

INFLUÊNCIA DA TAXA DE DEFORMAÇÃO POR TRAÇÃO NA SUPERELASTICIDADE DE UM FIO DE NiTi SUBMETIDO A CICLOS DE CARGA E DESCARGA¹

Fagner de Carvalho Oliveira²
Ana Maria Gontijo Figueiredo³
Berenice Mendonça Gonzalez⁴
Rodinei Medeiros Gomes⁵
Vicente Tadeu Lopes Buono⁴

Resumo

A deformação cíclica de ligas NiTi no regime superelástico podem causar mudanças na tensão de transformação e na extensão da deformação não recuperável. Essas mudanças são mais acentuadas nos primeiros ciclos de deformação e tendem a se estabilizar. O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência da taxa de deformação durante a ciclagem na estabilização do efeito superelástico em um fio de NiTi comercial. O material foi caracterizado por meio de técnicas convencionais de análise. Foram realizados ensaios de carga e descarga até 4% de deformação em tração, nas taxas de deformação de $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Observou-se diminuição da tensão de transformação durante a ciclagem nas três taxas de deformação e da histerese mecânica com o aumento da taxa de deformação.

Palavras-chave: Ligas NiTi; Superelasticidade; Deformação cíclica.

INFLUENCE OF STRAIN RATE ON THE SUPERELASTICITY OF A NiTi WIRE SUBMITTED TO LOAD-UNLOAD CYCLES IN TENSION

Abstract

Cyclic loading of NiTi alloys in the superelastic regime can cause changes in the transformation stress and in the extension of the superelastic plateau. These changes are more marked during the first deformation cycles and tend towards stabilization. The aim of this work was to assess the influence of strain rate during cycling loading on the stabilization of the superelastic effect in a commercial NiTi wire. The material was characterized by means of the conventional techniques. Load-unload tensile tests up to 4% strain were performed at strain the rates of $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e $1.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. A decrease in the transformation stress during cycling loading in the three strain rates employed and in the mechanical hysteresis with increasing strain rate was observed.

Key words: NiTi alloys; Superelasticity; Cyclic straining.

¹ *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil*

² *Engenheiro Metalurgista, mestrando do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG*

³ *Dr., Professor Adjunto do Departamento de Engenharia de Estruturas da UFMG*

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

⁵ *Dr., Professor Adjunto do Departamento de Tecnologia Mecânica da Universidade Federal da Paraíba - UFPB*

1 INTRODUÇÃO

As ligas com memória de forma (LMF) são materiais que apresentam duas propriedades importantes: o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE), também chamada pseudoelasticidade. No EMF, a deformação não elástica, na fase de baixa temperatura, é recuperada através da transformação reversa, pelo aquecimento a uma temperatura crítica, ligeiramente mais alta. Sob condições adequadas é possível recuperar de 6 a 8% de deformação induzida por dobramento, torção, tração e compressão pelo aumento da temperatura, usualmente de menos de 50°C acima da temperatura de deformação.⁽¹⁾ Este efeito foi observado pela primeira vez em 1951 em uma liga Au-Cd, mas o interesse crescente pelo EMF originou-se da descoberta do “Nitinol”, uma liga NiTi equiatômica, em 1963, por Buehler e colaboradores, e sua associação com a transformação martensítica.⁽²⁾ Durante este tempo, o conhecimento dos aspectos micromecânicos das transformações martensíticas alcançou um nível adequado, entretanto, a conexão entre os comportamentos microscópico e macroscópico das LMF é muito complexa. Isto é parcialmente devido à grande variação na resposta mecânica com relação à temperatura, taxa de carregamento, quantidade de deformação, geometria da amostra, história termomecânica, natureza do ambiente e à interação entre vários destes parâmetros. A superelasticidade das ligas NiTi está associada a uma grande deformação recuperável (até 15%) sob carga e descarga, em uma temperatura apropriada. Enquanto o EMF envolve processos térmicos e mecânicos, na superelasticidade a força motriz para a transformação é mecânica. O carregamento mecânico produz uma transformação martensítica a partir da austenita, enquanto a descarga resulta na transformação reversa à fase parente. Como a transformação martensítica induzida por tensão compete com a deformação plástica da fase parente, alguma deformação plástica sempre permanece após a transformação reversa na descarga.⁽³⁾ A magnitude desta deformação residual depende principalmente do teor de níquel, da temperatura e do tipo de ciclagem termomecânica.⁽⁴⁾

A transformação martensítica (TM), que caracteriza os dois efeitos acima, é uma transformação de fase adifusional nos sólidos, em que os átomos se movem cooperativamente por um mecanismo do tipo cisalhamento, sem alterar a composição química da matriz, e são rearranjados em uma nova estrutura cristalina mais estável. Nas ligas NiTi a austenita, fase parente ou de alta temperatura, possui a estrutura cúbica de corpo centrado ordenada B2, enquanto que a martensita é monoclinica ordenada, designada B19', de simetria inferior.⁽⁵⁾ Enquanto a transformação martensítica nos aços é produzida por têmpera a partir de altas temperaturas, a transformação martensítica nas ligas com memória de forma é usualmente termoelástica, ou seja, é reversível pelo aquecimento e resfriamento e ocorre em uma estreita faixa de temperatura. Quando a austenita, estável em alta temperatura, é resfriada, a martensita começa a se formar na temperatura M_s , e o material torna-se completamente martensítico na temperatura final de transformação, M_f . Durante o aquecimento da martensita, o material permanece martensítico até a temperatura de início de formação da austenita, A_s . Entre A_s e A_f , a temperatura de final da transformação reversa, ambas as fases, martensita e austenita, estão presentes. Acima da temperatura A_f , a liga é totalmente austenítica. Um dos parâmetros usados para avaliar o desempenho das ligas com memória de forma é a velocidade de resposta, que depende da forma e dimensão dos elementos e das propriedades do material. A taxa de deformação e/ou a taxa de variação na

temperatura são, portanto, variáveis importantes nos projetos de aplicação dessas ligas. A influência da taxa de deformação em tração, $\dot{\epsilon}$, sobre as propriedades de ligas NiTi superelásticas foi investigada por diferentes autores,^(6,7) que observaram uma elevação da tensão de transformação martensítica com o aumento da taxa de deformação no intervalo de $1,7 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ a $3,3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

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.^(8,9) Durante a deformação cíclica de fios de NiTi, ocorre, nos ciclos iniciais, um decréscimo na tensão de transformação e um aumento da deformação não recuperável. Essas ocorrências têm sido associadas à geração de deslocamentos e outros defeitos devido ao movimento das interfaces de fase que acompanha a transformação induzida por tensão.⁽⁹⁾ Uma característica importante do comportamento das ligas NiTi superelásticas sob carregamento cíclico é a tendência de estabilização desses efeitos após os ciclos iniciais de deformação.^(10,11) De um modo geral, se a taxa de deformação é alta em ciclos de carga e descarga, a temperatura do material aumenta durante o teste e tanto a tensão de transformação martensítica quanto a tensão de transformação reversa devem aumentar, como resultado da elevação de temperatura. As conseqüências deste aumento na tensão de transformação podem ser drásticas para o comportamento do material em fadiga, pois espera-se maior geração de defeitos nesta condição. Visando verificar esta hipótese, buscou-se, no presente trabalho, avaliar a influência da taxa de deformação durante a ciclagem na estabilização do efeito superelástico em um fio de NiTi de procedência comercial.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Os fios analisados, com 1,0 mm de diâmetro, foram adquiridos da empresa Nitinol Devices and Components. (Fremont, CA, EUA). Sua composição química foi analisada semi-quantitativamente utilizando espectroscopia de energia de raios-X (EDS) no microscópio eletrônico de varredura Jeol 6360LV. Foram analisadas 10 áreas na superfície do fio em duas amostras com aumento de 100x. A estrutura do material foi analisada por difratometria de raios X (DRX) em um difratômetro PANalytical PW1710 equipado com cristal monocromador de grafita, utilizando radiação Cu K α . As temperaturas de transformação martensítica (M_s e M_f) e reversa (A_s e A_f) foram determinadas por calorimetria exploratória diferencial (DSC). Foram realizados ensaios em triplicata, empregando amostras de cerca de 30 mg de massa, em equipamento Shimadzu DSC 60, utilizando taxas de aquecimento/resfriamento de 10°C/minuto. Em cada ensaio, as temperaturas de transformação foram determinadas pelo método do desvio da linearidade, utilizando o programa de análise fornecido pelo fabricante do equipamento.

Três amostras do fio foram ensaiadas em tração até a ruptura em uma máquina de ensaios Instron 5581, a uma taxa de deformação de $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, para determinação das propriedades mecânicas do material. O efeito da taxa de deformação durante a ciclagem foi avaliado em ensaios em triplicata de 20 ciclos de carga e descarga até 4% de deformação em tração, nas taxas de deformação de $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Visando preservar a deformação recuperável, o descarregamento foi feito até zero de tensão aplicada. A temperatura da amostra durante os ensaios foi monitorada utilizando um termopar tipo K em contato com o fio.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A composição química do fio, determinada por EDS, foi 50,5% at. Ni – 49,5% at. Ti (com um desvio padrão de 0,3%), conforme seria esperado para um material superelástico. O difratograma de raios X obtido, mostrado na Figura 1, revelou que a austenita, denominada fase β no sistema NiTi, era a fase dominante no material. Fios superelásticos com Ni em excesso da composição equiatômica podem apresentar precipitados coerentes de Ti_3Ni_4 ,⁽⁵⁾ que é uma fase de transição formada no recozimento em baixas temperaturas de ligas deformadas a frio. Juntamente com a subestrutura de células de deslocações formada nessas condições, estes precipitados aumentam a resistência mecânica da fase β e favorecem a superelasticidade, dificultando sua deformação por mecanismos convencionais de escorregamento. Entretanto, a quantidade de precipitados de Ti_3Ni_4 é geralmente muito pequena para ser detectada por DRX.

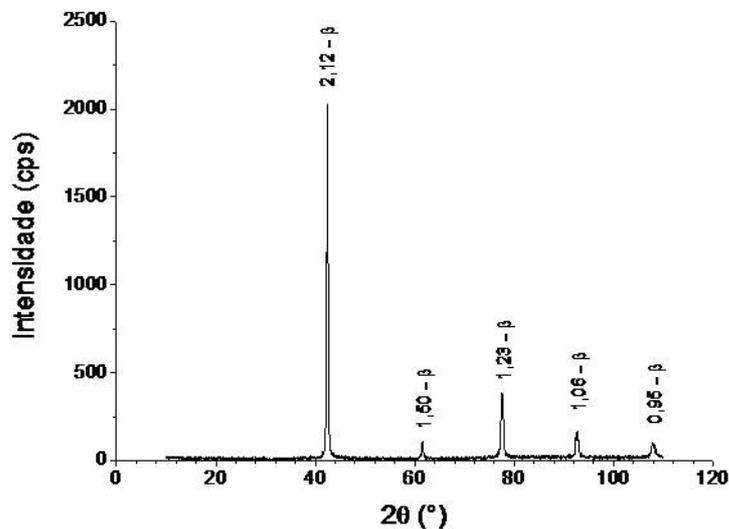


Figura 1. Difratograma de raios X do fio estudado (distâncias interplanares em Angstroms).

Curvas típicas de resfriamento e aquecimento obtidas no DSC são mostradas na Figura 2, juntamente com os valores médios das temperaturas de transformação determinados nesses ensaios (erros médios absolutos menores que 5%). O fato de que a temperatura A_f encontrada é menor que a temperatura ambiente indica que o material deve apresentar o efeito superelástico nessa temperatura. O valor de A_f está também de acordo com os resultados de DRX, que mostraram a presença apenas da fase β no material. Ambos os resultados estão de acordo com o esperado para a liga contendo 50,5% at. Ni.⁽⁵⁾

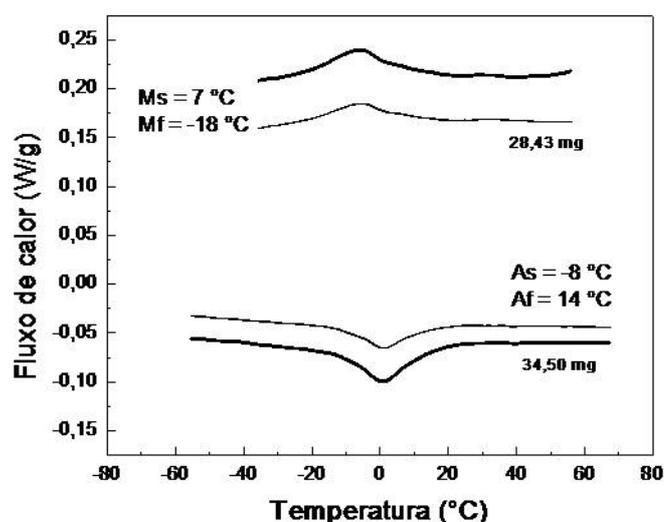


Figura 2. Curvas típicas de DSC para amostras do fio com as massas indicadas.

A Figura 3 mostra uma curva típica de tensão convencional, σ , versus deformação convencional, e , obtida em ensaio de tração do fio até a ruptura. São também apresentados na figura os valores médios da tensão de transformação, do limite de resistência e do alongamento até a fratura determinados nos ensaios (erros médios absolutos menores que 5% para as tensões e 10% para o alongamento). As propriedades mecânicas pouco usuais do fio estão bem caracterizadas nessa figura: verifica-se, por exemplo, que o material apresenta elevada tensão de transformação, próxima de 600 MPa, o que indica a presença de subestrutura de deslocamentos decorrentes de recozimento à baixa temperatura após severa deformação a frio no último passe de trefilação.

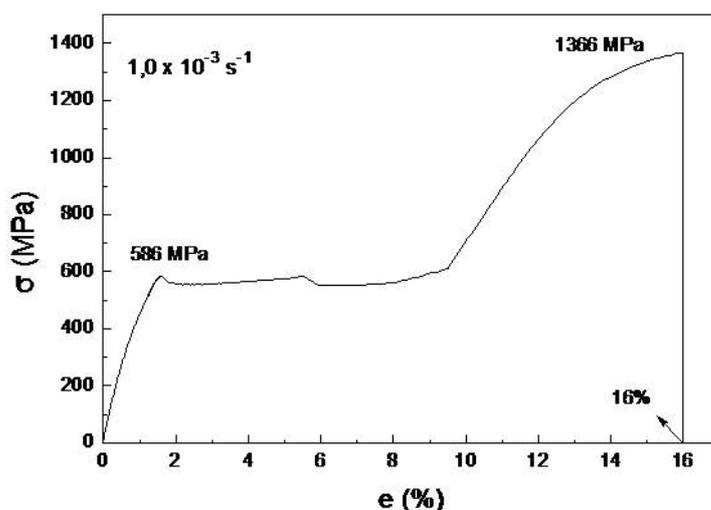


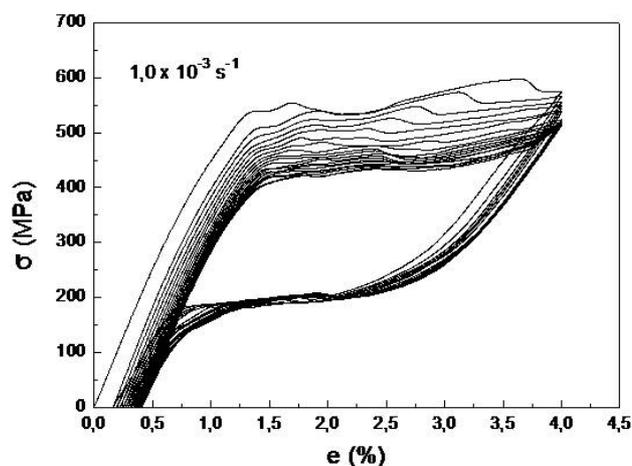
Figura 3. Curva de tração típica do fio estudado.

Outra característica importante mostrada na Figura 3 é o extenso patamar superelástico, em excesso de 8% de deformação. O máximo na tensão de transformação no início do patamar corresponde à nucleação de variantes de

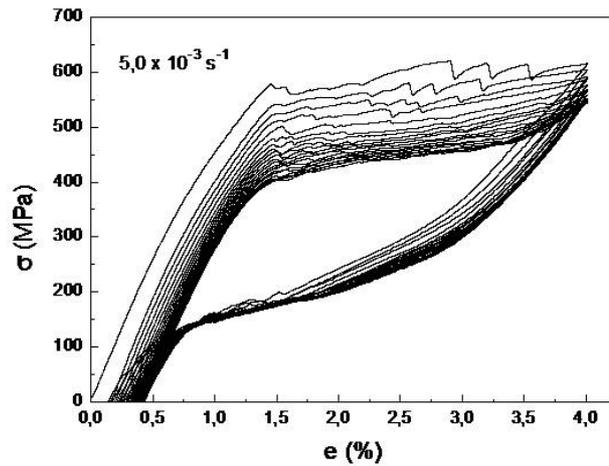
martensita convenientemente orientadas em relação à tensão aplicada, que em seguida crescem a valores mais baixos e aproximadamente constantes de tensão.⁽¹²⁾ O aspecto serrilhado da curva σ - ϵ no patamar superelástico indica que a nucleação e o crescimento das variantes de martensita se dão de maneira heterogênea ao longo do corpo de prova.⁽⁶⁾

Curvas típicas de carregamento até 4% de deformação e descarga até tensão zero são mostradas nas Figuras 4a-c para 20 ciclos, nas três taxas de deformação empregadas. Observa-se, em cada uma dessas figuras, a ocorrência de diminuição da tensão de transformação e aumento da deformação não recuperável com a ciclagem. Verifica-se, também, que essas mudanças são maiores nos primeiros ciclos e tendem a se estabilizar nos ciclos subsequentes. Características semelhantes foram anteriormente observadas em até 100 ciclos de carga e descarga de fios superelásticos de NiTi usados na fabricação de instrumentos endodônticos⁽¹⁰⁾ e também em *stents* arteriolares,⁽¹³⁾ tendo sido atribuídas à estabilização da subestrutura da martensita após os ciclos iniciais de deformação no regime superelástico.⁽¹⁰⁾

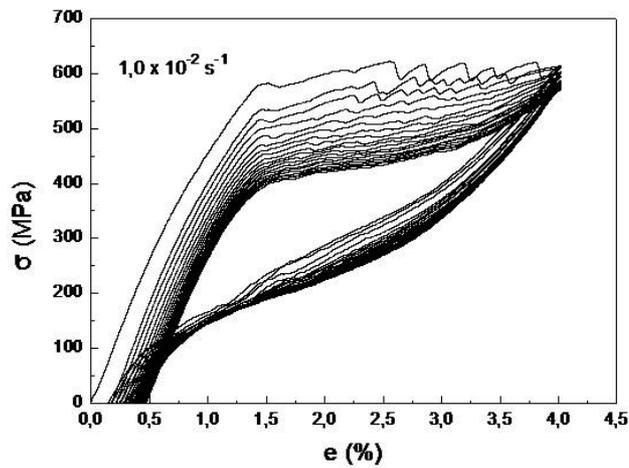
De particular interesse no presente trabalho são as tendências observadas nas curvas de carga e descarga quando a taxa de deformação aumentou de cinco e dez vezes. Verifica-se que em taxas maiores ocorreu um aumento relativamente pequeno nas tensões médias de início do patamar superelástico e na deformação não recuperável, e uma redução considerável na histerese mecânica. Além disso, a aparência serrilhada da curva no patamar superelástico se tornou mais evidente e sua inclinação aumentou, na medida em que a taxa de deformação aumentou. Estes efeitos podem ser entendidos como consequência do movimento das interfaces martensita/austenita sob influência da taxa de deformação. Para valores mais baixos de $\dot{\epsilon}$, as tensões geradas nas interfaces de fase podem ser relaxadas e poucas variantes necessitam ser nucleadas para acomodar a deformação imposta. Como essas variantes se movem com relativa facilidade, a tensão de transformação, σ_{A-M} , é aproximadamente constante. Quando $\dot{\epsilon}$ aumenta, torna-se mais difícil o relaxamento das tensões interfaciais, ou seja, ocorre um aumento na resistência friccional do material, e a deformação requer a nucleação de novas variantes, resultando na flutuação mais acentuada de σ_{A-M} e em uma maior inclinação do patamar superelástico. Uma maior geração de defeitos associada à nucleação de variantes resulta também no aumento da deformação não recuperável.



(a)



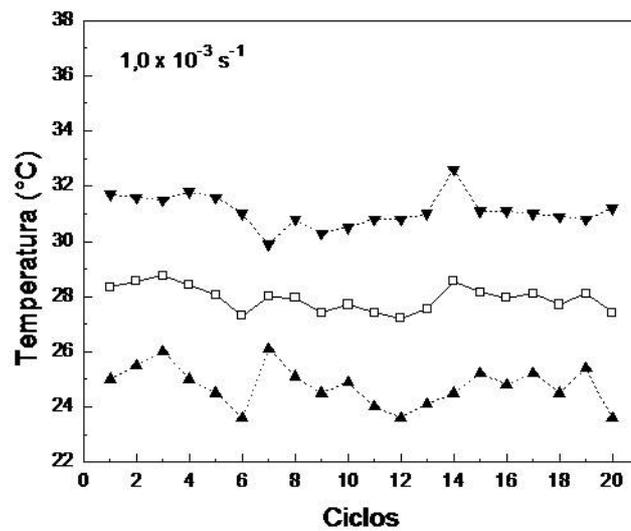
(b)



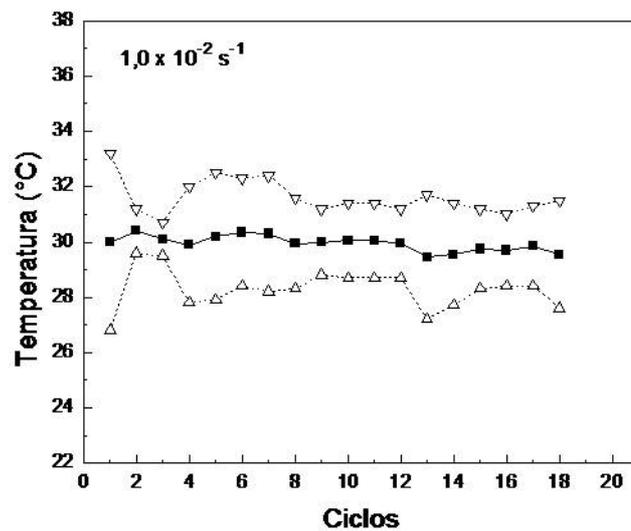
(c)

Figura 4. Curvas de carga e descarga em tração nas taxas de deformação indicadas.

As mudanças observadas no comportamento mecânico do material só não foram mais acentuadas devido ao fato das taxas empregadas e da pequena dimensão do corpo de prova não proporcionarem aumento apreciável na temperatura de teste. Conforme mostrado na Figura 5 para as duas taxas de deformação limites, a temperatura do fio não variou de maneira apreciável (28°C a 30°C) durante a ciclagem mecânica. Devido ao fato de que as taxas de deformação empregadas foram relativamente baixas, o calor de transformação e aquele gerado no atrito do movimento das interfaces durante o carregamento foi parcialmente reabsorvido durante a transformação reversa e dissipado no ciclo de descarga subsequente.



(a)



(b)

Figura 5. Temperaturas máximas, mínimas e médias do fio durante a ciclagem nas taxas de deformação indicadas.

4 CONCLUSÕES

O aumento da taxa de deformação durante a ciclagem até 4% de deformação em tração de um fio superelástico de NiTi comercial provocou um aumento relativamente pequeno nas tensões médias de início do patamar superelástico e na deformação não recuperável, e uma redução considerável na histerese mecânica. Além disso, a aparência serrilhada da curva no patamar superelástico se tornou mais evidente e sua inclinação aumentou, na medida em que a taxa de deformação passou de $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ a $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Estes efeitos podem ser entendidos como conseqüência do movimento das interfaces martensita/austenita sob influência da tensão em taxas de deformação diferentes.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais – FAPEMIG, ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq, e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES/MEC, pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 KENNON, N.F., DUNNE, D.P. Shape memory behaviour. *Metals Forum*, v. 4, n. 3, p. 130-134, 1981.
- 2 OTSUKA, K., WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*, 1 ed. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998, 284p.
- 3 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.
- 4 MIYAZAKI, S., SUIZU, M., OTSUKA, K., TAKASHIMA, T. Effect of various factors on fatigue crack propagation rate in Ti-Ni alloys. *MRS International Meeting on Advanced Materials*, v. 9, p. 263-268, 1989.
- 5 SABURI, T. Ti-Ni shape-memory alloys, In: OTSUKA, K., WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*, 1 ed. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998, 284p., Cap. 3, p. 49-96.
- 6 LIN, P., TOBUSHI, H., TANAKA, T., HATTORI, T., IKAI, A. Influence of strain rate on deformation properties of TiNi shape memory alloy. *JSME International Journal, Series A*, v. 39, n. 1, 1996.
- 7 TOBUSHI, H., SHIMENO, Y. Influence of strain rate on superelastic properties of TiNi shape memory alloy, *Mechanics of Materials*, v. 30, p. 141-150, 1998.
- 8 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.
- 9 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.
- 10 BAHIA, M.G.A., GONZALEZ, B.M., BUONO, V.T.L., Fatigue behaviour of nickel–titanium superelastic wires and endodontic instruments, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, v. 29, p. 518-523, 2006.
- 11 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.
- 12 HUANG, X., LIU, Y. Effect of annealing on the transformation behavior and superelasticity of NiTi shape memory alloy. *Scripta Materialia*, v. 45, p. 153–160, 2001.