

# EFEITO DA PRESENÇA DE CARBONETOS DE TITÂNIO SOBRE A VIDA EM FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA DA LIGA NiTi COM EFEITO MEMÓRIA DE FORMA<sup>1</sup>

*William Marcos Muniz Menezes<sup>2</sup>*

*Tibério César Uchôa Matheus<sup>3</sup>*

*Leonardo Kyo Kabayama<sup>4</sup>*

*Odair Doná Rigo<sup>5</sup>*

*Jorge Otubo<sup>6</sup>*

## **Resumo**

Utilizou-se de duas ligas de NiTi aproximadamente equiatômicas, produzidas em forno de indução a vácuo (VIM) com diferentes teores de carbono, 0,188% e 0,052% em peso respectivamente. O carbono é considerado impureza e advém do cadinho de grafite usado para a fusão da liga. As amostras na forma de fios foram submetidas a ensaios de fadiga por flexão rotativa, cuja vida foi determinada pelo número de ciclos até a ruptura relacionando-os a influência do carboneto de titânio. O nível de deformação e o teor de carbono afetaram a vida em fadiga, mas a influência da qualidade superficial do fio mostrou-se um parâmetro muito importante. O número de ciclos até a ruptura variou de cerca de 8.000 a 100.000 ciclos. Na média, o fio com menor teor de carbono apresentou melhor desempenho em termos de vida em fadiga quando comparada ao fio com teor de carbono maior.

**Palavras chave:** Fadiga; Fios de NiTi; Flexão rotativa; Carboneto de titânio.

## **THE EFFECT OF TITANIUM CARBIDES ON BENDING ROTATIVE FATIGUE LIFE OF NiTi SHAPE MEMORY ALLOY**

### **Abstract**

They were used two NiTi alloys, nearly equiatomic, obtained by vacuum induction melting (VIM) with different carbon content of 0.188%wt and 0.052%wt respectively. The carbon in this alloy is considered as impurity and it comes from graphite crucible that is used for melting the alloy. The alloys, in wire form, were submitted to bending rotation fatigue tests, and their fatigue lives were measured in terms of number of cycles until the fracture relating them to the influence titanium carbide. The bend strain was restricted to superelastic field. The strain level, the carbon content affected the fatigue life, but the influence of wire surface quality played a very important factor. The number of fatigue life cycle varied from about 8,000 to 100,000 cycles. In average, the wire with lower carbon content presented better performance in terms of fatigue life when compared to one with higher carbon content.

**Key words:** Fatigue; NiTi wires; Rotary bending; Titanium carbide.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM – Internacional, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos – SP, Brasil.*

<sup>2</sup> *Doutorando em Ciência dos Materiais pelo ITA, Prof. FATEC-EXPOENTE, S.J.C./SP .*

<sup>3</sup> *Doutorando em Ciência dos Materiais pelo IME/ITA.*

<sup>4</sup> *Pós Doutorando em Ciência dos Materiais pelo ITA.*

<sup>5</sup> *Engenheiro de Materiais pela UFSCar.*

<sup>6</sup> *Prof. Adjunto do ITA.*

## 1 INTRODUÇÃO

O estudo da vida em fadiga das ligas NiTi (níquel-titânio), conhecidas desde a década de 70, deve-se à sua propriedade superelástica, somada à sua capacidade de recuperação de forma através de memorização por tratamento térmico, conhecido por efeito memória de forma (EMF). Tais características possibilitam sua aplicação em inúmeras áreas incluindo a médica, odontológica, robótica e aeroespacial. O presente estudo destaca aplicações não estáticas deste material como limas endodônticas<sup>(1,2)</sup> para tratamento do canal radicular, que necessita operar em condição de considerável deformação elástica para ajuste à anatomia do canal radicular, associado ao movimento rotativo da ferramenta de corte.

O desenvolvimento tecnológico dos processos de obtenção de ligas metálicas e fabricação de ferramentas para a endodontia a partir da liga NiTi, têm proporcionado um preparo biomecânico rápido e uniforme do canal radicular, reduzindo o desconforto dos pacientes, e aumentando a qualidade do tratamento quanto ao adequado corte dos tecidos nos procedimentos endodônticos. Entretanto, o uso de instrumentos de NiTi acionados a motor causa séria preocupação pelo fato da ocorrência de fraturas inesperadas, acarretando em partes fraturadas do ferramental que ficam impossibilitadas de serem retiradas do interior do canal radicular. Urge, portanto, a necessidade de se avaliar a vida em fadiga da matéria prima destinada à fabricação de limas, considerando-se os diversos fatores que a influenciam como a deformação elástica sofrida, a carga aplicada, a velocidade de operação e os fatores microestruturais e metalúrgicos.

Dentre os ensaios mecânicos aplicados aos materiais empregados na confecção de instrumentos endodônticos, seja como produto acabado ou na forma de fios, destacam-se a torção e a fadiga em flexão; recentemente, a fadiga em flexão rotativa tem sido aplicada como padrão para avaliação da fadiga estrutural de fios de ligas com efeito de memória de forma e superelasticidade, os quais por sua vez são usinados para fabricação dos instrumentos endodônticos.

Para os ensaios de fadiga em flexão rotativa dos fios de NiTi EMF deve-se controlar a carga e a deformação, mas a vida em fadiga poderá ser influenciada pela presença de defeitos superficiais e precipitados, que atuarão como concentradores de tensão, que estimularão o surgimento de trincas. A análise da condição de superfície dos fios possibilita avaliar qualitativamente a presença de danos oriundos dos processos de conformação mecânica, em especial de trefilação, enquanto que a análise química e microestrutural da liga NiTi permite avaliar a presença de precipitados TiC oriundo a partir do processo de fusão e preparação da liga. A obtenção da liga através de forno de indução a vácuo (VIM) apresenta-se como vantajosa quando considerada a homogeneidade da liga obtida, porém deve ser ressaltada que ao causar contaminação por carbono, e conseqüente formação de partículas de carbonetos, sua viabilidade deve ser avaliada quanto a influência destas partículas na vida em fadiga do material, o que é objeto de estudo deste trabalho.

Outros autores<sup>(3-5)</sup> utilizaram dispositivos específicos para os ensaios de fadiga em flexão rotativa, envolvendo o controle da amplitude de deformação, velocidade de rotação e número de ciclos necessários à fratura completa. O estudo em questão também considera o controle destas variáveis, ressaltando-se que o mesmo é feito através de um microcomputador e software desenvolvido especialmente para este fim, em linguagem C<sup>++</sup>.

Visando aplicações futuras como matéria prima de limas endodônticas, os fios de NiTi EMF produzidos pelo Instituto Tecnológico de Aeronáutica foram testados por ensaios mecânicos de fadiga por flexão rotativa, variando-se parâmetros químicos como teores de carbono e oxigênio, e também mecânicos como raio de curvatura e velocidade de rotação.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 3

Neste trabalho foram investigadas ligas NiTi em forma de fios com teor de carbono e oxigênio diferenciado. As ligas foram produzidas pela equipe do professor Jorge Otubo do Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA (São José dos Campos - SP) pelo processo de fusão a vácuo (VIM) e denominadas Liga A e Liga B, com as seguintes concentrações de composições químicas apresentadas na tabela 1:

**Tabela 1** – Composição química das ligas A e B.

<i>Amostra</i>	<i>Ni (%wt)</i>	<i>Ni (%at)</i>	<i>Ni<sub>C+O</sub> (%at)</i>	<i>C (%wt)</i>	<i>O (%wt)</i>
<b>Liga A</b> <b>Ti49,81%atNi</b>	55,31	49,81	50,92	0,188	0,036
<b>Liga B</b> <b>Ti50,33%atNi</b>	55,54	50,33	50,74	0,052	0,057

As ligas no estado bruto de fusão foram submetidas ao processo de laminação e forjamento rotativo e entregues à pesquisa na forma de barras redondas com diâmetros entre 202 e 4,7 mm. Através de trefilação em trefiladora monobloco (Figura 1), utilizando-se de lubrificação a base de bissulfeto de molibdênio - MoS<sub>2</sub> (Figura 2) os diâmetros dos fios foram rebaixados até 1,0 mm (Figura 3), medida definida para os ensaios de fadiga. A redução aplicada em cada passe de trefilação foi de 15% em área, com recozimentos intermediários a 500°C por 10 minutos, em forno tipo câmara aquecido por resistência elétrica.



**Figura 1:** Trefiladora monobloco do laboratório de processamento de materiais (LPM) do ITA.



**Figura 2:** Porta feira com feira de metal duro, e montagem de fio lubrificado com bissulfeto de molibênio ( $\text{MoS}_2$ ).



**Figura 3:** Fios de NiTi com 1,0 mm de diâmetro.

Após trefilação os fios são memorizados no formato retilíneo, utilizando-se de um forno tubular com elemento resistivo em kanthal (Cr, Al, Fe) (figura 4), no qual foi adaptado um dispositivo de tracionamento do fio para permitir o seu endireitamento. A tensão de tracionamento do fio para memorização é de 125MPa,<sup>(6)</sup> sendo que o mesmo deve ser mantido tracionado por um tempo de 2 minutos, a uma temperatura de 400°C.

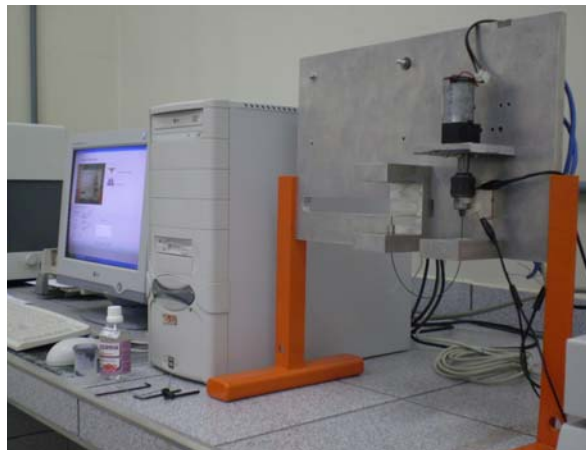


**Figura 4:** Forno tubular com dispositivo de tracionamento do fio para memorização de forma.

A análise microestrutural dos fios foi realizada após trefilação e anterior aos ensaios de fadiga. O lixamento foi feito até 4000mesh, seguido de polimento com pasta diamantada de 6 e 1 $\mu$ m com veículo sílica coloidal diluída em água. O ataque foi efetuado com uma solução ácida HF+HNO<sub>3</sub>+H<sub>2</sub>O (1:5:94%).

A distribuição dos carbonetos de titânio foi analisada sem ataque, utilizando-se de microscopia óptica e eletrônica de varredura (MEV). A presença de precipitados de carboneto de titânio foi feita pela técnica EDS (Energy Dispersive Spectroscopy).

O dispositivo de ensaio de fadiga por flexão rotativa, desenvolvido de acordo com informações obtidas de trabalhos similares,<sup>(5,7)</sup> pode ser observado na figura 5. O equipamento permite a montagem do corpo de prova em forma de fio num arco de 180°, acionado por motor de corrente contínua e controlado por computador.



**Figura 5:** Dispositivo de ensaio de fadiga de fios por flexão rotativa, controlado por computador.

A fim de tornar desprezível o efeito de torção no fio, mesmo que estática, foram utilizadas buchas de *nylon*®, de baixo coeficiente de fricção, lubrificadas com bissulfeto de molibdênio.

O número de ciclos, tempo de ensaio e velocidade de rotação são parâmetros controlados pelo computador, e os resultados exibidos em sua tela de monitor em configuração *Windows*®. Também são exibidos dados estatísticos de média e desvio padrão da velocidade de rotação. O controle do número de ciclos para falha do corpo de prova é realizado por um sensor magnético conectado ao *driver* do motor, ou seja, ao sistema eletrônico de controle.

Foram utilizados três raios de curvatura para os fios (corpos de prova), previamente determinados como: 50,0mm, 62,5mm e 75,0mm. As velocidades de rotação adotadas foram duas, para todos os corpos de prova: 250RPM e 455RPM. Os ensaios foram conduzidos em temperatura ambiente.

#### **4 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

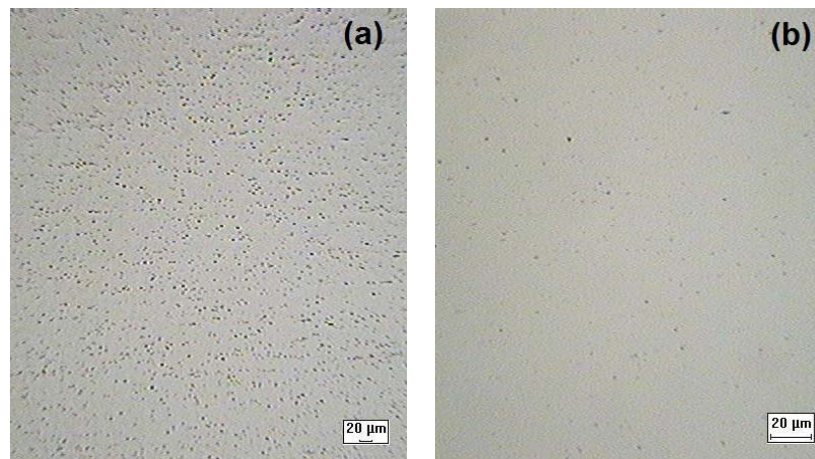
Verifica-se que o fio de NiTi encontra-se na condição de superelástico a temperatura ambiente, como indicam os valores de temperatura apontados na Tabela 2 para as ligas A e B, obtidos através de ensaio DSC (Differential Scanning Calorimeter).

A distribuição de partículas de carboneto de titânio nos fios foi analisada por microscopia óptica, sem ataque químico. A análise foi efetuada após trefilação, com os fios em diâmetros intermediários, aproximadamente 1,37mm. Pode-se observar diferentes ocorrências de partículas de TiC, acompanhando qualitativamente os

teores de carbono das ligas (Figura 6). A grande ocorrência de precipitados de TiC pode ser observada em lingotes de NiTi com diferentes teores de C.<sup>(8)</sup>

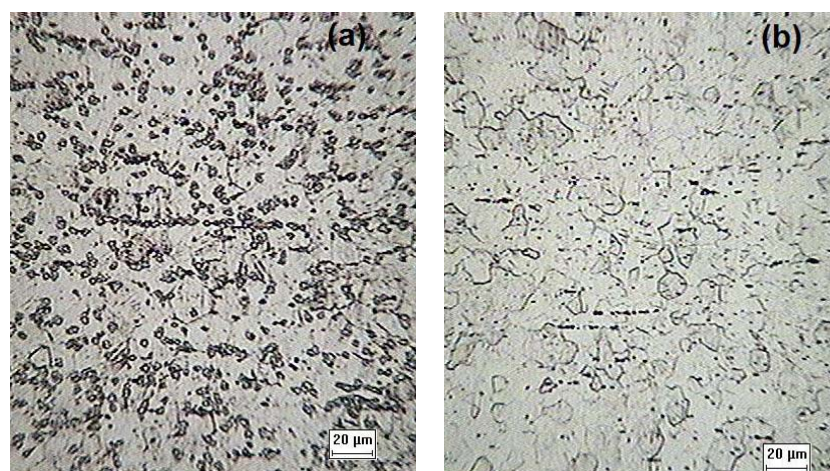
**Tabela 2** – Temperaturas de transformação de fases;  $M_I$  martensita início,  $M_P$  martensita pico,  $M_F$  martensita fim,  $A_I$  austenita início,  $A_P$  austenita pico,  $A_F$  austenita fim.

Liga	$M_I$ (K)	$M_P$ (K)	$M_F$ (K)	$A_I$ (K)	$A_P$ (K)	$A_F$ (K)
<b>A</b> Ti49,81%atNi	263.5	255	245.5	267.4	277.1	285.9
<b>B</b> Ti50,33%atNi	275.8	268.1	256.8	279	290	330.2



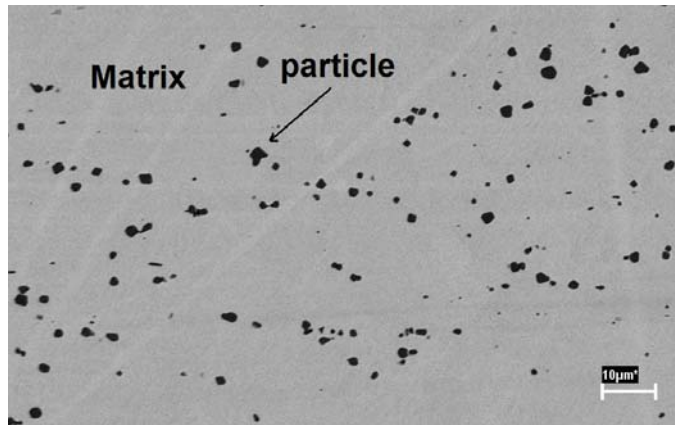
**Figura 6:** Análise metalográfica da Liga A e da Liga B, em (a) e (b) respectivamente, sem ataque químico.

As amostras também foram submetidas a ataque ácido a fim de se observar a microestrutura do material com identificação de fases presentes. Verificam-se contornos de grão e partículas de TiC alinhadas com a direção de trefilação do material (Figura 7).



**Figura 7:** Análise metalográfica da Liga A e da Liga B, em (a) e (b) respectivamente, sem ataque químico.

A análise química pontual feita através do EDS indica que as partículas de precipitados são predominantemente constituídas de Ti, com aproximadamente 97%Ti (Figura 8), o que significa que são carbonetos, uma vez que o carbono, pela sua pequena massa, não pode ser identificado por este tipo de ensaio. Segundo a literatura, a presença de regiões ricas em Titânio com traços de carbono identificadas em análises químicas pontuais de ligas de NiTi são determinadas como precipitados de TiC. <sup>(9)</sup>



**Figura 8:** Análise química pontual através de EDS.

Os dados obtidos nos ensaios de fadiga por flexão rotativa podem ser observados na Tabela 3 para a velocidade de 455RPM, e na Tabela 4 para a velocidade de 250RPM; são apresentados os resultados de cada teste e o valor médio do número de ciclos até a ruptura para cada condição de raio de curvatura e velocidade de rotação, para ambas as ligas.

**Tabela 3 –** Desempenho em fadiga para rotação de 455 RPM.

		$\omega=455$ RPM			
		Liga A		Liga B	
		$N_f$	Média	$N_f$	Média
<b>R A I O S (mm)</b>	$R_1= 50,0$ mm $\epsilon_a= 1\%$	10339	12895	24855	29441
		14028		29694	
		14320		33775	
	$R_2= 62,5$ mm $\epsilon_a= 0,8\%$	7229	9057	35323	29127
		11580		25665	
		8362		26395	
	$R_3= 75,0$ mm $\epsilon_a= 0,67\%$	50203	41733	39363	37570
		37911		34955	
		37087		38394	

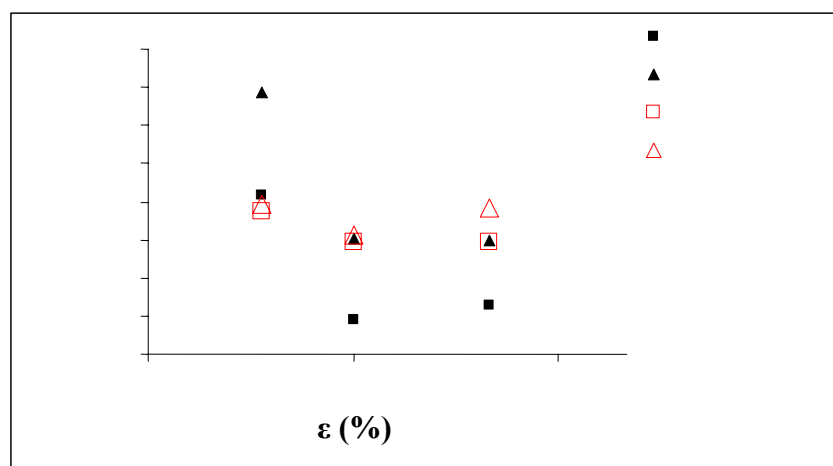
**Tabela 4** – Desempenho da vida em fadiga para rotação de 250 RPM.

		$\omega=250$ RPM			
		Liga A		Liga B	
		$N_f$	Média	$N_f$	Média
<b>R A I O S (mm)</b>	$R_1= 50,0$ mm $\varepsilon_a= 1\%$	21014	29815	43835	38301
		34903		48285	
		33529		22785	
	$R_2= 62,5$ mm $\varepsilon_a= 0,8\%$	17779	30171	28281	31380
		36385		41714	
		36351		24147	
	$R_3= 75,0$ mm $\varepsilon_a= 0,67\%$	61441	68754	52571	39497
		36500		40856	
		108323		25336	

Os resultados mostram uma relação inversamente proporcional entre o número de ciclos em fadiga e a amplitude de deformação. Esta relação em si, de forma qualitativa, não surpreende, uma vez que o comportamento da vida em fadiga de um material qualquer é sabidamente influenciado pela amplitude e frequência da deformação sofrida.<sup>(10)</sup> No caso de grandes deformações  $\varepsilon$ , estão associadas elevadas tensões, resultando em baixos  $N_f$ . Quando a deformação  $\varepsilon$  é menor que 0,8%  $N_f$  aumenta significativamente, sendo que a região deformada abaixo de 0,8% corresponde a uma transformação de fase romboédrica. Assim, aplicações de ligas NiTi EMF podem resultar em elevada vida em fadiga caso seja solicitada na condição em que ocorra presença de fase R.<sup>(10,11)</sup> Ressaltam-se, porém, dois aspectos:

- 1) A relação quantitativa entre amplitude de deformação e vida em fadiga de fios de NiTi submetidos à flexão rotativa, ou seja, o comportamento da vida em fadiga pode ser equacionado matematicamente proporcionando a obtenção de um modelo para o fenômeno, que pode ser facilmente verificado na forma gráfica (Figura 9);
- 2) Existe clara influência da condição de superfície dos fios (presença de defeitos) sobre a vida em fadiga, já identificada por Matheus et al.,<sup>(12)</sup> capaz de se tornar em alguns casos, a principal variável de controle do processo. Isto pode ser claramente observado para ensaios da Liga A, com 0,8% de deformação, a uma velocidade de rotação de 455 RPM. O mesmo ocorre para a liga Liga B, com 0,8% de deformação, a uma velocidade de 250 RPM.



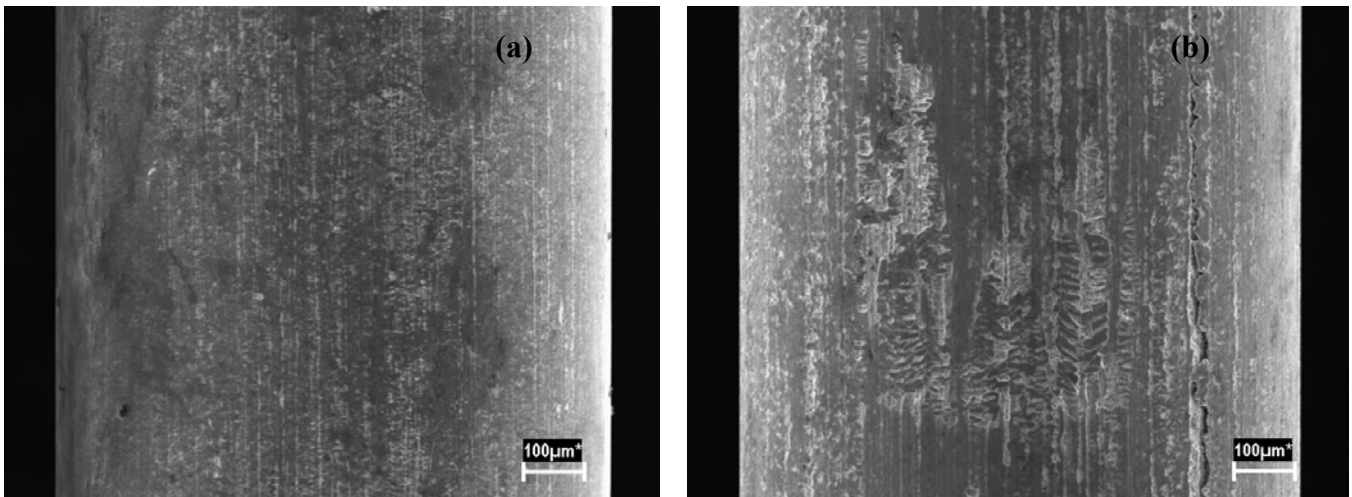


**Figura 9:** Valores médios obtidos nos ensaios de fadiga por flexão rotativa.

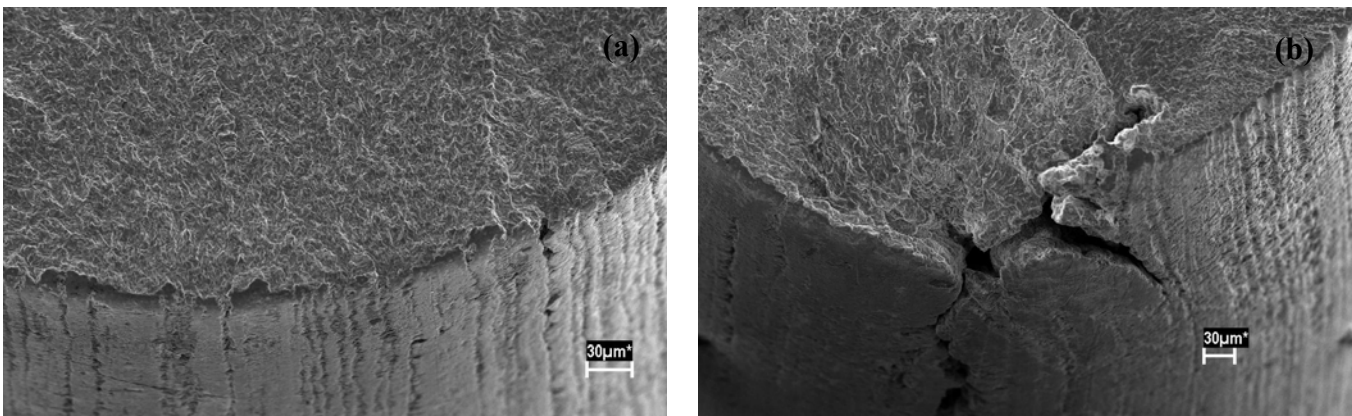
Constata-se uma superioridade de resultados para a Liga B, que em média, considerando-se todas as condições de ensaios, apresentou vida em fadiga 55% superior à da Liga A. O número maior de ciclos que a Liga B é capaz de suportar em fadiga por flexão rotativa, para todas as condições ensaiadas está muito provavelmente relacionado ao baixo conteúdo de partículas de carbonetos TiC em relação à Liga B, e conseqüentemente à menor ocorrência de pontos concentradores de tensão. Entretanto deve-se voltar atenção ao elevado desvio padrão dessa comparação, algo em torno de 100%, significativa variância que certamente incorpora os defeitos de superfície como parâmetros não controlados neste estágio de pesquisa. Um claro exemplo pode ser observado para a velocidade de rotação de  $\omega = 250$  RPM, com deformação  $\epsilon_a = 0,67\%$ , em que a Liga A, a despeito da grande presença de carbeto de titânio, potenciais nucleadores de trincas, apresentou excepcional resistência à fadiga ( $N_f$  superior a 100.000 ciclos) quando comparada à Liga B, comportamento este justificado pelo bom acabamento superficial apresentado pela amostra ensaiada.

Ao se comparar os resultados obtidos neste estudo com aqueles colhidos por Sawaguchi,<sup>(7)</sup> nas mesmas condições de  $\epsilon_a$ ,  $\omega$  e variáveis do material, percebe-se números de ciclos muito superiores para os fios da Liga A, os quais possuem grau de pureza semelhante aos fios utilizados no estudo citado. Por exemplo, para a  $\epsilon_a = 1\%$  foram 29815 ciclos em média, contra 4094 ciclos obtidos por Sawaguchi.<sup>(7)</sup>

Ainda em relação à influência do acabamento superficial sobre a vida em fadiga dos fios de NiTi analisados, foram selecionadas algumas amostras de fios das ligas VIM 06 e VIM 41, onde se nota grande presença de defeitos nos fios da Liga B (Figura 10). Foram feitas análises da superfície de fratura onde se visualiza as regiões de nucleação de trincas do processo de fadiga para fios da Liga B com baixo nível de defeitos superficiais (Figura 11 – a) comparativamente aos fios da Liga B com acentuado defeito de superfície (Figura 11 – b).



**Figura 10:** Superfície dos fios das ligas (a) A e (b) B não submetidos aos ensaios de fadiga.



**Figura 11:** Fios da Liga B com (a)  $N_f=25.336$  e (b)  $N_f=65$  (falha precoce em função de acentuado defeito superficial).

#### 4 CONCLUSÕES

Constatou-se que em média o número de ciclos para falha do material em processo de fadiga por flexão rotativa foi maior para a Liga B com menor teor de carbono e conseqüentemente menor fração volumétrica de carboneto de titânio TiC, como era esperado.

A vida em fadiga dos fios de NiTi apresentou forte correlação com o acabamento superficial das amostras, sendo que o melhor resultado se deu com a Liga A, com mais de 100.000 ciclos até a ruptura, e com excelente acabamento superficial do fio, enquanto que o pior resultado ocorreu também com a Liga A, em um ensaio de fadiga que levou à fratura do fio com apenas 7.229 ciclos até a ruptura, que independentemente dos demais fatores de ensaio, apresentava o fio grande concentração de trincas longitudinais oriundas do processo de fabricação do fio.

## Agradecimentos

A FAPERJ pela bolsa de estudos ao curso de Doutorado (processo E-26/100.130/06-DSC 10).

A FAPESP (processo 00/09730-1).

A FINEP (processo 01.04.0255.00 – CT INFRA 03/2003; PROINFRA 01/05, Protocolo 153) pelo suporte financeiro a pesquisa.

A Faculdade de Tecnologia Expoente pelo apoio no desenvolvimento e construção do dispositivo de ensaio de fadiga.

## REFERÊNCIAS

- 1 OTUBO, J.; MEI, P. R.; KOSHIMIZU, S. Materiais com efeito memória de forma, características principais e possíveis aplicações. In: XIV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica – Bauru-SP. **Anais do XIV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica (COBEM 97)**. 1997, 1 CD.
- 2 OTUBO, J.; MEI, P. R.; KOSHIMIZU, S.; MARTINEZ, L. G. NiTi shape memory alloys produced by electron beam melting: preliminary results. **The Minerals Metals e Materials Society**. p. 1063-68, 1998.
- 3 PATEL, M. M. Characterizing fatigue and fracture response of medical grade nickel-titanium alloys by rotary beam testing. <http://www.fwmetals.com>. p. 1-12, 2005.
- 4 FIGUEIREDO, A. M. G.; MONDENESI, P. J.; BUONO, V. T. L. Caracterização da fadiga de ligas superelásticas de NiTi em ensaios de flexão rotativa. In: 61º Congresso Anual da ABM, 2006, Rio de Janeiro. **Anais do 61º Congresso Anual da ABM**. 2006, 1 CD.
- 5 WAGNER, M.; SAWAGUCHI, T.; KAUSTRÄTER, G.; HÖFFKEN, D.; EGGELER, G. Structural fatigue of pseudoelastic NiTi shape memory wires. **Materials Science and Engineering A**. v. 378, p. 105-109, 2004.
- 6 TOMA, M.; TOMMESSILLI, J.; CARPENTER, S.; PEREZ, J. Work-hardened pseudoelastic guide wires. **United Patent Application Publication**. Pub. nº 0120181 A1, 2003.
- 7 SAWAGUCHI, T.; KAUSTRÄTER, G.; YAWNY, A.; WAGNER, M.; EGGELER, G. Crack initiation and propagation in 50.9 at pct NiTi pseudoelastic shape memory wires in bending rotation fatigue. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v. 34A, p. 2847-60, Dec. 2003.
- 8 NAYAN, N. *et al.* Vacuum induction melting of NiTi shape memory alloys in graphite crucible, **Materials Science and Engineering A**, article in press, (2007).
- 9 GALL, K. *et al.* Fracture of precipitated NiTi shape memory alloy, **International Journal of Fracture**, Vol. 109, (2001), pp. 189-207.
- 10 TOBUSHI, H. *et al.* Rotating-bending fatigue of a NiTi shape-memory alloy wire, **Mechanics of Materials**, Vol. 26, (1997), pp. 35-42.
- 11 BAHIA, M.G.A., BUONO, V.T.L., 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 Endodontics**, Vol. 100, No. 2 (2005), pp. 249-255.
- 12 MATHEUS, T.C.U., MAGALHÃES, H.O., MENEZES, W.M.M., RIGO, O.D., KABAYAMA, L.K., VIANA, C.S.C., OTUBO, J., NiTi wires subjected to rotation bending fatigue tests, International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies, Tsukuba City, Japan. **Proceedings of SMST 2007**, In Press, 2007, 1 CD.