

# CURVAS DE VIDA EM FADIGA DE BAIXO CICLO DE LIGAS SUPERELÁSTICAS DE NiTi

Ana Maria Gontijo Figueiredo <sup>1</sup>

Paulo José Modenesi <sup>2</sup>

Vicente Tadeu Lopes Buono <sup>3</sup>

## Resumo

Este trabalho apresenta um estudo da vida em fadiga de baixo ciclo controlada por deformação (curvas  $\sigma_a-N_f$ ) de fios de NiTi rompidos em ensaios de flexão rotativa. Foram ensaiados fios de NiTi superelástico, austenítico estável, bifásico e martensítico estável sob amplitudes de deformação variando de 0,6% a 12%, além de um fio de aço inoxidável austenítico sob amplitudes de deformação de 0,4% a 1,1%. As curvas  $\sigma_a-N_f$  foram comparadas entre si e com as encontradas na literatura. Os valores de vida em fadiga dos fios de NiTi são superiores aos do aço inoxidável austenítico em todas as condições estudadas. As curvas  $\sigma_a-N_f$  dos fios de NiTi bifásico e superelástico, sob amplitude 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 passa a crescer com a deformação, até que seja atingida a região próxima à curva do fio martensítico estável. Esse comportamento incomum resulta numa curva em forma de “Z”. Tais resultados estão possivelmente vinculados à inibição da transformação martensítica na ponta da trinca, devida à redução de volume que a acompanha, até que ocorra transformação generalizada do material.

**Palavras-chave:** Ligas de NiTi; Superelasticidade; Vida em fadiga

## LOW CYCLE FATIGUE LIFE CURVES OF NiTi SUPERELASTIC ALLOYS

### Abstract

This paper presents an analysis of low cycle fatigue life under strain control ( $\sigma_a-N_f$  curve) of NiTi wires submitted to bending-rotation fatigue. Fatigue tests were carried out on stable austenitic, superelastic, biphasic and stable martensitic NiTi wires, with strain amplitudes from 0.6% to 12%. An austenitic stainless steel wire was also tested for comparison, with strain amplitudes from 0.4% to 1.1%. The resulting  $\sigma_a-N_f$  curves together with data from the literature are compared. Fatigue life of the NiTi wires were always longer than that of the austenitic stainless steel in all investigated conditions. For strain amplitudes up to 4%,  $\sigma_a-N_f$  curves for biphasic and superelastic wires are consistent with those values reported in the literature, closely approaching the stable austenitic wire's curve. For higher strain amplitudes, it is found that fatigue life of superelastic and biphasic wires increases with strain until they approach the fatigue life curve of stable martensite wire. This unusual behavior results in a “Z-shaped” curve for high strain values. It is possibly linked to the inhibition of martensitic transformation ahead of the crack tip, caused by the volume reduction inherent to that phase transformation, until this transformation occurs all over the material.

**Key words:** NiTi alloys; Superelasticity; Fatigue life

## 1 INTRODUÇÃO

Efeito memória de forma (EMF) e superelasticidade (SE) são propriedades que possuem alguns materiais de recuperar grandes deformações. Diferindo entre si apenas com relação às temperaturas em que ocorrem, são um efeito macroscópico de transformações de fase termoelásticas, cristalograficamente reversíveis, de uma fase austenítica (FA) para uma fase martensítica (FM) – transformações martensíticas (TM), induzidas por tensão e/ou temperatura. O mecanismo de recuperação é a transformação reversa (TR), da FM para a FA. Destacam-se as ligas aproximadamente equiatômicas de NiTi, que mostram-se

adequadas às aplicações médicas e dentárias, uma vez que o efeito pode ser conseguido na faixa de temperaturas entre a ambiente e a do corpo humano.<sup>(1-3)</sup> Tratamentos termomecânicos e composição química determinam tanto a extensão da deformação recuperável, quanto a estabilidade desse efeito. Dessa forma, as ligas com teores de Ni pouco acima de 50,5% decompõem-se precipitando, dentre outras, a fase metaestável  $Ti_3Ni_4$ ,<sup>(4)</sup> que acentua a superelasticidade. Denominam-se  $M_s$  e  $M_f$  as temperaturas, no resfriamento, respectivamente

<sup>1</sup> Dr., Professor Adjunto do Departamento de Engenharia de Estruturas – UFMG.

<sup>2</sup> PhD, Professor Associado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – UFMG.

<sup>3</sup> Dr., Professor Associado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – UFMG.

de início e de final da transformação FA FM, e  $A_s$  e  $A_f$  as temperaturas, no aquecimento, respectivamente de início e de final da transformação reversa FM FA. A temperatura mais alta em que é possível a ocorrência de TM induzida por tensão é denominada  $M_d$ . A TM das ligas de NiTi ocorre com variação pequena e negativa de volume ( $\sim -0,5\%$ ).<sup>(5-8)</sup> Na maioria de suas aplicações, este material é submetido a solicitações térmicas e/ou mecânicas cíclicas ou variáveis, podendo sofrer fadiga tanto funcional (degradação das propriedades) quanto estrutural (danos microestruturais), determinadas pelas mudanças ocorridas durante a ciclagem.<sup>(9)</sup> O estudo da vida em fadiga de ligas de NiTi sob controle de deformação tem sido realizado através de ensaios de flexão rotativa, dentre outros.<sup>(10,11-18)</sup> De maneira geral, os trabalhos confirmaram, ou complementaram, os resultados de Melton & Mercier<sup>(5,19)</sup> quanto ao fato da curva  $a-N_f$  seguir a equação de Coffin-Manson. Ressalta-se que apenas Young & Van Vliet<sup>(18)</sup> apresentam resultados de ensaios com amplitudes de deformação maiores que 4% (até 18,2%). No presente trabalho, compara-se as curvas  $a-N_f$  obtidas com ensaios de flexão rotativa de fios de NiTi em quatro formas diferentes: superelástica, austenítica estável, bifásica e martensítica estável, à luz da caracterização dos materiais envolvidos, além de um fio de aço inoxidável austenítico.<sup>(20)</sup> Os resultados são comparados, também, com as curvas obtidas na literatura.<sup>(12-18)</sup>

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram empregados três fios de NiTi de 1mm de diâmetro, fabricados pela Nitinol Devices and Components (EUA), um com microestrutura austenítica superelástica (A0), outro com microestrutura martensítica estável (A45) e o terceiro bifásico à temperatura ambiente (A25). O fio A0 possui 50,8%<sub>at</sub> Ni e  $A_f$  de 0°C; os fios A25 e A45 possuem ambos 50,4%<sub>at</sub> Ni e  $A_f$  de 25°C e 45°C, respectivamente (valores de  $A_f$  fornecidos pelo fabricante). Foi empregado um fio de aço inoxidável austenítico 308L, também de 1mm de diâmetro. As temperaturas de transformação efetivas dos fios de NiTi foram determinadas por calorimetria diferencial de varredura (DSC), as

fases presentes foram identificadas através de difratometria de raios X (DRX), a análise microestrutural foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e as propriedades mecânicas foram determinadas através de ensaio de tração, sob velocidade de deformação de  $10^{-3}s^{-1}$ . Os ensaios de flexão rotativa foram realizados em equipamento desenvolvido no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG (Figura 1), consistindo de um motor elétrico de corrente contínua (A) alimentado por uma fonte de energia (B), que controla a velocidade de rotação. O fio é fixado ao eixo do motor por um mandril (E) e sua outra extremidade é apoiada em um pequeno rolamento (C), que pode ser fixado em qualquer ponto da guia (D), permitindo, dessa forma, variar o raio de curvatura e assim a deformação máxima do fio.

Para a construção das curvas  $a-N_f$ , foram realizados 171 ensaios à temperatura ambiente com o fio A0, 36 com este fio a 90°C (acima de  $M_d$ ), 47 ensaios com o fio A25, 37 com o fio A45 e 27 ensaios com o fio de aço. Para minimizar alterações nas propriedades do material,<sup>(11,13-17)</sup> a temperatura dos fios de NiTi durante os ensaios, medida com termopar, foi controlada através da velocidade de rotação do fio e mantida entre 22°C e 30°C, que no caso do fio A0 é superior a  $A_f$  (18°C); no caso do fio A45 é inferior a  $A_s$  (46°C) e, no caso do fio A25, situa-se entre  $A_s$  e  $A_f$  (18°C e 48°C, respectivamente).<sup>(20)</sup>

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os difratogramas de RX<sup>(20)</sup> do fio A0 registram a presença de FA, além do precipitado  $Ti_3Ni_4$ . No fio A45, além da FM e do precipitado  $Ti_3Ni_4$ , foi registrada a presença de FA. Resultado semelhante foi obtido para o fio A25, o que, neste caso, confirma a presença das duas fases na temperatura ambiente. Pôde-se notar a presença de partículas dispersas na matriz,<sup>(20)</sup> cuja composição química, verificada por EDS no fio A0, sugere  $Ti_4Ni_2O$ , óxido de presença comum nesse material.<sup>(22,23)</sup> As temperaturas de transformação médias encontradas nos ensaios de DCS<sup>(20)</sup> estão na Tabela 1.

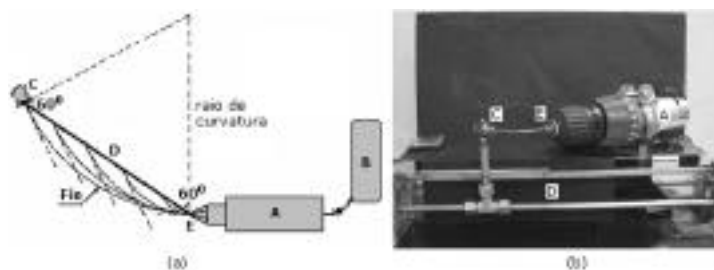


Figura 1. Equipamento utilizado para ensaios de flexão rotativa: (a) esquema – planta; (b) fotografia – perspectiva.

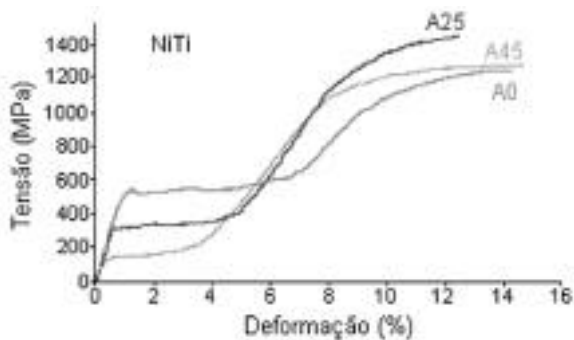
Tabela 1. Temperaturas de transformação dos fios A0, A25, A45

Fio	$A_s$ (°C)	$A_f$ (°C)	$M_s$ (°C)	$M_f$ (°C)	$R_s$ (°C)	$R_f$ (°C)
A0	-16,0 (1,0)*	17,9 (0,6)	8,6 (0,2)	-20,0 (1,0)		
A25	18,0 (0,0)	48,0 (0,0)	36,4 (0,0)	27,9 (0,4)		
A45	46,0 (1,0)	57,3 (0,8)	1,5 (0,0)	-19,8 (0,4)	41,0 (0,0)	34,5 (0,0)

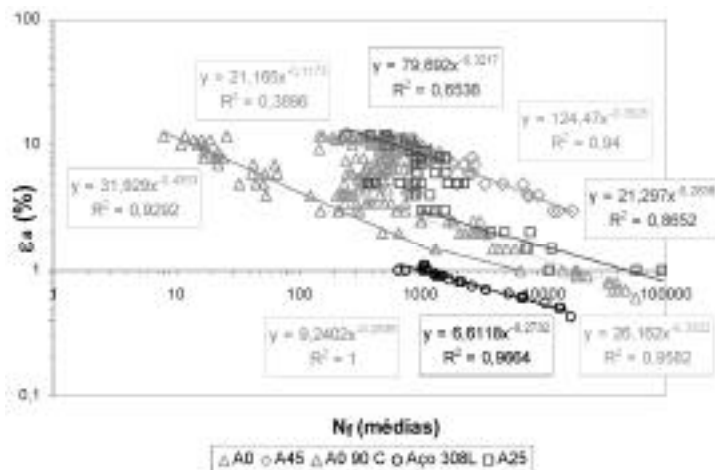
(\*)Média (Desvio-Padrão)

A Figura 2 apresenta uma das curvas de ensaio de tração de cada um dos fios de NiTi, sendo que as propriedades mecânicas delas obtidas<sup>(20)</sup> coincidem com as esperadas.

Em síntese, visando sua utilização em ensaios de fadiga e tomando o fio A0 como padrão (SE à temperatura ambiente), pode-se considerar que os fios A25 e A45 comportam-se, nessas condições, como o fio A0 a uma temperatura mais baixa, entre  $A_s$  e  $A_f$  no caso A25 (bifásico), e abaixo de  $A_s$  no caso A45 (martensítico estável). O comportamento de um fio austenítico estável foi obtido com o fio A0 ensaiado à 90°C. Os resultados dos ensaios de fadiga por flexão rotativa, tanto para os fios de NiTi quanto para o aço inoxidável austenítico, estão apresentados na Figura 3. Foram traçadas curvas de tendência para cada caso, que estão apresentadas junto às respectivas equações e coeficientes de correlação ( $R^2$ ). Na maioria dos ensaios, a ruptura deu-se na região próxima ao mandril, dentre outras razões<sup>(20)</sup> por ser esta a região onde ocorre a transmissão do esforço do motor ao fio. Os fios de NiTi, nas quatro formas ensaiadas, apresentaram maior vida em fadiga do que o aço inoxidável austenítico, em toda a faixa de deformações analisada. Considerando o valor convencional ( $N_f = 103$ ) para limite entre fadiga de alto e baixo ciclos, a maior parte dos ensaios do aço inoxidável austenítico situa-se na região de alto ciclo. Não foi possível ensaiar este material com amplitudes de deformação maiores que 1,1% devido à pequena rigidez do fio, nem menores



**Figura 2.** Curvas tensão-deformação dos fios A0, A25 e A45 (ensaios de tração).



**Figura 3.** Curvas  $\epsilon_a$ - $N_f$  para NiTi (A0, A0 90°C, A25, A45) e aço 308L

que 0,42%, devido às dimensões do equipamento. Nos fios de NiTi, foram realizados ensaios com deformações de até 12%.

Do conjunto das quatro curvas obtidas para os fios de NiTi observa-se que:

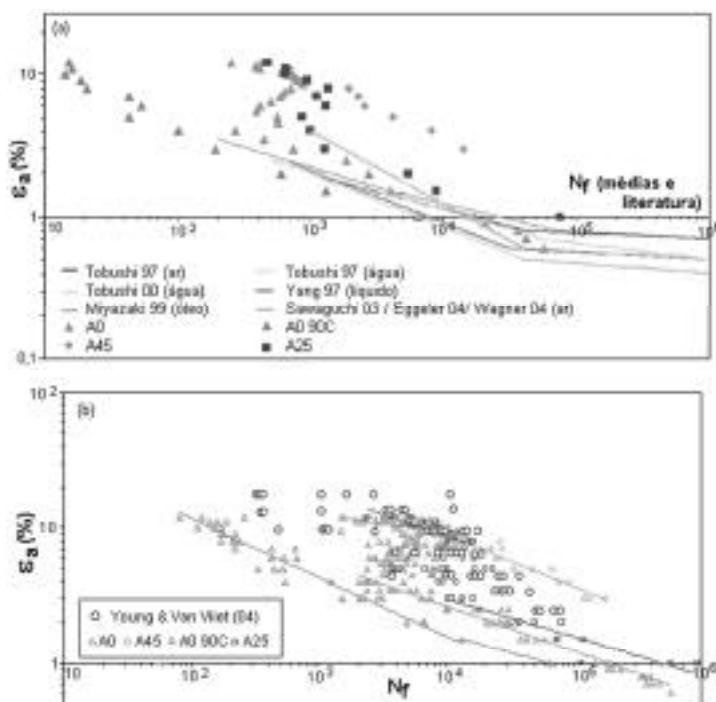
- As curvas dos fios A0 (temperatura ambiente) e A25 encontram-se no espaço limitado pelas curvas dos fios A0 90°C e A45, e inicialmente próximas à do primeiro. Para deformações acima de determinados valores, verifica-se a tendência incomum de crescimento de  $N_f$  com a deformação, até que seja alcançada a região da curva do fio A45, a partir de onde as curvas praticamente se superpõem com a curva deste fio. Como resultado, nesta região as curvas dos fios A0 (temperatura ambiente) e A25 adquirem a forma de "Z".
- As curvas dos fios A0 90°C e A45 apresentam a forma usual. O fio A0 90°C parece, de fato, não sofrer transformação martensítica, comportando-se como um material metálico convencional, obedecendo a lei de Coffin-Manson com duas regiões de coeficiente diferentes, próximo a 0,2 para  $N_f > 10^3$  e próximo a 0,5 para valores menores.<sup>(5,19)</sup> A curva do fio A45 (martensítico) é também semelhante às convencionais e mostra vida em fadiga aproximadamente 100 vezes maior que a do fio A0 90°C.
- O fio A25 é mais resistente à fadiga que o fio A0 (temperatura ambiente), coerentemente com o fato de ser bifásico (comportar-se como o A0 a uma temperatura mais baixa). Além disso, o início da formação do "Z" ocorre com valores de deformação menores que os do fio A0, atingindo também mais cedo a curva do fio A45.

Na Figura 4, os valores médios de  $N_f$ , para os quatro casos de NiTi, são comparados com dados obtidos na literatura. Verifica-se que os resultados do fio A0 (temperatura ambiente), para deformações de até ~4% (Figura 4(a)), encontram-se dentro da faixa limitada pelas curvas dos outros autores<sup>(12-17)</sup>, a menos de dois pontos da curva do fio A25, o qual já é bifásico à temperatura ambiente.

Os resultados de Young e Van Vliet<sup>(18)</sup> (ar), para deformações de até 12% (figura 4(b)), também estão situados na região limitada por A0 90°C e A45, com poucas exceções. Pode-se, a despeito da grande dispersão dos pontos, vislumbrar um efeito ("Z") semelhante ao observado nas curvas de A0 e A25. Não cabem, entretanto, conclusões mais afirmativas, uma vez que os autores<sup>(18)</sup> não deixam claro a qual situação, dentre as estudadas, aqueles resultados se referem.

## 4 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos permitem considerar a hipótese de que o fio de NiTi, ensaiado numa faixa de temperaturas na qual seria esperado comportamento superelástico, responde de maneira semelhante ao material na sua forma austenítica estável (curva do fio A0 90°C), até sob amplitudes de deformação maiores do que as que produzem o início da transformação martensítica em ensaios de tração (2%). Tal fato parece corroborar a hipótese de que a transformação martensítica, que em princípio poderia ocorrer na(s) ponta(s) da(s) trinca(s), foi afetada, ou mesmo inibida, pela variação negativa de volume que a acompanha. Entretanto, a elevação da amplitude de deformação acima de determinado valor (~4% no caso do fio A0) parece induzir TM na ponta das trincas em volume crescente, produzindo inesperado aumento de  $N_f$  com  $a$ , até que a resposta atinja a região do material martensítico (curva do fio A45), quando passa a se comportar como este último, com curvas praticamente superpostas. A resposta do fio A25, bifásico à temperatura ambiente, também corrobora esta hipótese, uma vez que teoricamente se comporta de forma semelhante ao fio A0 sob temperaturas mais baixas (entre  $A_s$  e  $A_f$ ). Coerentemente, neste caso a indução de TM



**Figura 4.** Curvas  $\epsilon_a$ - $N_f$  para NiTi (a) valores médios e curvas obtidas na literatura para  $\epsilon_a$  até ~4%<sup>(12-17)</sup> (b) dispersão e valores obtidos em Young e Van Vliet.<sup>(18)</sup>

deu-se sob deformações menores, produzindo mais precocemente tanto seu descolamento da curva austenítica, quanto seu encontro com a curva martensítica.

## REFERÊNCIAS

- MELTON, K.N. General applications of SMA's smart materials. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. **Shape memory materials**. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998. Cap. 10, p. 220-239.
- WAYMAN, C.M. Some applications of shape-memory alloys. **Journal of Metals**, v. 32, n. 6, p. 129-1137, June 1980.
- OTSUKA, K.; REN, X. Recent developments in the research of shape memory alloys. **Intermetallics**, v. 7, n. 5, p. 511-528, May 1999.
- OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. **Shape memory materials**. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998. 284 p.
- MELTON, K.N.; MERCIER, O. Fatigue of NiTi thermoelastic martensites. **Acta Metallurgica**, v. 27, n. 1, p. 137-144, January 1979.
- DAUSKARDT, R.H.; DUERIG, T.W.; RITCHIE, R.O. Effects of *in situ* phase transformation on fatigue-crack propagation in titanium-nickel shape-memory alloys. In: OTSUKA, K.; SHIMIZU, K. (Eds.) **Proceedings of MRS International Meeting on Advanced Materials**. Pittsburgh: Materials Research Society, 1989. v. 9, p. 243-249.
- HOLTZ, R.L.; SADANANDA, K.; IMAN, M.A., Fatigue thresholds of Ni-Ti alloy near the shape memory transition temperature. **International Journal of Fatigue**, v. 21, supplement 1, p. S137-S145, September 1999.
- 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, n. 3A, p. 731-743, March 2001.
- HUMBEECK, J.V.; STALMANS, R. Characteristics of shape memory alloys. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. **Shape memory materials**. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998. Cap. 7, p.149-183.
- DUERIG, T.; PELTON, A.; STOCKEL, D., An overview of nitinol medical applications. **Materials Science and Engineering A**, v. 273-275, p.149-160, December 1999.
- McNICHOLS Jr., J.L.; BROOKES, P.C. NiTi fatigue behavior, **Journal of Applied Physics**, v. 52, n.12, p. 7442-7444, December 1981.
- TOBUSHI, H.; HACHISUKA, T.; YAMADA, S.; LIN, P. Rotating-bending fatigue of a TiNi shape memory alloy wire. **Mechanics of Materials**, v. 26, n.1, p. 35-42, July-August 1997.

13. TOBUSHI, H.; NAKAHARA, T.; SHIMENO, Y.; HASHIMOTO, T., Low-cycle fatigue of NiTi shape memory alloy and formulation of fatigue life. **Transactions of the American Society of Mechanical Engineers (ASME): Journal of Engineering Materials and Technology**, v. 112, n. 2, p. 186-191, April 2000.
14. YANG, J. Fatigue characterization of superelastic Nitinol. IN: **Proceedings of the Second International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies**, Pacific Grove, CA: SMST Publication, 1997, p. 479-484.
15. 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, n. 12, p.2847-2860, 1 December 2003.
16. 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, n. 1-2, p. 24-33, 25 July 2004.
17. WAGNER, M., SAWAGUCCHI, T.; KAISTRATER, G.; HOFFKEN, D.; EGGELER, G. Structural fatigue of pseudoelastic NiTi shape memory wires, **Materials Science and Engineering A**, v. 378, n. 1-2, p. 105-109, 25 July 2004.
18. YOUNG, J.M.; VAN VLIET, K.J. Predicting *in vivo* failure of pseudoelastic NiTi devices under low cycle, high amplitude fatigue. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 72B, n. 1, p. 17-26, August 2004 .
19. MELTON, K.N.; MERCIER, O. The effect of the martensitic phase transformation on the low cycle fatigue behavior of polycrystalline Ni-Ti and Cu-Zn-Al alloys. **Materials Science and Engineering**, v. 40, n. 1, p. 81-87, September 1979.
20. FIGUEIREDO, A.M.F. **Caracterização da fadiga mecânica de baixo ciclo em ligas superelásticas de NiTi**. 2006. 235p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2006.
21. 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, 15 December 1999.
22. SABURI, T. Ti-Ni shape-memory alloys. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. **Shape memory materials**. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998. Cap. 3, p. 49-96.
23. McNANEY, J.M.; IMBENI, V.; JUNG, Y.; PAPADOPOULOS, P.; RITCHIE, R.O. An experimental study of the superelastic effect in a shape-memory Nitinol alloy under biaxial loading. **Mechanics of Materials**, v. 35, n. 10, p. 969-986, October 2003.

Recebido em: 11/01/2007

Aprovado em: 04/04/2007

Proveniente de: CONGRESSO ANUAL DAABM, 61., 2006, Rio de Janeiro. São Paulo: ABM, 2006.