, e depois resfriadas em água à temperatura ambiente.

Amostras tratadas (400°C) e no estado de entrega (EE) foram caracterizados por difração de raios-x (DRX) e calorimetria diferencial exploratória (DSC). Ensaios no DRX foram realizados à temperatura ambiente para identificação das fases presentes em um difratômetro PANalytical PW171 com radiação Cu-K $\alpha$  e uma velocidade de varredura de 0,02°/s. A indexação dos picos foi feita com base em padrões da base de dados ICSD [19]. A análise calorimétrica foi realizada em um calorímetro DSC60 Shimadzu no intervalo de -100°C a 100°C, com uma taxa de aquecimento/resfriamento de 10°C/min, a fim de se determinar as temperaturas das transformações de fases martensítica direta (Ms e Mf) e reversa (As e Af).

Para análise do comportamento mecânico, ensaios de fadiga por flexão controlada por deformação foram realizados em equipamento adequado até a falha a uma amplitude de deformação máxima de 4%. Os números de ciclos médios para falha foram obtidos e amostras foram, então, submetidas números de ciclos iguais a 50% e 80% da vida média no equipamento de fadiga por flexão à mesma amplitude de deformação. Em seguida, foram realizados testes de ciclagem mecânica uniaxial em uma máquina universal de ensaios Instron 5582 em amostras sem fadiga prévia e nas amostras que foram submetidas a 50% e 80% da vida. Os ensaios de ciclos uniaxiais foram realizados da seguinte forma: as amostras foram carregadas a uma velocidade de 5mm/min até 4% de deformação e descarregados até carga nula. Este ciclo de carregamento/descarregamento foi repetido 30 vezes.

### **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Os difratogramas obtidos para as amostras no estado de entrega e tratada estão apresentados na Figura 1. No estado como recebido, foi possível detectar a presença de austenita (ICSD card #166366), conforme esperado em um fio superelástico. Já na amostra tratada, observou-se a presença da fase-R (ICSD card #155028). A fase-R é uma fase pré-martensítica de estrutura trigonal observada em ligas ricas em Ni após tratamento adequado [20]. Foi possível observar também um pico único de fase martensítica B19' (ICSD card #164155), que pode ter sido induzida nas extremidades das amostras durante manipulação ou corte na preparação para análise do DRX.





Figura 1. Difratograma dos fios no estado de entrega (EE) e tratados termicamente (400°C).

na análise calorimétrica do EE, Nas curvas obtidas foram observadas transformações em um estágio no resfriamento e no aquecimento associadas à transformação martensítica direta e reversa, respectivamente, conforme indicado na Figura 2 pela curva verde. Nas amostras tratadas (curva vermelha), foram detectados dois picos no aquecimento e um pico no resfriamento. O pico no resfriamento se refere a uma transformação de fases austenita - fase R, conforme indicado pelo DRX. No aquecimento, os dois picos indicam que a transformação reversa ocorreu em dois estágios, martensita B19' - fase R - austenita B2. Desta forma, nota-se que uma transformação fase R – martensita não foi detectada no resfriamento. De fato, foi reportado anteriormente [21,22] que esta transformação acontece em temperaturas muito baixas e está associada a um pico de transformação caracteristicamente achatado, podendo ser de difícil detecção guando localizado próximo aos limites inferiores de temperatura analisada, conforme indicado na Figura 2.





**Figura 2.** Análise de calorimetria diferencial exploratória para fios no estado de entrega (EE) e tratados termicamente (400°C).

Nos ensaios de fadiga até a falha, obteve-se o número de ciclos para falha médio (Nf) de  $1596 \pm 85$  ciclos para amostras no estado de entrega e de  $3218 \pm 342$  ciclos para as amostras tratadas. As curvas obtidas nos ensaios de ciclagem mecânica uniaxial em amostras em diferentes estágios de fadiga prévia em flexão estão apresentadas na Figura 3. As setas ao lado de cada curva indicam o sentindo crescente do número de ciclos. É possível notar que as curvas tensão vs deformação uniaxial tendem a se estabilizar com o aumento do número de ciclos tanto nas amostras no estado de entrega quanto nas amostras tratadas.

As amostras no estado de entrega apresentaram comportamento superelástico em todas as condições. Nestas curvas, as amostras passam por uma deformação elástica inicial da austenita até que a tensão necessária para induzir martensita por tensão é atingida e o patamar de transformação é observado. No descarregamento, a transformação reversa pode ser observada quando a tensão de patamar inferior é atingida e, por fim, a austenita se recupera elasticamente. Observa-se, também, nestas amostras uma queda inicial das tensões de patamar, especialmente evidente no patamar superior da amostra que não foi previamente submetida à fadiga. Este comportamento pode estar relacionado a um "treinamento" das variantes martensíticas formadas em ciclos anteriores que resultam em um decréscimo da tensão necessária para induzir martensita em ciclos posteriores [23].



Por outro lado, as amostras tratadas termicamente, inicialmente constituídas por fase R, passam inicialmente pela deformação elástica e reorientação das variantes desta fase. Em seguida, o patamar de transformação martensítica induzida pode ser observado. Este ocorre em tensões inferiores às amostras austeníticas, o que pode ser explicado pelo fato de que menores tensões são necessárias para induzir martensita a partir da fase R do que da austenita uma vez que as distorções envolvidas na primeira transformação são menores do que na segunda [24]. Diferentemente das amostras superelásticas, uma grande deformação residual pode ser observada ao fim do primeiro ciclo. No segundo ciclo, ainda é possível se observar o patamar de transformação martensítica, entretanto, esta fase induzida por tensão passa também por deformação elástica. Nos ciclos seguintes, observa-se que esta amostra é deformada elasticamente e toda deformação é recuperada no descarregamento.

Um comportamento similar pode ser observado nas amostras submetidas à 50% e 80% da vida em flexão rotativa. Esta similaridade pode ser explicada pelo fato de que durante a ciclagem em flexão prévia, a fase martensítica é formada majoritariamente na região central do arco, que é submetida à deformação máxima. Em outras regiões, onde as tensões máximas atingidas diminuem quanto mais longe estiverem da região central, a transformação martensítica induzida ocorre menos acentuadamente ou não ocorre. Desta forma, quando os fios são retirados do equipamento de fadiga por flexão, uma grande fração deles ainda é constituída por fase R, que, por sua vez, se transformará em sua totalidade durante a ciclagem uniaxial.



**Figura 3.** Ensaios de tração em ciclos em amostras EE e tratadas a 400°C, com vidas em fadiga de 0, 50 e 80%. As setas indicam o sentido crescente do número de ciclos.

Na figura 4 estão evidenciadas as tensões máximas, obtidas a 4% de deformação, em cada ciclo nas diferentes condições estudadas. Nota-se que enquanto as tensões na amostra superelástica caem com o aumento do número de ciclos em uma mesma condição, as tensões nas amostras tratadas termicamente aumentam.

\* Contribuição técnica ao 74º Congresso Anual da ABM – Internacional, parte integrante da ABM Week 2019, realizada de 01 a 03 de outubro de 2019, São Paulo, SP, Brasil.

#### 74° Congresso Anual



Na amostra superelástica, as tensões máximas atingidas passam por uma queda brusca após 50% da vida em fadiga e aumentam levemente após 80% da vida em fadiga (Figura 4-a). Na amostra tratada, as tensões máximas também são superiores na amostra que não foi previamente submetida à fadiga, mas as tensões se mantêm muito próximas após 50% e 80% da vida (Figura 4-b).



Figura 4. Tensões máximas por ciclo em (a) amostras no estado de entrega (EE) e (b) amostras tratadas termicamente, com vidas em fadiga prévia de 0, 50 e 80%.

Estes resultados indicam que fios tratados termicamente inicialmente constituídos por fase R atingem tensões máximas superiores às atingidas nos fios superelásticos quando submetidos à fadiga. Entretanto, enquanto os fios superelásticos passam por consecutivas transformações martensíticas induzidas por tensão е transformações reversas, os fios tratados termicamente passam por deformação e recuperação elástica da martensita induzida por tensão. Nota-se também uma estabilidade das tensões máximas nos fios tratados e um aumento dessas nos fios superelásticos com um aumento da porcentagem da vida em fadiga. Este pode ser um indício do acúmulo de defeitos envolvido nas transformações martensítica e reversas induzidas durante a ciclagem dos fios superelásticos.

Desta forma, nota-se que os fios tratados têm comportamento em fadiga de baixo ciclo similar ao comportamento em fadiga de alto ciclo de materiais convencionais. Entretanto, os fios de NiTi submetidos a condições agressivas de deformação atingem tensões muito superiores às comumente observadas em fadiga de alto ciclo, o que justifica o fato do número de ciclo para falhas ainda ser relativamente pequeno se comparado a materiais submetidos à fadiga de alto ciclo. Nota-se, porém, que a vida em fadiga dos fios tratados termicamente é consideravelmente alta para condições de baixo ciclo.

### 4 CONCLUSÃO

A evolução do comportamento mecânicos durante a vida em fadiga de amostras de NiTi foram estudadas neste trabalho através da observação do comportamento durante ciclagem uniaxial após serem submetidas a diferentes porcentagens da vida em fadiga por flexão. Amostras foram estudas no estado de entrega e após tratamento térmico a 400°C.



As amostras no estado de entrega apresentaram estrutura austenítica e comportamento superelástico e fios tratados apresentaram uma estrutura constituída por fase R. Estas amostras foram analisadas mecanicamente em seu estado inicial, sem fadiga prévia, e após serem submetidas a 50% e 80% da vida em fadiga por flexão.

Os resultados obtidos permitiram concluir que:

- Durante a ciclagem mecânica, amostras austeníticas apresentam comportamento superelástico durante toda a sua vida em fadiga enquanto amostras constituídas por fase R passam por deformação e recuperação elástica da martensita induzida por tensão, formada nos ciclos iniciais da vida em fadiga de alto ciclo.
- A melhoria da vida em fadiga de baixo ciclo de fios NiTi após tratamento térmico adequado pode estar relacionado ao fato de que amostras nesta condição apresentam comportamento similar ao de fadiga de alto ciclo de materiais convencionais, estando envolvidas apenas deformações elásticas.
- As tensões envolvidas na ciclagem mecânica das amostras tratadas são superiores às das amostras superelásticas. Entretanto, notou-se uma maior estabilização nos níveis de tensões após diferentes porcentagens da vida em fadiga nas amostras tratadas. Nas amostras superelásticas, por outro lado, os níveis de tensão aumentaram nas amostras submetidas a 80% da vida em fadiga em relação às submetidas a 50%. Este pode ser um indício de maiores concentração de tensões e acúmulo de danos durante a ciclagem em flexão destas amostras, associados à transformação martensítica induzida e reversa.

## REFERÊNCIAS

- 1 Otsuka K, Wayman CM. Shape memory materials. Cambridge. Cambridge University Press; 1998.
- 2 Buehler WJ, Gilfrich JV, Wiley RC. Effect of low-temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition NiTi. Journal of Applied Physics. 1962;34(5):1475-1477.
- 3 Wang Z, Zu X, Feng X, Dai J. Effect of thermomechanical treatment on the two-way shape memory effect of NiTi alloy spring. Materials Letters. 2002;54(1):55-61.
- 4 Feninat FE, Laroche G, Fiset M, Mantovani D. Shape memory materials for biomedical applications. Advanced Engineering Materials. 2002;4(3):91-104.
- 5 Bahia MGA, Buono VTL. Decrease in the fatigue resistance of nickel-titanium rotary instruments after clinical use in curved root canals. Oral Surgery, oral Medicine, oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology. 2005;100(2):249-255.
- 6 Braga LCM, Silva ACF, Buono VTL, Bahia MGA. Impact of heat treatments on the fatigue resistance of different rotary nickel-titanium instruments. Journal of Endodontics. 2014;40(9):1494-1497.
- 7 Carvalho A, Montavão D, Freitas M, Reis L, Fonte M. Determination of the rotary fatigue life of NiTi alloy wires. Theoretical and Applied Fracture Mechanics. 2016;85:37-44.
- 8 Robertson SW, Pelton AR, Ritchie RO. Mechanical fatigue and fracture of Nitinol. International Materials Reviews. 2012;57(1):1-37.
- 9 Tyc O, Pilch J, Sittner P. Fatigue of superelastic NiTi wires with different plateau strain. Procedia Structural Integrity. 2016;2:1489-1496.
- 10 Alarcon E, Heller L, Chirani SA, Sittner P, Kopecek J, Saint-Sulpice L, *et al.* Fatigue performance of superelastic NiTi near stress-induced martensitic transformation. International Journal of Fatigue. 2017;95:76-89.



- 11 Iacono F, Pirani C, Arias A, Macorra JC, Generali L, Gandolfi MG, *et al.* Impact of a modified motion on the fatigue life of NiTi reciprocating instruments: a Weibull analysis. Clinical Oral Investigations. 2019;23(7):3095-3102.
- 12 LePage WS, Ahadi A, Lenthe WC, Sun QP, Pollock TM, Shaw JA, *et al.* Grain size effects on NiTi shape memory alloy fatigue crack growth. Journal of Materials Research. 2018;33(2):91-107.
- 13 Özyürek T, Gündogar M, Uslu G, Yilmaz K, Staffoli S, Grande NM, *et al.* Cyclic fatigue resistances of Hyflex EDM, Wave One gold, Reciproc blue and 2shape NiTi rotary files in different artificial canals. Odontology. 2018;106(4):408-413.
- 14 Sgambitterra E, Maletta C, Furgiuele F, Sehitoglu H. Fatigue crack propagation in [012] NiTi single crystal alloy. International Journal of Fatigue. 2018;112:9-20.
- 15 Shen Y, Huang X, Wang Z, Wei X, Haapasalo M. Low environmental temperature influences the fatigue resistance of nickel-titanium files. Journal of Endodontics. 2018;44(4):626-629.
- 16 Vantadori S, Carpinteri A, Cocco VD, Iacoviello F, Natali S. Fatigue analysis of a nearequiatomic pseudo-elastic NiTi SMA. Theoretical and Applied Fracture Mechanics. 2018;94:110-119.
- 17 Silva JD, Resende PD, Garcia PR, Lopes NIA, Santos LA, Buono VTL. Fatigue resistance of dual-phase NiTi wires at different maximum strain amplitudes. International Journal of Fatigue. 2019;125:97-100.
- 18 Silva JD, Martins SC, Lopes NIA, Resende PD, Santos LA, Buono VTL. Effects of aging treatments on the fatigue resistance of superelastic NiTi wires. Materials Science and Engineering. 2019;756:54-60.
- 19 Inorganic Crystal Structure Database, Gmelin-Institut für Anorganische Chemie and Fashionformatszetrum, FIZ, Karlruhe, Eggenstein-Leopoldshafen. Germany: ICSD; 2007 [acesso em 12 jun. 2019]. Disponível em: <u>https://icsd-fiz-karlsruhede\_proxy.dotlib.com.br/search/basic.xhtml</u>
- 20 Otsuka K, Ren X. Physical metallurgy of Ti-Ni based shape memory alloys. Progress in Materials Science. 2005;50(5):511-678.
- 21 Duerig TW, Bhattacharya K. The influence of the R-phase on the superelastic behavior of NiTi. Shape Memory and Superelasticity. 2015;1(2):153-161.
- 22 Helbert G, Saint-Sulpice L, Chirani SA, Dieng L, Lecompte T, Calloch S, *et al.* Experimental characterisation of three-phase NiTi wires under tension. Mechanics of Materials. 2014:79:85-101.
- 23 Rodrigues MCM. Efeito do treinamento por ciclagem pseudoelástica nas propriedades mecânicas e funcionais de uma liga de níquel-titânio [Dissertação de Mestrado]. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais; 2016.
- 24 Wang XB, Verlinden B, Van Humbeeck J. R-phase transformation in NiTi alloys. Materials Science and Technology. 2014;30(13):1517-1529.