

# EFEITO DA DEFORMAÇÃO CÍCLICA NO COMPORTAMENTO SUPERELÁSTICO DE UMA LIGA NiTi<sup>(1)</sup>

Rogério Fonseca Dias<sup>(2)</sup>  
Vicente Tadeu Lopes Buono<sup>(3)</sup>

## Resumo

Neste trabalho foi estudado o efeito de deformações cíclicas por dobramento rotatório sobre as propriedades mecânicas em tração e sobre a capacidade de recuperação de forma de fios de uma liga NiTi superelástica. O material foi caracterizado por difratometria de raios-X, microsondagem eletrônica e calorimetria exploratória diferencial. Os ensaios de dobramento rotatório foram realizados em uma velocidade de rotação de 340rpm, utilizando-se 2 raios de curvatura diferentes que proporcionaram deformações em tração na superfície dos fios de 3,0 e 4,5%. Os fios foram inicialmente ensaiados até se romperem por fadiga, para determinação do número médio de ciclos até a fratura em cada condição. A seguir, amostras deformadas até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  deste número de ciclos e amostras não deformadas, foram utilizadas em ensaios de tração convencional e ensaios de carga e descarga em passes ascendentes. Observou-se uma diminuição significativa da tensão crítica para formação de martensita e do limite de resistência dos fios submetidos à ciclagem em amplitudes de 4,5%. Também foi observada uma degradação da capacidade de recuperação de forma do material, sendo esta degradação mais expressiva nos fios submetidos a deformações cíclicas com amplitudes de 4,5%. Os efeitos observados estão relacionados às deslocamentos e martensita residual, geradas durante a ciclagem mecânica do material.

**Palavras-chave:** Ligas NiTi; Superelasticidade; Deformações cíclicas.

(1) Contribuição Técnica ao 60º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Belo Horizonte-MG, 25 a 28 de Julho de 2005.

(2) MSc., Doutorando do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG

(3) Dr., Professor Adjunto, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG

## INTRODUÇÃO

As ligas com memória de forma, tais como as ligas NiTi, exibem duas propriedades extraordinárias: o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE). O EMF refere-se à habilidade do material recuperar grandes deformações (até 8%) através de um aquecimento moderado. A seleção apropriada de composições químicas e tratamentos termomecânicos faz com que a recuperação de forma se dê apenas com a retirada da tensão, sem necessidade de aquecimento. Este efeito permite a recuperação de grandes deformações não lineares, conferindo ao material o que se convencionou chamar superelasticidade [1].

Ambos EMF e SE ocorrem em associação com a transformação martensítica (TM), que pode ser induzida pelo resfriamento ou pela aplicação de tensão. A TM tem início, no resfriamento, em uma temperatura designada  $M_S$ , e se completa em uma temperatura mais baixa designada  $M_F$ . Durante o aquecimento, ocorre a transformação reversa (TR) de martensita para austenita, que se inicia na temperatura  $A_S$  e termina em  $A_F$ . O EMF ocorre quando o material é deformado no estado martensítico, em uma temperatura abaixo de  $A_S$ , seguido por um aquecimento acima de  $A_F$ . A SE ocorre quando o material é deformado acima de  $A_F$ , no estado austenítico. A deformação é acomodada pela formação de martensita induzida por tensão, que se torna instável com a retirada da carga, e a recuperação da forma ocorre instantaneamente. [1-3].

Em várias aplicações, as ligas NiTi superelásticas são submetidas a carregamentos e descarregamentos repetitivos, acompanhados por TM e TR. Desta forma, uma melhor compreensão sobre o comportamento do material sob carregamento cíclico tornou-se um problema relevante. Estudos anteriores [4-6] relataram mudanças nas curvas tensão-deformação de ligas NiTi superelásticas submetidas a deformações cíclicas por tração. Por outro lado, ensaios de deformação cíclica por dobramento rotatório têm se mostrado um método eficiente no estudo da fadiga funcional e estrutural de fios de NiTi [7,8].

No presente estudo buscou-se avaliar a influência de deformações cíclicas por dobramento rotatório sobre as propriedades mecânicas e sobre a capacidade de recuperação de forma de fios superelásticos de NiTi.

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O material estudado neste trabalho foi uma liga NiTi superelástica, adquirida na forma de fios de 1,0mm de diâmetro. A identificação das fases presentes no material foi realizada por difratometria de raios-X (DRX). A composição química foi determinada semi-quantitativamente através de análise por espectroscopia de energia de raios-X (EDS). As temperaturas de transformação martensítica e reversa do material foram determinadas por calorimetria exploratória diferencial (DSC).

Os ensaios de deformação cíclica por dobramento rotatório foram realizados utilizando-se uma máquina furadeira de coluna. Os corpos de prova (CP) ensaiados mediam 90mm de comprimento. Uma das extremidades do CP foi fixada no mandril da furadeira e a outra introduzida em um pequeno orifício com 2mm de profundidade localizado em um aparato de aço, de tal forma que o CP ficou encurvado com um

determinado raio de curvatura. Os raios utilizados foram 17 e 12mm, que proporcionaram amplitudes de deformação em tração,  $\varepsilon$ , na superfície dos fios de 3,0 e 4,5% respectivamente. Essas deformações foram calculadas utilizando-se a seguinte equação [9]:

$$\varepsilon = \left( \frac{2R}{d} - 1 \right)^{-1} \quad (1)$$

onde  $R$  é o raio de curvatura do corpo de prova e  $d$  o seu diâmetro.

Foram realizados 15 ensaios de deformações cíclicas por dobramento rotatório, na velocidade de 340rpm, em cada nível de deformação (3,0 e 4,5%), de onde se determinou o número médio de ciclos até a fratura, em cada condição. A seguir foram realizados 6 ensaios de ciclagem interrompida correspondendo a cada uma das condições:  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, em cada amplitude de deformação. Ensaios de tração convencional e ensaios de carga e descarga em tração, em passes ascendentes de 1 a 10% de deformação, foram realizados em fios não ciclados e nos fios ciclados nas duas amplitudes de deformação. Todos ensaios foram realizados ao ar na temperatura ambiente.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A composição química média do material, determinada por EDS, foi de aproximadamente 51%Ni-49%Ti (erro médio relativo menor que 0,2%), em porcentagem atômica. A análise por DRX dos fios não deformados mostrou a presença de uma grande quantidade da fase austenítica  $\beta$ , de estrutura cristalina B2 (cúbica de corpo centrado ordenada), e uma pequena quantidade de martensita, de estrutura cristalina B19'. As temperaturas de transformação martensítica e reversa, determinadas por DSC, foram:  $M_S = 23^\circ\text{C}$ ,  $M_F = -26^\circ\text{C}$ ,  $A_S = -11^\circ\text{C}$  e  $A_F = 29$ , o que confirma os resultados da análise por DRX, onde foi constatada a presença quase exclusiva da fase austenítica na temperatura ambiente.

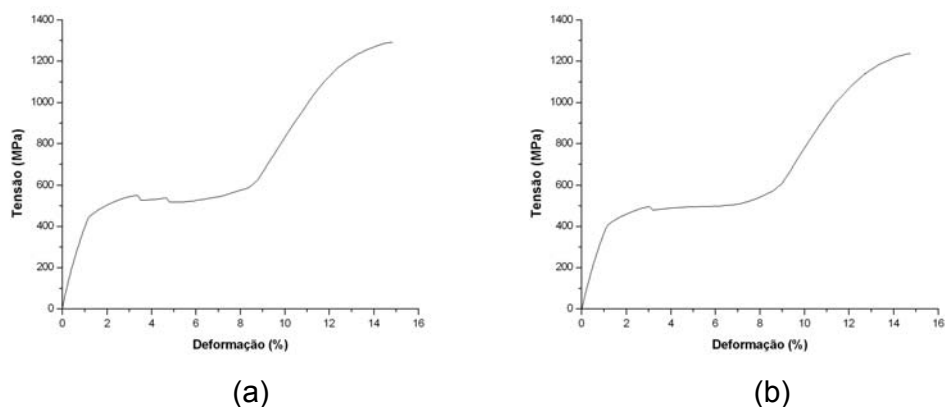
Na Tabela 1 são apresentados os valores médios do tempo e número de ciclos até a fratura, obtidos nos ensaios de deformação cíclica para cada nível de deformação.

**Tabela 1.** Tempo e número médio de ciclos até fratura.

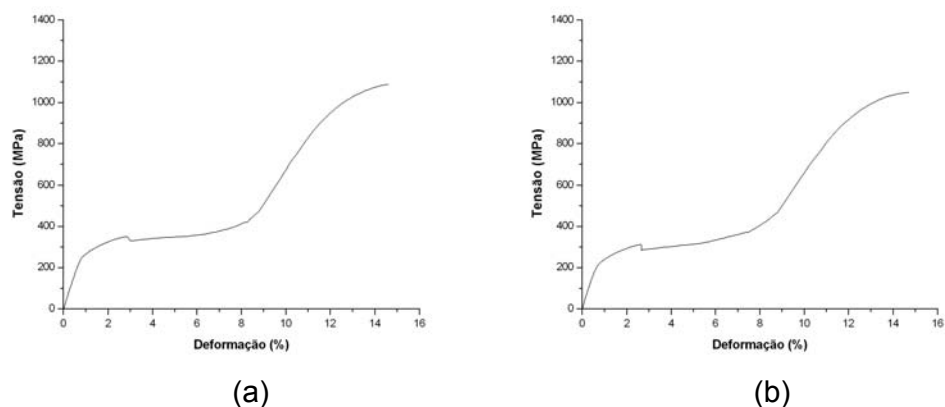
Amplitude de deformação (%)	Tempo médio até a fratura (s)	Número médio de ciclos até a fratura
3,0	159 ± 6	901 ± 34
4,5	94 ± 3	533 ± 17

A influência das deformações cíclicas por dobramento sobre as propriedades mecânicas do material foi avaliada através de ensaios de tração convencional até a ruptura, em fios não submetidos à ciclagem e em fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga, nas duas amplitudes de deformação, 3,0 e 4,5%. A Figura 1 mostra curvas tensão-deformação em tração de um fio não submetido à ciclagem e de um fio ciclado até  $\frac{3}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%. Curvas tensão-deformação de fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga em

uma amplitude de deformação de 4,5% são mostradas na Figura 2. Os valores médios da tensão crítica para formação de martensita ( $\sigma_{A \rightarrow M}$ ), do limite de resistência ( $\sigma_R$ ) e da deformação total até a ruptura ( $e_F$ ) são mostrados na Tabela 2.



**Figura 1.** Curvas de tração até a ruptura de um fio não submetido à ciclagem (a) e de um fio ciclado até  $\frac{3}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%. (b).



**Figura 2.** Curvas de tração até a ruptura de fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  (a) e  $\frac{3}{4}$  (b) de suas vidas em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.

**Tabela 2.** Tensão crítica para formação de martensita ( $\sigma_{A \rightarrow M}$ ), limite de resistência ( $\sigma_R$ ) e deformação total até a fratura ( $e_F$ ) de fios não submetidos à ciclagem e fios ciclados em amplitudes de deformação de 3,0 e 4,5%.

Amostras	$\sigma_{A \rightarrow M}$ (MPa)	$\sigma_R$ (MPa)	$e_F$ (%)
Sem deformação	$519 \pm 3$	$1285 \pm 5$	$14,6 \pm 0,2$
3,0% $\frac{1}{4}$	$487 \pm 2$	$1263 \pm 4$	$15,1 \pm 0,1$
3,0% $\frac{3}{4}$	$481 \pm 2$	$1255 \pm 5$	$14,9 \pm 0,2$
4,5% $\frac{1}{4}$	$325 \pm 3$	$1090 \pm 4$	$14,6 \pm 0,1$
4,5% $\frac{3}{4}$	$315 \pm 2$	$1078 \pm 5$	$14,5 \pm 0,1$

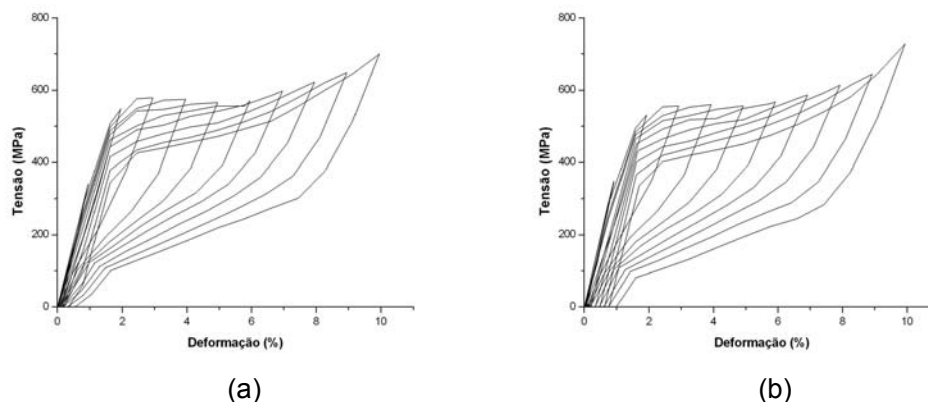
A partir dos resultados obtidos, nota-se que a ciclagem mecânica por dobramento rotatório provocou alterações consideráveis no comportamento mecânico da liga

NiTi estudada. No material ciclado em uma amplitude de deformação de 3,0%, ocorreu uma pequena diminuição da tensão crítica para formação de martensita e do limite de resistência, em relação ao material não deformado. Entretanto, no material ciclado em uma amplitude de deformação de 4,5%, a diminuição da tensão crítica para formação de martensita e do limite de resistência foi bastante expressiva. Em ambas amplitudes de deformação, 3,0 e 4,5%, a deformação total até a ruptura não foi afetada de forma significativa pela ciclagem mecânica. Nota-se que as variações da tensão crítica e do limite de resistência, observadas no material ciclado até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de sua vida em fadiga, em uma determinada amplitude de deformação, foram muito parecidas, o que sugere que os fatores responsáveis pelas mesmas ocorram nos estágios iniciais da ciclagem mecânica e se estabilizem nos ciclos posteriores.

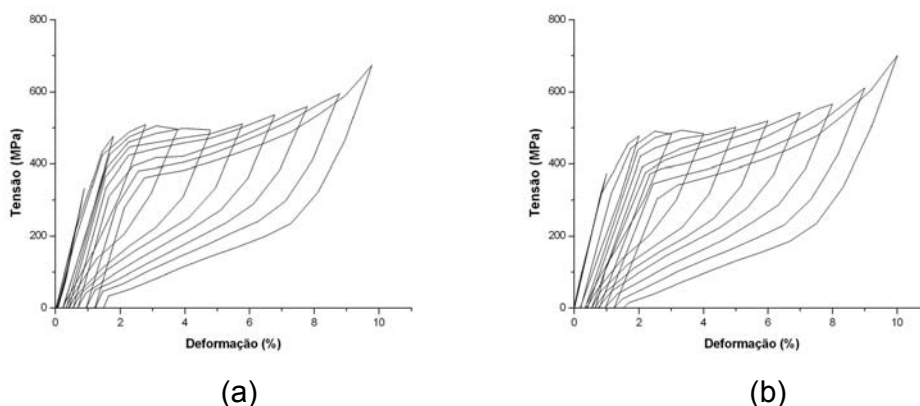
A diminuição da tensão crítica para formação de martensita observada, sugere uma estabilização da mesma. O possível motivo para esta estabilização observada vem a seguir. Encontrando-se o material estudado no estado austenítico à temperatura ambiente, ocorre formação de martensita induzida por tensão durante as deformações cíclicas por dobramento rotatório, e a interface entre a martensita formada e a austenita move-se repetidamente. Durante o movimento cíclico desta interface, defeitos cristalinos, tais como deslocamentos, são introduzidos no material [5]. O aumento da densidade de deslocamentos provoca o aparecimento de deformações plásticas e tensões internas, sendo que maiores deformações impostas durante a ciclagem tendem a aumentar este efeito. Nas regiões envolvidas pelos contornos e interfaces contendo defeitos, pequenas quantidades de martensita residual podem permanecer durante o descarregamento. Essas martensitas residuais, que são as mesmas variantes que são induzidas por tensão, podem atuar como geradoras de tensões internas [4]. As tensões internas geradas pela introdução de deslocamentos e pela martensita residual podem atuar como pré-tensões durante o carregamento, ocasionando um decréscimo da tensão crítica para formação de martensita.

No caso dos fios ciclados em uma amplitude de deformação de 4,5% houve uma geração de defeitos cristalinos grande o suficiente para provocar um decréscimo da tensão crítica para formação de martensita significativo, o que não ocorreu nos fios ciclados em uma amplitude de deformação de 3,0%.

A influência das deformações cíclicas por dobramento sobre a deformação recuperável do material no regime superelástico foi avaliada através de ensaios de carga e descarga em tração, em passes ascendentes de 1,0%, até o limite máximo de 10,0% de deformação. Os testes foram realizados em fios não submetidos à ciclagem e em fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga nas duas amplitudes de deformação, 3,0 e 4,5%. Na Figura 3 são mostradas curvas de carga e descarga em tração de um fio não submetido à ciclagem e de um fio ciclado até  $\frac{3}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%. Curvas de carga e descarga em tração de fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5% são mostradas na Figura 4.



**Figura 3.** Curva de carga e descarga em passes ascendentes, de um fio não submetido à ciclagem (a) e de um fio ciclado até  $\frac{3}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0% (b).



**Figura 4.** Curvas de carga e descarga em passes ascendentes, de fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  (a) e  $\frac{3}{4}$  (b) de suas vidas em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.

Observa-se que ocorre um aumento da degradação da superelasticidade do material com o aumento da amplitude de deformação durante a ciclagem por dobramento rotatório. Essa degradação manifesta-se por meio da diminuição da capacidade de recuperação de forma do material, que pode ser notada através do aumento da deformação permanente.

O material não submetido à ciclagem recupera grande parte das deformações na descarga, sendo que deformações permanentes de aproximadamente 0,6% são encontradas após deformações de 10,0% em tração. Também é observada uma diminuição da tensão crítica para formação de martensita nos sucessivos passes de deformação, pelos motivos explicados anteriormente. No caso do material ciclado em uma amplitude de 3,0%, deformações permanentes máximas de aproximadamente 1,0% são encontradas. No caso do material ciclado em uma amplitude de 4,5%, a degradação foi mais acentuada, com deformações permanentes máximas de aproximadamente 1,5%. Nota-se que a degradação observada no material ciclado até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de sua vida em fadiga, em uma determinada amplitude de deformação, foi muito parecida, o que sugere que os fatores responsáveis pela mesma, ocorram nos estágios iniciais da ciclagem mecânica.

A degradação observada, possivelmente, é consequência da combinação de um grande número de deslocamentos e martensita residual geradas durante a ciclagem por dobramento rotatório. Maiores amplitudes de deformação geram um número maior de deslocamentos e martensita residual, provocando, assim, uma maior degradação da superelasticidade do material, como foi observado nos resultados obtidos.

## **CONCLUSÕES**

- Observou-se uma estabilização da martensita nos fios submetidos à ciclagem em uma amplitude de deformação de 4,5%. Esta estabilização manifestou-se através de uma diminuição da tensão crítica para formação de martensita, ocorrida devido às tensões internas provocadas por deslocamentos e martensita residual geradas durante a ciclagem. Nos fios ciclados em menores amplitudes de deformação, a geração de defeitos cristalinos não foi grande o suficiente para provocar um efeito de estabilização da martensita expressivo.
- Através dos ensaios de carga e descarga em tração observou-se uma degradação da superelasticidade no material submetido à ciclagem mecânica. Esta degradação manifestou-se por meio de uma diminuição da capacidade de recuperação de forma, que pôde ser notada através de um aumento da deformação residual. A degradação foi mais intensa no material ciclado em uma amplitude de deformação de 4,5%.
- A utilização de ligas NiTi superelásticas em aplicações em que o material é solicitado ciclicamente, requer uma atenção especial com relação aos efeitos provocados por esta ciclagem nas propriedades funcionais, estruturais e na vida em fadiga do mesmo.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. Introduction. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. (Ed.). **Shape memory materials**. New York: Cambridge University Press, 1998, p.1-26.
- 2 OTSUKA, K.; REN, X. Martensitic transformations in nonferrous shape memory alloys. **Materials Science and Engineering A**, v.273-275, p.89-105, 1999.
- 3 SABURI, T. Ti-Ni shape memory alloys. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. (Ed.). **Shape memory materials**. New York: Cambridge University Press, 1998, p.49-93.
- 4 MIYAZAKI, S.; IMAI, T.; IGO, Y.; OTSUKA, K. Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of Ti-Ni alloys. **Metallurgical Transactions A**, v.17, p.115-120, 1986.
- 5 TOBUSHI, H.; IWANAGA, H.; TANAKA, K.; HORI, T.; SAWADA, T. Stress-strain-temperature relationships of TiNi shape memory alloy suitable for thermomechanical cycling. **JSME International Journal**, v.35, p.271-277, 1992.
- 6 EGGELER, G.; HORNBOGEN, 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.
- 7 TOBUSHI, H.; TAKAFUMI, N.; SHIMENO, Y.; HASHIMOTO, T. Low-cycle fatigue of TiNi shape memory alloy and formulation of fatigue life. **Journal of Engineering Materials and Technology**, v.122, n.2, p.186-191, 2000.
- 8 TOBUSHI, H.; HACHISUKA, T.; HASHIMOTO, T.; YAMADA, S. Cyclic deformation and fatigue of a TiNi shape-memory alloy wire subjected to rotating bending. **Transactions of the ASME**, v.120, p.64-70, 1998.
- 9 BAHIA, M.G.A. Resistência à fadiga e comportamento em torção de instrumentos endodônticos de NiTi *ProFile*. Belo Horizonte, Brasil: Universidade Federal de Minas Gerais, 2004, 212 p. (Tese de Doutorado, área de concentração: ciência e engenharia de materiais).



# EFFECT OF CYCLIC DEFORMATION ON THE SUPERELASTIC BEHAVIOR OF NiTi ALLOY

*Rogério Fonseca Dias  
Vicente Tadeu Lopes Buono*

## **Abstract**

The effect of cyclic rotary bending strains on the mechanical properties and on the recovery strain capacity of a superelastic NiTi alloy was investigated in this work. The material was characterized by X-ray diffraction, electron microprobe analysis and differential scanning calorimetry. Cyclic bending tests were performed, at rotational speed of 340rpm, employing two different radius of curvature, to allow maximum tensile strain amplitudes of 3.0 and 4.5% in the wire surface. Specimens were initially tested until rupture by fatigue, in order to determine the average number of cycles to failure in each deformation condition. Next, wires strained to  $\frac{1}{4}$  and  $\frac{3}{4}$  of this number of cycles and wires not strained were employed in tensile, and load-unload tensile tests in ascending passes. A considerable decrease in the critical stress for inducing martensite and in the tensile strength was observed in wires subjected to cyclic strains amplitudes of 4,5%. Also, a degradation on the material's recovery strains capacity was observed. This degradation was more significant in wires subjected to cyclic strains amplitudes of 4,5%. The effects observed took place due to the dislocations and residual martensite generated during cycling.

**Key-words:** NiTi alloys; Superelasticity; Cyclic strains.