

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Tese de Doutorado

“EFEITO DA DEFORMAÇÃO CÍCLICA  
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UMA  
LIGA NÍQUEL-TITÂNIO SUPERELÁSTICA”

Autor: Rogério Fonseca Dias

Orientador: Prof. Vicente Tadeu Lopes Buono

Março/2005

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Rogério Fonseca Dias

“EFEITO DA DEFORMAÇÃO CÍCLICA  
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UMA  
LIGA NÍQUEL-TITÂNIO SUPERELÁSTICA”

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de  
Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas  
da Universidade Federal de Minas Gerais

Área de Concentração: Metalurgia Física  
Orientador: Prof. Vicente Tadeu Lopes Buono

Belo Horizonte  
Escola de Engenharia da UFMG  
2005

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a todos que contribuíram para a realização deste trabalho, em especial:

Ao professor Vicente Tadeu Lopes Buono, pela amizade, incentivo e importantes sugestões e discussões.

À professora Berenice Mendonça Gonzalez e ao Leandro, pela atenção e disponibilidade na realização dos ensaios de tração.

Aos funcionários da EEUFMG, Andréia, Cida, D. Efigênia, Ivair, Nelson, Patrícia, Sr. Urias e Vicente pela grande colaboração.

Aos meus pais, Lúcia e Luzardo, pelo grande incentivo, amor e amizade.

À Aninha, minha companheira de todas as horas.

Ao Clube Atlético Mineiro, pelos momentos de insana felicidade. Força Galo!!!

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	vii
LISTA DE TABELAS.....	xii
LISTA DE NOTAÇÕES.....	xiii
RESUMO.....	xv
ABSTRACT.....	xvi
1. INTRODUÇÃO.....	17
2. OBJETIVOS.....	19
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
3.1. Ligas com Memória de Forma.....	20
3.1.1. Ligas Ni-Ti.....	21
3.1.1.1. Aplicações das ligas NiTi.....	21
3.1.1.2. Processos de fabricação.....	25
3.2. Efeito Memória de Forma, Superelasticidade e a Transformação Martensítica.....	26
3.2.1. Transformações de fase no estado sólido.....	28
3.2.1.1. Transformação martensítica em LMF.....	28
3.2.1.2. Métodos de caracterização da transformação martensítica.....	44
3.2.1.3. O sistema NiTi.....	46
3.3. Comportamento Termomecânico das Ligas Ni-Ti.....	53
3.3.1. Deformação das ligas NiTi.....	53
3.3.1.1. Influência da textura no comportamento mecânico das ligas NiTi..	60
3.3.1.2. Influência do tamanho de grão no comportamento mecânico das ligas NiTi.....	61
3.3.1.3. Comportamento assimétrico tração/compressão das ligas NiTi....	62
3.3.1.4. Influência da taxa de deformação no comportamento mecânico das ligas NiTi.....	64
3.3.1.5. Influência da deformação sobre as temperaturas de transformação.....	66
3.3.2. Tratamentos térmicos e mecânicos.....	67

3.4. Falhas por Fadiga.....	70
3.4.1. Fadiga das ligas com memória de forma.....	76
3.4.1.1. Ciclagem térmica e mecânica.....	81
3.4.1.2. Falhas em instrumentos endodônticos rotatórios acionados a motor.....	84
4. METODOLOGIA.....	86
4.1. Materiais.....	86
4.2. Caracterização do Material.....	87
4.3. Ensaio de Deformação Cíclica por Dobramento Rotatório.....	88
4.4. Influência da Velocidade de Rotação no Comportamento em Fadiga.....	91
4.5. Ensaio de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	91
4.6. Ensaio de Tração.....	92
4.7. Ensaio de Carga e Descarga em Tração.....	92
4.8. Análise das Superfícies de Fratura.....	93
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	94
5.1. Caracterização do Material.....	94
5.1.1. Composição química.....	94
5.1.2. Identificação das fases.....	94
5.1.3. Análise microestrutural.....	96
5.1.4. Temperaturas de transformação.....	99
5.2. Deformação Cíclica por Dobramento Rotatório.....	100
5.2.1. Características das superfícies de fratura.....	101
5.3. Influência da Deformação Cíclica nas Propriedades Mecânicas.....	106
5.3.1. Ensaio de tração.....	106
5.3.2. Ensaio de carga e descarga em tração.....	112
5.4. Influência da Deformação Cíclica nas Temperaturas de Transformação.....	116
5.5. Influência da Velocidade de Rotação no Comportamento em Fadiga.....	122
6. CONCLUSÕES.....	126
7. RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS.....	128
8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	129
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	130

ANEXOS.....	147
Anexo I.....	147
Anexo II.....	148
Anexo III.....	149
Anexo IV.....	151
Anexo V.....	154
Anexo VI.....	157

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1. – Figura esquemática mostrando o modo de atuar de uma placa de NiTi utilizada na fixação de ossos fraturados.....	22
Figura 3.2. – Fios ortodônticos de NiTi.....	23
Figura 3.3. – Lima endodôntica de NiTi acionada a motor.....	24
Figura 3.4. – Etapas do processo de fabricação de ligas NiTi com memória de forma.....	25
Figura 3.5. – Curva esquemática tensão-deformação-temperatura, ilustrando a ocorrência do efeito memória de forma.....	27
Figura 3.6. – Modelo simplificado bi-dimensional da transformação martensítica.....	29
Figura 3.7. – Transformação de austenita para martensítica mostrada em duas dimensões: (a) estrutura totalmente austenítica; (b) e (c) estrutura mista; (d) estrutura totalmente martensítica.....	31
Figura 3.8. – Representação esquemática da deformação invariante de rede requerida na transformação martensítica: (a) mudança de forma na transformação; (b) acomodação de deformações por escorregamento e (c) por maclação.....	32
Figura 3.9. – Visão esquemática de um contorno de macla.....	33
Figura 3.10. – Visão esquemática do processo de demaclação: (a) martensita auto-acomodada (multivariante); (b) crescimento de uma variante às custas de outra; (c) martensita demaclada (univariante).....	33
Figura 3.11. - Representação esquemática das transformações martensítica e reversa e suas temperaturas características, $M_S$ , $M_F$ , $A_S$ e $A_F$ .....	35
Figura 3.12. - Curva tensão-deformação ilustrando a histerese de tensão de uma liga NiTi superelástica.....	35
Figura 3.13. – Representação esquemática do efeito memória de forma.....	37
Figura 3.14. - Curvas esquemáticas ilustrando as relações lineares tensão crítica para formação de martensita versus temperatura e tensão crítica para escorregamento da austenita versus temperatura de uma liga NiTi.....	39

Figura 3.15. - Representação esquemática do efeito superelástico.....	39
Figura 3.16. – Representação esquemática da estrutura cristalina das fases austenita, R e martensita.....	41
Figura 3.17. – Demonstração do efeito memória de forma (a-c) e do efeito memória de forma reversível (d-g) em uma liga Ti-50at%Ni.....	44
Figura 3.18. – Curvas DSC de uma liga NiTi de composição aproximadamente equiatômica.....	45
Figura 3.19. – Diagrama de equilíbrio de fases do sistema NiTi.....	47
Figura 3.20. – Diagrama tempo-temperatura-transformação de uma liga Ti-52at%Ni.....	48
Figura 3.21. – Distorção do reticulado da fase $\beta$ , devido a presença do precipitado $Ti_3Ni_4$ .....	49
Figura 3.22. – Curvas DSC, de uma liga NiTi envelhecida a 500°C durante dez horas, ilustrando a transformação martensítica em três etapas (a) e a transformação reversa em duas etapas (b).....	51
Figura 3.23. – Curva tensão-deformação de uma liga NiTi de composição aproximadamente equiatômica no estado inicial austenítico.....	55
Figura 3.24. – Curva tensão-deformação de uma liga NiTi de composição aproximadamente equiatômica no estado inicial martensítico.....	56
Figura 3.25. – Curva tensão-deformação de uma liga NiTi de composição aproximadamente equiatômica no estado inicial da fase R.....	57
Figura 3.26. – Curva tensão-deformação de uma liga NiTi deformada no estado austenítico acima da temperatura $M_D$ .....	58
Figura 3.27. – Curva tensão-deformação ilustrando as etapas de deformação de uma liga NiTi superelástica.....	59
Figura 3.28. – Curvas tensão-deformação sob tração de chapas finas laminadas de NiTi ensaiadas no estado martensítico ao longo da direção de laminação e da direção transversal.....	61
Figura 3.29. – Influência do tamanho de grão na superelasticidade de uma liga NiTi.....	62
Figura 3.30. – Curvas tensão-deformação ilustrando a assimetria entre tração e compressão de uma NiTi.....	63



Figura 3.31. – Curvas tensão-deformação de uma NiTi sob tração (a) e compressão (b), em diferentes taxas de deformação.....	65
Figura 3.32. – Curvas tensão-deformação de uma NiTi sob tração, em diferentes taxas de deformação.....	65
Figura 3.33. – Curvas DSC de uma mesma liga NiTi, recozida por 30 minutos a 500°C (a) e 600°C (b).....	68
Figura 3.34. – Ciclos de tensão típicos em fadiga. (a) Tensão alternada; (b) tensão flutuante; (c) ciclo de tensão irregular ou aleatório.....	71
Figura 3.35. – Curva tensão alternada vs. número de ciclos até a fratura de uma liga superelástica NiTiCu.....	72
Figura 3.36. – Nucleação de trincas em fadiga nos degraus de deslizamento.....	75
Figura 4.1. – Esquema da plataforma de testes utilizada na realização dos ensaios de deformação cíclica por dobramento rotatório.....	89
Figura 4.2. – Determinação do ângulo de dobramento e raio de curvatura dos fios.....	90
Figura 5.1. – Difratograma dos fios de NiTi não ciclados.....	95
Figura 5.2. – Difratograma dos fios de NiTi ciclados até $\frac{3}{4}$ do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 4,5%.....	96
Figura 5.3. – Microestrutura dos fios de NiTi. (MEV-500x).....	97
Figura 5.4. – Microestrutura dos fios de NiTi. (MEV-1500x).....	98
Figura 5.5. – Precipitados $Ti_4Ni_2O$ e $TiNi_3$ . (MEV-3000x).....	98
Figura 5.6. – Curva DSC aquecimento-resfriamento de um fio não submetido à ciclagem.....	99
Figura 5.7. – Superfície total de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 3,0%. (MEV-100x).....	101
Figura 5.8. – Superfície total de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 4,5%. (MEV-100x).....	102
Figura 5.9. – Região lisa da superfície de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 3,0%. (MEV-7500x).....	103
Figura 5.10. – Região lisa da superfície de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 4,5%. (MEV-8000x).....	103

Figura 5.11. – Região fibrosa da superfície de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 3,0%. (MEV-3500x).....	104
Figura 5.12. – Região fibrosa da superfície de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 4,5%. (MEV-3500x).....	105
Figura 5.13. – Curva de tração até a ruptura de um fio não submetido à ciclagem.....	107
Figura 5.14. – Curva de tração de um fio ciclado até $\frac{1}{4}$ de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%.....	108
Figura 5.15. – Curva de tração de um fio ciclado até $\frac{3}{4}$ de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%.....	108
Figura 5.16. – Curva de tração de um fio ciclado até $\frac{1}{4}$ de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.....	109
Figura 5.17. – Curva de tração de um fio ciclado até $\frac{3}{4}$ de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.....	109
Figura 5.18. – Curva de carga e descarga em passes ascendentes de 1,0% de deformação, de um fio não submetido à ciclagem.....	113
Figura 5.19. – Curva de carga e descarga em passes ascendentes, de um fio ciclado até $\frac{1}{4}$ de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%.....	114
Figura 5.20. – Curva de carga e descarga em passes ascendentes, de um fio ciclado até $\frac{3}{4}$ de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%.....	115
Figura 5.21. – Curva de carga e descarga em passes ascendentes, de um fio ciclado até $\frac{1}{4}$ de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.....	115
Figura 5.22. – Curva de carga e descarga em passes ascendentes, de um fio ciclado até $\frac{3}{4}$ de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.....	116
Figura 5.23. – Curvas DSC, obtidas no aquecimento, do material não deformado e do material submetido a $\frac{3}{4}$ do número médio de ciclos até a fratura, em três diferentes amplitudes de deformação...	117

Figura 5.24. – Curvas DSC, obtidas no resfriamento, do material não deformado e do material submetido a $\frac{3}{4}$ do número médio de ciclos até a fratura, em três diferentes amplitudes de deformação...	118
Figura 5.25. – Curvas DSC, obtidas no aquecimento, do material submetido a $\frac{1}{4}$ e $\frac{3}{4}$ do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 4,5%.....	120
Figura 5.26. – Curvas DSC, obtidas no resfriamento, do material submetido a $\frac{1}{4}$ e $\frac{3}{4}$ do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 4,5%.....	121

## LISTA DE TABELAS

Tabela III.1 - Comparação entre algumas propriedades das ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica e do aço inoxidável austenítico.....	24
Tabela V.1 - Temperaturas de transformação de fios não ciclados.....	99
Tabela V.2 – Tempo e número médio de ciclos até a fratura, em cada nível de deformação.....	100
Tabela V.3 – 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%.....	110
Tabela V.4 – Temperaturas de transformação dos fios não deformados e após ciclagem até $\frac{1}{4}$ e $\frac{3}{4}$ de suas vidas em fadiga, em amplitudes de deformação de 2,0, 3,0 e 4,5%.....	119
Tabela V.5 – Amplitudes de deformação, velocidades de rotação, tempo e número médio de ciclos até fratura para cada condição de ensaio...	123

## LISTA DE NOTAÇÕES

$A_F$  = Temperatura de transformação reversa final

$A_S$  = Temperatura de transformação reversa inicial

CP = Corpo de prova

DRX = Difractometria de raios-X

DSC = Differential scanning calorimetry (Calorimetria exploratória diferencial)

E = Módulo de elasticidade

EDS = Espectroscopia por energia de raios-X

$e_F$  = Deformação total até a fratura

EMF = Efeito memória de forma

EMFR = Efeito memória de forma reversível

LMF = Ligas com memória de forma

$M_D$  = Temperatura máxima em que a martensita pode ser induzida por tensão

$M_F$  = Temperatura final de transformação martensítica

$M_S$  = Temperatura inicial de transformação martensítica

MEV = Microscopia eletrônica de varredura

MET = Microscopia eletrônica de transmissão

MIT = Martensita induzida por tensão

MO = Microscopia óptica

$N_f$  = Número de ciclos até a fratura

R = Razão entre  $\sigma_{\min}$  e  $\sigma_{\max}$

$R_F$  = Temperatura final de transformação da fase R

$R_S$  = Temperatura inicial de transformação da fase R

rpm = Rotações por minuto

s = Segundo

SE = Superelasticidade

TM = Transformação martensítica

TR = Transformação reversa

$\Delta H$  = Entalpia de transformação por unidade de volume.

$\Delta K$  = Fator de intensidade de tensão

$\Delta K_{TH}$  = Limite inferior de fadiga

$\Delta S$  = Entropia de transformação por unidade de volume

$\Delta T$  = Variação de temperatura

$\alpha$  = Coeficiente de expansão térmica linear

$\gamma$  = Deformação cisalhante

$\sigma_T$  = Tensão térmica

$\sigma_{A \rightarrow M}$  = Tensão crítica para formação de martensita

$\sigma_a$  = Tensão alternada

$\sigma_{\text{máx}}$  = Tensão máxima

$\sigma_{\text{mín}}$  = Tensão mínima

$\sigma_m$  = Tensão média

$\sigma_r$  = Intervalo de tensões

$\sigma_R$  = Limite de resistência

$\sigma_{yA}$  = Tensão de escoamento da austenita

## RESUMO

Neste trabalho foi estudado o efeito de deformações cíclicas por dobramento rotatório sobre as temperaturas de transformação martensítica e reversa, as propriedades mecânicas em tração e a capacidade de recuperação de forma de fios de 1,0mm de diâmetro de uma liga NiTi superelástica. Também foi analisada a influência da velocidade de rotação sobre a resistência à fadiga do material. Os fios foram caracterizados por difratometria de raios-X, microscopia óptica e eletrônica de varredura e microssondagem eletrônica. As deformações cíclicas por dobramento rotatório foram aplicadas fazendo girar os fios, previamente encurvados com um determinado raio de curvatura, em torno de seu eixo, proporcionando amplitudes máximas de deformação em tração de 2,0, 3,0 e 4,5% na superfície dos mesmos. 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, de carga e descarga em passes ascendentes e em ensaios de calorimetria exploratória diferencial. Observou-se um efeito de estabilização da martensita nos fios submetidos à ciclagem em amplitudes de 4,5%. Este efeito manifestou-se através de um aumento das temperaturas de transformação e uma diminuição da tensão crítica para formação de martensita, ocorridos, provavelmente, devido às tensões internas provocadas por deslocamentos e martensita residual geradas durante a ciclagem. Também foi observada uma degradação da capacidade de recuperação de forma do material, como consequência da combinação de deslocamentos e martensita residual, geradas durante a ciclagem por dobramento rotatório. Na análise da influência da velocidade de rotação observou-se uma diminuição da vida em fadiga com o aumento da velocidade, possivelmente devido ao aumento na temperatura dos fios durante os testes, e conseqüentemente, um aumento da tensão crítica para formação de martensita. Maiores tensões aumentam a ocorrência de deformações plásticas e favorecem a nucleação e propagação das trincas, causando uma diminuição da vida em fadiga do material.

## ABSTRACT

The effect of cyclic rotary bending strains on martensitic and reverse transformation temperatures, on mechanical properties and on recovery strain capacity, was investigated in this work, using wires of a superelastic NiTi alloy with 1.0mm in diameter. The influence of rotational speed on the material's fatigue resistance was analyzed as well. The material was characterized by X-ray diffraction, optical and scanning electron microscopy and electron microprobe analysis. Cyclic rotary bending straining was performed by turning the wires, previously bent in a specific radius of curvature, around its axis, to allow maximum tensile strain amplitudes of 2,0, 3,0 and 4,5% at the wires 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, load-unload tensile and differential scanning calorimetry tests. A martensite stabilization effect was observed in wires subjected to cyclic strains amplitudes of 4,5%. This effect was manifested as an increase in the transformation temperatures and a decrease in the critical stress for inducing martensite, and took place, probably, due to the internal stress associated with dislocations and residual martensite generated during cycling. Also, degradation on the material's recovery strain capacity, as consequence of dislocations and residual martensite generated during cyclic rotary bending, was observed. In the analysis of the influence of rotational speed, it was observed that the fatigue life decreases as the speed increases, probably due to the increase in the wires temperature during the tests, which increases the critical stress for inducing martensite. Higher stresses contribute to the occurrence of plastic strains and support the nucleation and growth of cracks, decreasing the material's fatigue life.



## 1. INTRODUÇÃO

É cada vez maior a utilização de materiais que apresentam o efeito memória de forma e a superelasticidade. Dentre estes materiais, destacam-se as ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica, por apresentarem elevada resistência à corrosão, excelente biocompatibilidade, boa ductilidade e alta capacidade de amortecimento de vibrações mecânicas.

As ligas NiTi são amplamente reconhecidas como os materiais que apresentam as melhores propriedades relacionadas ao efeito memória de forma (EMF), que é a capacidade de recuperar grandes deformações não lineares (aproximadamente 8%) através de um aquecimento acima de uma determinada temperatura crítica. A seleção apropriada da composição química e de tratamentos termomecânicos faz com que as ligas com memória apresentem outra propriedade surpreendente, denominada superelasticidade (SE), que é um caso particular do EMF em que a recuperação de forma se dá apenas com a retirada da tensão, sem necessidade de aquecimento. Tanto o EMF quanto a SE estão associados a uma transformação de fase no estado sólido, a transformação martensítica, que ocorre durante o resfriamento e também pela aplicação de tensão em determinada faixa de temperatura. A transformação reversa, de martensita para a fase parente, denominada austenita, promove a recuperação de forma. A transformação martensítica é adifusional e atérmica, 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 de martensita para austenita, que se inicia na temperatura  $A_S$  e termina em  $A_F$ . O efeito superelástico ocorre em ligas com memória de forma em que a temperatura de deformação encontra-se próxima ou acima da temperatura  $A_F$  ou  $M_S$ . As temperaturas de transformação são determinadas pela composição química e história termomecânica do material.

A quantidade de deformação recuperável e a estabilidade do efeito memória de forma são duas das mais importantes características no desenvolvimento de aplicações das ligas com memória. Estas propriedades dependem essencialmente da composição química do material e de sua história termomecânica. A estabilidade do efeito memória

de forma tem sido estudada através de ciclagem térmica nos intervalos de temperatura em que a deformação e a recuperação de forma ocorrem. Até recentemente, a estabilidade em função da ciclagem mecânica, nas condições de ocorrência da superelasticidade, não era de grande interesse, pois as aplicações desenvolvidas para este tipo de material não envolviam deformação cíclica. Com o desenvolvimento das limas endodônticas de NiTi acionadas a motor, e sua utilização na limpeza e formatação de canais curvos, a fadiga mecânica de ligas NiTi no regime superelástico tornou-se um problema relevante, uma vez que estes instrumentos podem sofrer fratura inesperada no interior do canal radicular.

Assim, o objetivo deste estudo foi a obtenção de um melhor entendimento sobre o comportamento em fadiga de ligas NiTi superelásticas submetidas à deformação cíclica por dobramento rotatório. Algumas questões importantes relativas a este comportamento são o efeito da deformação cíclica nas temperaturas de transformação, nas propriedades mecânicas e na capacidade de recuperação de forma do material. Um outro aspecto importante relativo à fadiga por dobramento rotatório é a influência da velocidade de rotação sobre a vida em fadiga do material.

## **2. OBJETIVOS**

Novas aplicações de ligas NiTi superelásticas envolvendo deformações cíclicas por dobramento, tais como as limas endodônticas acionadas a motor, têm ressaltado a necessidade de conhecimentos mais aprofundados sobre o comportamento mecânico dessas ligas.

Neste trabalho, foram avaliados alguns aspectos do comportamento mecânico de fios superelásticos de NiTi, preparados para apresentarem propriedades semelhantes às dos fios utilizados na fabricação dos instrumentos endodônticos, visando subsidiar seu emprego clínico correto e o desenvolvimento de novos instrumentos e técnicas. Foi estudada a influência da deformação cíclica por dobramento rotatório sobre as temperaturas de transformação martensítica e reversa, sobre as propriedades mecânicas e sobre a capacidade de recuperação de forma dos fios. Também foi avaliada a influência da velocidade de rotação sobre o comportamento em fadiga dos fios submetidos à ciclagem por dobramento rotatório.

### **3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **3.1. Ligas com Memória de Forma**

As ligas com memória de forma (LMF) estão entre os mais excitantes e promissores materiais. Suas atuais e potenciais aplicações mecânicas, em diversificadas áreas tecnológicas e biomédicas, têm criado uma grande demanda por pesquisas, visando ampliar cada vez mais seus campos de atuação (LIANG & ROGERS, 1990; WADA *et al.*, 1990).

As LMF formam um grupo único de ligas que possuem a habilidade de recuperar a forma após sofrerem deformações. Em baixas temperaturas elas podem ser aparentemente deformadas 'plasticamente' como outras ligas metálicas, mas esta deformação pode ser recuperada através do aquecimento acima de uma determinada temperatura crítica (efeito memória de forma). Outras importantes características destes materiais são alta capacidade de amortecimento de vibrações mecânicas e grandes limites elásticos não lineares (superelasticidade) (SHAW & KYRIAKIDES, 1995).

Embora, atualmente, uma grande quantidade de LMF seja conhecida, somente aquelas que são capazes de recuperar quantidades apreciáveis de deformação ou que geram força significativa durante a recuperação da forma, são comercialmente viáveis. São estas, algumas ligas à base de cobre, algumas ligas ferrosas e as ligas NiTi (HODGSON *et al.*, 1999).

Inicialmente estabeleceu-se uma disputa entre as ligas à base de cobre, as ferrosas e as NiTi, mas à medida que pesquisas mais detalhadas foram sendo realizadas, evidenciou-se a superioridade das ligas NiTi, em relação à quantidade de deformação recuperável, resistência à corrosão e à fluência, biocompatibilidade, ductilidade, etc (HUMBEECK, 1999; DUERIG *et al.*, 1990).

### 3.1.1. Ligas NiTi

#### 3.1.1.1. Aplicações das ligas NiTi

Entre as muitas LMF conhecidas, as ligas NiTi destacam-se por apresentarem propriedades funcionais, tais como efeito memória de forma, superelasticidade e capacidade de amortecimento de vibrações mecânicas superiores às demais ligas. Tais características credenciaram as ligas NiTi a serem utilizadas em diversas áreas (HUMBEECK, 1999).

Desenvolvidas em 1963 por Willian F. Buehler para o programa espacial do “*Naval Ordenance Laboratory – NOL*” em Silver Springs, Maryland – EUA, as ligas NiTi tiveram a primeira aplicação em grande escala documentada no ano de 1971, em um acoplamento para unir uma tubulação hidráulica de titânio em uma aeronave Grumman F-14. Outros exemplos gerais de aplicações são conectores elétricos, antenas de aparelhos telefônicos celulares, armações de óculos, vários tipos de atuadores e proteções de construções civis, tais como pontes e prédios, contra abalos sísmicos (HUMBEECK, 1999).

Entretanto, são nos campos médico e odontológico que a utilização das ligas NiTi merece maior destaque. Entre muitos materiais disponíveis comercialmente, incluindo metais, ligas e cerâmicas, raros são os que podem ser utilizados como próteses ou biomateriais na medicina e odontologia. A razão para isto é que, para estes tipos de aplicações, os materiais precisam satisfazer dois importantes critérios: biofuncionabilidade e biocompatibilidade. Biofuncionabilidade refere-se à capacidade dos materiais realizarem as funções desejadas por um determinado período no corpo enquanto biocompatibilidade refere-se à capacidade dos materiais não serem tóxicos durante o período em que se encontrem implantados no corpo (MIYAZAKI, 1998).

Entre os diversos campos médicos, o ortopédico é um dos mais atraentes para aplicações das ligas NiTi. Placas de fixação de ossos fraturados (figura 3.1) e próteses de articulações ósseas são exemplos de aplicações neste campo. Outros importantes

exemplos de aplicações médicas são os cateteres e *stents* de desobstrução venal, utilizados em cirurgias cardiovasculares, e endoscópios (MIYAZAKI, 1998).

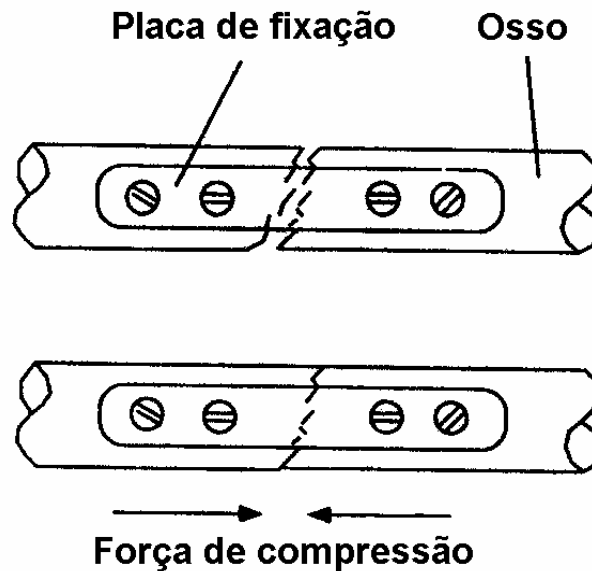


Figura 3.1. – Figura esquemática mostrando o modo de atuar de uma placa de NiTi utilizada na fixação de ossos fraturados.

No campo odontológico as ligas NiTi vem conquistando espaço, principalmente em substituição ao aço inoxidável. Algumas importantes aplicações são os fios ortodônticos (figura 3.2), implantes e fixadores de próteses dentárias (MIYAZAKI, 1998).

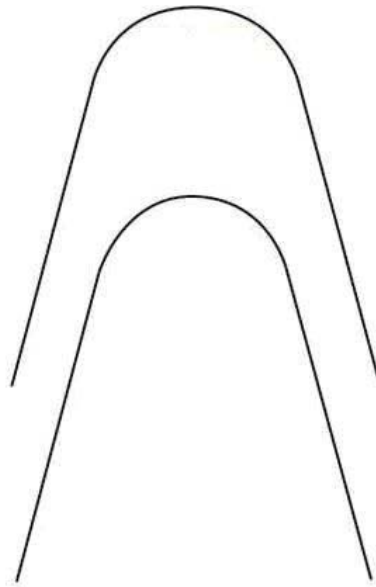


Figura 3.2. – Fios ortodônticos de NiTi.

Outra importante aplicação das ligas NiTi no campo odontológico são os instrumentos endodônticos rotatórios acionados a motor, conhecidos como limas endodônticas (figura 3.3). Estes instrumentos são utilizados no tratamento cirúrgico de canais radiculares, e vem substituindo com êxito as limas de aço inoxidável, devido a sua maior flexibilidade antes de exceder o limite elástico (SCHÄFER, 1997; SERENE *et al.*, 1995; WALIA *et al.*, 1988). As ligas NiTi utilizadas nestes instrumentos são aproximadamente equiatômicas, podendo, em alguns casos, ocorrer a substituição de uma pequena porcentagem de níquel por cobalto (THOMPSON, 2000).

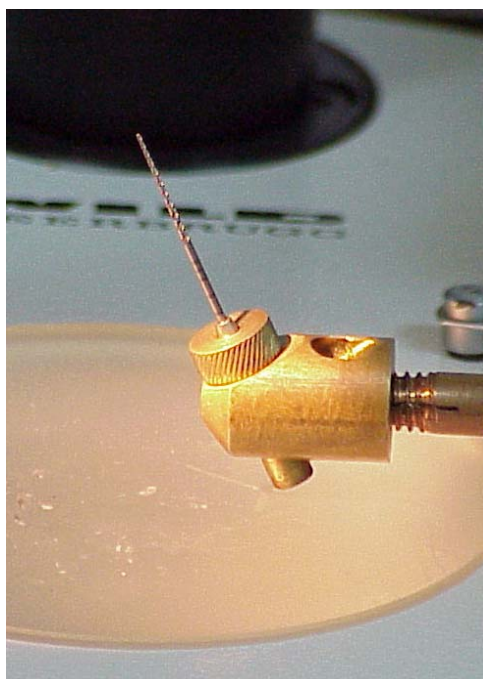


Figura 3.3. – Lima endodôntica de NiTi acionada a motor (MELO, 1999).

Na tabela III.1 é apresentado um quadro comparativo entre algumas propriedades das ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica e do aço inoxidável austenítico.

Tabela III.1 - Comparação entre algumas propriedades das ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica e do aço inoxidável austenítico (RUSSEL, 1998).

Propriedade	NiTi	Aço inoxidável
Deformação recuperável	8,0 %	0,8 %
Biocompatibilidade	Excelente	Boa
Módulo de elasticidade	48 GPa (martensita) 83 GPa (austenita)	193 GPa
Densidade	6,45 g/cm <sup>3</sup>	8,03 g/cm <sup>3</sup>
Magnético	Não	Não
Limite de resistência	1240 MPa	760 MPa



### 3.1.1.2. Processos de fabricação

A fabricação de ligas NiTi é um processo complexo que, geralmente, envolve as seguintes etapas:

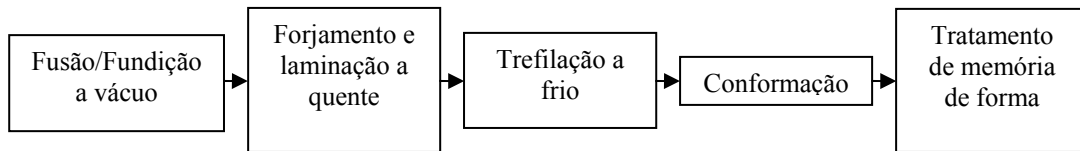


Figura 3.4. – Etapas do processo de fabricação de ligas NiTi com memória de forma (SUZUKI, 1998).

Alguns problemas característicos na fabricação das ligas NiTi são: (1) Controle da composição química: pequenas mudanças na composição afetam grandemente as características da liga, especialmente as temperaturas de transformação; (2) Dificuldade de se realizar trabalho a frio; (3) Tratamentos para produzir as propriedades relacionadas ao efeito memória de forma.

Sendo o titânio líquido muito reativo com o oxigênio, a liga é fundida em alto vácuo, por indução sob alta frequência, em cadinhos de grafite. Fusão por feixe de elétrons, a arco com proteção de argônio e a arco de plasma também podem ser empregados. As vantagens do processo de indução a vácuo são uma maior homogeneidade da composição química ao longo do lingote e um maior controle desta composição.

Após a remoção da camada superficial formada durante a solidificação, o material é forjado e laminado a quente, resultando em barras ou placas do tamanho desejado. A liga é facilmente trabalhada em temperaturas acima de 527°C, entretanto são evitadas temperaturas muito altas devido a maior oxidação da superfície do material. É considerada como ótima para o trabalho a quente, a temperatura de aproximadamente 800°C.

Comparativamente com o trabalho a quente, o trabalho a frio é muito mais difícil de ser realizado. A trabalhabilidade é altamente dependente da composição química da liga, e piora com o aumento do teor de níquel, tornando-se muito ruim quando esse teor excede 51% at. A grande dificuldade na realização do trabalho a frio é o forte encruamento que o material sofre ao ser deformado.

Após a conformação final do material, este é submetido a tratamentos térmicos para adquirir as propriedades de memória de forma desejadas. Os tratamentos térmicos de superelasticidade e memória de forma são muito parecidos, pois ambos efeitos aparecem na mesma liga, e diferem apenas quanto às temperaturas de transformação. O tratamento de recozimento em médias temperaturas (350 a 450°C) é o mais utilizado para obtenção do efeito superelástico (SUZUKI, 1998).

### **3.2. Efeito Memória de Forma, Superelasticidade e a Transformação Martensítica**

O efeito memória de forma (EMF) é uma propriedade única que certos materiais são capazes de exibir. A liga, quando deformada na fase de baixa temperatura é capaz de recuperar sua forma original através do aquecimento acima de uma determinada temperatura crítica chamada temperatura final de transformação reversa. (OTSUKA & WAYMAN, 1998). Na figura 3.5 o EMF é mostrado de uma forma esquemática.

A primeira observação registrada do EMF foi realizada por Chang e Read em 1932, em uma liga AuCd (CHANG & READ, 1951). Em 1938, o efeito foi observado em latão (CuZn). Entretanto, foi a partir de 1962, quando BUEHLER *et al.* (1963) descobriram o efeito em ligas NiTi aproximadamente equiatômicas, que as pesquisas sobre seus usos metalúrgicos e aplicações práticas se iniciaram. Desde então um grande número de produtos utilizando ligas com memória de forma (LMF) foi lançado no mercado, e a compreensão do EMF avançou bastante. Os estudos das LMF continuam a aumentar e cada vez mais produtos utilizando esses materiais são lançados no mercado a cada ano (HODGSON *et al.*, 1999).

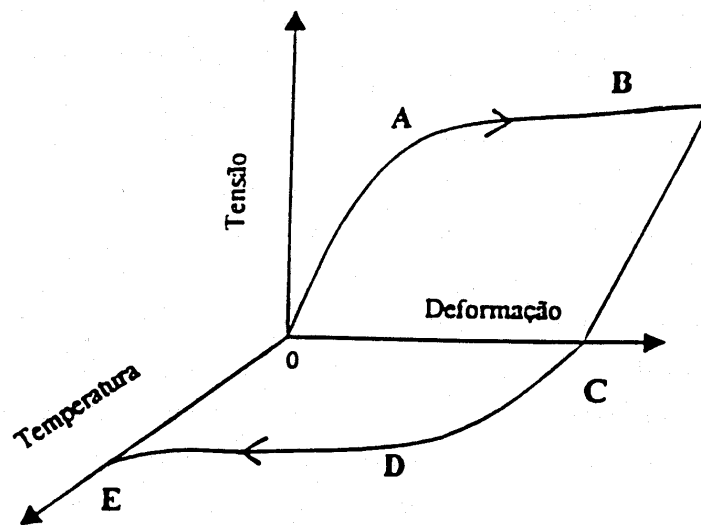


Figura 3.5. - Curva esquemática tensão-deformação-temperatura, ilustrando a ocorrência do efeito memória de forma (AURICCHIO *et al.*, 1995).

O→A deformação do metal na região elástica

A→B deformação aparentemente permanente

B→C eliminação da tensão

O→C deformação residual

C→D aquecimento até o início da recuperação da forma

D→E recuperação da forma original

A superelasticidade (SE) é um caso particular do efeito memória de forma em que a temperatura final de transformação reversa é menor ou próxima da temperatura de deformação. Isto significa que a recuperação da forma se dá logo após a interrupção da deformação e retirada da carga, sem necessidade de aquecimento (OTSUKA & WAYMAN, 1998). O termo superelasticidade refere-se ao fato de que a deformação recuperável obtida é muito maior do que a que pode se desenvolver no regime de deformação elástica dos metais convencionais (ANDRADE, 1978).

Ambos EMF e SE são fenômenos intimamente relacionados com uma transformação de fase no estado sólido, denominada transformação martensítica (TM).

### 3.2.1. Transformações de fase no estado sólido

As transformações de fase no estado sólido podem ser de dois tipos: difusionais e por deslocamento (*'displacive'*). As transformações difusionais são aquelas em que uma nova fase é formada através do movimento aleatório dos átomos através de distâncias relativamente longas. Estas longas distâncias de difusão são necessárias porque a nova fase tem uma composição química diferente da matriz da qual ela é formada. Como ocorre redistribuição de soluto, estes tipos de transformação são dependentes tanto do tempo quanto da temperatura.

Por outro lado, as transformações por deslocamento não requerem movimentos atômicos a longas distâncias, pois não há mudança de composição química da nova fase formada com relação a matriz. Como não há migração atômica, geralmente estas transformações são independentes do tempo. Elas são referidas como transformações atérmicas, visto que a quantidade da nova fase é usualmente dependente somente da temperatura, e não do tempo de permanência em uma determinada temperatura. As transformações martensíticas são exemplos de transformações por deslocamento (WAYMAN & DUERIG, 1990).

#### 3.2.1.1. Transformação martensítica em LMF

A TM é uma transformação de fases adifusional que ocorre em sólidos, isto é, não envolve transporte de matéria e mudança de composição. Os movimentos atômicos que produzem a TM são pequenos, quando comparados com as distâncias interatômicas, sendo que os átomos movem-se cooperativamente, e freqüentemente por um mecanismo de cisalhamento. A TM pode ocorrer tanto pelo abaixamento da temperatura quanto pela aplicação de tensão. A quantidade de martensita formada durante a transformação é independente do tempo. Usualmente, a fase parente ou de alta temperatura (austenita) é cúbica e a fase martensítica possui uma menor simetria (tetragonal, monoclinica, etc). A transformação é mostrada na figura 3.6, de forma esquemática. Quando um material que sofre a TM é resfriado abaixo de uma determinada temperatura crítica, a transformação se inicia, freqüentemente, por um mecanismo de cisalhamento como mostrado na figura.

As martensitas das regiões A e B têm a mesma estrutura cristalina, mas as orientações são diferentes. Essas regiões são denominadas variantes de martensita. Uma vez que a martensita têm simetria mais baixa, várias variantes podem ser formadas de uma mesma fase parente. Se a temperatura for aumentada, a martensita torna-se instável, e a transformação reversa (TR) ocorre com a martensita retornando à fase parente (OTSUKA & WAYMAN, 1998). A TM nas LMF é acompanhada por uma pequena diminuição de volume de aproximadamente 0,5% (HOLTZ *et al.*, 1999).

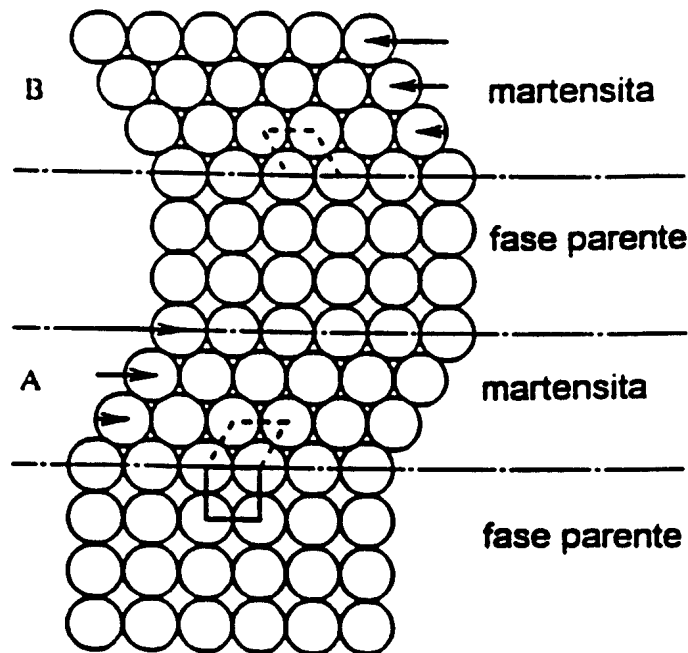


Figura 3.6. - Modelo simplificado bi-dimensional da transformação martensítica (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

As TM são transformações de primeira ordem que ocorrem por um processo de nucleação e crescimento, liberam calor quando a martensita é formada, apresentam uma histerese associada com a transformação e um intervalo de temperatura no qual austenita e martensita co-existem (WAYMAN & DUERIG, 1990).

Embora o assunto ainda seja controverso, parece que no nível da dinâmica de rede, quase todas as TM de primeira ordem têm uma origem comum: elas são conduzidas predominantemente pela diferença de entropia entre as fases austenítica e martensítica. A fase austenítica tem maior entropia vibracional, que contribui significativamente para a entropia do sistema. Por outro lado, a fase martensítica tem entropia vibracional mais baixa. Como resultado, a transformação de um estado de alta entropia (austenita) para um de baixa entropia (martensita) ocorrerá em alguma temperatura, usualmente não muito alta. Segundo o princípio básico da termodinâmica, um estado de baixa entropia é favorecido em baixas temperaturas e um estado de alta entropia é favorecido em altas temperaturas (OTSUKA & REN, 1999).

Cristalograficamente, a transformação de austenita para martensita é freqüentemente dividida em duas partes: a deformação de Bain e as deformações invariantes de rede. A deformação de Bain é a soma de todos os movimentos atômicos necessários para produzir a nova estrutura a partir da antiga. Na figura 3.7, a estrutura completamente austenítica é mostrada em (a); em (b) e (c) tem-se uma estrutura bifásica com a progressão da transformação e em (d) a estrutura é completamente martensítica. Em (c) observa-se que durante o avanço da interface martensita-austenita, cada camada de átomos é deslocada uma distância muito pequena. O resultado final de todos estes pequenos movimentos coordenados é a nova estrutura martensítica, e a distorção necessária para produzir esta nova estrutura é denominada deformação de Bain (WAYMAN & DUERIG, 1990).

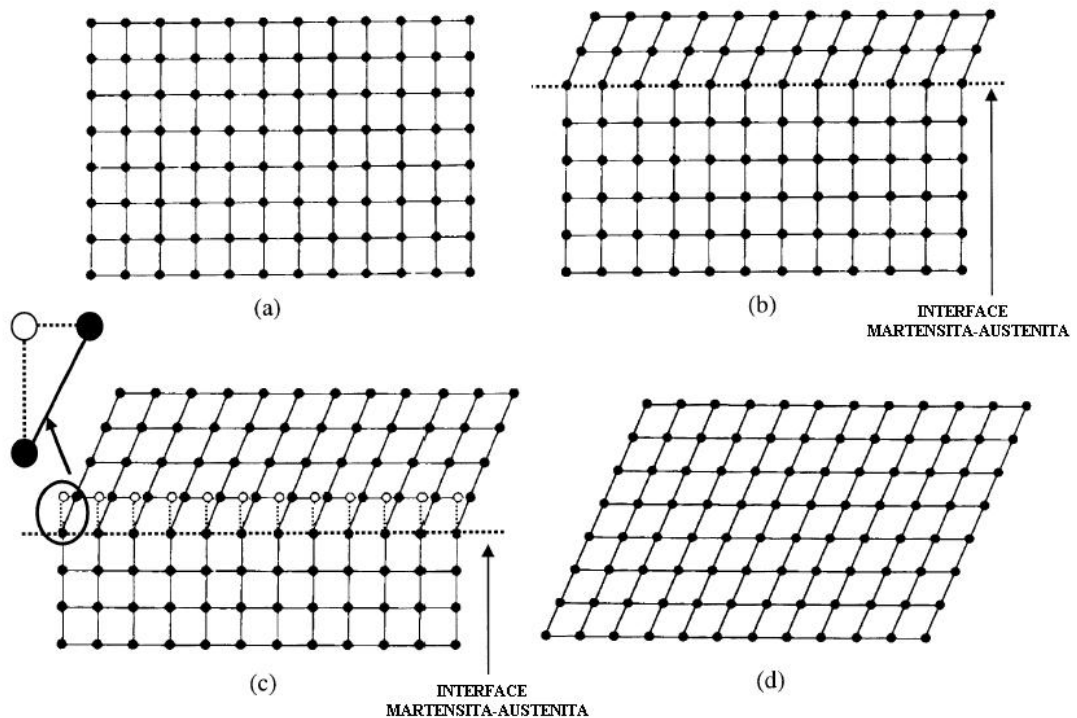


Figura 3.7. - Transformação de austenita para martensítica mostrada em duas dimensões: (a) estrutura totalmente austenítica; (b) e (c) estrutura mista; (d) estrutura totalmente martensítica (WAYMAN & DUERIG, 1990).

Como a TM envolve mudança de forma (deformação de Bain), deformações surgem ao redor da martensita quando esta é formada na fase parente. A acomodação destas deformações é essencialmente importante nos processos de nucleação e crescimento da martensita. Há duas maneiras de se alcançar esta acomodação, conforme mostrado na figura 3.8: por escorregamento (b) ou por maclação (c). Estes mecanismos de acomodação são denominados deformações invariantes de rede, pois não provocam mudança na rede cristalina da martensita. Seus efeitos formam a chamada subestrutura da martensita, caracterizada pela presença de discordâncias no interior das variantes, quando a deformação invariante de rede ocorre por escorregamento, ou por falhas de empilhamento, quando a deformação invariante de rede é produzida por maclação. As imperfeições que constituem a subestrutura da martensita podem ser observadas por microscopia eletrônica de transmissão. Qualquer que seja o mecanismo de acomodação,

a estrutura martensítica é mantida, mas a forma global é aquela original da austenita. O escorregamento, que é um mecanismo de acomodação comum em muitas martensitas, é um processo permanente, pois ocorrem quebras de ligações atômicas. Por outro lado, as ligações atômicas permanecem intactas durante o processo de maclação, que é capaz de acomodar mudanças de forma de um modo reversível. Para que o EMF ocorra, é necessário que a acomodação seja totalmente reversível, portanto, em LMF a maclação é o principal mecanismo de acomodação das deformações geradas na TM (OTSUKA & WAYMAN, 1998; WAYMAN & DUERIG, 1990).

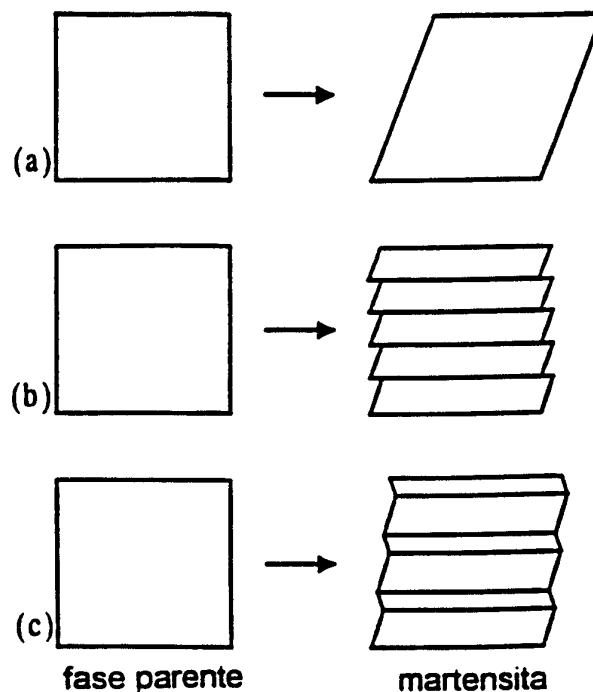


Figura 3.8. – Representação esquemática da deformação invariante de rede requerida na transformação martensítica: (a) mudança de forma na transformação; (b) acomodação de deformações por escorregamento e (c) por maclação (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

No processo de acomodação por maclação são formadas regiões com configurações energeticamente equivalentes e diferentes orientações locais. Tais regiões são denominadas variantes, e são rotações e/ou imagens especulares umas das outras.



Diferentes variantes possuem interseções coerentes entre si, denominadas contornos de macla (figura 3.9). Os contornos de macla caracterizam-se por serem de baixa energia e por moverem-se facilmente com aplicação de tensão. O resultado do movimento dos contornos de macla é a mudança da orientação de uma variante para outra que está mais favoravelmente orientada em relação à direção da tensão aplicada. Este processo de condensação de muitas variantes em uma única favoravelmente orientada é chamado demaclação (figura 3.10) (WAYMAN & DUERIG, 1990; PERKINS, 1981).

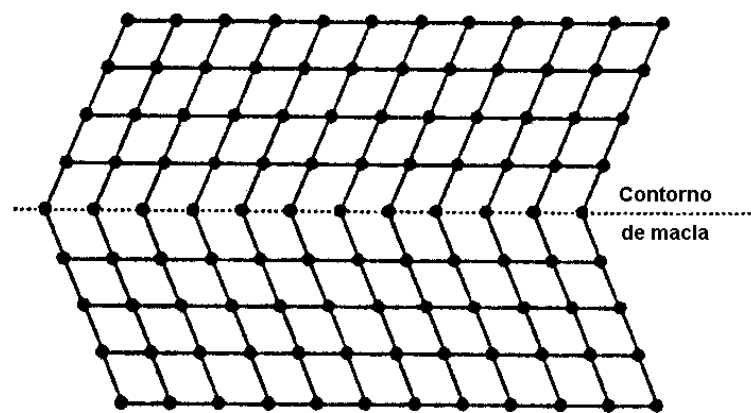


Figura 3.9. – Visão esquemática de um contorno de macla (WAYMAN & DUERIG, 1990).

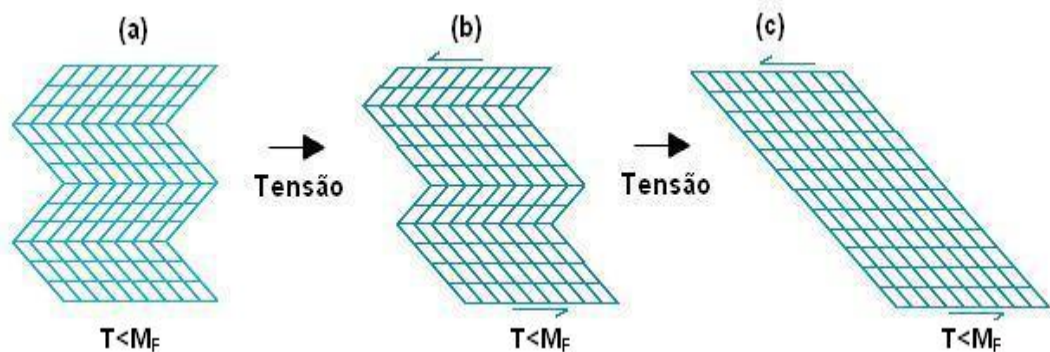


Figura 3.10. – Visão esquemática do processo de demaclação: (a) martensita autoacomodada (multivariante); (b) crescimento de uma variante às custas de outra; (c) martensita demaclada (univariante).

Até o momento foram considerados apenas os contornos entre as maclas dentro de placas individuais de martensita, mas análises cristalográficas têm mostrado que os contornos entre as próprias placas de martensita também se comportam como contornos de macla, ou seja, as placas comportam-se como maclas, em relação às placas adjacentes. Desta forma, o termo contorno de maclas pode se referir tanto aos contornos entre as placas de martensita, como aos contornos dentro das placas (WAYMAN & DUERIG, 1990).

A TM não ocorre em uma temperatura única, mas em um intervalo de temperaturas que varia para cada sistema de ligas. A Figura 3.11 mostra as temperaturas de início e fim da formação da martensita no resfriamento,  $M_S$  e  $M_F$ , e as temperaturas de início e fim da transformação reversa da martensita para a austenita no aquecimento,  $A_S$  e  $A_F$ . Percebe-se que a transformação exibe histerese, pois as curvas de resfriamento e aquecimento não se sobrepõem (HODGSON *et al.*, 1999). A magnitude da histerese depende do tipo de liga, mas valores de 20 a 40°C são típicos nas LMF. A TM induzida por tensão também exibe histerese, com a tensão da transformação direta, no carregamento, sendo maior que a tensão da transformação reversa, no descarregamento (figura 3.12). Microscopicamente, a histerese pode ser pensada como o atrito interno associado ao movimento dos contornos de macla e das interfaces martensita-austenita. Macroscopicamente, a histerese é uma manifestação da energia dissipada no sistema durante o ciclo de TM e TR (ORTÍN & DELAEY, 2002; WAYMAN & DUERIG, 1990).

As temperaturas de transformação são fortemente dependentes da composição química das ligas NiTi. Em muitos casos, uma mudança de 1% na composição química pode alterar as temperaturas de transformação em mais de 100°C. Um aumento do teor de níquel causa uma diminuição das temperaturas de transformação (OTSUKA & REN, 2005).

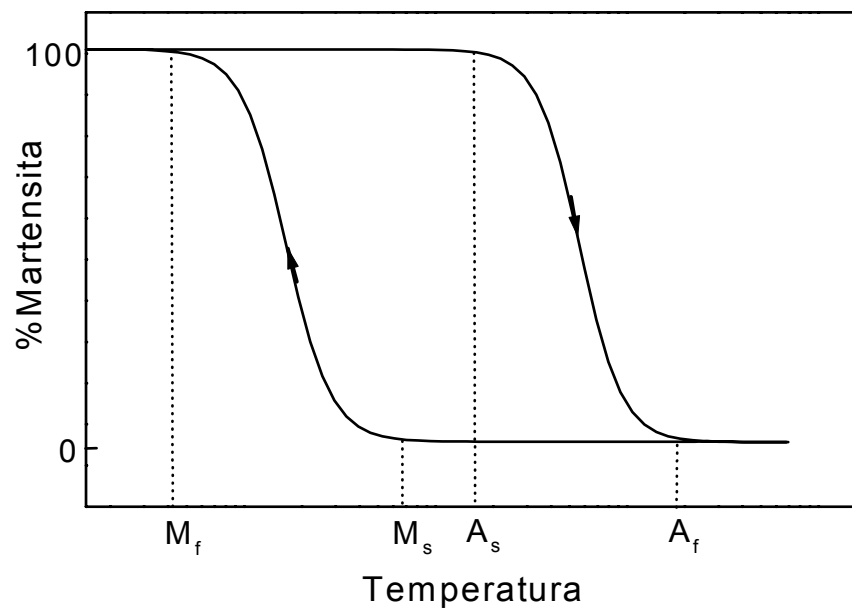


Figura 3.11. - Representação esquemática das transformações martensítica e reversa e suas temperaturas características,  $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$  e  $A_f$  (PERKINS *et al.*, 1975).

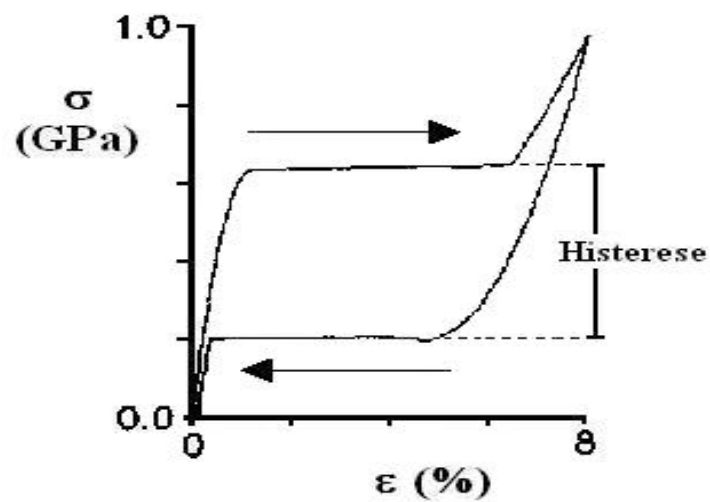


Figura 3.12. - Curva tensão-deformação ilustrando a histerese de tensão de uma liga NiTi superelástica.

Normalmente, durante a TM, a martensita aparece na forma de placas, localizadas sobre planos cristalográficos invariantes, denominados planos de hábito, que são superfícies de separação entre as duas fases. Cada placa formada gera uma pequena distorção, mas quando somadas, as contribuições de todas as placas se cancelam e a forma original do material é mantida, ou seja, ocorre uma auto-acomodação das placas (WAYMAN & DUERIG, 1990).

Durante o processo de auto-acomodação das placas e variantes de martensita, vários tipos de maclas podem ser formados. Estudos sobre a microestrutura martensítica de ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica, não deformadas, realizados através de microscopia eletrônica de transmissão (MET), mostraram a presença de cinco tipos de maclas como resultado da transformação martensítica. São elas, as maclas  $\langle 011 \rangle$  tipo II,  $\{11\bar{1}\}$  tipo I,  $\{011\}$  tipo I, (001) e (100) compostas. Entre estes cinco tipos, as maclas  $\langle 011 \rangle$  tipo II foram as mais freqüentemente observadas no material, sugerindo que este tipo de macla é a principal deformação invariante de rede da TM nas ligas NiTi (NISHIDA *et al.*, 1995). Este fato já havia sido observado em estudos anteriores (MYIAZAKI *et al.*, 1989; MATSUMOTO *et al.*, 1987; KNOWLES & SMITH, 1981).

Outros estudos mais recentes (XIE *et al.*, 1998; LIU *et al.*, 1999-a) realizados em ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica, confirmaram a presença de três tipos de maclas na martensita: maclas  $\langle 011 \rangle$  tipo II,  $\{11\bar{1}\}$  tipo I e (001) compostas. As maclas  $\langle 011 \rangle$  tipo II foram confirmadas como as de maior ocorrência no material e também como a principal deformação invariante de rede da TM nas ligas NiTi (ZHANG & SEHITOGLU, 2004; LIU *et al.*, 1999-b).

Como afirmado anteriormente, a martensita possui uma menor simetria que a austenita. A consequência disto é que há várias maneiras nas quais a martensita pode se formar a partir da austenita, mas há somente uma rota possível para retornar à estrutura austenítica. A transformação martensítica pode ser realizada em 24 diferentes modos, com 24 diferentes planos de hábito, resultando na formação de variantes de martensita com a mesma estrutura cristalina e até 24 orientações diferentes. Usualmente, durante a

TM, duas ou quatro variantes são formadas lado a lado, no intuito de favorecer o processo de auto-acomodação da martensita (OTSUKA & KAKESHITA, 2002; OTSUKA & WAYMAN, 1998; WAYMAN & DUERIG, 1990).

A partir do que foi mencionado anteriormente, torna-se mais fácil compreender o EMF. No resfriamento, a partir da fase austenítica, a martensita é formada, com várias variantes auto-acomodadas, sem que haja mudança de forma macroscópica. Com a aplicação de tensão ocorre o movimento dos contornos de macla (demaclação), com o crescimento das variantes melhor orientadas em relação à tensão aplicada, resultando na deformação por maclação da martensita. Não importando qual seja a orientação da(s) variante(s) de martensita deformada, há somente uma estrutura possível para estas reverterem, e com o aquecimento a reversão para austenita faz com que o material retorne a forma original. Desta forma, a deformação devido ao movimento dos contornos de macla somente pode ser sustentada por uma estrutura martensítica menos simétrica, e quando a estrutura austenítica mais simétrica é retornada, a deformação por maclação desaparece. A figura 3.13 ilustra o EMF de forma esquemática (WAYMAN & DUERIG, 1990).

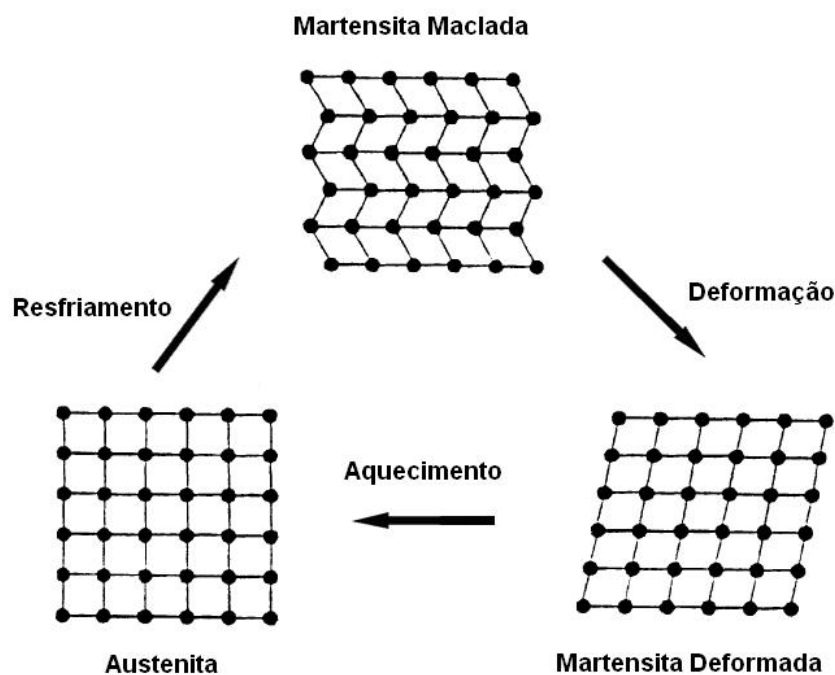


Figura 3.13. – Representação esquemática do efeito memória de forma (YANG, 2000).

Como visto anteriormente, o EMF é térmico e mecânico, ou seja, a martensita é inicialmente formada através do resfriamento e então deformada abaixo da temperatura  $M_F$ . Em seguida é aquecida acima da temperatura  $A_F$ , retornando à estrutura austenítica, e a forma é recuperada. Entretanto agora será considerado o outro tipo de efeito memória de forma, que é independente da temperatura: a superelasticidade.

Durante o resfriamento, na ausência de tensão, a martensita começa a se formar na temperatura  $M_S$ . Entretanto, no mesmo material, a martensita pode de formar em temperaturas acima de  $M_S$  (ou  $A_F$ ) se uma tensão for aplicada. Esta martensita, assim formada, recebe o nome de martensita induzida por tensão (MIT). A força motriz para a transformação agora é mecânica, e não térmica. Acima de  $M_S$  (ou  $A_F$ ), a tensão crítica para a formação de martensita aumenta com o aumento da temperatura, visto que a fase austenítica é mais estável em temperaturas mais altas. Esse aumento ocorre de forma linear (figura 3.14) obedecendo a relação de Clausius-Clapeyron:

$$\frac{d\sigma}{dT} = -\frac{\Delta S}{\varepsilon} = -\frac{\Delta H}{\varepsilon T} \quad (3.1)$$

onde  $\sigma$  é uma tensão uniaxial,  $T$  é a temperatura,  $\varepsilon$  é a deformação de transformação,  $\Delta S$  é a entropia da transformação por unidade de volume e  $\Delta H$  é a entalpia da transformação por unidade de volume. (OTSUKA & WAYMAN, 1998; WAYMAN & DUERIG, 1990).

O aumento da tensão crítica para formação de martensita continua até uma temperatura limite, denominada  $M_D$ , que é a mais alta temperatura na qual ocorrerá a formação de MIT. Acima desta temperatura a tensão crítica para formação de martensita se torna maior que a tensão crítica necessária para promover a deformação permanente da austenita. (WAYMAN & DUERIG, 1990; SHEWMON, 1969). A figura 3.14 ilustra as relações tensão crítica para formação de martensita versus temperatura e tensão crítica para escorregamento da austenita versus temperatura.

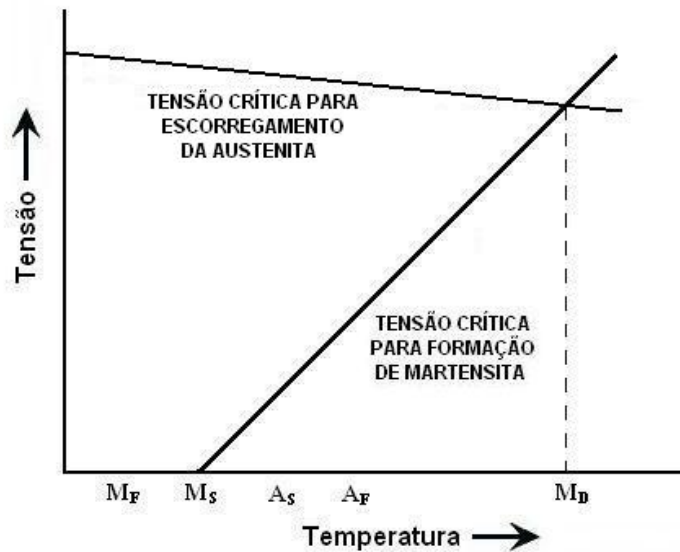


Figura 3.14. - Curvas esquemáticas ilustrando as relações lineares tensão crítica para formação de martensita versus temperatura e tensão crítica para escorregamento da austenita versus temperatura de uma liga NiTi.

A TM induzida por tensão exerce um papel fundamental na ocorrência do efeito superelástico. Quando o material é deformado em uma temperatura acima da  $A_F$  (e abaixo de  $M_D$ ), forma-se MIT, que é estável nesta temperatura somente sob tensão. Com a retirada da carga, a martensita torna-se instável e a transformação reversa para austenita ocorre instantaneamente, com o material retornando à forma original. Na figura 3.15 é mostrada uma representação esquemática do efeito superelástico.

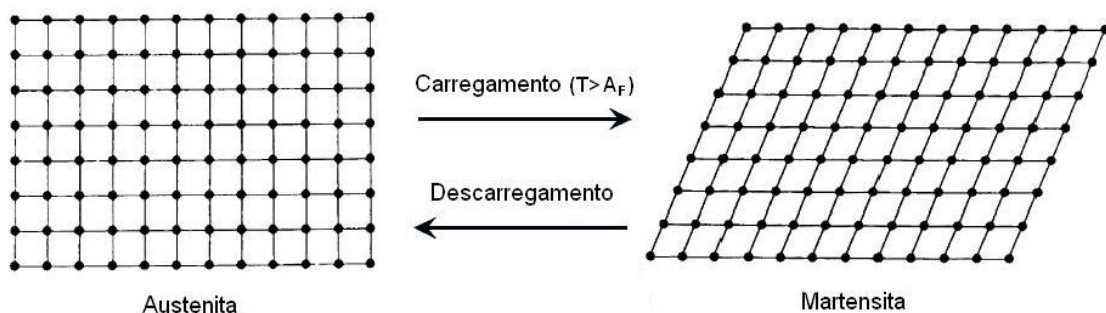


Figura 3.15. - Representação esquemática do efeito superelástico.

Algumas características relacionadas à TM, tanto induzida pelo abaixamento da temperatura como pela aplicação de tensão, merecem atenção: enquanto na martensita formada termicamente todas as variantes nucleiam, crescem e se auto-acomodam dentro da matriz da fase austenítica, na martensita induzida por tensão somente as variantes que melhor acomodam o sistema de tensão aplicado sobrevivem (AIROLDI *et al.*, 1998).

Em suma, o EMF ocorre quando o metal é deformado em uma temperatura abaixo de  $A_S$  (ou  $M_F$ ) e recupera sua forma original ao ser aquecido a uma temperatura acima de  $A_F$ . A SE ocorre quando o metal é deformado em uma temperatura acima de  $A_F$ , onde a martensita é instável na ausência de tensão, e com a retirada da carga a forma original é recuperada. No intervalo de temperaturas entre  $A_S$  e  $A_F$  (ou  $M_S$  e  $M_F$ ) ambos os fenômenos ocorrem parcialmente. Em ambos os casos a deformação pode ser de qualquer tipo, tal como tração, compressão, flexão, etc (OTSUKA & WAYMAN, 1998). A partir do exposto, fica claro que ambos, EMF e SE, ocorrem no mesmo material, dependendo somente da temperatura de teste.

Nas ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica, a TM ocorre a partir de uma fase parente  $\beta$ , com estrutura cúbica de corpo centrado ordenada B2 (austenita), para uma fase menos simétrica com estrutura monoclinica B19' (martensita). Frequentemente, a transformação também pode ocorrer em duas etapas, da fase  $\beta$  para uma fase trigonal (chamada fase R) e então para a fase B19'. A transformação B2→R também é uma TM e a transformação R→B19' é uma transformação martensita-martensita (OTSUKA & REN, 1999; SABURI, 1998). A figura 3.16 mostra, de forma esquemática, células unitárias das estruturas cristalinas das fases austenita, R e martensita.



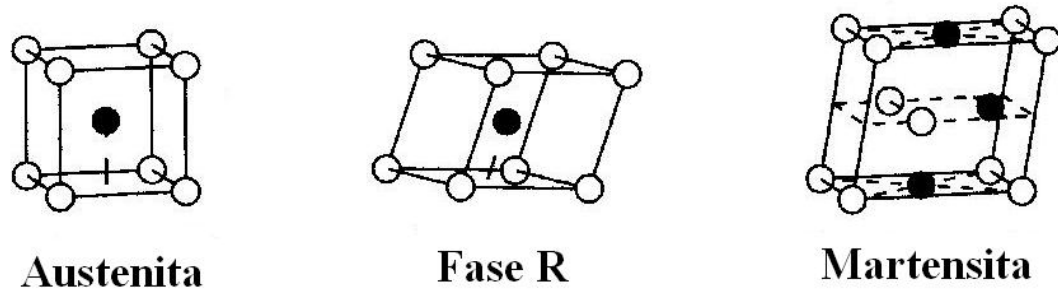


Figura 3.16. - Representação esquemática da estrutura cristalina das fases austenita, R e martensita (SHAW, 2000).

A presença da fase R nas ligas NiTi está relacionada à composição química das mesmas (sendo favorecida pela adição de ferro ou alumínio) ou aos campos de tensão gerados na liga binária pela introdução de deslocamentos ou por precipitados coerentes (STRÓŽ, 2002)

A transformação  $B2 \rightarrow R$  nas ligas NiTi tem atraído muita atenção e sido alvo de muitas pesquisas devido a sua histerese muito pequena (aproximadamente  $1,5^\circ\text{C}$ ), que favorece a utilização do material em aplicações como atuadores térmicos (OTSUKA, 1990). A fase R pode ser induzida tanto pelo resfriamento como pela aplicação de tensão. A transformação ocorre por um processo de nucleação e crescimento, de um modo heterogêneo. A nucleação ocorre preferencialmente nos locais com concentração de tensões, tais como deslocamentos e interfaces matriz-inclusão. No resfriamento a transformação tem início na temperatura  $R_S$  e término na temperatura  $R_F$ . No intervalo de temperaturas entre  $R_S$  e  $R_F$  as fases R e austenítica coexistem. Assim como a transformação  $B2 \rightarrow B19'$ , a transformação  $B2 \rightarrow R$  também é uma transformação de primeira ordem (TAMIYA *et al.*, 1998; FUKUDA *et al.*, 1992).

Em alguns casos excepcionais a transição martensítica pode ocorrer em multi-etapas (BATAILLARD & GOTTHARDT, 1995). Alguns tratamentos de envelhecimento, que serão abordados posteriormente, podem provocar este comportamento. Um estudo recente realizado por WANG *et al.* (2005-a), mostrou que TM incompletas, interrompidas durante o resfriamento, em temperaturas entre  $M_S$  e  $M_F$ , também podem induzir o aparecimento das TM em multi-etapas. No entanto, estes resultados foram observados apenas em ligas NiTi que apresentavam a transformação da fase R, não sendo observada nenhuma mudança em ligas que apresentavam a transformação martensítica convencional.

Estudos sobre a TM induzida termicamente, em fios de NiTi, realizados por CREVOISERAT *et al.* (1999), utilizando o método de ressonância magnética nuclear, apresentaram alguns resultados interessantes. De acordo com esses resultados, a transformação foi caracterizada por uma rápida nucleação inicial de martensita seguida por um crescimento mais lento da mesma. Observou-se que aproximadamente 5,0% da fase austenítica permaneceu sem transformar-se em martensita, mesmo em temperaturas muito baixas (aproximadamente  $124^\circ\text{C}$  abaixo de  $M_F$ ). Ao contrário da fase austenítica, a fase R foi completamente transformada em martensita.

As TM podem ser classificadas em duas categorias: termoelástica e não-termoelástica. As TM termoelásticas caracterizam-se por apresentarem uma força motriz para a transformação direta/reversa muito pequena, evidenciada por uma pequena histerese de temperatura. As interfaces entre as fases austenítica e martensítica apresentam grande mobilidade durante o resfriamento e aquecimento, e a transformação é cristalograficamente reversível, de forma que a martensita reverte para a fase austenítica com a mesma orientação original. Por outro lado, as transformações não-termoelásticas caracterizam-se por apresentarem uma força motriz muito grande, que é evidenciada pela grande histerese de temperatura. As interfaces entre as fases austenítica e martensítica são imóveis, uma vez que a martensita cresce rapidamente até um determinado tamanho crítico, e a transformação reversa ocorre por renucleação da fase parente, e desta forma a transformação não é cristalograficamente reversível. Tanto o

EMF quanto a SE são fenômenos relacionados à transformação martensítica termoelástica (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

No caso de ocorrência do EMF somente a forma da fase parente ou de alta temperatura (austenita) é recordada. Entretanto, é possível recordar a forma da fase de baixa temperatura (martensita) sob certas condições. Na Figura 3.17, quando a tensão aplicada é pequena, a amostra retorna completamente à forma original através do EMF (a-c). Por sua vez, quando a tensão aplicada é muito alta (d), ocorre alguma quantidade de deformação irreversível, e a amostra não retorna à forma original, mesmo após ser aquecida acima da temperatura de recuperação da forma [compare (c) e (e)]. Entretanto no próximo ciclo de resfriamento, a amostra alonga-se automaticamente, como mostrado em (f). Desta forma, se o aquecimento e resfriamento são repetidos, a amostra muda sua forma entre (g) e (f), respectivamente. A amostra recorda agora a forma de (f) no estado martensítico. Este fenômeno é conhecido como Efeito Memória de Forma Reversível (EMFR). A razão para ocorrência deste fenômeno é que sob a severa deformação imposta em (d), deslocamentos são introduzidas a fim de estabilizarem a configuração das martensitas. Estas deslocamentos permanecem mesmo após a liga retornar à fase austenítica com o aquecimento. São gerados campos de tensões ao redor delas, campos estes que induzem a formação preferencial de algumas variantes específicas no resfriamento. (OTSUKA & WAYMAN, 1998). Existem diversos tratamentos termomecânicos utilizados para produzirem o EMFR, alguns dos quais serão apresentados posteriormente.

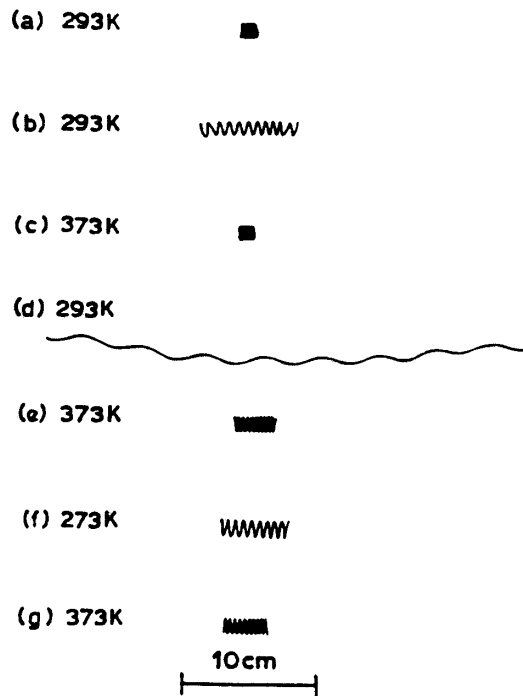


Figura 3.17. – Demonstração do efeito memória de forma (a-c) e do efeito memória de forma reversível (d-g) em uma liga Ti 50%Ni (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

### 3.2.1.2. Métodos de caracterização da transformação martensítica

Segundo HODGSON *et al.* (1999) existem vários métodos de caracterização da TM em LMF, dos quais destacam-se quatro mais importantes.

O método mais utilizado é a calorimetria exploratória diferencial, DSC (*Differential Scanning Calorimetry*). Esta técnica mede o calor absorvido ou liberado de uma pequena amostra que é aquecida e resfriada ao longo do intervalo de temperaturas de transformação. Os vales endotérmicos e picos exotérmicos fornecem as temperaturas de início e fim de transformação durante o aquecimento e resfriamento.

A figura 3.18 mostra curvas de DSC de uma liga NiTi de composição aproximadamente equiatômica. A curva inferior mostra o aquecimento do material de aproximadamente -30 a 75°C. Em baixas temperaturas o material está no estado martensítico com estrutura monoclinica B19'. O vale na temperatura de aproximadamente 45°C corresponde a uma transição endotérmica da fase martensítica para uma fase austenítica com estrutura cúbica de corpo centrado ordenada B2. A área sobre este vale representa o calor latente de transformação e as linhas construídas indicam os valores idealizados das temperaturas de início ( $A_S$ ) e fim ( $A_F$ ) da transição. Para temperaturas dentro deste intervalo as duas fases coexistem. A curva superior mostra o resfriamento do material de aproximadamente 75 a -30°C. Este começa no estado austenítico e termina no martensítico, apresentando uma fase intermediária com estrutura trigonal (fase R). Ambas as transições são exotérmicas como mostrado pelos dois picos na curva.

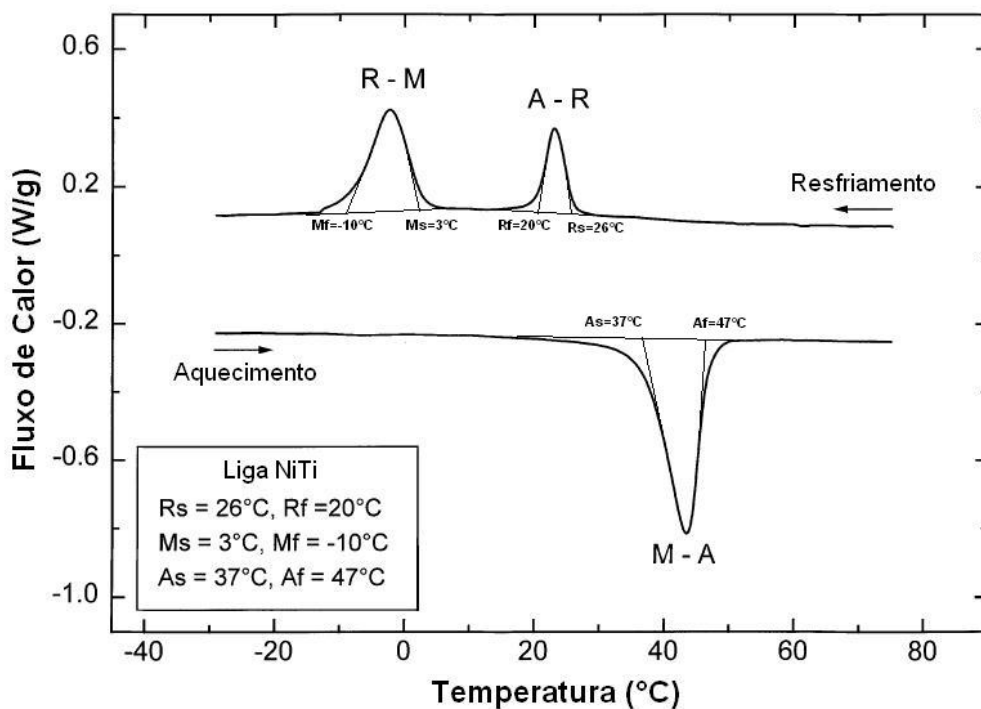


Figura 3.18. – Curvas DSC de uma liga NiTi de composição aproximadamente equiatômica.

Um segundo método freqüentemente usado é a medida da resistividade elétrica de uma amostra durante o resfriamento e aquecimento da mesma. As amostras exibem mudanças e picos na resistividade ao longo do intervalo de temperaturas de transformação. No entanto, a correlação entre as mudanças na resistividade e as mudanças de fase e propriedades mecânicas é, muitas vezes, complexa.

Outro método direto consiste em submeter o material a uma tensão constante, e realizar o ciclo de resfriamento/aquecimento ao longo do intervalo de temperaturas de transformação. Os resultados são obtidos a partir das deformações que ocorrem durante a transformação em ambas direções, direta e reversa.

Finalmente tem-se um outro método que consiste em se realizar vários testes de tração padronizados, em várias temperaturas ao longo do intervalo de temperaturas de transformação, e através das mudanças nas propriedades mecânicas, os valores das temperaturas de transformação podem ser determinados por interpolação.

### **3.2.1.3. O Sistema NiTi**

O diagrama de fases é a base para a compreensão de todos os tipos de transformações de fase, incluindo as martensíticas. É também de vital importância no controle da microestrutura da liga, pelo qual as propriedades físicas e mecânicas da mesma podem ser melhoradas. Na figura 3.19 têm-se o diagrama de equilíbrio de fases do sistema NiTi, onde se observa a região de estabilidade da fase  $\beta$ , designada TiNi, bem como os compostos intermetálicos. Embora neste diagrama de fases, abaixo de 600°C a região da fase  $\beta$  não seja especificamente mostrada, é geralmente aceito que a região de  $\beta$  está compreendida entre 50,0 e 50,5% de Ni em porcentagem atômica (OTSUKA & REN, 1999; SABURI, 1998).

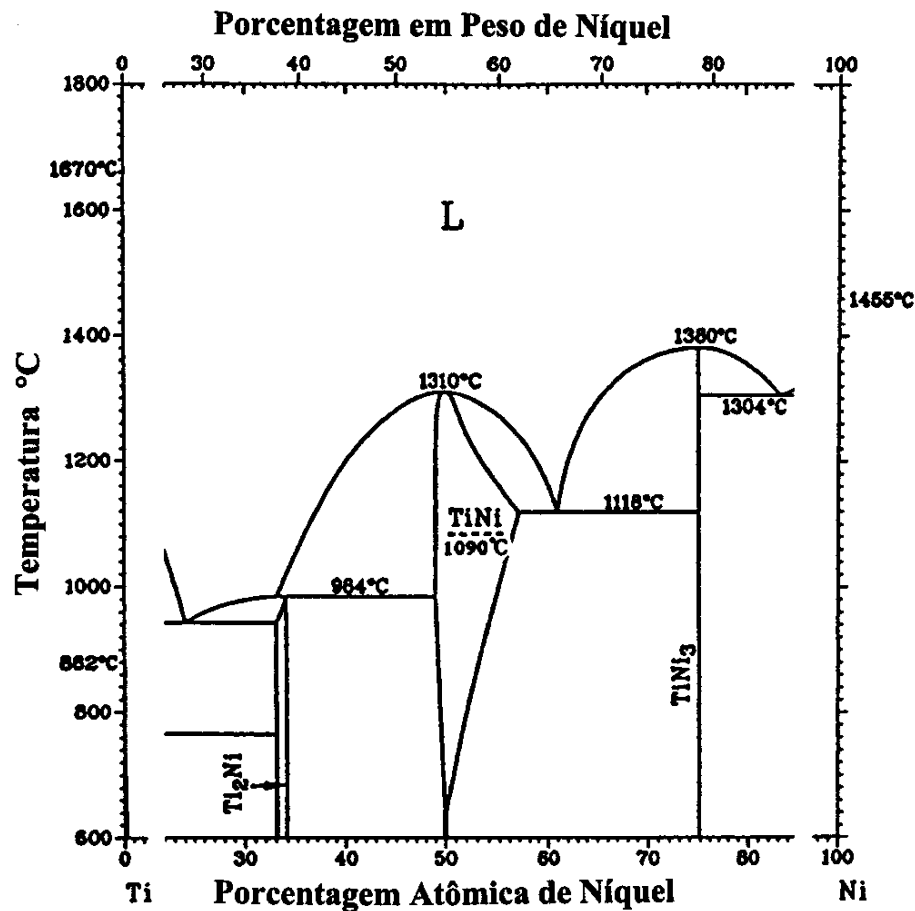


Figura 3.19. – Diagrama de equilíbrio de fases do sistema NiTi (MASSALSKI *et al.*, 1995).

Em uma condição de resfriamento lento a partir de altas temperaturas, ligas NiTi com mais de 50,5 % de Ni em porcentagem atômica se decompõe formando TiNi<sub>3</sub> em coexistência com a matriz. A formação de TiNi<sub>3</sub>, que é uma fase de equilíbrio, é comumente precedida pela formação de fases metaestáveis Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> e Ti<sub>2</sub>Ni<sub>3</sub>. O diagrama tempo-temperatura-transformação (figura 3.20) exemplifica o processo de decomposição, de acordo com o seguinte esquema:

(a) envelhecimento em temperaturas abaixo de 680°C



(b) envelhecimento em temperaturas entre 680 e 750°C



(c) envelhecimento em temperaturas entre 750 e 800°C



Em qualquer dos intervalos de temperatura, respeitados os tempos de envelhecimento necessários, o produto final da decomposição é uma mistura de NiTi e TiNi<sub>3</sub> (SABURI,1998). Em temperaturas acima de 627°C ocorre a decomposição dos precipitados Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> em Ti<sub>2</sub>Ni<sub>3</sub> e TiNi<sub>3</sub>, que podem ser encontrados juntamente com a matriz de fase β (SOMSEN *et al.*, 1999).

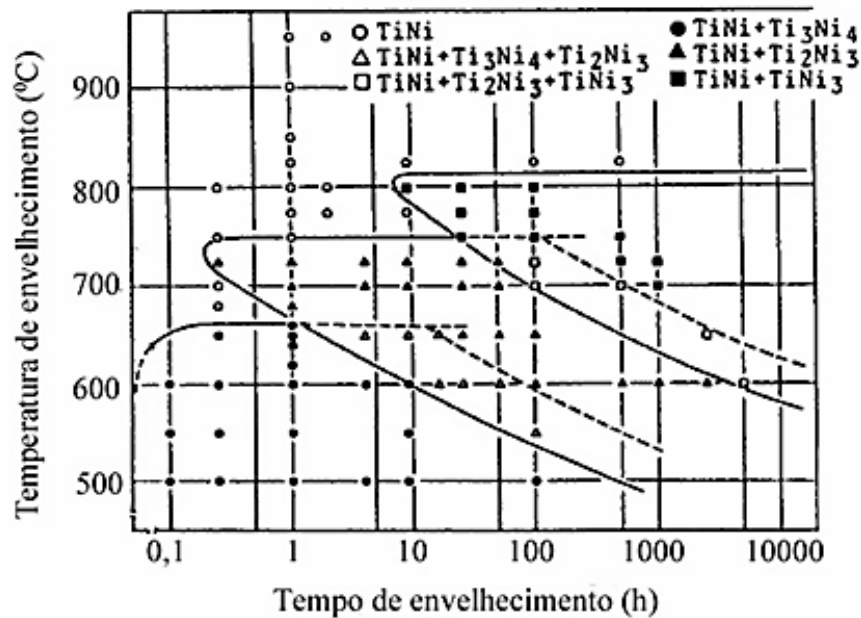


Figura 3.20. – Diagrama tempo-temperatura-transformação de uma liga Ti-52at%Ni (NISHIDA *et al.*, 1986).

Os precipitados Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> se formam nos estágios iniciais do envelhecimento em baixas temperaturas, na forma de partículas muito pequenas e finas, coerentes com a matriz (NISHIDA *et al.*, 1986). Por serem muito pequenos (da ordem de algumas dezenas de nanômetros), estes precipitados não são resolvidos através de MEV, sendo necessária MET para a identificação dos mesmos. Estas partículas causam uma distorção no reticulado da fase β, originando campos de tensão ao redor delas. A figura 3.21 ilustra



esta situação. Estes campos de tensão favorecem a ocorrência do EMFR. Também é observado um endurecimento por precipitação da matriz de fase  $\beta$ , o que promove uma melhoria das características do EMF (TIRRY & SCHRYVERS, 2004 e 2005; SABURI, 1998; NISHIDA & HONMA, 1984). Por outro lado, endurecimento por precipitação através dos precipitados  $Ti_2Ni$  não pode ser usado em ligas ricas em titânio, devido ao limite de solubilidade ser quase vertical no lado rico em titânio do diagrama de fases (figura 3.19). Somente em filmes depositados, nos quais a fase parente  $\beta$  é produzida através de um estado amorfo, seguido por cristalização, o endurecimento por precipitação por  $Ti_2Ni$  pode ser utilizado, visto que qualquer quantidade de titânio pode ser solúvel no estado amorfo (MIYAZAKI & ISHIDA, 1999).

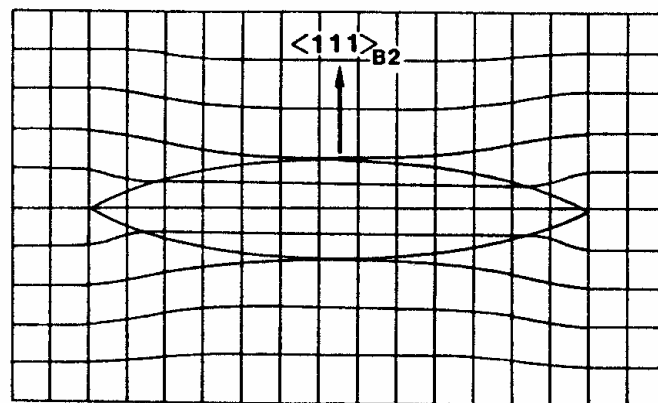


Figura 3.21. – Distorção do reticulado da fase  $\beta$ , devido a presença do precipitado  $Ti_3Ni_4$  (SABURI, 1998).

Os precipitados  $Ti_3Ni_4$  possuem estrutura romboédrica e são conhecidos por promoverem melhorias nas características de memória de forma e superelasticidade das ligas NiTi. Eles também afetam as características da transformação martensítica, podendo atuar como centros de nucleação para formação da fase R, o que é muito útil em aplicações como atuadores térmicos, devido à pequena histerese de temperatura desta transformação. Este comportamento é explicado pelo fato dos precipitados coerentes induzirem o aparecimento de campos de tensões/deformações na matriz

circundante (FILIP & MAZANEC, 2001; REN *et al.*, 2001; OTSUKA & REN, 1999). No estudo realizado por TIRRY & SCHRYVERS (2005) observou-se que as deformações máximas geradas pelos precipitados coerentes não se localizavam nas interfaces dos mesmos com a matriz, mas a uma certa distância, que aumenta com o tamanho do precipitado até um certo limite, onde os precipitados muito grandes (300nm) perdem a coerência com a matriz e os campos de tensões/deformações são parcialmente relaxados pela introdução de deslocações na interface, embora estas possam ainda atuar como centros de nucleação da fase R.

Os processos de precipitação durante o envelhecimento em baixas temperaturas são fortemente influenciados pela presença de tensões internas (defeitos) e externas, no estágio de nucleação. A nucleação heterogênea ocorre durante o envelhecimento livre de tensões, com os precipitados localizando-se principalmente ao redor dos contornos de grão e das grandes partículas de óxido ( $Ti_4Ni_2O$ ) geradas durante a fabricação do material, e comumente observadas nas ligas NiTi (SCHMAHL *et al.*, 2004; SABURI, 1998). Grandes regiões livres de precipitados são encontradas no interior dos grãos. Por outro lado, tensões da ordem de 2MPa já são suficientes para mudar completamente a precipitação, durante o envelhecimento, de heterogênea para homogênea, com os precipitados localizando-se de forma homogênea ao longo da matriz de fase  $\beta$  (KHALIL-ALLAFI *et al.*, 2004; KHALIL-ALLAFI *et al.*, 2002; FILIP & MAZANEC, 2001). A precipitação também afeta o teor de níquel da matriz do material: quanto maior a fração volumétrica de  $Ti_3Ni_4$ , menor o teor de níquel na matriz (YANG *et al.*, 2005; HORNBOGEN *et al.*, 2001).

Os processos de precipitação heterogênea podem provocar mudanças no comportamento da transformação martensítica, com o surgimento da chamada transição martensítica em multi-etapas (BATAILLARD & GOTTHARDT, 1995). Dependendo do tempo e temperatura do envelhecimento, podem ocorrer duas ou três etapas na transformação martensítica e duas etapas na transformação reversa. (DELGADILLO-HOLTFORT *et al.*, 2004; KHALIL-ALLAFI *et al.*, 2004; KHALIL-ALLAFI *et al.*, 2002). Nas curvas DSC da figura 3.22 essas transições multi-etapas nas transformações martensítica (a) e reversa (b) são ilustradas, para uma liga NiTi com 50,7% de Ni em

porcentagem atômica, submetida a um tratamento de envelhecimento a 500°C, durante dez horas.

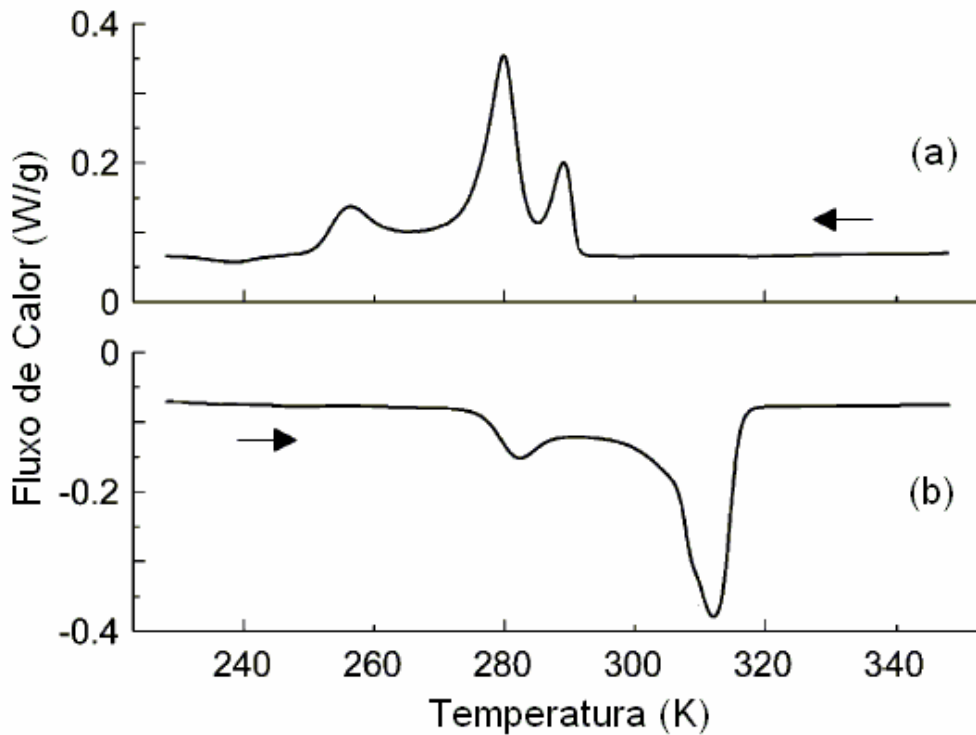


Figura 3.22. – Curvas DSC, de uma liga NiTi envelhecida a 500°C durante dez horas, ilustrando a transformação martensítica em três etapas (a) e a transformação reversa em duas etapas (b) (KHALIL-ALLAFI *et al.*, 2002).

De acordo com KHALIL-ALLAFI *et al.* (2002), no resfriamento a partir da fase austenítica B2 (figura 3.22-a), o primeiro pico corresponde à formação de fase R nas regiões contendo precipitados, o segundo pico corresponde à formação de martensita B19' nas regiões contendo precipitados e o terceiro pico corresponde à formação de martensita B19' nas regiões livres de precipitados. No aquecimento a partir da fase martensítica B19' (figura 3.22-b), o primeiro pico corresponde à formação de austenita B2 nas regiões livre de precipitados e o segundo pico corresponde à formação de austenita B2 nas regiões contendo precipitados.

Visando esclarecer o mecanismo básico que controla as transformações martensíticas em multi-etapas em ligas NiTi submetidas a tratamentos de envelhecimento, FAN *et al.* (2004) realizaram um estudo em monocristais de Ti-50,6%at. de Ni e Ti-51,7%at. de Ni e em seus correspondentes ‘policristais artificiais’ (que foram preparados a partir dos monocristais de mesma composição). Os resultados obtidos são apresentados a seguir.

Todos os monocristais envelhecidos exibiram transformações martensíticas normais em duas etapas,  $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$ , independente do teor de níquel da liga. Isto sugeriu que as tensões locais ou as heterogeneidades de composição ao redor dos precipitados  $Ti_3Ni_4$  não são responsáveis pelo aparecimento da transformação em multi-etapas.

Por outro lado, os policristais artificiais com baixo teor de níquel (50,6%at. de Ni), exibiram transformações em três etapas, o que não aconteceu com os policristais com alto teor de níquel (51,7%at. de Ni), que exibiram transformações normais em duas etapas. Estes resultados indicaram que os contornos de grão introduzidos foram responsáveis pela transformação em três etapas, mas eles não foram uma condição exclusiva para a ocorrência da mesma.

A explicação para os resultados obtidos baseia-se no fato de que a transformação em multi-etapas ocorre devido à precipitação preferencial de  $Ti_3Ni_4$  próximo aos contornos de grão. Esta precipitação gera uma grande heterogeneidade na microestrutura e na composição química entre o contorno e o interior do grão. As regiões dos contornos de grão exibem a transformação em duas etapas,  $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$ , enquanto o interior do grão, livre de precipitados, exibe a transformação em uma única etapa. Desta forma, ocorrem no total três etapas de transformação.

Nas ligas policristalinas com alto teor de níquel, a supersaturação do mesmo na matriz fornece uma grande força motriz para a precipitação de  $Ti_3Ni_4$  durante o envelhecimento, tornando esta precipitação menos sensível a presença dos contornos de grão. Desta forma a precipitação ocorre de forma relativamente homogênea, e conseqüentemente a transformação acontece em duas etapas, da mesma forma que nos monocristais. Ao contrário, nas ligas policristalinas com baixo teor de níquel, a

precipitação ocorre de forma heterogênea, próximo aos contornos de grão, fazendo com que as mesmas exibam a transformação em três etapas.

### 3.3. Comportamento Termomecânico das ligas NiTi

#### 3.3.1. Deformação das ligas NiTi

Os modos de deformação dos materiais que exibem TM termoelásticas são fortemente dependentes da relação entre a temperatura de deformação ( $T_d$ ) e as temperaturas de transformação. Basicamente, quatro regimes de temperatura podem ser destacados (MIYAZAKI *et al.*, 1981; MELTON & MERCIER, 1979):

1.  $T_d < M_F$  – Neste caso têm-se uma estrutura martensítica maclada, composta de várias variantes com orientações diferentes. A deformação consiste no movimento dos contornos entre as placas e maclas de martensita (demaclação), resultando na reorientação da martensita, com o crescimento de uma variante melhor orientada em relação à tensão aplicada, às custas de outra adjacente, orientada desfavoravelmente.
2.  $M_S < T_d < A_S$  – Encontrando-se o material no estado austenítico, no carregamento ocorre formação de MIT, que, por ser estável neste intervalo de temperaturas, permanece após a retirada da carga.
3.  $A_F < T_d < M_D$  – Neste caso a deformação ocorre através da formação de MIT, que, com a retirada da carga, torna-se instável e retorna à fase austenítica.
4.  $T_d > M_D$  – Nesta faixa de temperaturas ocorre deformação plástica da austenita antes que haja formação de MIT. A tensão crítica para formação de martensita torna-se maior que a tensão necessária para promover a deformação plástica pelo movimento de deslocamentos.

Caso a deformação ocorra em uma temperatura  $M_F < T_d < M_S$ , o comportamento do material será uma mistura dos regimes 1 e 2.

As figuras 3.23 a 3.26 ilustram o comportamento mecânico de ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica em três estados iniciais diferentes: austenítico, martensítico, fase R e austenítico acima da temperatura  $M_D$ .

A figura 3.23 mostra uma curva tensão–deformação de uma liga NiTi ensaiada sob tração em uma temperatura superior a  $A_F$  e inferior a  $M_D$ , ou seja, no estado austenítico, e conseqüentemente apresentando comportamento superelástico. Inicialmente a tensão causa somente deformação elástica na austenita (o-a). Em um determinado nível crítico de tensão, denominado tensão crítica para formação de martensita (ponto a), a austenita torna-se instável e martensita induzida por tensão começa a nuclear. Se o teste é realizado com controle de deslocamento, as variantes de martensita crescem sob tensão constante (plano a-b). No ponto b, quase toda austenita foi transformada em martensita. A retirada da carga neste ponto resulta inicialmente em um descarregamento elástico da martensita. Similar à instabilidade da austenita no carregamento, a martensita torna-se instável quando a tensão cai abaixo de um determinado nível crítico, denominado tensão crítica da transformação reversa (ponto b'), e começa a reverter para austenita. Sob descarregamento com controle de deslocamento, a transformação reversa ocorre sob tensão constante (plano b'-a'). No ponto a' toda a martensita reverteu para a fase austenítica e um posterior descarregamento segue o caminho do carregamento inicial. Esta parte da curva ilustra o comportamento superelástico da liga, em que o material foi deformado aproximadamente 6% e retornou à forma original após a retirada da carga.

Além do ponto b um aumento na deformação requer um aumento na tensão. No intervalo b-c tem-se deformação elástica da martensita juntamente com a transformação da austenita residual em martensita. Do ponto c em diante têm-se deformação permanente da martensita até o ponto d, onde a carga é retirada (d-e) e se observa uma deformação residual de mais de 6% (ponto e) (SHAW & KYRIAKIDES, 1995).

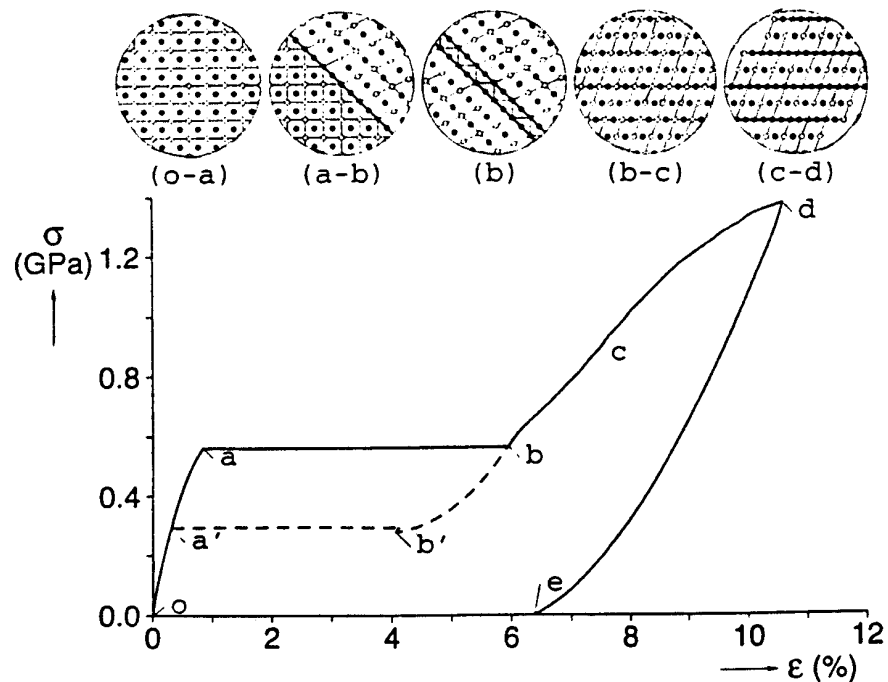


Figura 3.23. – Curva tensão-deformação de uma liga NiTi de composição aproximadamente equiatômica no estado inicial austenítico (SHAW & KYRIAKIDES, 1995)

Na figura 3.24 a liga encontra-se no estado martensítico com as variantes autoacomodadas. Quando a tensão é aplicada, ocorre o crescimento das variantes mais favoravelmente orientadas em detrimento de outras (o-b). Este processo continua até o ponto d onde se tem uma variante única. A retirada da carga em qualquer ponto dentro do intervalo o-d, por exemplo, no ponto c, resulta inicialmente em descarregamento elástico da martensita (c-c'). Têm-se a impressão que a martensita sofreu deformação permanente (o-c'), no entanto esta deformação é aparente e pode ser recuperada através de um aquecimento acima da temperatura de transformação  $A_F$ . Esta recuperação demonstra o EMF. Do ponto d em diante, um aumento da tensão provocará deformação permanente da martensita até o ponto e, onde ocorre a retirada da carga (e-f) (SHAW & KYRIAKIDES, 1995).

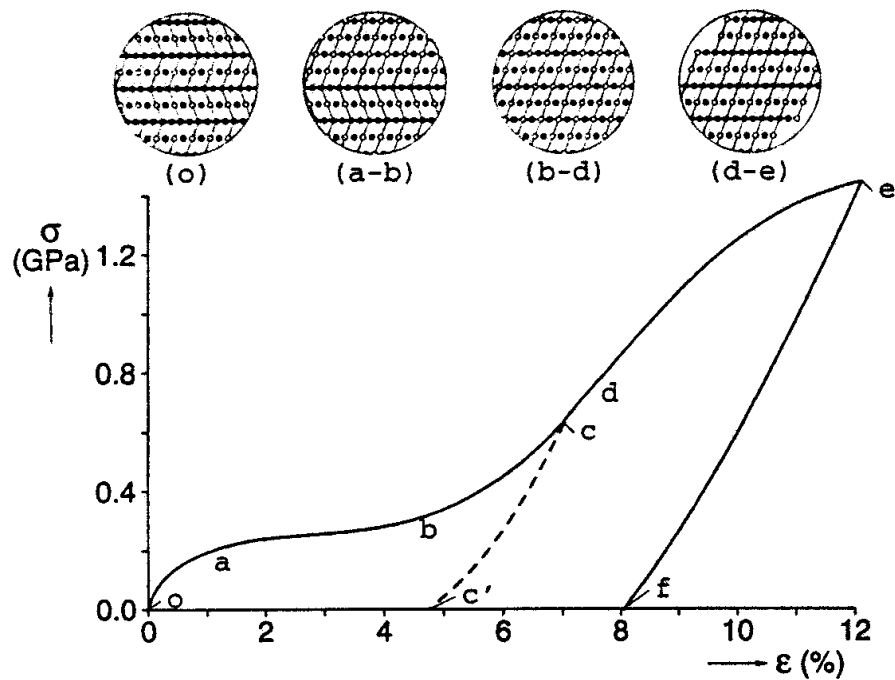


Figura 3.24. – Curva tensão-deformação de uma liga NiTi de composição aproximadamente equiatômica no estado inicial martensítico (SHAW & KYRIAKIDES, 1995)

Na figura 3.25 a liga encontra-se inicialmente no estado da fase R. Algumas diferenças podem ser observadas entre este comportamento e o da martensita na figura 3.24. A fase R possui o seu próprio grupo de variantes, que com a tensão aplicada se tornará uma variante única (o-a). A quantidade de deformação que pode ser acomodada através do crescimento de variantes da fase R é significativamente menor que o da martensita. Desta forma, uma continuação da deformação além do ponto a transforma a variante única da fase R em martensita. Os eventos que ocorrem a seguir, tanto durante o carregamento como durante o descarregamento da carga, são muito parecidos com aqueles descritos para a figura 3.24.



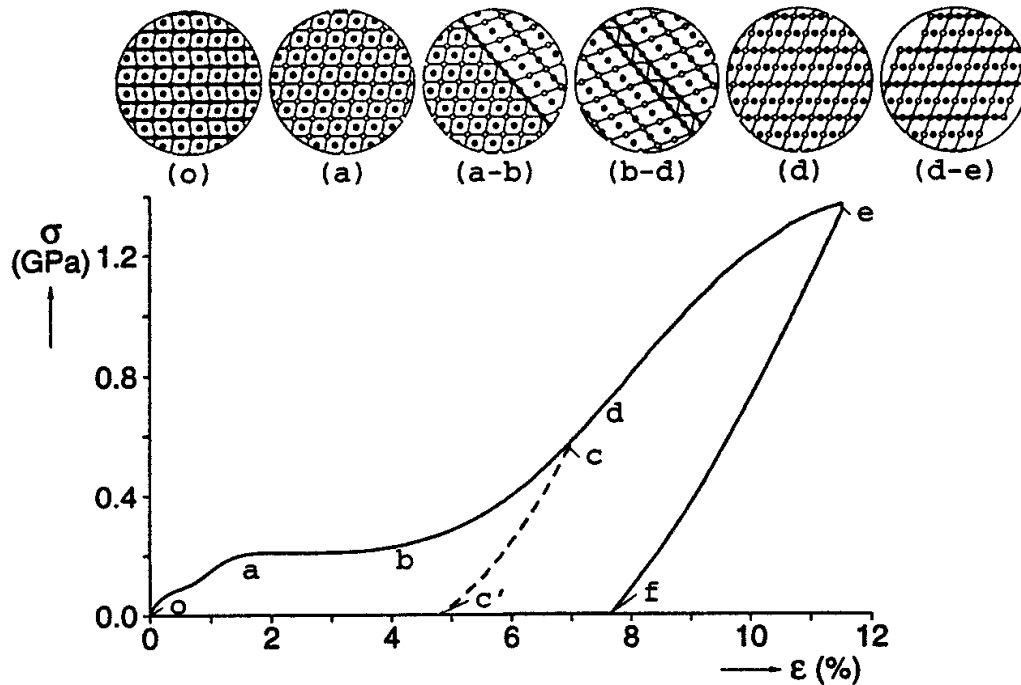


Figura 3.25. – Curva tensão-deformação de uma liga NiTi de composição aproximadamente equiatômica no estado inicial da fase R (SHAW & KYRIAKIDES, 1995)

A figura 3.26 ilustra o comportamento mecânico da liga sendo deformada no estado austenítico, em uma temperatura acima de  $M_D$ . Neste caso não há formação de martensita induzida por tensão durante o carregamento, e a curva assemelha-se à dos metais convencionais, ou seja, inicialmente, tem-se deformação elástica da austenita, seguida por deformação plástica da mesma.

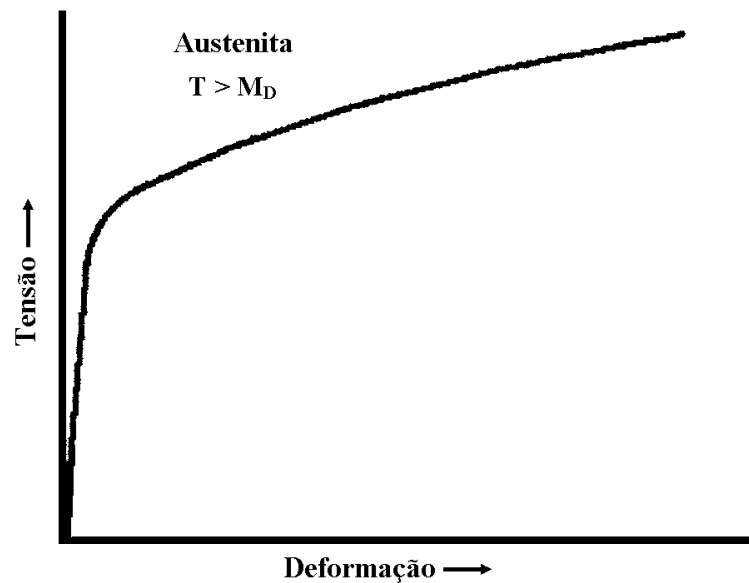


Figura 3.26. – Curva tensão-deformação de uma liga NiTi deformada no estado austenítico acima da temperatura  $M_D$ .

As curvas tensão-deformação das ligas NiTi exibem 4 etapas distintas, que podem ser visualizadas na figura 3.27. A etapa I corresponde à deformação elástica da estrutura inicial. A deformação elástica é seguida por um patamar de tensão (etapa II), onde a deformação ocorre de forma localizada (heterogênea), com comportamento parecido com as deformações de Lüders. O mecanismo de deformação na etapa II pode ser via reorientação da martensita ou via TM induzida por tensão, dependendo da estrutura inicial do material. O fim do patamar de tensão não significa o fim da TM induzida por tensão ou da reorientação da martensita. Austenita residual ou martensita retida não orientada ainda existem, após a deformação, no fim do patamar de tensão. Isto implica que o patamar de tensão é simplesmente uma manifestação da deformação localizada, ao invés de representar um processo exclusivo de transformação ou reorientação de martensita. Entretanto, uma explicação para a mudança nas características da curva tensão-deformação, de deformação localizada na etapa II para deformação homogênea na etapa III, apesar da continuação do mecanismo de deformação, ainda precisa ser estabelecida.

A deformação homogênea não linear na etapa III consiste de TM induzida por tensão da austenita residual, seguida pela demaciação complementar da MIT nas etapas II e III, ou reorientação da martensita retida, dependendo da estrutura inicial do material. Também ocorre deformação elástica e até mesmo uma pequena quantidade de deformação plástica interna. Uma estrutura martensítica completamente orientada é obtida nesta etapa.

Na etapa IV tem-se deformação plástica homogênea não linear da martensita orientada. No caso da deformação ocorrer em temperaturas acima de  $M_D$ , a deformação plástica da austenita também é considerada pertencente à etapa IV. Neste caso, ocorre apenas deformação elástica e plástica da austenita, e as etapas II e III não aparecem na curva tensão-deformação (figura 3.26) (TAN & LIU, 2004; TAN *et al.*, 2004; LIU & XIANG, 1998).

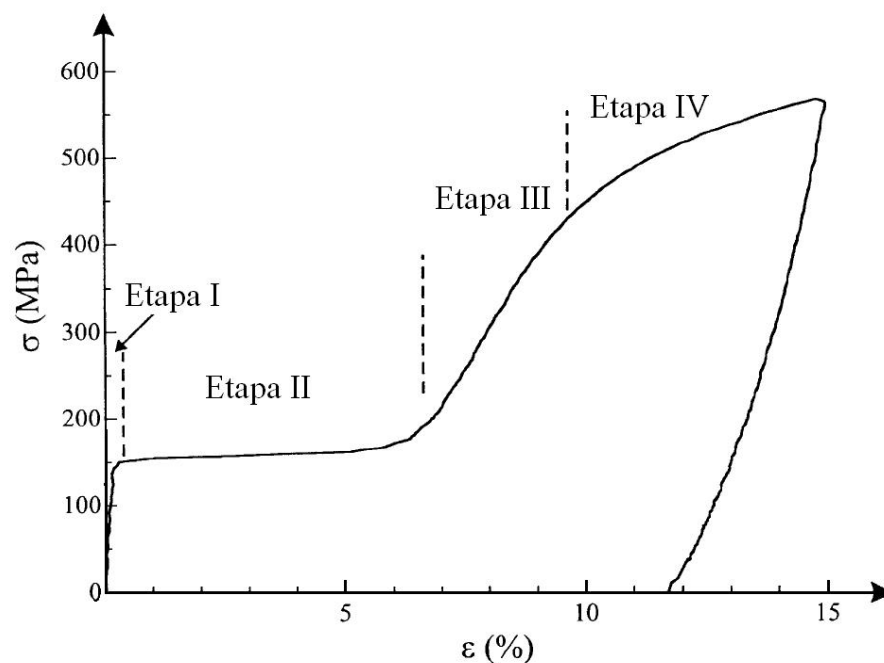


Figura 3.27. – Curva tensão-deformação ilustrando as etapas de deformação de uma liga NiTi superelástica (TAN & LIU, 2004).

### 3.3.1.1. Influência da textura no comportamento mecânico das ligas NiTi

As ligas NiTi policristalinas, nas quais os grãos cristalinos estão orientados de forma aleatória, exibem comportamento isotrópico, enquanto as ligas com uma orientação preferencial exibem comportamento anisotrópico, ou seja, ocorrem variações no comportamento mecânico dependendo da direção de aplicação da carga (SABURI, 1998).

Alguns estudos relatam a influência da orientação cristalográfica preferencial (textura) sobre o comportamento mecânico das ligas NiTi. No trabalho realizado por LIU *et al.* (1999-b), foram realizados ensaios de tração uniaxial em chapas finas laminadas, ao longo da direção de laminação e da direção transversal. As amostras ensaiadas na direção de laminação apresentaram curvas tensão-deformação com um patamar de tensão bem definido, enquanto as amostras ensaiadas na direção transversal foram rapidamente endurecidas por deformação sem apresentarem o patamar de tensão (figura 3.28). Análises cristalográficas baseadas nas medidas de textura indicaram que a direção de laminação é mais favorável à direção de cisalhamento das maclas  $\langle 011 \rangle$  tipo II, enquanto a direção transversal é mais favorável à direção de cisalhamento das maclas (001) compostas. Como as maclas  $\langle 011 \rangle$  tipo II são os tipos de maclas mais presentes na fase martensítica, a demaclação parcial ou total das mesmas ocorre durante a deformação ao longo da direção de laminação, em uma tensão praticamente constante. No entanto, durante a deformação ao longo da direção transversal, foi observada a demaclação apenas das maclas (001) compostas, presentes em pequena quantidade na martensita, não ocorrendo nenhuma demaclação das maclas  $\langle 011 \rangle$  tipo II. Uma alta densidade de deslocamentos dentro das maclas  $\langle 011 \rangle$  tipo II também foi observada após a deformação, o que está de acordo com a alta taxa de encruamento apresentada pelo material durante o ensaio.

Outros estudos relatando a influência da textura sobre o comportamento mecânico das ligas NiTi foram realizados por MELTON (1990) e por INOUE *et al.* (1996).

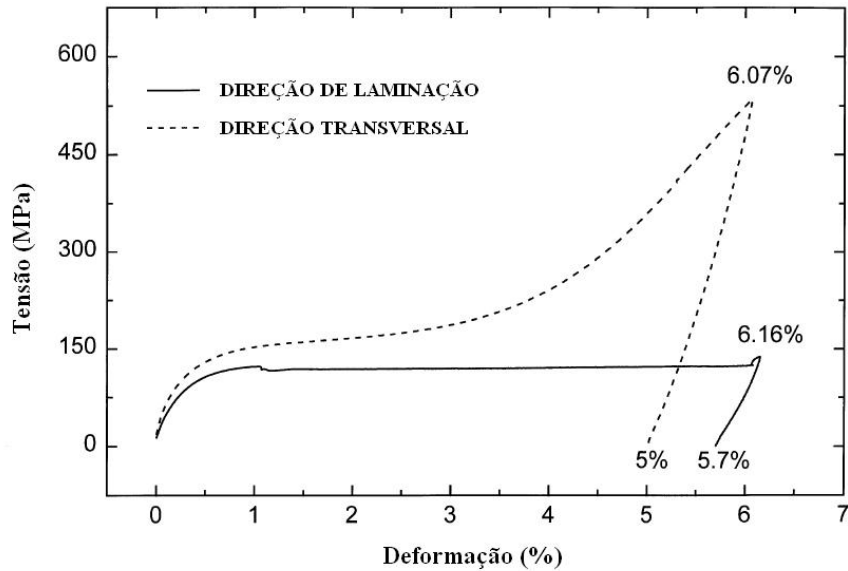


Figura 3.28. – Curvas tensão-deformação sob tração de chapas finas laminadas de NiTi ensaiadas no estado martensítico ao longo da direção de laminação e da direção transversal (LIU *et al.*, 1999-b).

### 3.3.1.2. Influência do tamanho de grão no comportamento mecânico das ligas NiTi

A influência do tamanho de grão na capacidade de recuperação de forma das ligas NiTi superelásticas é ilustrada na figura 3.29. Pode-se observar que a redução do tamanho de grão (figura 3.29-a), obtida através de tratamentos térmicos, é muito efetiva na melhoria das propriedades superelásticas do material (SABURI, 1998).

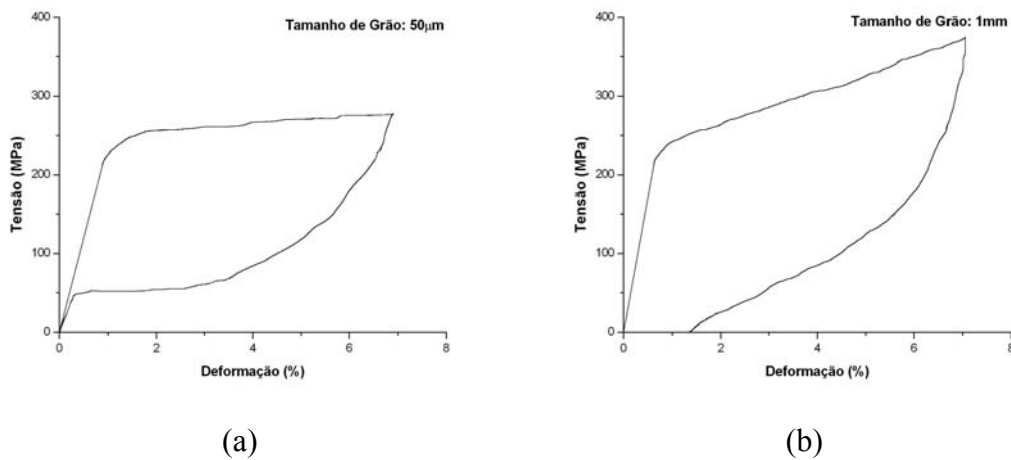


Figura 3.29. – Influência do tamanho de grão na superelasticidade de uma liga NiTi.

### 3.3.1.3. Comportamento assimétrico tração/compressão das ligas NiTi

O comportamento mecânico das ligas NiTi apresenta uma evidente assimetria entre tração e compressão durante a deformação no regime superelástico. As tensões de transformação são maiores em compressão que em tração, enquanto acontece o contrário no que diz respeito às deformações recuperáveis. Entretanto, quando a deformação ocorre por reorientação de martensita em valores baixos (2 a 3%), o comportamento mecânico do material apresenta uma simetria entre tração e compressão (ORGÉAS & FAVIER, 1995). Os mesmos autores concluíram, em um outro trabalho (ORGÉAS & FAVIER, 1998), que o comportamento assimétrico entre tração e compressão, observado nas ligas NiTi, é uma propriedade intrínseca da transformação martensítica induzida por tensão.

LIU *et al.* (1998) realizaram um trabalho sobre o comportamento assimétrico das ligas NiTi submetidas a tração e compressão, no estado martensítico. As curvas tensão-deformação sob tração apresentaram um patamar de tensão bem definido, enquanto que sob compressão o material foi rapidamente endurecido por deformação e nenhum patamar de tensão pôde ser observado. Os autores sugeriram que os estágios iniciais da

deformação da martensita sob tração podem estar relacionados principalmente ao movimento de interfaces entre duas placas de martensita adjacentes, enquanto que sob compressão podem estar relacionados principalmente à geração de uma alta densidade de deslocamentos.

A assimetria entre as deformações por tração e compressão em ligas NiTi também foi observada em trabalhos realizados por MELTON (1990), GALL *et al.* (1999) e LIM & McDOWELL (2002). A figura 3.30 ilustra o comportamento assimétrico entre tração e compressão de uma liga NiTi.

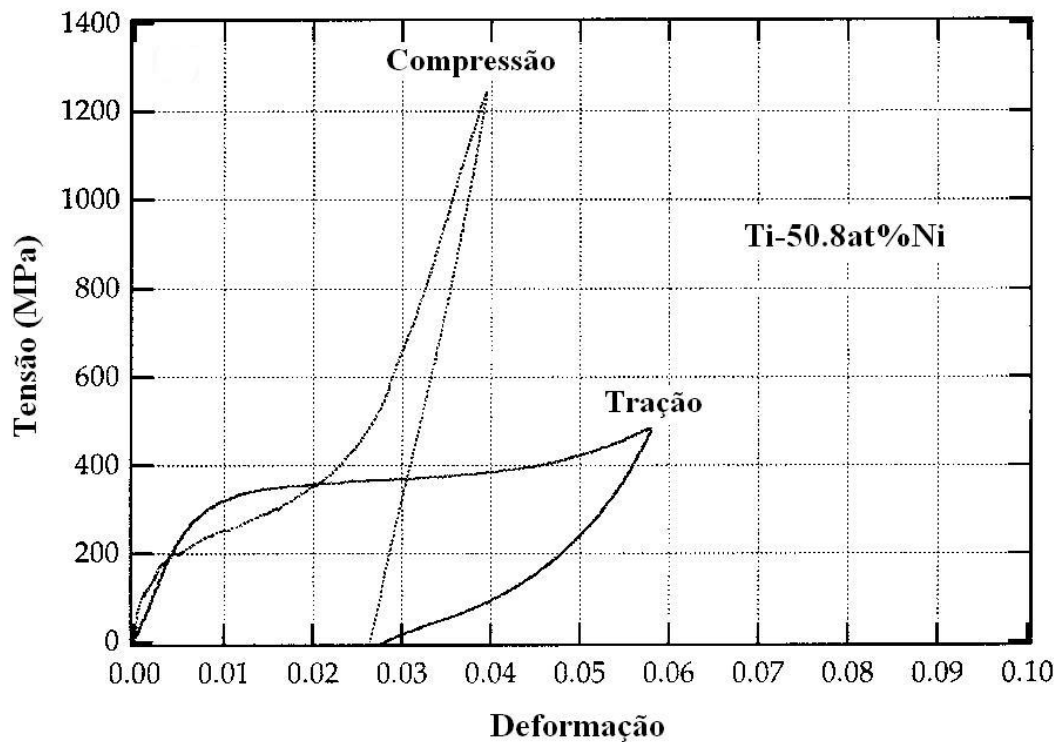


Figura 3.30. – Curvas tensão-deformação ilustrando a assimetria entre tração e compressão de uma NiTi (GALL *et al.*, 1999).

#### **3.3.1.4. Influência da taxa de deformação no comportamento mecânico das ligas NiTi**

WU *et al.* (1996) realizaram um estudo sobre a influência da taxa de deformação sobre o comportamento superelástico e de demacção de fios de NiTi, nos estados austenítico e martensítico respectivamente. Para assegurar uma temperatura constante e uniforme das amostras durante os ensaios de tração, foram utilizados fios muito finos (0,0254mm), e todos os testes foram realizados em um ambiente líquido. Os resultados obtidos nestas condições mostraram que a taxa de deformação não teve nenhuma influência tanto no comportamento superelástico quanto no comportamento de demacção dos fios.

LIU *et al.* (1998) investigaram a influência da taxa de deformação sobre o comportamento mecânico em tração e compressão de uma liga NiTi no estado martensítico. Em ambos os modos de carregamento, tração e compressão, não foi observada nenhuma influência significativa da taxa de deformação sobre o comportamento mecânico do material, como pode ser observado nas curvas tensão-deformação apresentadas na figura 3.31.

Resultados diferentes foram obtidos no trabalho realizado por TOBUSHI *et al.* (1998). Foi investigada a influência da taxa de deformação sobre as propriedades superelásticas sob tração de uma liga NiTi. Para taxas de deformação menores que  $2\% \text{min}^{-1}$  ( $3,3 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ ) não foi observado nenhum efeito das mesmas sobre as propriedades superelásticas do material. Entretanto, para taxas de deformação maiores que  $10\% \text{min}^{-1}$  ( $1,7 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ ) observou-se um aumento da tensão crítica para formação de martensita, uma diminuição da tensão crítica da transformação reversa e um aumento da energia dissipada com o aumento da taxa de deformação. O aumento da resistência de atrito interno contra o movimento das interfaces martensita-austenita em maiores velocidades foi apontado como a causa dos efeitos observados. Resultados parecidos foram obtidos por LEO *et al.* (1993), em um estudo realizado sobre a influência da taxa de deformação em tração sobre as propriedades superelásticas de uma liga NiTi, como pode ser visto na figura 3.32.



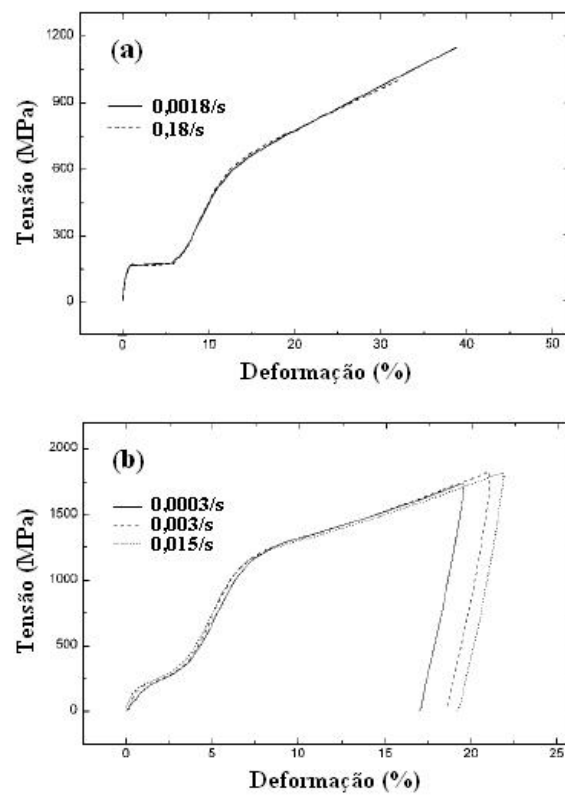


Figura 3.31. – Curvas tensão-deformação de uma NiTi sob tração (a) e compressão (b), em diferentes taxas de deformação (LIU *et al.*, 1998).

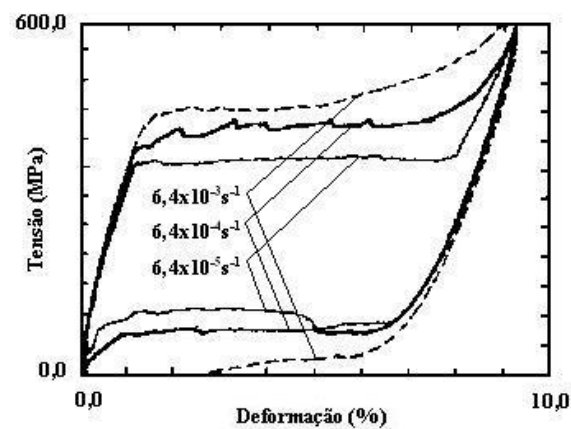


Figura 3.32. – Curvas tensão-deformação de uma NiTi sob tração, em diferentes taxas de deformação (LEO *et al.*, 1993).

A influência da taxa de deformação sobre o comportamento superelástico sob compressão de uma liga NiTi foi investigada no trabalho realizado por CHEN *et al.* (2001). Maiores taxas de deformação ocasionaram um aumento da tensão de formação de martensita, da histerese e da deformação residual, embora esta última tenha desaparecido após um determinado tempo.

### 3.3.1.5. Influência da deformação sobre as temperaturas de transformação

Tem sido relatado em alguns trabalhos que a deformação, via reorientação de martensita ou via MIT, causa uma estabilização da martensita nas ligas NiTi. Esta estabilização manifesta-se como um aumento das temperaturas de transformação reversa.

LIN *et al.* (1991) observaram um aumento significativo das temperaturas  $A_S$  e  $A_F$  após a liga sofrer deformações severas (40% de redução de espessura) no estado martensítico. Eles sugeriram que os defeitos introduzidos no material durante a deformação, tais como deslocamentos e lacunas, impediram o movimento das interfaces de transformação durante a transformação reversa, e foram responsáveis pela estabilização da martensita observada. PIAO *et al.* (1993) observaram o mesmo efeito em ligas NiTi deformadas 30% em tração, no estado martensítico. No entanto, eles propuseram que a relaxação da energia de deformação elástica armazenada nas variantes da martensita térmica foi responsável pela estabilização. Esta energia elástica atua como força motriz para a TR. LIU & FAVIER (2000) sugeriram que a deformação não somente relaxa a energia de deformação elástica armazenada na martensita térmica, mas também cria campos de tensão interna na mesma direção da martensita reorientada, que se opõem à TR. Além disso, eles propuseram que as deformações plásticas internas que ocorrem durante o processo de reorientação da martensita contribuíram para o efeito de estabilização observado.

LIU & TAN (2000) observaram o efeito de estabilização da martensita em ligas NiTi superelásticas. Foi sugerido que os defeitos introduzidos no material durante a deformação, tais como deslocamentos, impedem o movimento das interfaces de transformação durante a transformação reversa e criam campos de tensão

favoravelmente orientados na direção da deformação do reticulado da MIT. Esses campos se opõem à transformação reversa da MIT, causando assim uma estabilização da mesma.

### 3.3.2. Tratamentos térmicos e mecânicos

As propriedades de ligas NiTi com teor de Ni excedendo 50,5% em porcentagem atômica são sensíveis a tratamentos térmicos, devido à precipitação de  $Ti_3Ni_4$ , enquanto ligas com teor inferior a 50,5% de Ni são insensíveis à tratamentos térmicos, devido a não ocorrência dos precipitados  $Ti_3Ni_4$ . No entanto estas podem ter suas propriedades muito afetadas por tratamentos termomecânicos (recozimento a temperaturas abaixo de 500°C após trabalho a frio) (SABURI, 1998).

Um importante parâmetro que afeta significativamente as propriedades das ligas NiTi sensíveis a tratamentos térmicos é a temperatura de recozimento das mesmas. Esta temperatura é ajustada de acordo com as especificações desejadas do produto. Para se obter uma liga com comportamento superelástico, geralmente utiliza-se um tratamento de recozimento em médias temperaturas (350 a 450°C). O tempo de recozimento pode variar de 10 a 100 minutos, dependendo do tamanho do produto. Também os tratamentos de envelhecimento são algumas vezes utilizados para se obter ligas com comportamento superelástico (HUANG & LIU, 2001; SUZUKI, 1998; LIU & McCORMICK, 1994).

Dependendo da temperatura de recozimento, pode ou não ocorrer a transformação da fase R. Temperaturas de recozimento mais altas (acima da temperatura de recristalização) favorecem a transformação em uma única etapa, enquanto o recozimento em médias temperaturas favorece o surgimento da fase R (LIU *et al.*, 1997). A figura 3.33 apresenta curvas DSC da mesma liga, recozida por 30 minutos a 500°C (a) e 600°C (b). Observa-se em (a) a transformação da fase R e em (b) a ausência da mesma. Além do recozimento em médias temperaturas outros procedimentos utilizados para que a liga apresente a transformação da fase R são: recozimento em baixas temperaturas após endurecimento por deformação a frio, envelhecimento após

tratamento de solubilização e endurecimento por deformação a frio pura (SUZUKI, 1998; FILIP & MAZANEC, 1995; MIYAZAKI & OTSUKA, 1986). Estudos realizados por LIU & FAVIER (2000) e LIU & TAN (2000) mostraram que o endurecimento por deformação a frio também pode causar um efeito de estabilização da martensita.

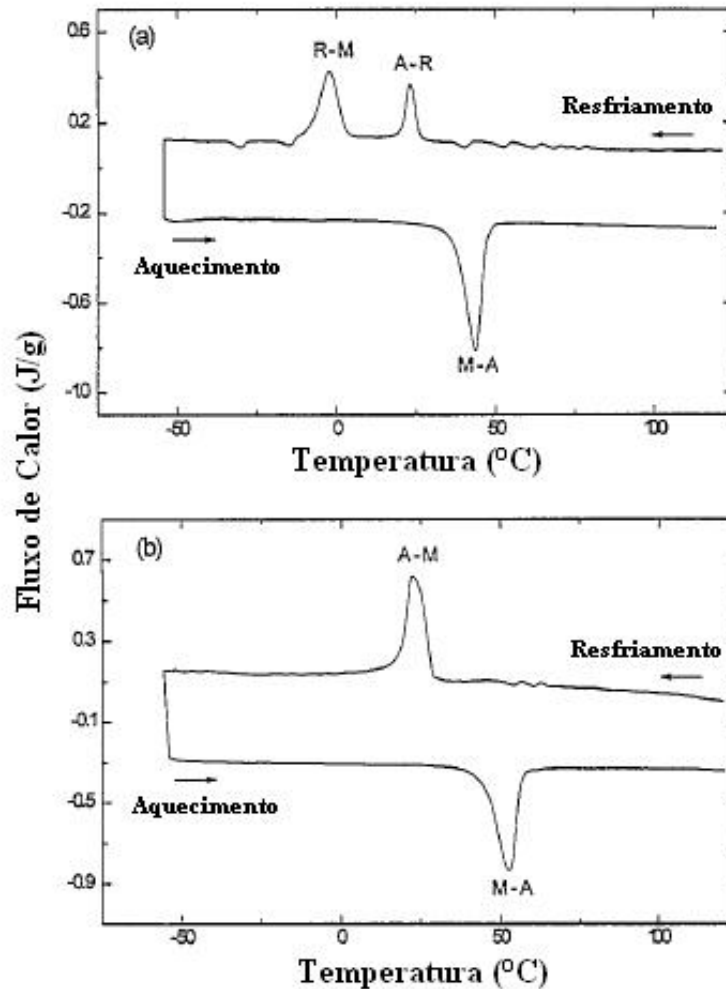


Figura 3.33. – Curvas DSC de uma mesma liga NiTi, recozida por 30 minutos a 500°C (a) e 600°C (b) (LIU *et al.*, 1997).

Uma maior estabilidade das características superelásticas pode ser alcançada através de um aumento da tensão crítica de escorregamento, que por sua vez, pode ser obtido através de endurecimento por precipitação. Este processo consiste no envelhecimento a

400°C por 1 hora, após um tratamento de solubilização a 1000°C. Um outro modo de se conseguir um aumento da tensão crítica de escorregamento é através de um recozimento a 400°C por 1 hora imediatamente após deformação a frio (MIYAZAKI *et al.*, 1986).

Alguns tratamentos termomecânicos conhecidos como treinamentos são utilizados para que a liga apresente o EMFR. Os treinamentos também podem resultar em outros efeitos simultâneos, tais como mudanças nas temperaturas de transformação e histerese, e deformações residuais da fase austenítica. Eles podem ser realizados de várias formas: envelhecimento em altas temperaturas e tensões, manutenção do material deformado em temperaturas superiores à  $A_F$  por um tempo suficientemente longo e grandes deformações da fase martensítica. No entanto, a maioria dos procedimentos de treinamento é baseada na repetição de ciclos de transformação da fase austenítica para a fase martensítica. Exemplos destes procedimentos são: repetições do efeito memória de forma, ciclagem térmica a uma deformação constante, ciclagem térmica a uma tensão constante e ciclagem superelástica. Combinações e variações destes procedimentos também podem ser utilizadas (HUMBEECK & STALMS, 1998; LIU & McCORMICK, 1990). O EMFR também pode ser obtido por um processo mais simples que os treinamentos. Este processo consiste em submeter o material, no estado austenítico ou martensítico, a deformações severas. WANG *et al.* (2005-b) realizaram um estudo em ligas NiTi e NiTiFe sobre o EMFR induzido por laminação a frio e obtiveram um resultado interessante. As ligas laminadas com reduções de espessura entre 5 e 10% apresentaram os EMFR mais significativos. Acima de 10%, aumentos na redução causaram decréscimos na intensidade do EMFR.

### 3.4. Falhas por Fadiga

Fraturas por fadiga são os tipos de falha mais comumente identificadas em metais estruturais. O termo fratura por fadiga refere-se à fratura de materiais submetidos a tensões alternadas ou flutuantes cujos valores de amplitude máxima são menores do que aqueles que causariam a fratura do material em ensaios de tração uniaxial (COURTNEY, 1990).

Em princípio, é de interesse se definir os tipos de tensões flutuantes que podem causar fadiga. A Figura 3.34 ilustra ciclos de tensões típicos em fadiga. A Figura 3.34-a ilustra um ciclo de tensões alternadas de forma senoidal. Esta é uma situação idealizada que é produzida por uma máquina de fadiga de viga rotativa, que é aproximada em serviço por um eixo rotativo operando a velocidade constante e sem sobrecargas. Para este tipo de ciclo de tensões, as tensões máxima e mínima são iguais. As tensões de tração são consideradas positivas e as tensões de compressão negativas. A Figura 3.34-b ilustra um ciclo de tensão flutuante no qual a tensão máxima  $\sigma_{m\acute{a}x}$  e a tensão mínima  $\sigma_{m\acute{i}n}$  não são iguais. Nesta ilustração, ambas as tensões são de tração, embora um ciclo de tensão flutuante possa apresentar tensões máxima e mínima de sinais opostos ou ambas em compressão. A Figura 3.34-c ilustra um ciclo de tensões irregulares que pode ser encontrado, por exemplo, em um componente presente em uma asa de avião, que está sujeita a sobrecargas periódicas imprevisíveis, devido a rajadas de vento (DIETER, 1988).

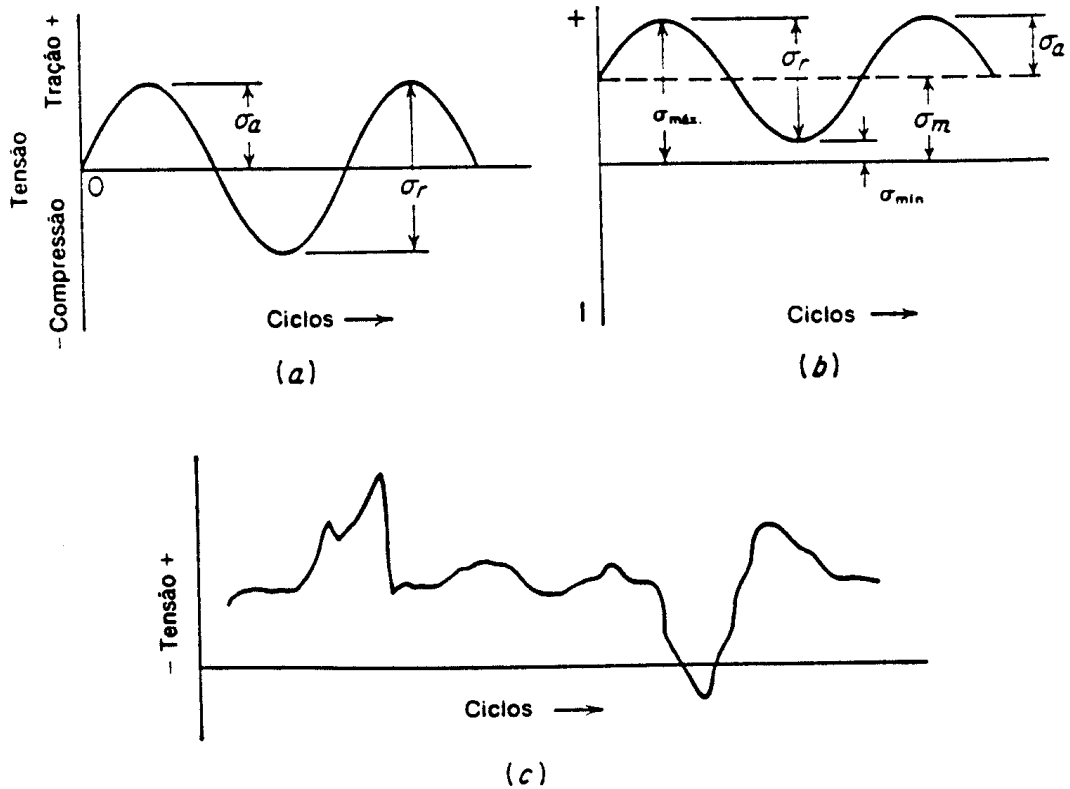


Figura 3.34. – Ciclos de tensão típicos em fadiga. (a) Tensão alternada; (b) tensão flutuante; (c) ciclo de tensão irregular ou aleatório (DIETER, 1988).

Um ciclo de tensão flutuante pode ser dividido em duas componentes: uma tensão média ou estática  $\sigma_m$ , e uma tensão alternada ou variável  $\sigma_a$ . Deve-se considerar também o intervalo de tensões  $\sigma_r$ , que é a diferença algébrica entre as tensões máxima e mínima em um ciclo.

$$\sigma_r = \sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\acute{i}n} \tag{3.2}$$

A tensão alternada ou amplitude de tensão é a metade do intervalo de tensões

$$\sigma_a = \sigma_r / 2 \tag{3.3}$$

A tensão média é a média algébrica das tensões máxima e mínima no ciclo (DIETER, 1988).

$$\sigma_m = (\sigma_{m\acute{a}x} + \sigma_{m\acute{i}n})/2 \quad (3.4)$$

Uma maneira tradicional de se estudar o comportamento de um material sob condições de fadiga é o levantamento, em laboratório, da chamada curva S-N, onde é lançada em gráfico a tensão S contra o número de ciclos até a fratura  $N_f$ . O valor da tensão lançada no gráfico pode ser  $\sigma_a$ ,  $\sigma_{m\acute{a}x}$  ou  $\sigma_{m\acute{i}n}$ . A resistência à fadiga refere-se ao número de ciclos N que o material foi capaz de resistir em uma determinada condição de carregamento cíclico (MEYERS & CHAWLA, 1982).

A figura 3.35 mostra uma curva S-N de uma mola de NiTiCu superelástica. Observa-se pela curva, que o material apresenta um limite de resistência à fadiga para vida infinita, isto é, há uma amplitude de tensão abaixo da qual não ocorrerá fratura, independente do número de ciclos. Entretanto muitos materiais não apresentam, nitidamente, um limite de resistência à fadiga. Para estes materiais,  $\sigma_a$  continua a decrescer com o aumento do número de ciclos. Em tais casos o limite de resistência à fadiga é definido como a tensão que o material pode suportar para pelo menos  $10^7$  ciclos de fadiga (SURESH, 2003).

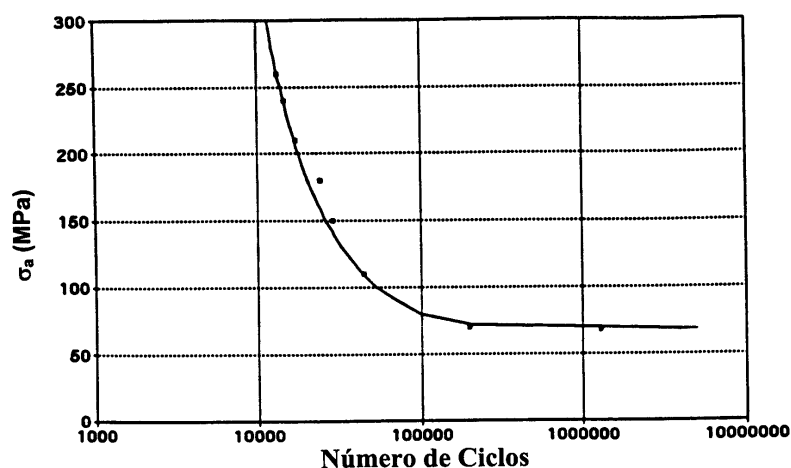


Figura 3.35 – Curva tensão alternada vs. número de ciclos até a fratura de uma liga superelástica NiTiCu (TAUTZENBERGER *et al.*, 1993).



A fadiga em que o número de ciclos até a fratura final é muito grande ( $N_f > 10^3$ ) denomina-se fadiga de alto ciclo. Quando  $N_f < 10^3$  têm-se fadiga de baixo ciclo (COURTNEY, 1990)

De acordo com COURTNEY (1990), como na maioria das fraturas, a fratura por fadiga envolve três estágios: estágio I que corresponde à nucleação da trinca, estágio II correspondente ao crescimento lento da mesma e estágio III no qual tem-se a fratura final rápida. A nucleação da trinca em fadiga, como na maioria dos processos de fratura dúctil, está relacionada à deformação plástica não homogênea que ocorre em níveis microscópicos. Isto pode acontecer mesmo quando a estrutura está, macroscopicamente, deformada apenas elasticamente. À nucleação da trinca, segue-se seu crescimento lento que está intimamente relacionado com a frequência e a amplitude de tensões. A fratura final ocorre de forma rápida, como resultado da diminuição da área da seção transversal solicitada, que se torna incapaz de sustentar a tensão máxima aplicada.

Segundo o mesmo autor, a superfície de metais que fraturaram por fadiga apresenta características distintas que frequentemente são usadas para identificar a fadiga como a provável causa da falha. Em uma análise macroscópica da superfície fraturada, observam-se duas regiões com características diferentes: uma região brilhante que pode ou não conter marcas em forma de anéis, conhecidas como "marcas de praia", correspondendo à região de crescimento lento da trinca; e uma região fibrosa (dúctil) correspondendo ao processo de fratura final. As marcas de praia são produzidas em consequência de alterações no ciclo de tensões, seja na amplitude ou na frequência. Paradas intermediárias na ciclagem também podem produzir estas marcas. Deve-se ressaltar que estas marcas não correspondem à frente de propagação da trinca.

Microscopicamente, a superfície de fratura apresenta marcas paralelas, geralmente curvas, regularmente espaçadas e orientadas numa direção normal à direção local de propagação da trinca. Essas marcas são denominadas estrias, e não devem ser confundidas com as marcas de praia, mencionadas anteriormente. As marcas de praia são macroscópicas e estão relacionadas com variações nos ciclos de tensões, enquanto as estrias são formadas uma a uma, em cada ciclo de tensão, e correspondem,

geralmente, às posições ocupadas pela frente de propagação da trinca nos sucessivos ciclos de tensão. Sob ciclos de tensão constantes, o espaçamento entre as estrias é constante, como é freqüentemente observado em testes de laboratórios. Entretanto, em situações reais de estruturas de engenharia, esses espaçamentos variam de acordo com a amplitude das tensões aplicadas em cada ciclo.

As áreas relativas das regiões de fratura lenta e fratura rápida dão uma noção da magnitude da tensão cíclica máxima e/ou tenacidade à fratura ou resistência à tração do material. Por exemplo, para uma mesma tenacidade à fratura ou limite de resistência, a área de fratura rápida aumenta com o aumento da tensão máxima aplicada. Da mesma forma, para um valor fixo de tensão máxima, a área correspondente ao crescimento lento da trinca aumenta com o aumento da tenacidade e resistência do material (COURTNEY, 1990).

Três fatores básicos são necessários para causar falhas por fadiga: uma tensão de tração com um valor suficientemente alto, uma variação ou flutuação grande o bastante na tensão aplicada e um número suficientemente grande de ciclos de tensão aplicados. Adicionalmente a estes fatores, há uma grande quantidade de outras variáveis que tendem a alterar as condições para a fadiga, como concentração de tensões, corrosão, temperatura, tensões residuais, etc. (DIETER, 1988).

As fraturas por fadiga se originam quase que exclusivamente na superfície da peça ou próximo a ela. Em todos materiais há regiões de não homogeneidade localizada, como também de falhas superficiais, entalhes e inclusões, que causam concentrações de tensão localizadas. Todos os fatores acima mencionados podem resultar em deformações plásticas localizadas, que sob a ação de tensões cíclicas, podem produzir irregularidades microscópicas na superfície da peça. Essas irregularidades recebem o nome de extrusões quando se projetam para fora do material, e de intrusões quando constituem vales na superfície do material (figura 3.36). A grande importância dessas ocorrências é que geralmente as trincas de fadiga nucleiam-se nestas extrusões e intrusões. A aplicação contínua de tensões cíclicas acentua estas irregularidades superficiais, ao ponto em que a trinca superficial pode ser considerada nucleada.

Inicialmente a trinca se propaga ao longo do plano onde ocorreu a deformação plástica localizada, até atingir um determinado tamanho crítico, quando começa a se propagar lentamente numa direção perpendicular à máxima tensão normal de tração. A taxa de propagação lenta da trinca está intimamente relacionada com a amplitude das tensões cíclicas a que o material é submetido. Medidas desta taxa de propagação lenta são muito úteis, pois permitem estimar o número de ciclos que o material suportará antes da fratura final. Finalmente, a fratura rápida final ocorre quando a trinca alcança um determinado tamanho, no qual a área da seção transversal não fraturada torna-se incapaz de sustentar a tensão máxima aplicada. Desta forma, a fratura rápida final ocorre como uma fratura por sobrecarga de tensão (COURTNEY, 1990).

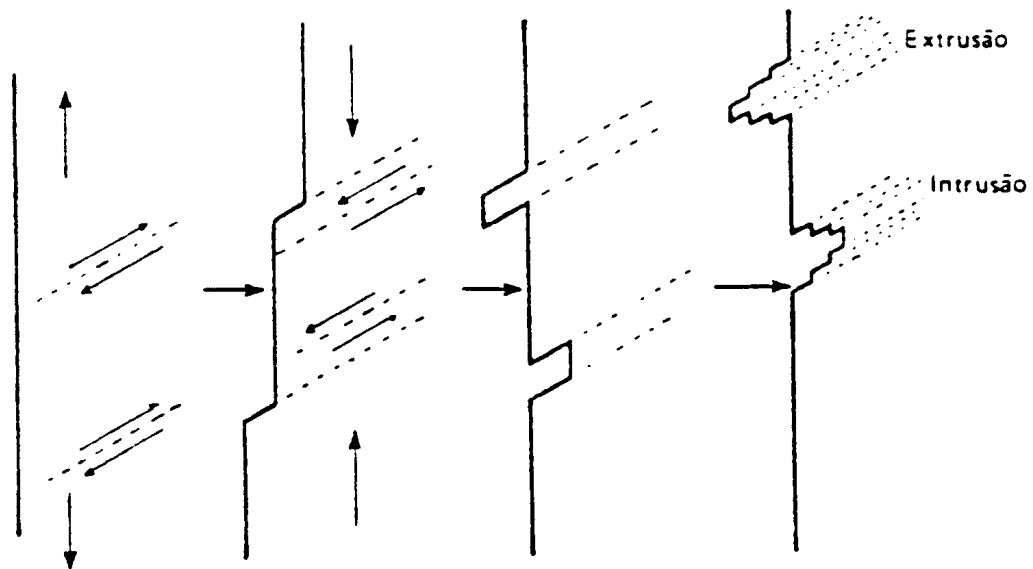


Figura 3.36 – Nucleação de trincas em fadiga nos degraus de deslizamento (MEYERS & CHAWLA, 1982).

As tensões que produzem falhas por fadiga não são necessariamente provenientes de fontes mecânicas. A falha por fadiga pode ser provocada por tensões térmicas flutuantes sob condições em que não são produzidas tensões por causas mecânicas. As tensões

térmicas aparecem quando as variações de dimensões de um componente, resultantes do aumento da temperatura, são impedidas de ocorrer devido a algum tipo de restrição. Para o caso simples de uma barra com as extremidades fixas, a tensão térmica desenvolvida por uma variação de temperatura  $\Delta T$  é:

$$\sigma_T = \alpha E \Delta T \quad (3.5)$$

onde  $\alpha$  = coeficiente de expansão térmica linear

$E$  = módulo de elasticidade

Se a falha ocorrer devido à aplicação de tensão térmica, diz-se que ocorreu choque térmico. Entretanto, se a falha ocorre após aplicações repetidas de tensão térmica, de menor magnitude, diz-se que houve fadiga térmica. Como dito anteriormente, para que ocorra este tipo de fadiga é necessário algum tipo de restrição à dilatação ou contração resultante da variação de temperatura. Esta restrição provoca deformação plástica por compressão no aquecimento e por tração no resfriamento, sendo que estas deformações plásticas conduzem ao processo de fadiga (DIETER, 1988).

### 3.4.1. Fadiga das ligas com memória de forma

As LMF têm sido utilizadas freqüentemente em aplicações nas quais são submetidas a esforços cíclicos, o que torna a degradação de suas propriedades funcionais e o comportamento em fadiga assuntos de grande interesse.

A fadiga das LMF pode ser subdividida em fadiga estrutural e fadiga funcional. O termo fadiga estrutural refere-se ao processo convencional de fadiga com acúmulo de defeitos, formação e crescimento de trincas, que conduzem à falha, como em qualquer outro material convencional. Fadiga funcional refere-se à degradação, como resultado do carregamento cíclico, das propriedades funcionais do material: redução ou perda da memória de forma ou superelasticidade, redução da capacidade de amortecimento de vibrações mecânicas e mudanças das temperaturas de transformação (EGGELER *et al.*, 2004).

A fadiga clássica supõe uma estrutura de fases estável do material carregado. Fenômenos adicionais são esperados, se transformações de fase ocorrerem, especialmente as TM. Desta forma, três intervalos de temperatura, nos quais o comportamento em fadiga do material apresenta diferenças, foram definidos para as LMF (HORNBOGEN, 2002 e 2004):

1.  $T > M_D$ : ocorre fadiga clássica da fase austenítica estável, com introdução de deslocamentos e fragilização dos contornos de grão.
2.  $M_D > T > M_F$ : este intervalo, onde ocorrem transformações de fase durante o carregamento cíclico, subdivide-se em três. Para  $M_D > T > M_S$  a fadiga é afetada pela TM induzida por tensão, seguida por deformação plástica microscópica da austenita. Para  $A_F > T > M_S$  a fadiga é afetada pela TM induzida por tensão e pelo movimento das interfaces austenita-martensita. Finalmente, para  $M_S > T > M_F$  a fadiga é afetada pelo movimento de interfaces austenita-martensita e pela reorientação da martensita térmica.
3.  $T < M_F$ : fadiga da martensita térmica estável, com movimento dos contornos de macla.

Nas LMF a origem da fadiga se deve ao acúmulo de defeitos e mudanças estruturais, tais como as mudanças no ordenamento da fase austenítica ou martensítica, ou a formação de outros tipos de martensita. Todos os tipos de mudança terão influência sobre as temperaturas de transformação, a histerese, a reprodutibilidade do EMF e do EMFR, e o número de ciclos até a fratura. A confiabilidade das LMF em serviço depende de seu desempenho em fadiga. Tempo, temperatura, tensão, deformação de transformação e número de ciclos de transformação são importantes parâmetros externos controladores da vida em fadiga do material. Os parâmetros internos que determinam as propriedades físicas e mecânicas do material são: o sistema e a composição da liga, o tipo de transformação e a estrutura cristalina incluindo os defeitos. Mudanças destes parâmetros podem causar efeitos como o aumento das forças de atrito interno, estabilização da martensita, geração aniquilação de defeitos, e precipitação.

A fadiga mecânica clássica implica a acumulação de defeitos, formação de trincas e propagação das trincas até a ruptura final. Este tipo de comportamento é representado através das curvas de Wöhler ou S-N (figura 3.35), que indicam a tensão que o material irá falhar em função do número de ciclos a que o mesmo é submetido. Estas curvas fornecem principalmente informações qualitativas, sendo as informações quantitativas pouco precisas. Algumas razões que conduzem para uma baixa resistência à fadiga das LMF são a presença de inclusões, segregação de impurezas para os contornos de grão e baixa qualidade superficial. O tamanho de grão também exerce uma importante influência na resistência à fadiga: ligas com grãos finos têm uma maior resistência que as ligas com grãos grosseiros (HUMBEECK & STALMS, 1998). Um requisito simples para uma liga superelástica apresentar uma alta resistência à fadiga é ter uma razão entre a tensão crítica para formação de martensita e a tensão de escoamento da austenita, a menor possível:  $\sigma_{A \rightarrow M} / \sigma_{yA} = \min$ . Desta forma, ligas NiTi endurecidas através de tratamentos termomecânicos pela introdução de deslocamentos ou formação de precipitados coerentes, possuem uma maior resistência à fadiga (HORNBOGEN, 2004).

Alguns fatores que dificultam uma comparação entre os resultados apresentados nas curvas de Wöhler são as diferenças nas condições experimentais, tais como o valor R, que é a razão entre a tensão mínima ( $\sigma_{min}$ ) e a máxima ( $\sigma_{max}$ ) do ciclo de tensão aplicado, ou o uso de testes de fadiga controlados por tensão ou deformação. Informações adicionais podem ser obtidas com uso dos gráficos ( $da/dN$ ,  $\log \Delta K$ ), onde  $da/dN$  é a mudança no comprimento da trinca ( $a$ ) versus o número de ciclos ( $N$ ) e  $\Delta K$  é o fator de intensidade de tensão. Um importante valor derivado através deste tipo de curva é o limite inferior de fadiga  $\Delta K_{TH}$  em  $da/dN=0$ , determinado por extrapolação. Abaixo deste limite não ocorre propagação das trincas (HUMBEECK & STALMS, 1998).

Nas LMF, menores valores do limite de fadiga são observados em microestruturas em que ocorrem transformação de duas fases, em comparação com as microestruturas estáveis de austenita ou martensita (HUMBEECK & STALMS, 1998). Em seu trabalho com ligas NiTi, DAUSKARDT *et al.* (1989) observaram limites de fadiga semelhantes

nas fases martensítica e austenítica estáveis, enquanto menores limites e maiores taxas de crescimento das trincas foram observados no regime superelástico, onde se tem MIT e austenita. TABANLI *et al.* (1999) observaram que a presença de duas fases no material (austenita e martensita) provocou um decréscimo da sua vida em fadiga em relação ao material ciclado no estado monofásico estável. Por outro lado MELTON & MERCIER (1979) não observaram qualquer influência da temperatura  $M_S$  sobre a taxa de crescimento das trincas nas ligas NiTi, e creditaram este fato à pequena mudança de volume que acompanha a TM.

A degradação das propriedades das LMF é influenciada por uma complexa combinação de parâmetros internos e externos. Os parâmetros internos são: sistema de ligas (ligas com base Cu são mais propensas à degradação que ligas NiTi); a composição das ligas; o tipo de transformação (martensítica vs fase R), a estrutura cristalina, incluindo os defeitos. Os parâmetros externos são: o tratamento termomecânico; o procedimento de treino; a tensão aplicada; a deformação de memória de forma imposta; a amplitude dos ciclos térmicos; a média absoluta de temperatura. Outro importante fator relacionado com a degradação é a magnitude da histerese: quanto menor a histerese, menor a degradação. Desta forma, o intervalo de transição da fase R, que apresenta uma histerese muito pequena seria a melhor escolha para aplicações que requeiram um elevado número de ciclos. Quando o resfriamento é interrompido após a transformação da fase R, mas antes da martensita começar a crescer, uma melhora da vida em fadiga do material é registrada (HUMBEECK & STALMS, 1998; SUZUKI & TAMURA, 1990).

TOBUSHI *et al.* (1998) e TOBUSHI *et al.* (1997) realizaram testes de fadiga por dobramento rotatório em fios superelásticos de NiTi ao ar e na água. Os resultados mostraram que quando a amplitude de deformação se encontra na região de transformação da fase R, a vida em fadiga é bem maior que quando a amplitude de deformação está na região de transformação martensítica:  $10^7$  e  $10^5$  ciclos respectivamente. Também foi analisada a influência da velocidade rotacional sobre a vida em fadiga dos fios. Nos testes realizados em água nenhuma influência da velocidade de rotação sobre a vida em fadiga foi observada, enquanto que nos testes

realizados no ar, observou-se que maiores velocidades acarretam uma menor vida em fadiga do material. Os resultados foram interpretados pelos autores da seguinte forma: maiores velocidades de rotação correspondem a maiores velocidades de deformação. Quanto maior a velocidade de deformação, maior a tensão para formação de martensita e menor a tensão da transformação reversa, e assim, maior a histerese, e conseqüentemente a energia dissipada. Nos ensaios realizados ao ar, a transferência de calor dos fios para o meio ambiente não foi suficiente para manter a temperatura dos mesmos constante. No caso dos ensaios realizados em água, que possui uma maior condutividade térmica que o ar, não foram observadas mudanças na temperatura dos fios com o aumento da velocidade de rotação.

WAGNER *et al.* (2004) realizaram um estudo sobre fadiga por dobramento rotatório, no qual foi avaliada a influência da velocidade de rotação e do diâmetro das amostras sobre a vida em fadiga de uma liga NiTi superelástica, ensaiada ao ar e em óleo de silicone. Os resultados obtidos nos ensaios realizados ao ar indicaram que maiores velocidades e diâmetros conduzem a uma menor vida em fadiga do material. Os efeitos observados foram interpretados pelos autores como devidos a um aumento da temperatura dos fios durante a ciclagem, resultando em maiores tensões superficiais, e desta forma, uma menor vida em fadiga. Fios mais grossos e maiores velocidades resultam em maiores temperaturas dos fios, devido a maior dificuldade de se manter a temperatura constante de um fio mais grosso que a de um mais fino e devido ao fato de que em velocidades de rotação maiores, uma maior quantidade de calor é gerada e o tempo para que o mesmo seja transferido para o meio ambiente é menor que em velocidades menores, portanto mais calor permanece armazenado no material. Nos testes realizados em óleo de silicone não foi observada nenhuma influência, tanto da velocidade rotação quanto do diâmetro dos fios, na vida em fadiga do material, devido à temperatura dos fios ter se mantido constante durante os testes.

Em seu trabalho MIYAZAKI *et al.* (1999) realizaram testes de tração e de dobramento rotatório em várias temperaturas visando avaliar a vida em fadiga de fios superelásticos de ligas Ti-50%Ni e Ti-40%Ni-10%Cu. Os resultados mostraram um decréscimo da deformação máxima recuperável com o aumento do teor de cobre. Para a liga Ti-50%Ni



a deformação máxima recuperável foi de 6,4%, enquanto que para a liga Ti-40%Ni-10%Cu foi observado 5,2% de deformação recuperável. Observou-se também que vida em fadiga de ambas as ligas aumenta com o decréscimo da temperatura em uma região de temperaturas intermediárias, enquanto é quase insensível à temperatura nas de regiões de temperaturas mais altas e mais baixas.

#### **3.4.1.1. Ciclagem térmica e mecânica**

A ciclagem térmica pura através das temperaturas de transformação induz o aparecimento de defeitos. No que diz respeito às mudanças nos parâmetros macroscópicos das transformações martensíticas, tais como as temperaturas de transformação ou histerese de transformação, a situação não é clara. Alguns autores relatam um aumento enquanto a maioria observa uma diminuição das temperaturas, com o mesmo acontecendo para a histerese (HUMBEECK & STALMS, 1998).

Trabalhos de ciclagem térmica pura, realizados por PELOSIN & RIVIERE (1998) e por McCORMICK & LIU (1994) mostraram resultados indicando uma diminuição das temperaturas relativas à transição martensítica ( $M_S$ ,  $M_F$ ,  $A_S$  e  $A_F$ ) com o aumento do número de ciclos. Outro fato importante observado foi o surgimento da fase R a partir de um determinado número de ciclos térmicos. Isto pode ser explicado pelo fato de que com o aumento do número de ciclos,  $M_S$  diminuiu até se tornar menor que a temperatura de transição da austenita para a fase R ( $R_S$ ), proporcionando o aparecimento desta. Ficou evidenciado que  $R_S$  não é afetada pela ciclagem térmica, mantendo-se constante com o aumento dos ciclos térmicos.

No trabalho de ciclagem térmica, realizado por MIYAZAKI (1990), os resultados foram parecidos com os obtidos por PELOSIN & RIVIERE (1998) e por McCORMICK & LIU (1994), indicando um decréscimo das temperaturas  $M_S$  e  $M_F$ , sendo este decréscimo mais pronunciado nos ciclos térmicos iniciais, seguido por uma estabilização nos ciclos posteriores. Análises de MET revelaram que deslocções foram introduzidas durante a ciclagem, gerando campos de tensões que causaram uma diminuição das temperaturas de transformação  $M_S$  e  $M_F$ .

Estudos sobre ciclagem térmica sob tensão constante, realizados por TOBUSHI *et al.* (1992), mostraram um aumento das temperaturas de transformação,  $M_S$  e  $A_S$ , e da deformação permanente, contrastando com os resultados de ciclagem térmica pura, apresentados anteriormente. ARAÚJO *et al.* (2000) também observaram um aumento da temperatura  $M_S$  durante a ciclagem térmica sob tensão constante, sendo que maiores tensões provocaram maiores aumentos de  $M_S$ .

No estudo sobre ciclagem térmica sob tensão constante realizado por STACHOWIAK & McCORMICK (1988) foi verificado um aumento da histerese e da deformação permanente e uma diminuição da temperatura  $M_S$ . Também foi observada uma dependência linear das temperaturas  $R_S$ ,  $M_S$  e  $A_S$  com o nível de tensão aplicado durante os ciclos térmicos.

Trabalhos sobre a ciclagem mecânica de ligas NiTi superelásticas apresentaram resultados distintos dos da ciclagem térmica pura:

MIYAZAKI *et al.* (1986) e MIYAZAKI (1990) realizaram estudos analisando o efeito de deformações cíclicas por tração sobre as características superelásticas de ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica. As deformações cíclicas impostas foram da ordem de 4%. Os resultados indicaram uma estabilização da martensita, com uma diminuição da tensão crítica para formação da mesma. Também foi observado um aumento da deformação permanente e uma diminuição da histerese de tensão e deformação, com o aumento do número de ciclos até um determinado limite, onde as características superelásticas tornam-se insensíveis à ciclagem mecânica.

Segundo os autores, a possível causa dos efeitos observados foi a ocorrência de deformações com escorregamento durante os ciclos. Os campos de tensões internas gerados pelas deformações com escorregamento auxiliam a formação de MIT, e desta forma, a tensão crítica para formação da mesma tende a diminuir. Também foi observada a presença de martensita residual, localizada próxima aos contornos de grão, cuja origem se deve provavelmente aos campos de tensões próximos aos contornos, gerados pelas deformações com escorregamento. A martensita residual, juntamente com

as deformações com escorregamento, foram apontadas como as causas da deformação permanente observada após a ciclagem. A estabilização das características superelásticas, ocorrida após um determinado número de ciclos, foi devida ao encruamento sofrido pelo material, motivado pela introdução de deslocações durante a ciclagem.

Neste estudo outro importante resultado ficou evidenciado: os efeitos de deformações cíclicas sobre as características superelásticas ocorreram apenas durante o regime superelástico com a transformação induzida por tensão, não ocorrendo qualquer efeito da ciclagem durante a deformação elástica da austenita.

Resultados parecidos com os obtidos por MIYAZAKI *et al.* (1986) foram observados nos trabalhos realizados por MIYAZAKI & OTSUKA (1989), TOBUSHI *et al.* (1992), IADICOLA & SHAW (2002) e MATSUZAKI & NAITO (2004). Foi observada uma diminuição da tensão crítica para formação de martensita e da tensão crítica da transformação reversa, sendo que a diminuição da primeira foi maior que a da segunda, o que ocasionou uma diminuição da histerese de tensão, e conseqüentemente da energia dissipada. Esses efeitos foram mais pronunciados nos ciclos iniciais e diminuíram gradualmente nos ciclos posteriores. No trabalho de TOBUSHI *et al.* (1992) também foi observado um aumento das temperaturas de transformação e da deformação não recuperável após a ciclagem. A amplitude das deformações cíclicas por tração utilizadas neste trabalho foi de aproximadamente 8%.

TOBUSHI *et al.* (1998-a e 1998-b), McKELLEY & RITCHIE (1999) e EGGELER *et al.* (2004) também observaram uma diminuição da tensão crítica para formação de martensita e da histerese de tensão, e um aumento da deformação não recuperável, em ligas NiTi superelásticas de composição aproximadamente equiatômica, submetidas a ciclos de tração com deformações de aproximadamente 8, 6 e 5% respectivamente.

Efeitos semelhantes foram observados por STRNADEL *et al.* (1995) em um trabalho de ciclagem mecânica em ligas NiTi e NiTiCu no regime superelástico. Foi constatado que o aumento da quantidade de deformação permanente e o decréscimo da tensão crítica

para formação de martensita e da histerese dependem da tensão crítica de escorregamento e da capacidade de encruamento da liga durante a ciclagem. Ligas com uma maior tensão crítica de escorregamento (que pode ser causada por um maior teor de níquel) e uma maior capacidade de encruamento, geralmente, apresentam menores deformações permanentes e uma maior estabilidade das características superelásticas durante a ciclagem. Por outro lado, uma menor tensão crítica de escorregamento favorece o aumento das deformações permanentes, que geram tensões internas, causando assim, uma diminuição mais pronunciada da tensão crítica para formação de martensita durante a ciclagem.

GALL *et al.* (2001) analisaram o efeito de deformações cíclicas por tração e compressão sobre as características superelásticas de monocristais de NiTi. Foram observados efeitos parecidos com os observados nas ligas NiTi policristalinas, com uma diminuição da tensão crítica para formação de martensita e da histerese de tensão. Os resultados levaram os autores a acreditarem que o efeito das interações dos contornos de grão durante a ciclagem não é de importância primordial no comportamento apresentado pelo material.

No trabalho realizado por LIM & McDOWELL (2002) sobre as características superelásticas de ligas NiTi policristalinas submetidas a deformações cíclicas por tração e compressão, também foi observado que as interações intergranulares não desempenham um papel significativo nas mudanças da histerese, ou seja, da energia dissipada durante a ciclagem. Estas mudanças foram creditadas a mecanismos intragranulares, tais como as interações entre as interfaces e variantes durante a formação e demaclação da martensita.

#### **3.4.1.2 Falhas em instrumentos endodônticos rotatórios acionados a motor**

Neste tipo de aplicação, em que o material é submetido a esforços cíclicos, a maior preocupação é a fratura inesperada dos instrumentos durante a formatação do canal dentário, sem deformação visível nas suas lâminas de corte (PRUETT *et al.*, 1997).

A fratura dos instrumentos pode ocorrer sob duas circunstâncias: fratura por torção e fadiga por dobramento cíclico. A fratura por torção ocorre quando a ponta ou qualquer parte do instrumento se prende nas paredes do canal enquanto a haste continua girando. O limite elástico do metal é excedido e o instrumento sofre deformação plástica, seguida de fratura, especialmente em canais curvos. O outro tipo de fratura é causado por fadiga do metal, resultando em fratura por flexão. Ao girar dentro do canal curvo, o instrumento sofre deformações cíclicas por dobramento, até que a fratura ocorra na região de flexão máxima (SATTAPAN *et al.*, 2000).

MELO (1999) realizou um trabalho visando avaliar a resistência à fadiga de instrumentos endodônticos (limas superelásticas de NiTi) utilizados no tratamento de canais. Foram utilizados canais artificiais simulando uma situação real de uso, onde as limas eram submetidas a deformações cíclicas por dobramento. O resultados indicaram uma forte influência da geometria dos canais, com o número de ciclos até a fratura diminuindo acentuadamente com o aumento do ângulo de curvatura dos canais. Também ficou evidenciado que velocidade de rotação das limas e conseqüentemente a velocidade de deformação das mesmas não exerce influência no número de ciclos até a fratura. Outro importante resultado foi a influência da esterilização das limas na resistência à fadiga das mesmas. O processo de esterilização consistia no acondicionamento das limas em uma estufa previamente aquecida à 170°C, onde eram mantidas por aproximadamente 1 hora. Em seguida a estufa era desligada e as limas esfriavam durante uma hora em seu interior. Observou-se que as limas submetidas à cinco procedimentos de esterilização aumentaram a resistência à fadiga em cerca de 70% em relação às limas não esterilizadas. Também houve um aumento de 6 a 8% na dureza, sendo este aumento apontado como possível causador da melhor resistência à fadiga das limas esterilizadas.

## 4. METODOLOGIA

A maior parte das dúvidas e dificuldades que impedem o uso mais intensivo das limas endodônticas de NiTi e de outros dispositivos em que este material é utilizado estão relacionadas à falta de informações confiáveis sobre seu comportamento sob diferentes condições de solicitação. No caso das limas de NiTi, algumas dessas dificuldades exigem respostas diretamente relacionadas à prática endodôntica, obtidas através do estudo dos instrumentos. Outras questões são mais facilmente abordadas através do estudo de fios superelásticos de NiTi, preparados para apresentar propriedades semelhantes às daqueles utilizados na fabricação dos instrumentos endodônticos. Ensaios de deformação cíclica por dobramento rotatório têm surgido como um método eficiente de se estudar a fadiga funcional e estrutural de fios superelásticos de NiTi (TOBUSHI *et al.*, 1998-b e 2000).

### 4.1. Materiais

O material estudado no presente trabalho foi uma liga NiTi superelástica na forma de fios de 1,0mm de diâmetro. Os fios foram adquiridos da *Nitinol Devices and Components*, Fremont, CA, EUA, tradicional fornecedor do mercado mundial de ligas NiTi para as mais diversas aplicações em engenharia, medicina e odontologia. A preparação requerida para os fios apresentarem as propriedades desejadas foi realizada pelo fornecedor.

Em trabalhos anteriores (MELO *et al.*, 2002), verificou-se através de ensaios de calorimetria exploratória diferencial (DSC), que instrumentos endodônticos de NiTi de diferentes fabricantes podem ter temperaturas de transformação reversa  $A_F$  distintas (entre 15 e 42°C). Desta forma foram adquiridos fios com uma temperatura de transformação  $A_F$  dentro deste intervalo. Essa temperatura foi verificada através de ensaios de DSC.

## 4.2. Caracterização do Material

A identificação das fases presentes nos fios de NiTi foi realizada através de análise por difratometria de raios-X (DRX) em um difratômetro Philips PW 1700 com as seguintes condições de ensaio: radiação Cu-K $\alpha$ , cristal monocromador de grafita, varredura por passo entre 10 e 110°2 $\theta$ , passo de 0,06°2 $\theta$  e tempo por passo de 1 segundo. Foram realizadas análises em amostras compostas de fios não ciclados e de fios ciclados mecanicamente (regiões de deformação máxima). As amostras utilizadas consistiram de 9 fios com aproximadamente 10mm de comprimento, colados lado a lado em uma fita isolante.

A composição química média dos fios foi determinada semi-quantitativamente através de análise por espectroscopia de energia de raios-X (EDS) em um espectômetro Noran TN-M3055. Foram analisadas várias regiões escolhidas aleatoriamente nos fios, e a seguir calculada a média das composições químicas determinadas em cada região. Também foram caracterizados os precipitados presentes no material

A análise microestrutural dos fios foi realizada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando-se um microscópio eletrônico Jeol JSM 6360. A amostra utilizada consistiu de 12 fios com aproximadamente 15mm de comprimento, posicionados lado a lado e embutidos a frio. A seção foi lixada em lixas d'água de grana 600 e 1000 e polida em pasta de diamante de 9, 3 e 1 $\mu$ m. Com a finalidade de eliminar uma possível camada de martensita induzida durante o lixamento e polimento, a amostra foi atacada utilizando-se uma solução de HNO<sub>3</sub>-10%, HF-5% e H<sub>2</sub>O-85%.

### 4.3. Ensaio de Deformação Cíclica por Dobramento Rotatório

Na realização dos ensaios de deformação cíclica por dobramento rotatório, utilizou-se uma máquina furadeira de coluna, modelo Ball Bearing Spindle Progress Nº 1, fabricada pela empresa B. Elliott & Co. Ltd. Os corpos de prova (CP) ensaiados mediam de 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 e ângulo de curvatura. Foram utilizados três raios de curvatura diferentes, 25, 17 e 12mm, que proporcionaram amplitudes de deformação em tração na superfície dos fios de aproximadamente 2,0, 3,0 e 4,5%, respectivamente. Em todos ensaios utilizou-se um ângulo de curvatura de aproximadamente 70°. As deformações foram calculadas utilizando-se a seguinte equação (BAHIA, 2004):

$$\varepsilon = \left( \frac{2R}{d} - 1 \right)^{-1} \quad (4.1)$$

onde  $\varepsilon$  é a amplitude de deformação,  $R$  é o raio de curvatura do corpo de prova e  $d$  o seu diâmetro.

A figura 4.1 mostra a plataforma de testes utilizada nos ensaios de forma esquemática. Ao girar, o CP sofre deformações cíclicas por dobramento na região encurvada. O atrito entre a extremidade do CP e o aparato de aço foi minimizado com a utilização de óleo de silicone como lubrificante. Durante os ensaios, a furadeira operou com uma velocidade constante de 340rpm.



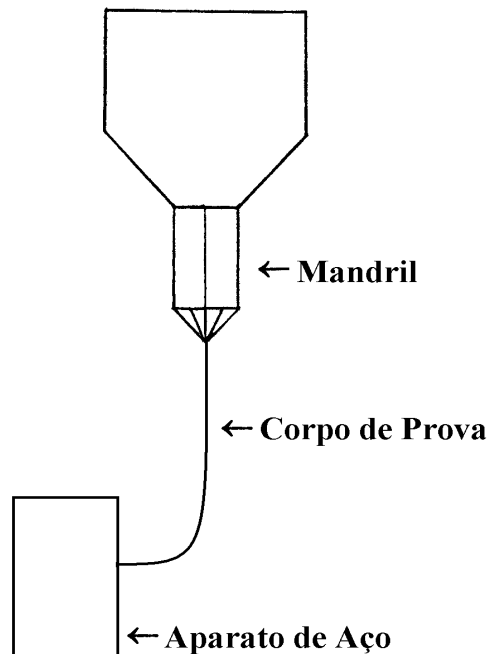


Figura 4.1. – Esquema da plataforma de testes utilizada na realização dos ensaios de deformação cíclica por dobramento rotatório.

A figura 4.2 ilustra como o ângulo de dobramento e o raio de curvatura dos fios foram determinados. São traçadas retas tangentes nas duas extremidades do fio, e traçadas retas perpendiculares às tangentes nestes pontos. Estas retas se encontram formando um ângulo  $\theta$ , que é o ângulo de dobramento. O raio de curvatura  $R$  é a distância entre o ponto de encontro das retas perpendiculares às tangentes e o ponto de encontro destas com as tangentes.

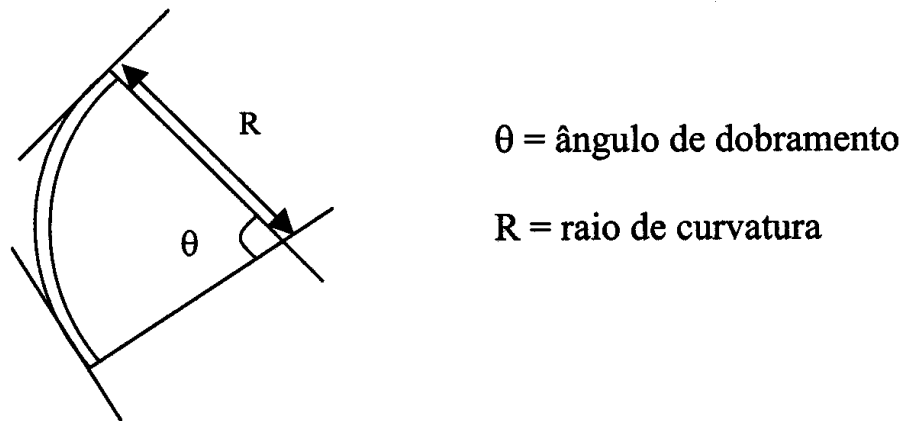


Figura 4.2. – Determinação do ângulo de dobramento e raio de curvatura do tubo guia.

Na determinação do número médio de ciclos até a fratura, foram realizados quinze ensaios até a ruptura do fio em cada nível de deformação, 2,0, 3,0 e 4,5%. As superfícies de fratura dos fios foram analisadas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). A seguir, foram realizados ensaios de deformação cíclica interrompidos, distribuídos da seguinte forma:

- Deformações com amplitude de 2,0%: foram realizados três ensaios correspondendo a  $\frac{1}{4}$  e três ensaios correspondendo a  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura. Os corpos de prova ciclados foram utilizados em análises de DSC.
- Deformações com amplitude de 3,0%: foram realizados nove ensaios correspondendo a  $\frac{1}{4}$  e nove ensaios correspondendo a  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura. Os corpos de prova ciclados foram utilizados em análises de DSC, ensaios de tração e ensaios de carga e descarga em tração.

- Deformações com amplitude de 4,5%: foram realizados nove ensaios correspondendo a  $\frac{1}{4}$  e dezoito ensaios correspondendo a  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura. Os corpos de prova ciclados foram utilizados em análises de DSC, ensaios de tração e ensaios de carga e descarga em tração. Nove amostras ensaiadas até  $\frac{3}{4}$  foram utilizadas na análise por DRX.

Todos os ensaios, até a ruptura e interrompidos, foram realizados ao ar na temperatura ambiente.

#### **4.4. Influência da Velocidade de Rotação no Comportamento em Fadiga**

No intuito de se avaliar a influência da velocidade de rotação sobre a resistência à fadiga do material (número de ciclos até o rompimento), foram realizados ensaios de deformações cíclicas por dobramento rotatório até a ruptura, em duas diferentes amplitudes, 2,0 e 3,0%, e três diferentes velocidades, 340, 630 e 1040rpm.

Foram realizados quinze ensaios, ao ar na temperatura ambiente, em cada condição de amplitude de deformação e velocidade de rotação, totalizando noventa ensaios, trinta dos quais (velocidade de 340rpm e amplitudes de deformação de 2,0 e 3,0%) já haviam sido citados na seção anterior.

#### **4.5. Ensaios de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)**

Com a finalidade de se verificar possíveis mudanças nas temperaturas de transformação martensítica e reversa, foram realizados ensaios de DSC em fios não submetidos à ciclagem e em fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, em três amplitudes de deformação diferentes, 2,0, 3,0 e 4,5%.

Os ensaios foram realizados em um calorímetro Shimadzu DSC-60. As amostras utilizadas pesavam aproximadamente 30mg e foram seccionadas dos fios ciclados e não ciclados, utilizando-se um disco adiamantado. Nos fios ciclados, as amostras foram

retiradas das regiões de deformação máxima, regiões estas, que foram localizadas com o auxílio das amostras fraturadas durante os ensaios realizados para determinação do número médio de ciclos até a fratura. Foram realizados dois ensaios em fios não ciclados e dois ensaios em fios submetidos a cada condição de ciclagem, totalizando quatorze ensaios. As taxas de aquecimento e resfriamento utilizadas foram de 10°C/min e o intervalo de temperaturas dos ciclos térmicos foi de -40 a 80°C. Cada ensaio consistiu na seguinte programação: aquecimento de -40 a 80°C, seguido por resfriamento até -40°C. As temperaturas de transformação foram determinadas através do método de intercepto das tangentes (vide anexo I).

#### **4.6. Ensaio de Tração**

Visando se observar a influência das deformações cíclicas por dobramento sobre as propriedades mecânicas do material, foram realizados 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 em duas amplitudes de deformação diferentes, 3,0 e 4,5%.

Os ensaios foram realizados em uma máquina universal de ensaios Instron 5582, à temperatura ambiente, com uma taxa de deformação de  $0,001\text{s}^{-1}$ . Utilizou-se o *software* Série IX na aquisição dos dados. Os CPs ensaiados tinham um comprimento útil de medida de 70mm. Foram realizados três ensaios em fios não ciclados e três ensaios em fios submetidos a cada condição de ciclagem, totalizando quinze ensaios. Foram avaliados a tensão crítica associada ao início da transformação martensítica, o limite de resistência e o alongamento total.

#### **4.7. Ensaio de Carga e Descarga em Tração**

Visando se observar a influência das deformações cíclicas por dobramento sobre a quantidade de deformação recuperável em tração do material, foram realizados ensaios de carga e descarga em tração, em passes ascendentes de 1%, até o limite máximo de 10% 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 em duas amplitudes de deformação diferentes, 3,0 e 4,5%.

Os ensaios foram realizados em uma máquina universal de ensaios Instron 5582, à temperatura ambiente, com uma taxa de deformação de  $0,008s^{-1}$ . Utilizou-se o *software* Merlin na aquisição dos dados. Os CPs ensaiados tinham um comprimento útil de 70mm. Foram realizados três ensaios em fios não ciclados e três ensaios em fios submetidos a cada condição de ciclagem, totalizando quinze ensaios.

#### **4.8. Análise das Superfícies de Fratura**

Com o objetivo de se observar características que indiquem falha por fadiga, as superfícies de fratura dos fios ciclados até a ruptura foram analisadas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Também foi realizada uma estimativa da quantidade de áreas de crescimento lento (regiões lisas) e áreas fibrosas. A análise das superfícies de fratura dos fios submetidos a três diferentes amplitudes de deformação, 2,0, 3,0 e 4,5%, foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura Jeol JSM 6360.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Caracterização do Material

#### 5.1.1. Composição química

A composição química média do material, determinada por EDS, foi de aproximadamente 51% at. de Ni e 49% at. de Ti. Também foi determinada a composição química média dos precipitados presentes no material. Os precipitados maiores apresentaram uma composição química média de aproximadamente 58,4% at. de Ti, 31,1% at. de Ni e 10,5% at. de O, sugerindo que estes precipitados sejam  $Ti_4Ni_2O$ , que, segundo SABURI (1998), são comumente observados em ligas NiTi. Por outro lado, os precipitados menores apresentaram uma composição química média de 63,2% at. de Ni e 36,8% at. de Ti, sugerindo que estes precipitados sejam  $TiNi_3$ , que é uma fase de equilíbrio, e é precedida pela formação dos precipitados metaestáveis  $Ti_3Ni_4$  e  $Ti_2Ni_3$  (SABURI, 1998). Os valores semi-quantitativos das composições químicas de cada região analisada, utilizados na determinação da composição química média da liga e dos precipitados, são mostrados no anexo II, juntamente com os valores obtidos dos erros médios absolutos.

#### 5.1.2. Identificação das fases

Amostras compostas de fios não ciclados e de fios ciclados até  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 4,5%, foram analisadas por DRX. Os difratogramas obtidos são mostrados nas figuras 5.1 (fios não ciclados) e 5.2 (fios ciclados). Os picos foram indexados pelos índices dos principais planos cristalinos das fases presentes, seguidos dos símbolos das mesmas.

Observa-se, em ambos difratogramas, uma grande quantidade da fase austenítica  $\beta$ , de estrutura B2, e uma pequena quantidade da fase martensítica B19', o que está de acordo com o comportamento superelástico apresentado pelo material na temperatura ambiente. Também é observado um pico muito pequeno associado aos precipitados  $Ti_3Ni_4$ .

Devido ao fato destes precipitados serem muito pequenos (algumas dezenas de nm de comprimento) (TIRRY & SCHRYVERS, 2005), eles não foram resolvidos por MEV e, portanto, suas composições químicas não foram determinadas por EDS. Apesar dos precipitados  $Ti_3Ni_4$  favorecerem a formação da fase R (REN *et al.*, 2001; KHALIL-ALLAFI *et al.*, 2002), nenhum pico correspondente a esta fase foi observado nos dois difratogramas.

Também observa-se uma diminuição da intensidade dos picos correspondentes a fase austenítica, principalmente o  $\beta$  (110), nos fios ciclados, o que pode estar relacionado à formação de martensita residual durante as deformações, apesar de não se observar um aumento na intensidade do pico M (111), correspondente a martensita.

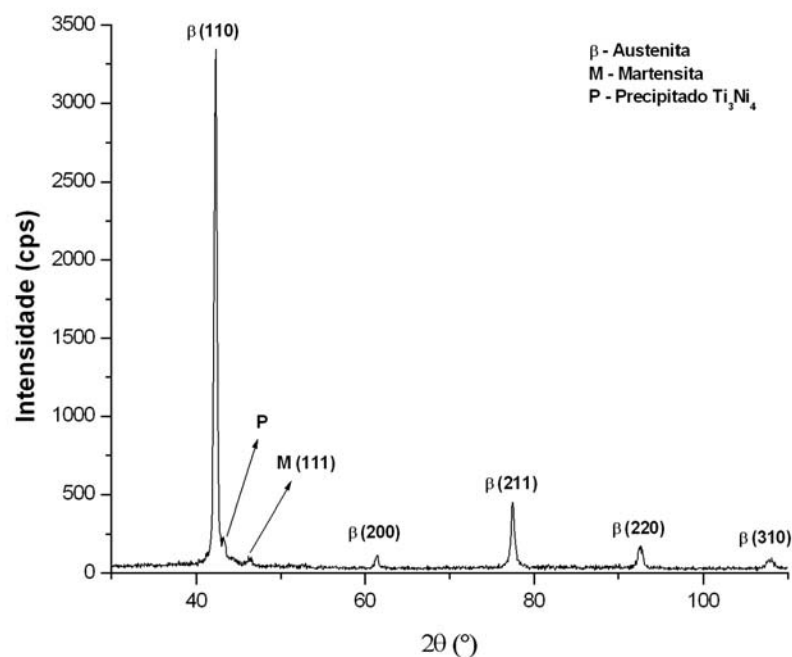


Figura 5.1. – Difratograma dos fios de NiTi não ciclados.

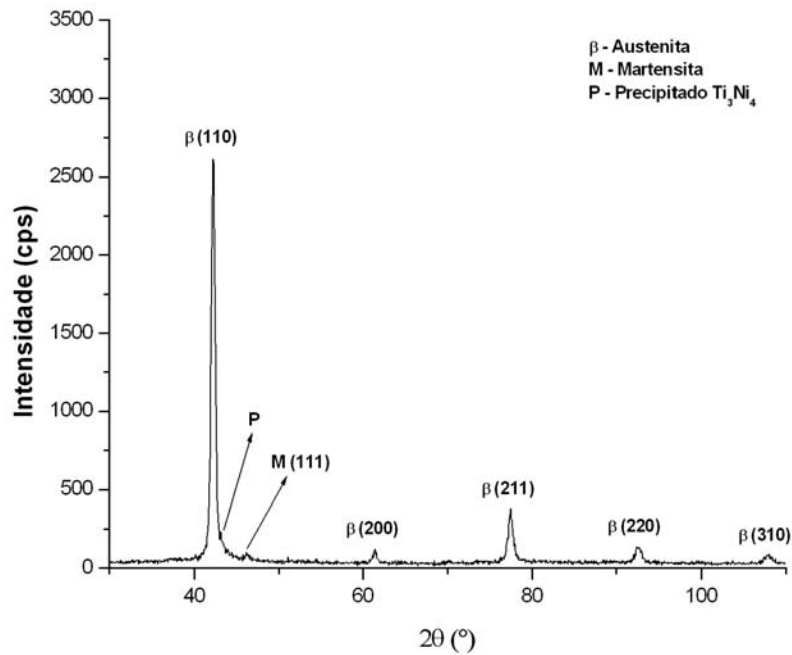


Figura 5.2. – Difratoograma dos fios de NiTi ciclados até  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 4,5%.

### 5.1.3. Análise microestrutural

A análise microestrutural do material foi realizada através de MEV. Nas figuras 5.3 e 5.4 observa-se uma microestrutura praticamente austenítica, com a presença de várias partículas, alongadas na direção de trefilação dos fios, dispersas na matriz. Essas partículas foram identificadas através de EDS como sendo  $TiNi_3$  (as menores) e  $Ti_4Ni_2O$  (as maiores). Na figura 5.4, onde se tem um maior aumento, podem ser observadas algumas evidências de relevo superficial, possivelmente devido à presença de martensita.



Os precipitados  $Ti_4Ni_2O$  são gerados durante a fabricação do material, e são freqüentemente observados nas ligas NiTi e os precipitados  $TiNi_3$  são o produto final da decomposição da austenita em ligas NiTi com teor de níquel superior a 50,5% em porcentagem atômica (SABURI, 1998). Ambos precipitados podem ser melhor visualizados na figura 5.5. Nota-se que alguns precipitados foram arrancados total ou parcialmente durante o preparo metalográfico.

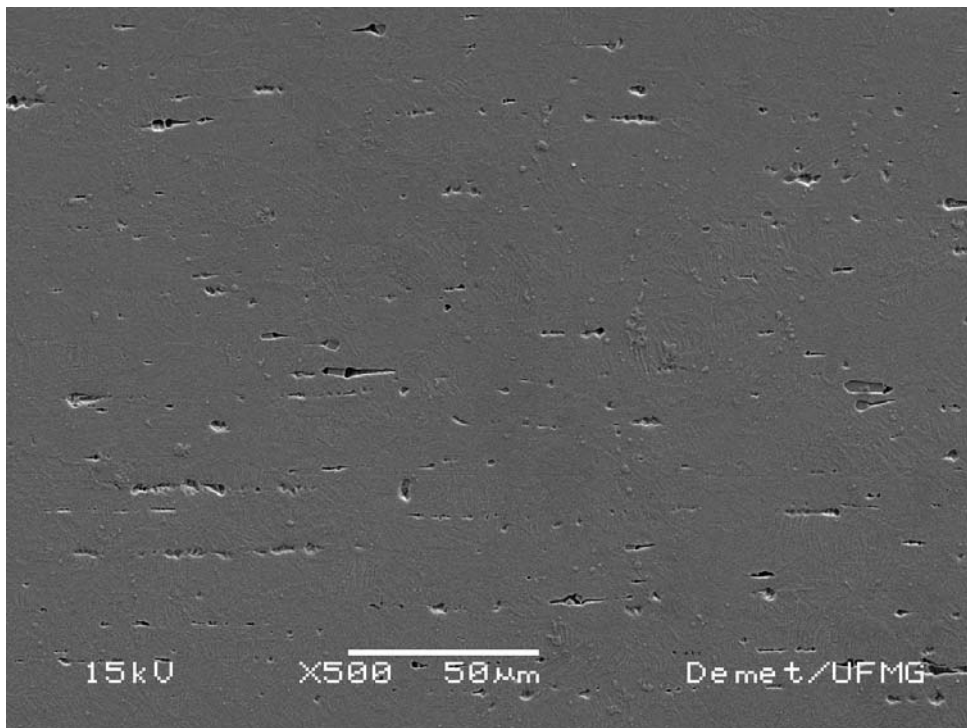


Figura 5.3. – Microestrutura dos fios de NiTi. (MEV-500x).

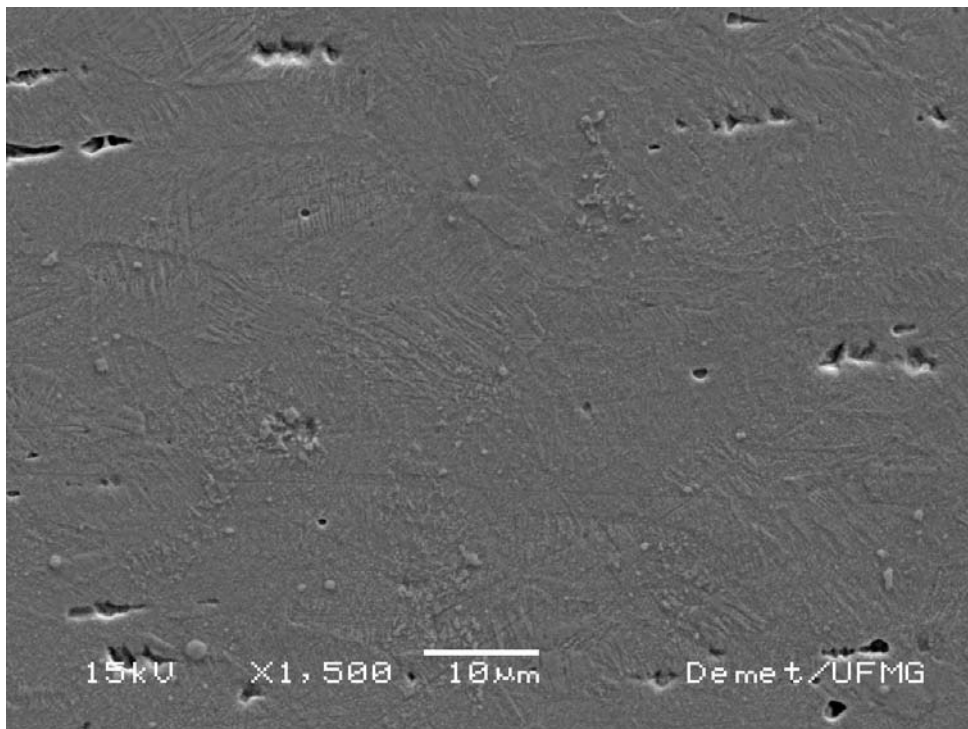


Figura 5.4. – Microestrutura dos fios de NiTi. (MEV-1500x).

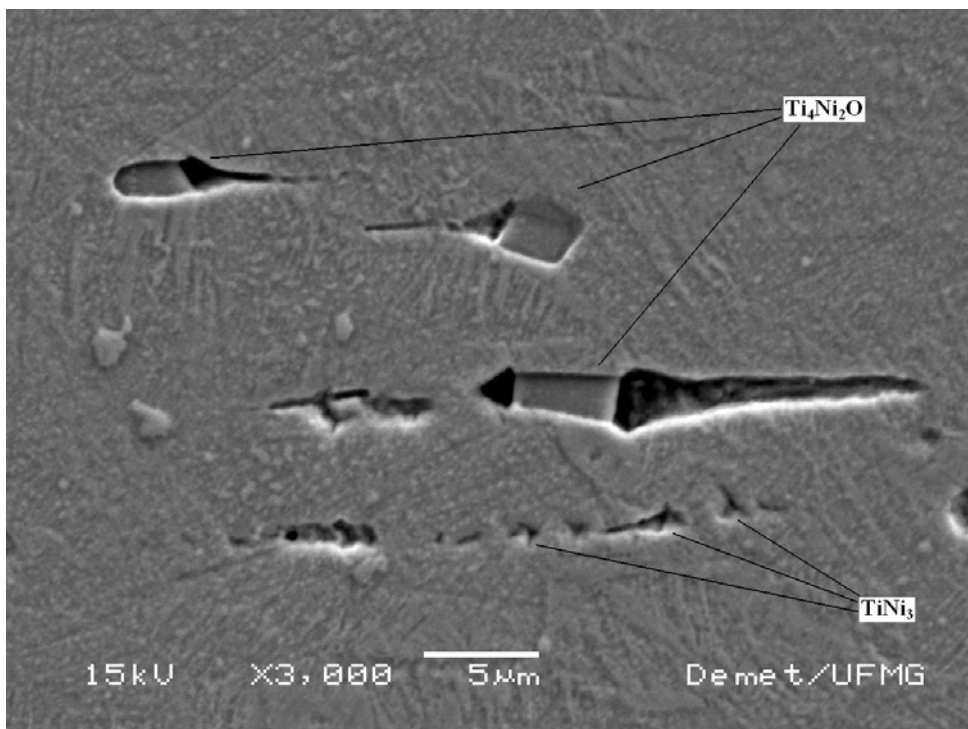


Figura 5.5. – Precipitados  $Ti_4Ni_2O$  e  $TiNi_3$ . (MEV-3000x).

#### 5.1.4. Temperaturas de transformação

As temperaturas de transformação martensítica e reversa de fios não submetidos à ciclagem, determinadas por DSC, são mostradas na tabela V.1. A figura 5.6 mostra uma curva DSC obtida nos ensaios, em um ciclo completo de aquecimento/resfriamento.

Tabela V.1 – Temperaturas de transformação de fios não ciclados.

	$M_S$ (°C)	$M_F$ (°C)	$A_S$ (°C)	$A_F$ (°C)
Ensaio 1	23,5	-25,4	-10,7	29,2
Ensaio 2	23,3	-25,7	-10,3	29,6
Média ± erro	$23,4 \pm 0,1$	$-25,6 \pm 0,2$	$-10,5 \pm 0,3$	$29,4 \pm 0,2$

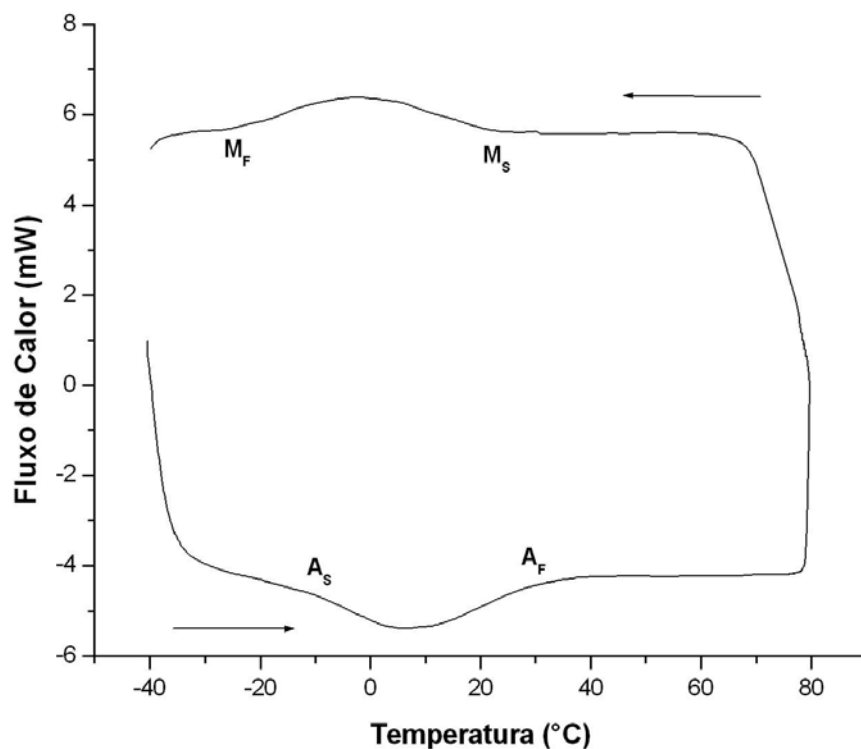


Figura 5.6. – Curva DSC aquecimento-resfriamento de um fio não submetido à ciclagem.

Nota-se, pelas temperaturas de transformação obtidas, que o material é praticamente austenítico na temperatura ambiente ( $M_S=23,4^\circ\text{C}$ ), confirmando a superelasticidade apresentada pela liga, o que já havia sido observado na análise por DRX. Na curva DSC da figura 5.6, pode se observar que tanto a TM quanto a TR ocorrem em uma única etapa, não sendo observado nenhum pico correspondente a transformação da fase R, o que também já havia sido observado na análise por DRX

## 5.2. Deformação Cíclica por Dobramento Rotatório

Na determinação do número médio de ciclos até a fratura foram realizados 15 ensaios em cada de nível de deformação, 2,0, 3,0 e 4,5%. Os valores de tempo e número de ciclos até a fratura de cada ensaio são mostrados no anexo III, juntamente com os valores obtidos dos erros médios absolutos.

Na tabela V.2 são apresentados os valores médios do tempo e número de ciclos até a fratura obtidos nos ensaios para cada nível de deformação.

Tabela V.2 - Tempo e número médio de ciclos até a fratura, em cada nível de deformação.

Amplitude de deformação (%)	Tempo médio até a fratura (s)	Número médio de ciclos até a fratura
2,0	$324 \pm 7$	$1836 \pm 40$
3,0	$159 \pm 6$	$901 \pm 34$
4,5	$94 \pm 3$	$533 \pm 17$

A partir dos resultados obtidos, foram realizados ensaios interrompidos correspondendo as seguintes condições:  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura em amplitudes de deformação de 2,0, 3,0 e 4,5%.

Nos ensaios interrompidos realizados em amplitudes de deformação de 4,5%, observou-se uma pequena quantidade de deformação permanente macroscópica

(aproximadamente 0,5%) nos fios após a ciclagem. Este fato foi observado em ambas as condições:  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura. Entretanto nenhuma deformação permanente macroscópica foi observada nos ensaios interrompidos realizados em amplitudes de deformação de 2,0 e 3,0%.

### 5.2.1. Características das superfícies de fratura

As superfícies de fratura foram examinadas por MEV. Imagens características das superfícies de fratura de fios ciclados, em amplitudes de deformação de 3,0 e 4,5%, são mostradas nas figuras 5.7 a 5.12.

Nas figuras 5.7 e 5.8 são mostradas as superfícies totais de fratura de fios submetidos a deformações de 3,0 e 4,5%, onde podem ser observadas, basicamente, grandes regiões fibrosas. Não são notadas diferenças significativas entre as duas superfícies.

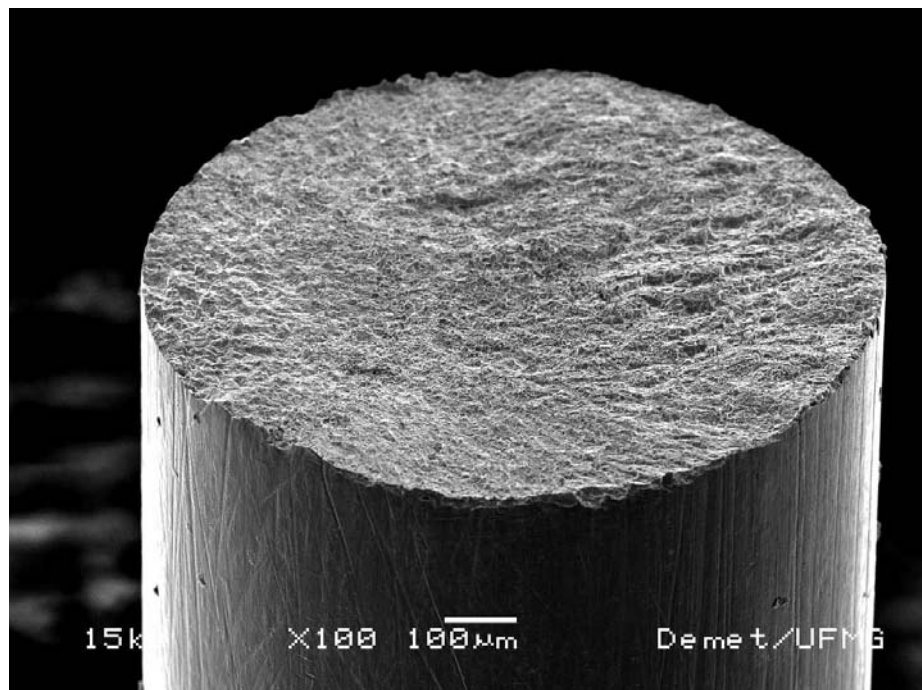


Figura 5.7. – Superfície total de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 3,0%. (MEV-100x).

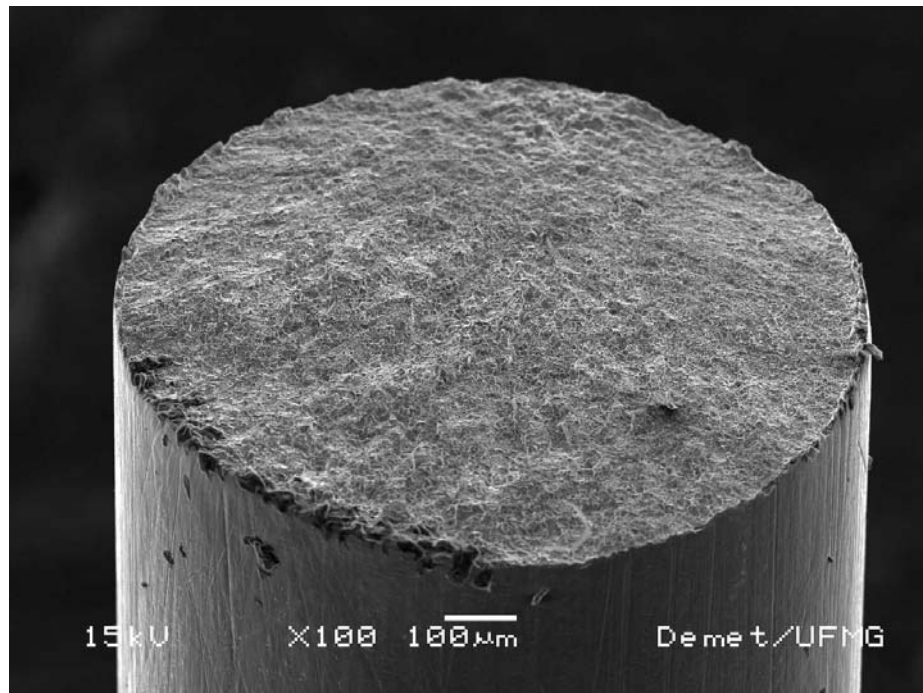


Figura 5.8. – Superfície total de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 4,5%. (MEV-100x).

As figuras 5.9 e 5.10 ilustram áreas de propagação lenta das trincas. Essas regiões representam uma parcela muito pequena da área total da superfície de fratura (menos de 5%). Podem ser observadas estrias de fadiga, correspondentes às posições ocupadas pela frente de propagação da trinca nos sucessivos ciclos (COURTNEY, 1990), confirmando, desta forma, a fratura por fadiga do material.

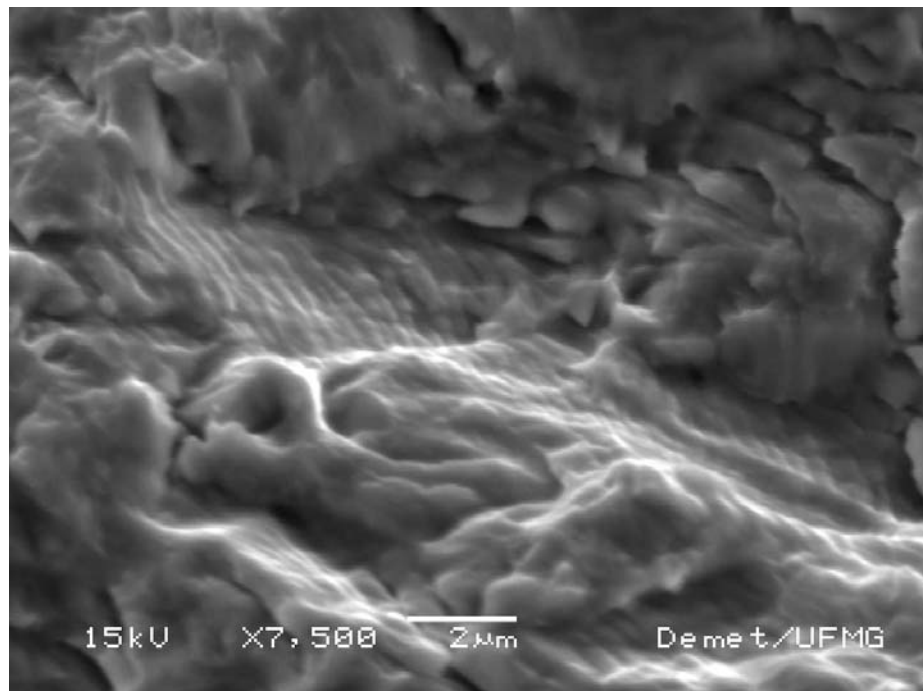


Figura 5.9. – Região lisa da superfície de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 3,0%. (MEV-7500x).

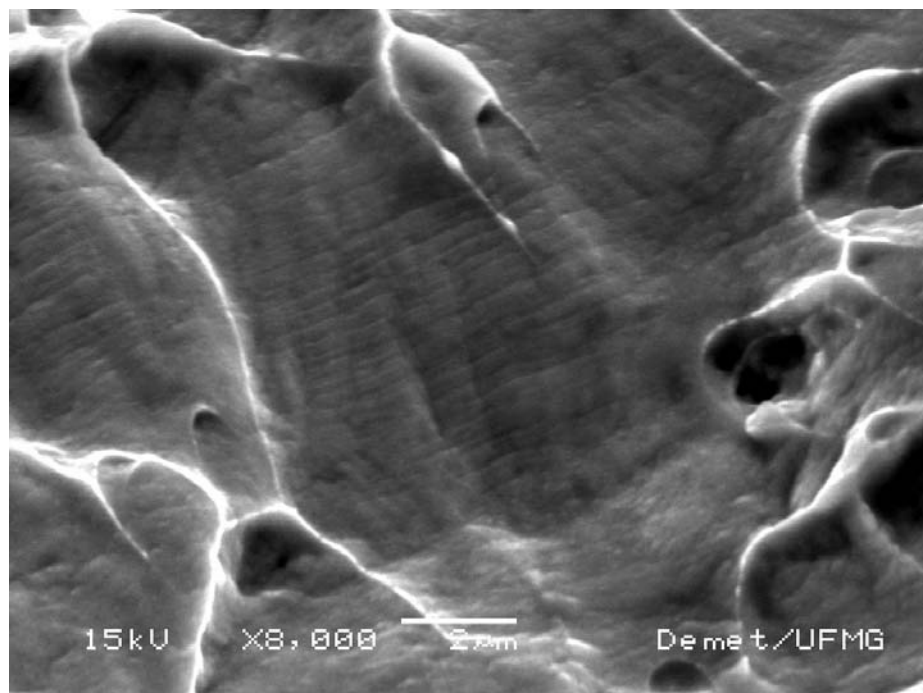


Figura 5.10. – Região lisa da superfície de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 4,5%. (MEV-8000x).

Nas figuras 5.11 e 5.12 são mostradas regiões fibrosas, associadas à fratura rápida final do material. Essas regiões representam a quase totalidade das superfícies de fratura. Podem ser observadas microcavidades (*'dimples'*), as quais são típicas em superfícies de fratura dúctil.

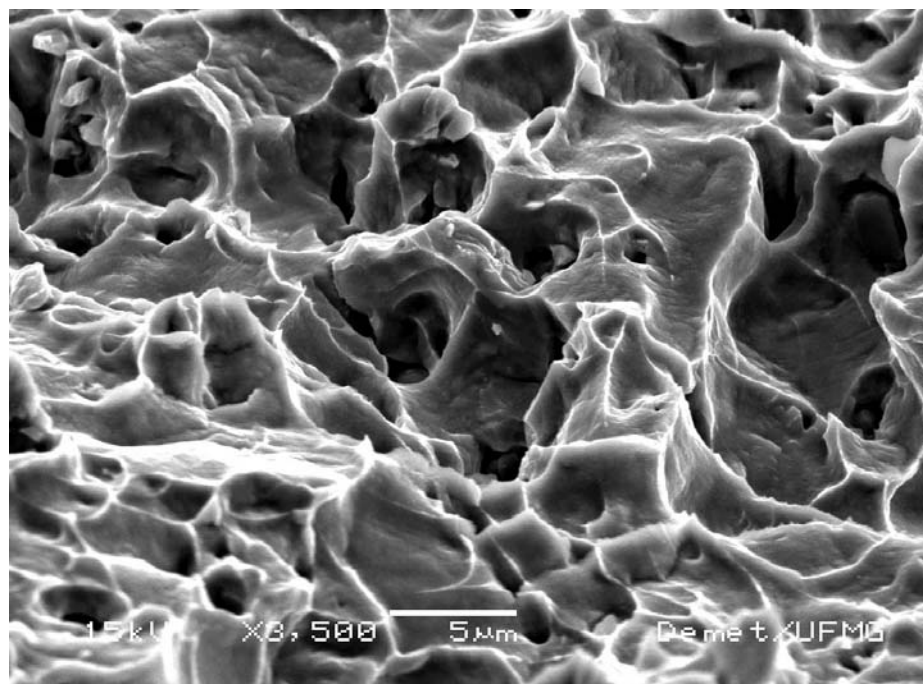


Figura 5.11. – Região fibrosa da superfície de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 3,0%. (MEV-3500x).



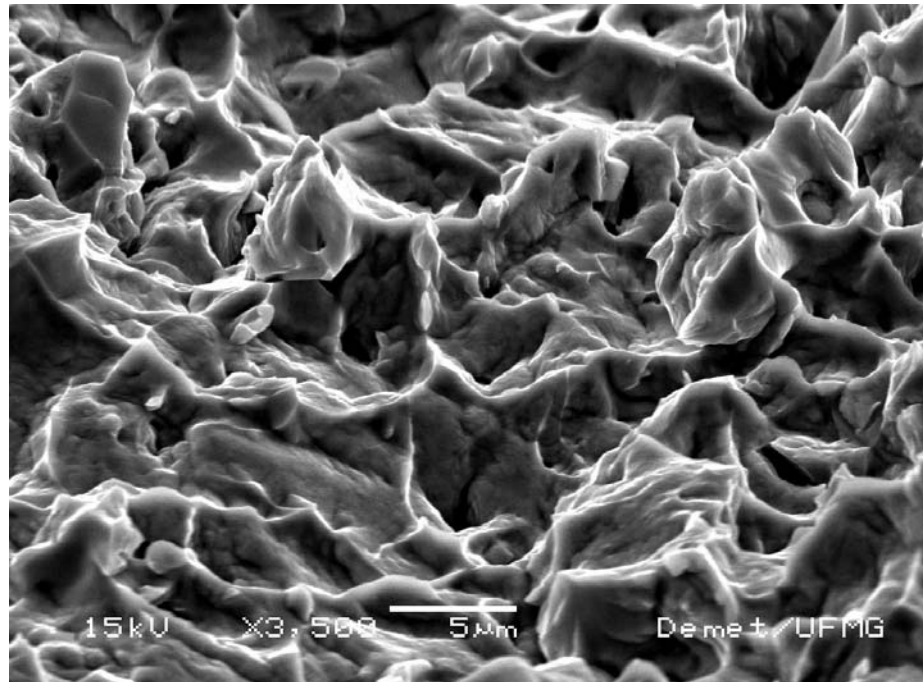


Figura 5.12. – Região fibrosa da superfície de fratura de um fio ciclado em uma amplitude de deformação de 4,5%. (MEV-3500x).

De uma maneira geral, não foram observadas diferenças significativas nas características das superfícies de fratura dos fios ciclados nas diferentes amplitudes de deformação utilizadas. As características das superfícies de fratura consideradas na totalidade, com poucas áreas de crescimento lento das trincas (menos de 5%), e uma grande área fibrosa associada à fratura rápida final, sugerem a ocorrência de tensões altas em todos os níveis de deformação. As posições de início das falhas nos fios não foram observadas, indicando um crescimento homogêneo das trincas durante a ciclagem, fato este, também observado no estudo de ciclagem mecânica por dobramento rotatório de fios superelásticos de NiTi, realizado por YOUNG & VLIET (2005).

Algumas possíveis causas para as características observadas nas superfícies de fratura são explicadas a seguir. Como o fio gira ao redor de seu eixo durante a ciclagem, as trincas se formam ao redor do mesmo de forma homogênea (DIAS & BUONO, 2001), e

desta forma há uma distribuição das tensões em todas as trincas, o que faz com que não haja crescimento preferencial e com que esse crescimento seja mais lento do que se houvesse uma concentração de tensões em uma trinca específica. Outro fator que colabora para o crescimento lento das trincas é o fato do material ser submetido à tração, que favorece o crescimento das trincas, e logo em seguida ser submetido à compressão, que inibe o crescimento das mesmas através do seu fechamento. Também a formação de MIT durante a ciclagem pode contribuir para um relaxamento da tensão na ponta da trinca e um aumento da tenacidade (YI & GAO, 2000), proporcionando uma menor taxa de crescimento das trincas. Portanto, as baixas taxas de crescimento das trincas associadas com as altas tensões, possivelmente, são responsáveis pelas pequenas áreas de crescimento lento e grandes áreas fibrosas.

### **5.3. Influência da Deformação Cíclica nas Propriedades Mecânicas**

#### **5.3.1. Ensaios de tração**

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, em amplitudes de deformação de 3,0 e 4,5%.

A figura 5.13 mostra uma curva tensão-deformação em tração do material não submetido à ciclagem. Curvas tensão-deformação de fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga, são mostradas nas figuras 5.14 e 5.15 para amplitudes de deformação de 3,0%, e nas figuras 5.16 e 5.17 para amplitudes de deformação de 4,5%. As curvas restantes, obtidas nos ensaios de tração, são mostradas no anexo IV.

Em nenhuma das curvas são observados picos, correspondentes a nucleação da martensita, no início do patamar de tensão. Entretanto, são observados alguns picos de tensão no interior do patamar. Durante o carregamento, a deformação ocorre de forma não uniforme através da nucleação e propagação de frentes de transformação de fase (SHAW & KYRIAKIDES, 1995 e 1997). Segundo SHAW & KYRIAKIDES (1995),

quando a nucleação ocorre em vários sítios, geralmente não são observados picos de tensão no início do patamar, como pode ser notado nas curvas tensão-deformação obtidas neste trabalho. Durante a propagação das frentes, pode ocorrer a parada de uma resultando na aceleração do movimento de outra (IADICOLA & SHAW, 2002), o que provoca um aquecimento localizado e conseqüentemente um aumento da tensão de propagação na região aquecida, sendo este o possível motivo para o surgimento dos picos de tensão observados no interior do patamar das curvas tensão-deformação obtidas.

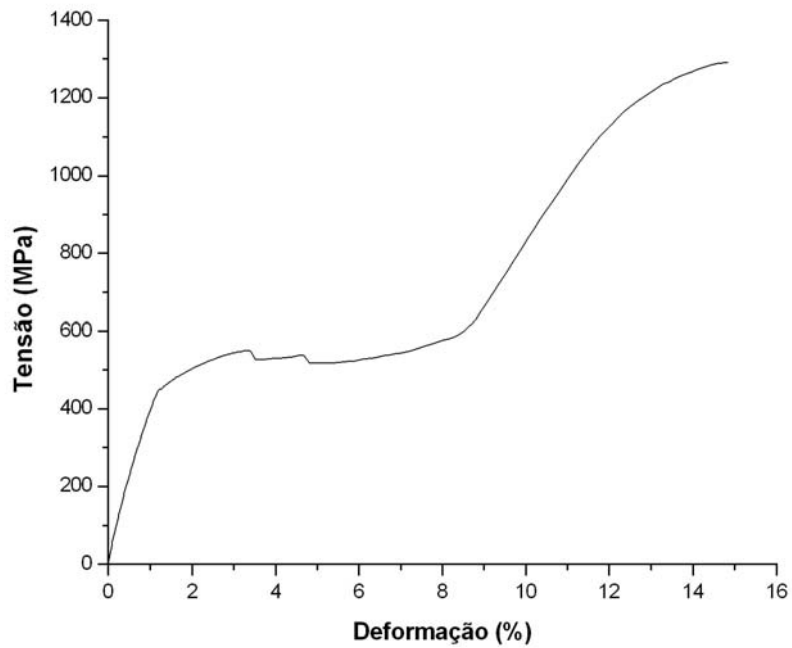


Figura 5.13. – Curva de tração até a ruptura de um fio não submetido à ciclagem.

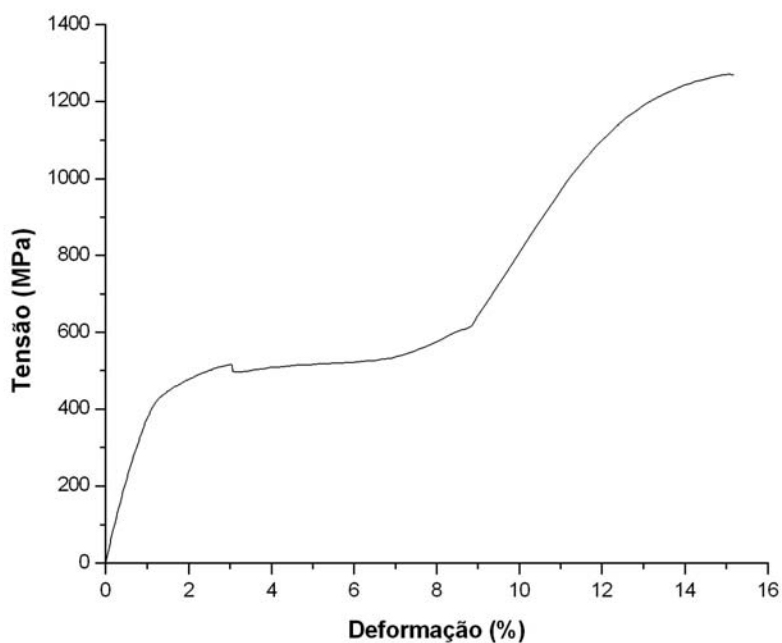


Figura 5.14. – Curva de tração de um fio ciclado até  $\frac{1}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%.

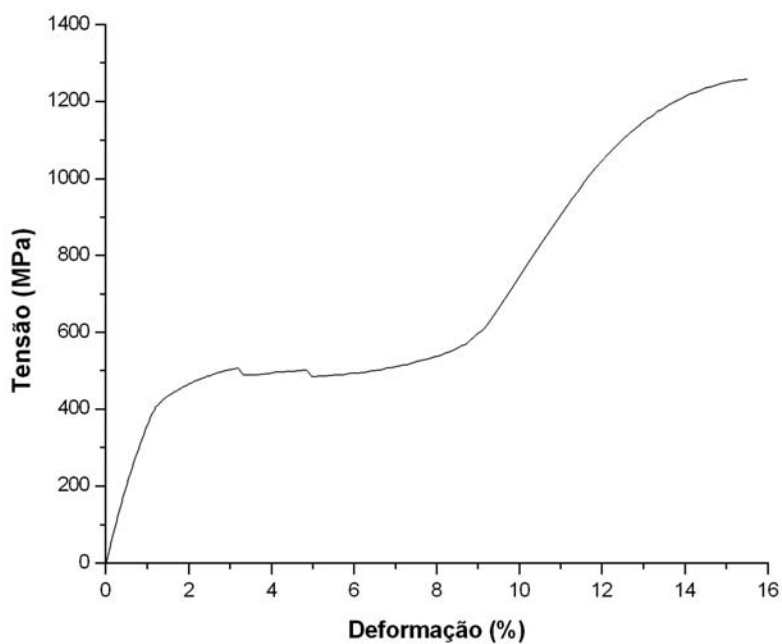


Figura 5.15. – Curva de tração de um fio ciclado até  $\frac{3}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%.

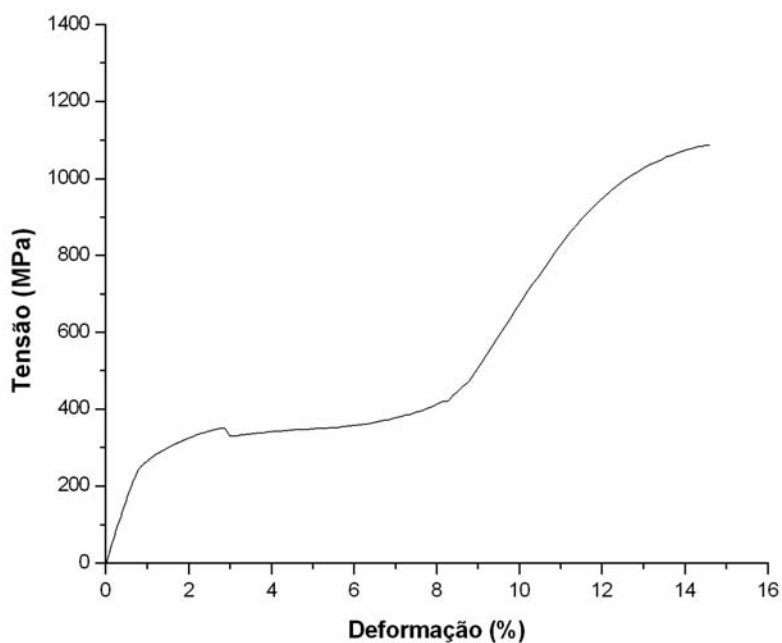


Figura 5.16. – Curva de tração de um fio ciclado até  $\frac{1}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.

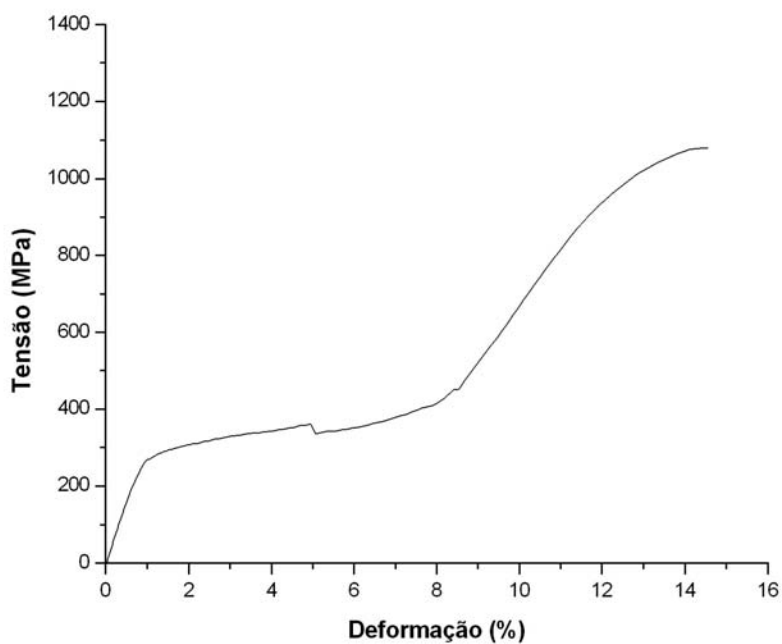


Figura 5.17. – Curva de tração de um fio ciclado até  $\frac{3}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.

Os valores médios da tensão crítica para formação de MIT, do limite de resistência e da deformação total até a ruptura dos fios não submetidos à ciclagem e dos fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga, em amplitudes de deformação de 3,0 e 4,5%, são mostrados na tabela V.3, juntamente com os valores dos erros médios absolutos.

Tabela V.3 – 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% $\frac{3}{4}$	$315 \pm 2$	$1078 \pm 5$	$14,5 \pm 0,1$

Observa-se, a partir dos resultados obtidos, 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 submetido à ciclagem. 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 expressiva: aproximadamente 38 e 15% respectivamente. É importante salientar que estes valores, possivelmente, estão levemente majorados, devido ao fato de não se ter levado em conta o efeito da presença de trincas no material ciclado, o que representaria uma menor área de seção transversal resistente nos fios e, portanto, uma maior tensão verdadeira. Em alguns estudos (MIYAZAKI *et al.*, 1986; TOBUSHI *et al.*, 1992, 1998-a e 1998-b; EGGELER *et al.*, 2004) também foi observada uma diminuição da tensão crítica para formação de martensita como consequência da ciclagem mecânica, embora as deformações cíclicas impostas nos trabalhos citados tenham sido de tração, diferentemente das deformações

cíclicas por dobramento, utilizadas no presente trabalho. Em ambas amplitudes de deformação, 3,0 e 4,5%, a deformação total até a ruptura e a deformação no patamar de tensão não foram afetadas de forma significativa pela ciclagem mecânica.

Nota-se que as alterações 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, para cada amplitude de deformação, foram muito parecidas, o que sugere que os fatores responsáveis por essas alterações ocorram nos estágios iniciais da ciclagem mecânica e se estabilizem nos ciclos posteriores. Segundo MIYAZAKI *et al.* (1986) esta estabilização das características superelásticas após um determinado número de ciclos ocorre devido ao encruamento sofrido pelo material, que é motivado pela introdução de deslocamentos durante a ciclagem.

A diminuição da tensão crítica para formação de martensita observada, sugere uma estabilização da mesma. O possível motivo para esta estabilização da martensita vem a seguir. Encontrando-se o material estudado no estado austenítico à temperatura ambiente, há formação de martensita induzida por tensão durante a ciclagem por dobramento rotatório. Durante os ciclos de deformação, 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 (TOBUSHI *et al.*, 1992). 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 possuem as mesmas orientações das variantes que são induzidas por tensão, podem atuar como geradoras de tensões internas (MIYAZAKI *et al.*, 1986). 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%, onde foi observada uma deformação permanente de aproximadamente 0,5% após a ciclagem, possivelmente houve uma geração de defeitos cristalinos e de martensita residual grande o suficiente para provocar um efeito de estabilização da martensita expressivo, o que não ocorreu nos fios ciclados em uma amplitude de deformação de 3,0%.

### 5.3.2 Ensaios de carga e descarga em tração

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 em duas amplitudes de deformação diferentes, 3,0 e 4,5%.

Na figura 5.18 é mostrada uma curva de carga e descarga em tração de um fio não submetido à ciclagem. Observa-se que o material recupera grande parte das deformações na descarga, sendo que deformações residuais de aproximadamente 0,6% são encontradas para deformações de 10,0%. Também é observada uma diminuição da tensão crítica para formação de martensita nos sucessivos passes de deformação, pelos motivos explicados na seção anterior.

Curvas de carga e descarga em tração de fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga, são mostradas nas figuras 5.19 e 5.20 para amplitudes de deformação de 3,0%, e nas figuras 5.21 e 5.22 para amplitudes de deformação de 4,5%. As curvas restantes, obtidas nos ensaios de carga e descarga em tração, são mostradas no anexo V.



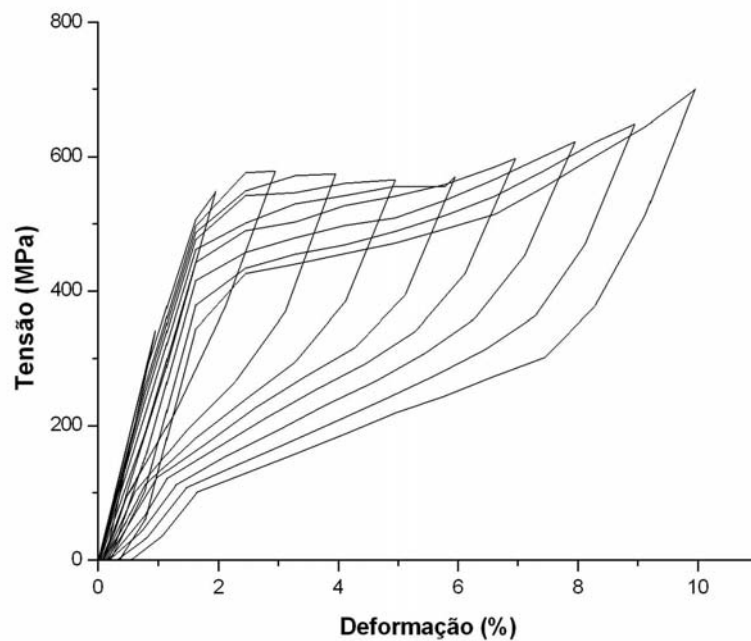


Figura 5.18. – Curva de carga e descarga em passes ascendentes de 1,0% de deformação, de um fio não submetido à ciclagem.

Observa-se 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 máxima.

Nas figuras 5.19 e 5.20, onde o material foi submetido a deformações cíclicas em uma amplitude de 3,0%, deformações residuais permanentes de aproximadamente 1,0% são encontradas. No caso do material ciclado em uma amplitude de 4,5% (figuras 5.21 e 5.22), a degradação foi mais acentuada, com deformações residuais 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 ocorreram nos estágios iniciais da ciclagem mecânica.

A degradação observada, possivelmente, é conseqüência da combinação de um grande número de deslocamentos e martensita residual geradas durante a ciclagem por dobramento rotatório (MIYAZAKI *et al.*, 1986 e 1990). Maiores amplitudes de deformação geram um número maior de deslocamentos e martensita residual, provocando, assim, uma maior degradação da superelasticidade do material, como pode ser observado nas curvas obtidas.

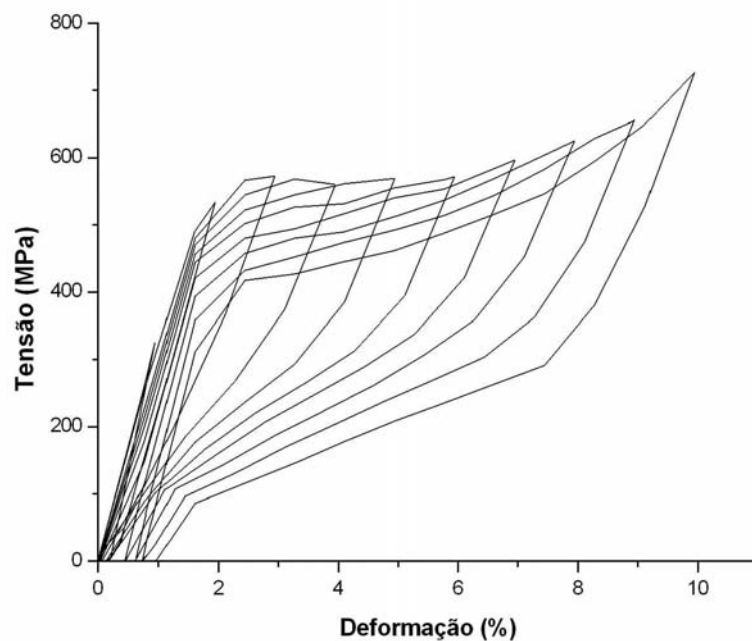


Figura 5.19. – Curva de carga e descarga em passes ascendentes, de um fio ciclado até  $\frac{1}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%.

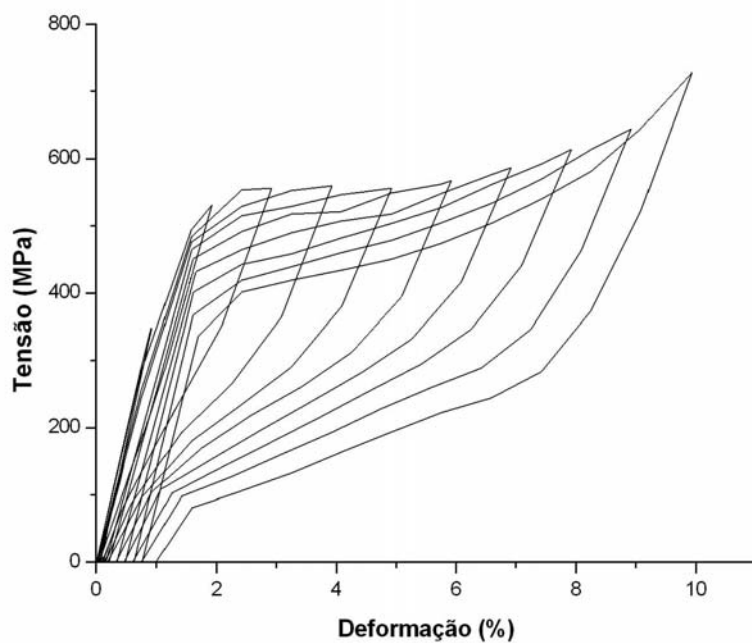


Figura 5.20. – Curva de carga e descarga em passes ascendentes, de um fio ciclado até  $\frac{3}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%.

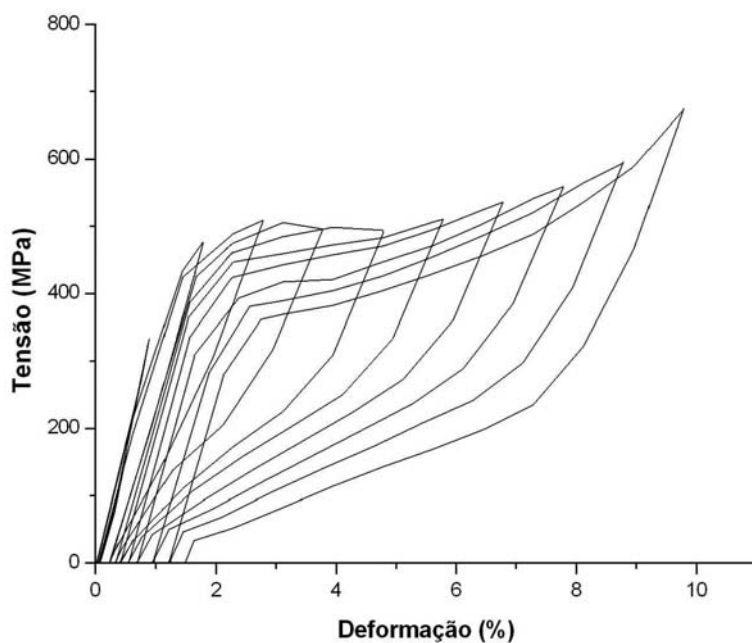


Figura 5.21. – Curva de carga e descarga em passes ascendentes, de um fio ciclado até  $\frac{1}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.

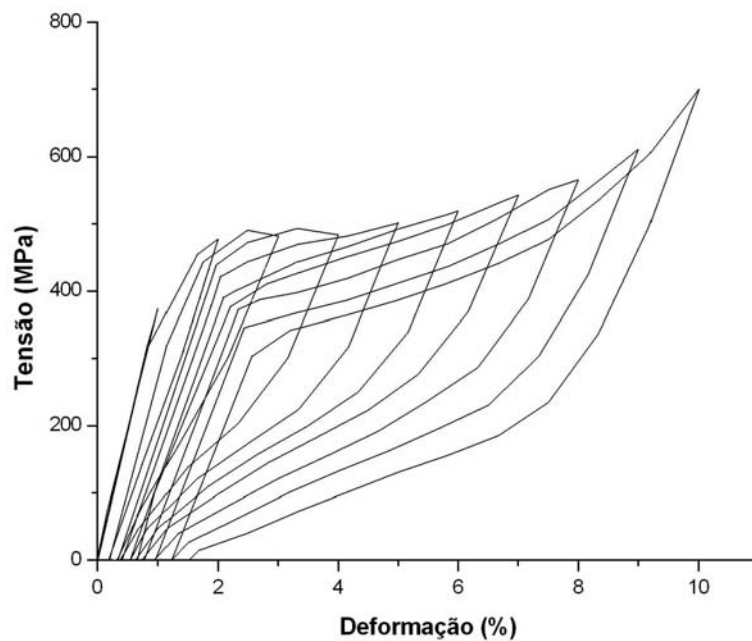


Figura 5.22. – Curva de carga e descarga em passes ascendentes, de um fio ciclado até  $\frac{3}{4}$  de sua vida em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.

#### **5.4. Influência da Deformação Cíclica nas Temperaturas de Transformação**

O controle das temperaturas de transformação é de grande importância nas diversas aplicações práticas das ligas NiTi, pois elas determinam o intervalo de ocorrência do EMF e da SE. Mudanças nas temperaturas de transformação do material podem levar o mesmo a falhar em serviço.

No presente trabalho as temperaturas de transformação martensítica e reversa foram determinadas por DSC. Foram realizados ensaios em fios não submetidos a deformações e em fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, em três diferentes amplitudes de deformação, 2,0, 3,0 e 4,5%.

As figuras 5.23 e 5.24 apresentam curvas típicas de DSC do material não deformado e do material submetido a  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, nas três diferentes amplitudes de deformação utilizadas nos ensaios de fadiga interrompida. Na figura 5.23 são mostradas curvas obtidas no aquecimento e na figura 5.24, curvas obtidas no resfriamento.

Curvas DSC, em ciclos térmicos completos, correspondentes a fios submetidos a cada uma das condições de ensaio utilizadas (amplitude de deformação e tempo de interrupção do ensaio), são mostradas no anexo VI.

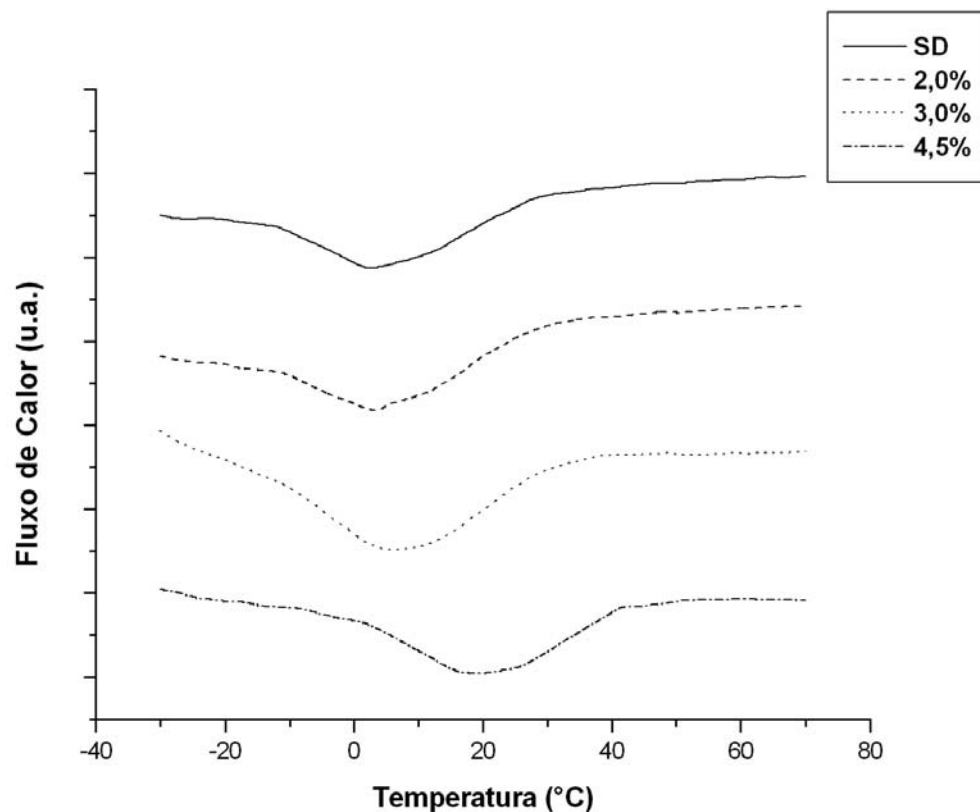


Figura 5.23. – Curvas DSC, obtidas no aquecimento, do material não deformado e do material submetido a  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, em três diferentes amplitudes de deformação.

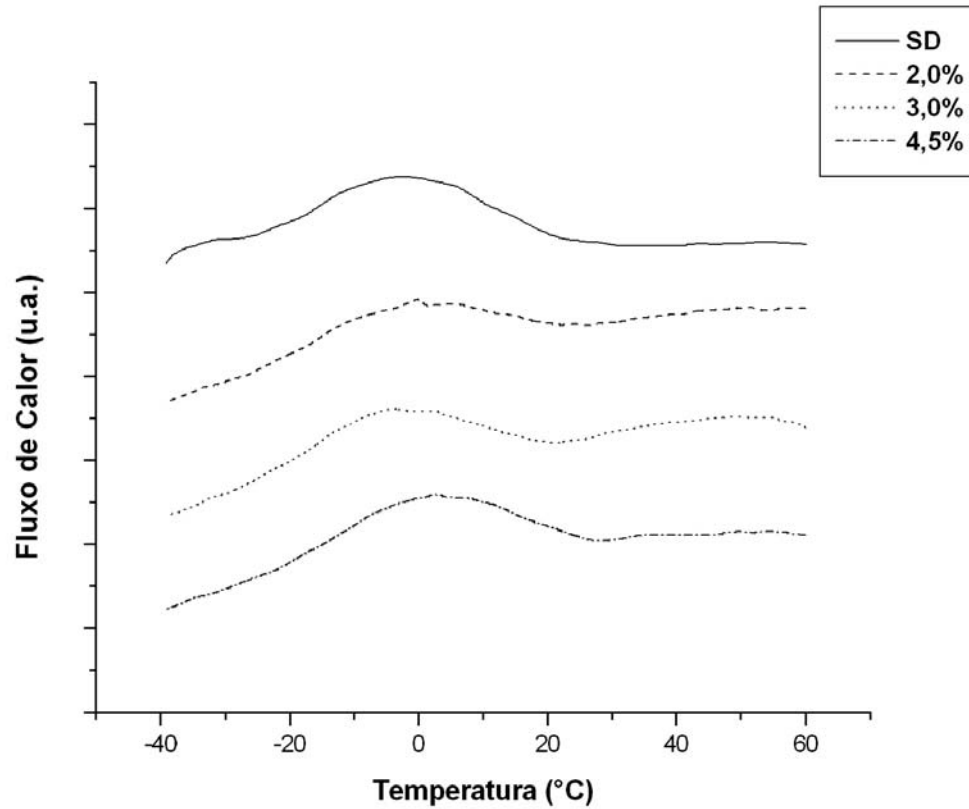


Figura 5.24. – Curvas DSC, obtidas no resfriamento, do material não deformado e do material submetido a  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, em três diferentes amplitudes de deformação.

As temperaturas características das transformações martensítica e reversa, determinadas nos ensaios de DSC, são mostradas na Tabela V.4, para fios não deformados e fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, em amplitudes de deformação de 2,0, 3,0 e 4,5%.

Tabela V.4 – Temperaturas de transformação dos fios não deformados e após ciclagem até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga, em amplitudes de deformação de 2,0, 3,0 e 4,5%.

Amostra	Ensaio	M <sub>S</sub> (°C)	M <sub>F</sub> (°C)	A <sub>S</sub> (°C)	A <sub>F</sub> (°C)
Sem deformação	1	23,5	-25,4	-10,7	29,2
	2	23,3	-25,7	-10,3	29,6
2,0% $\frac{1}{4}$	1	23,1	-26,3	-10,2	29,3
	2	23,3	-26,1	-10,5	29,1
2,0% $\frac{3}{4}$	1	23,3	-26,2	-11,0	28,8
	2	22,8	-25,9	-10,4	29,5
3,0% $\frac{1}{4}$	1	23,5	-26,0	-10,6	29,8
	2	23,0	-25,8	-10,4	30,1
3,0% $\frac{3}{4}$	1	23,5	-25,1	-10,5	30,6
	2	23,4	-25,6	-10,1	30,3
4,5% $\frac{1}{4}$	1	26,8	-22,3	0,7	42,1
	2	27,1	-22,0	1,1	41,9
4,5% $\frac{3}{4}$	1	27,0	-22,1	1,1	42,1
	2	26,9	-22,3	1,4	42,5

Não foram observadas mudanças significativas nas temperaturas de transformação martensítica e reversa dos fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga, em amplitudes de deformação de 2,0 e 3,0%.

Entretanto, houve um aumento significativo nas temperaturas de transformação dos fios submetidos à ciclagem em uma amplitude de deformação de 4,5%, sugerindo uma estabilização da martensita. Segundo TAN & LIU (2004) este fenômeno de estabilização da martensita em ligas NiTi tem sido observado sob várias condições experimentais, incluindo diferentes modos de carregamento (tração, compressão, etc) e deformação via reorientação de martensita ou via MIT. O aumento observado nas temperaturas de transformação martensítica, M<sub>S</sub> e M<sub>F</sub>, foi pequeno (menos de 4°C), como pode ser observado na tabela V.4. Por outro lado, um aumento considerável (aproximadamente 13°C) foi observado nas temperaturas de transformação reversa, A<sub>S</sub> e A<sub>F</sub>.

Novamente, fica evidenciado que os fatores responsáveis pela estabilização da martensita ocorrem nos estágios iniciais da ciclagem mecânica e se estabilizam nos ciclos posteriores, como pode ser observado na figuras 5.25 e 5.26, onde as curvas 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 semelhantes.

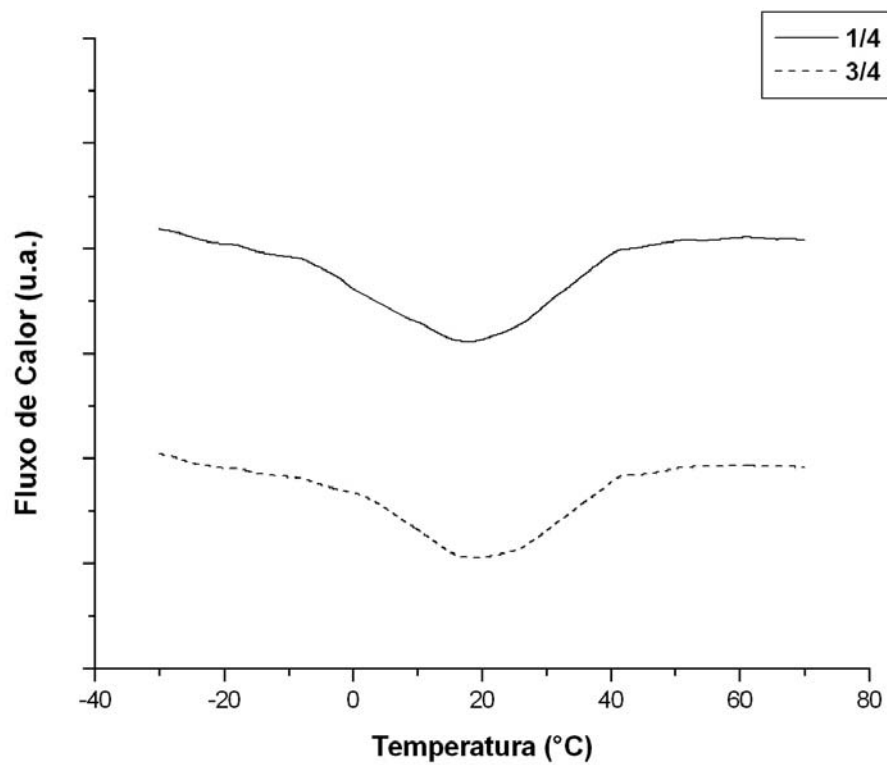


Figura 5.25. – Curvas DSC, obtidas no aquecimento, do material submetido a  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 4,5%.



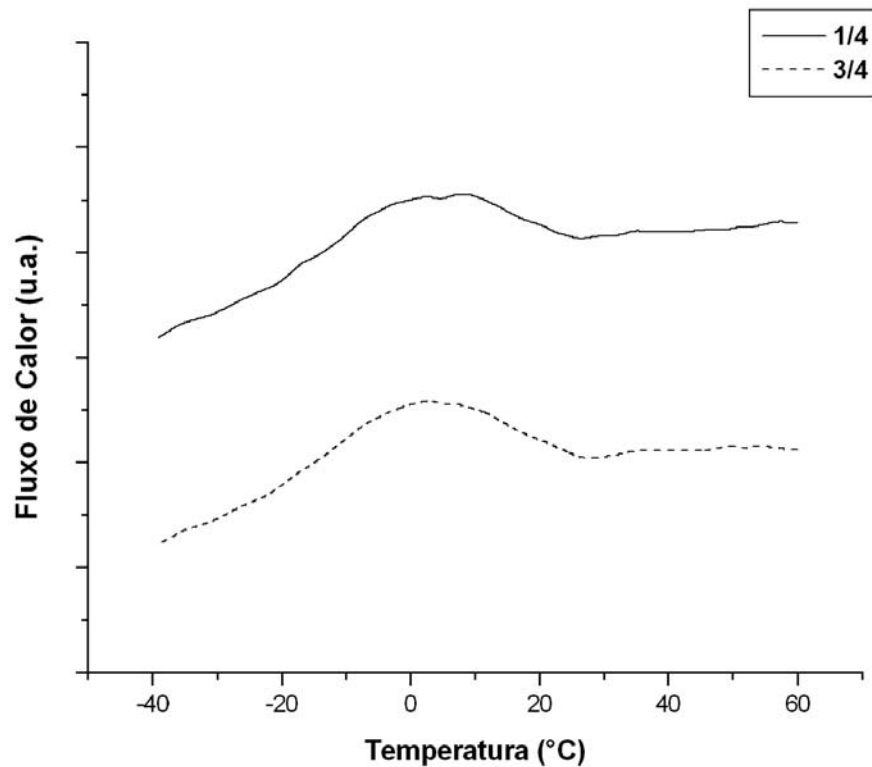


Figura 5.26. – Curvas DSC, obtidas no resfriamento, do material submetido a  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 4,5%.

O aumento das temperaturas de transformação observado é um fenômeno indicativo da estabilização da martensita. Este efeito foi observado por TOBUSHI *et al.* (1992), em fios superelásticos submetidos a deformações cíclicas por tração. Eles relacionaram este aumento à diminuição da tensão crítica para formação de martensita, sugerindo que os motivos para ambos efeitos foram os mesmos, ou seja, introdução de deslocamentos e martensita residual durante a ciclagem, que motivam o aparecimento de tensões internas, que por sua vez atuam como obstáculo à transformação reversa e promovem uma estabilização da martensita.

Estudos anteriores (LIU & TAN, 2000) mostraram uma estabilização da martensita, indicada por um aumento das temperaturas de transformação reversa, em ligas NiTi submetidas a deformações severas em tração (até 20%) no estado austenítico, via formação de MIT. Foi proposto que os defeitos introduzidos no material durante a deformação, tais como deslocamentos, impedem o movimento das interfaces de transformação durante a transformação reversa e criam campos de tensão favoravelmente orientados na direção da deformação do reticulado da MIT. Esses campos se opõem à transformação reversa da MIT, causando assim uma estabilização da mesma.

Nos fios ciclados em uma amplitude de deformação de 4,5%, onde foi observada uma deformação permanente de aproximadamente 0,5% após a ciclagem, possivelmente houve uma geração de defeitos cristalinos grande o suficiente para provocar um efeito de estabilização da martensita expressivo, o que não ocorreu nos fios ciclados em uma amplitude de deformação de 2,0 e 3,0%.

### **5.5. Influência da Velocidade de Rotação no Comportamento em Fadiga**

A influência da velocidade de rotação sobre a resistência à fadiga do material foi avaliada através de ensaios de deformação cíclica por dobramento rotatório até a ruptura, ao ar, em duas diferentes amplitudes de deformação (2,0 e 3,0%), e três diferentes velocidades (340, 630 e 1040rpm).

Na Tabela V.5 são apresentados os resultados obtidos nos ensaios: tempo e número médio de ciclos até a fratura nas velocidades de rotação (340, 630 e 1040rpm) e amplitudes de deformação (2,0 e 3,0%) utilizadas. Os valores de tempo e número de ciclos até a fratura de todos os ensaios são mostrados no anexo III.

Tabela V.5 - Amplitudes de deformação, velocidades de rotação, tempo e número médio de ciclos até fratura para cada condição de ensaio.

Deformação (%)	Velocidade de rotação (rpm)	Tempo médio até a fratura (s)	Número médio de ciclos até a fratura
2,0	340	324 ± 7	1836 ± 40
	630	159 ± 5	1670 ± 53
	1040	92 ± 3	1595 ± 52
3,0	340	159 ± 6	901 ± 34
	630	73 ± 4	766 ± 42
	1040	41 ± 3	711 ± 52

Observa-se que em ambas amplitudes de deformação, a velocidade de rotação afetou a vida em fadiga do material. Houve uma diminuição no número de ciclos até a fratura com o aumento da velocidade de rotação. Em amplitudes de deformação de 2,0%, a redução da vida em fadiga dos fios foi de aproximadamente 9% com o aumento da velocidade de 340 para 630rpm, e 13% com o aumento da velocidade de 340 para 1040rpm. Em amplitudes de deformação de 3,0% esta redução foi de aproximadamente 15% com o aumento da velocidade de 340 para 630rpm, e 21% com o aumento da velocidade de 340 para 1040rpm. Também pode se observar que um aumento da amplitude de deformação de 2,0 para 3,0% reduziu consideravelmente a vida em fadiga do material.

O efeito da velocidade de rotação sobre a vida em fadiga pode ser interpretado em termos de um aumento da temperatura dos fios durante a ciclagem. Calor é gerado durante a ciclagem mecânica, devido aos processos de dissipação de energia de deformação, decorrentes da formação de martensita induzida por tensão. Segundo IADICOLA e SHAW (2002) o aumento da temperatura provocado pela TM é maior que a diminuição provocada pela TR. Portanto durante a ciclagem mecânica, onde ocorrem TM e TR repetidamente, é esperado que ocorra um aumento da temperatura dos fios. Somado a este fato, durante a ciclagem ocorre o movimento das interfaces martensita-austenita, que é um processo que dissipa energia e produz calor. Velocidades de rotação

maiores proporcionam um atrito interno das interfaces mais intenso, o que aumenta a dissipação de energia e a produção de calor. Possivelmente houve um aumento de alguns graus na temperatura dos fios, devido à transferência de calor dos mesmos para o meio ambiente (ar) não ter sido suficiente para manter suas temperaturas constantes. Em velocidades de rotação maiores, em que é gerada uma maior quantidade de calor, o tempo para que o mesmo seja transferido para o meio ambiente é menor que em velocidades menores, portanto mais calor permanece armazenado no material, a menos que o meio ambiente possua alta condutividade térmica, o que não é o caso do ar. Desta forma, é esperado que fios ciclados ao ar em velocidades mais altas sofram um maior aumento na temperatura do que os fios ciclados em velocidades menores.

De acordo com a literatura (EGGELER *et al.*, 2004; TOBUSHI *et al.*, 1997), um aumento na temperatura das ligas NiTi superelásticas ocasiona um aumento da tensão crítica para formação de martensita, assim como um aumento do patamar de tensão, o que proporciona uma elevação da tensão superficial durante a ciclagem, favorecendo a nucleação de trincas. Entretanto, considerando que o aumento da temperatura dos fios não é uniforme, pode-se pensar na temperatura tornando-se uniforme e mais alta na parte interna, devido à maior condutividade térmica do metal, e um pouco menor na superfície, devido à transferência de calor para o meio ambiente. Desta forma, ocorre um aumento da tensão na superfície devido à elevação da temperatura, mas o aumento será mais pronunciado em uma região logo abaixo desta, onde a temperatura é mais alta, afetando assim, a propagação das trincas que se formam na superfície. Maiores tensões aumentam a ocorrência de deformações plásticas e favorecem a propagação das trincas, causando uma diminuição da vida em fadiga do material. Como a nucleação das trincas ocorre no início da ciclagem (DIAS & BUONO, 2001), a propagação, e não a nucleação das mesmas deve ser a etapa controladora da resistência à fadiga do material nas condições de ensaio utilizadas.

Nota-se que a redução da vida em fadiga do material foi mais considerável na amplitude de deformação de 3,0%. Segundo TOBUSHI *et al.* (1997) a área correspondente à histerese de tensão, ou seja, a área englobada pelas curvas de carga e descarga do material, representa a energia de deformação dissipada por unidade de volume, sendo

esta determinada pelo produto da tensão e deformação associados com a transformação de fase. Portanto, um aumento da deformação acarreta um aumento da energia dissipada, que por sua vez acarreta um aumento da temperatura, e dessa forma uma diminuição da vida em fadiga. Somado a isto, uma maior amplitude de deformação por dobramento proporciona uma maior tensão na superfície do fio, o que contribui para uma diminuição da vida em fadiga do mesmo.

## 6. CONCLUSÕES

No presente trabalho foi investigado o efeito das deformações cíclicas por dobramento rotatório sobre propriedades funcionais e estruturais de fios superelásticos de NiTi. Os principais resultados são sintetizados a seguir.

- A caracterização do material como recebido demonstrou a presença de uma estrutura quase totalmente austenítica, de estrutura B2, com uma pequena quantidade de martensita B19'. Não foi observada a presença da fase R, apesar de ter sido detectada a presença dos precipitados  $Ti_3Ni_4$ , que favorecem o aparecimento da mesma. Outros precipitados observados foram  $TiNi_3$  e  $Ti_4Ni_2O$ .
- As superfícies de fratura dos fios rompidos apresentaram, quase em sua totalidade, regiões fibrosas, associadas à fratura rápida final, e poucas regiões de propagação lenta das trincas (menos de 5%), sugerindo que o material se rompeu de forma dúctil sem haver crescimento preferencial de uma trinca específica.
- 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 um aumento das temperaturas de transformação e uma diminuição da tensão crítica para formação de martensita, ocorridos, possivelmente, devido às tensões internas favoravelmente orientadas 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 permanente. A degradação foi mais intensa no material ciclado em maiores amplitudes de deformação.

- Na análise da influência da velocidade de rotação observou-se uma diminuição da vida em fadiga com o aumento da velocidade, sendo esta mais pronunciada em maiores amplitudes de deformação. Os efeitos observados estão possivelmente associados a um aumento da temperatura dos fios durante a ciclagem, que por sua vez ocasionam uma elevação da tensão crítica para formação de martensita. Maiores tensões aumentam a ocorrência de deformações plásticas e favorecem a nucleação e propagação das trincas no material, causando uma diminuição da sua vida em fadiga.
- A partir dos resultados obtidos, pode-se deduzir que o material estudado, quando utilizado em condições de deformação cíclica por dobramento rotatório em amplitudes de deformação de até aproximadamente 3,0 %, irá falhar em fadiga antes que ocorram mudanças significativas nas temperaturas de transformação, e conseqüentemente, uma mudança na faixa de temperatura de ocorrência do efeito superelástico. Entretanto, sempre ocorrerá alguma degradação da capacidade de recuperação de forma do material, se o mesmo for submetido a deformações cíclicas.
- 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.

## 7. RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

Os resultados obtidos neste trabalho evidenciaram que:

- Deformações cíclicas por dobramento rotatório afetam as propriedades funcionais e mecânicas das ligas NiTi superelásticas, provocando uma diminuição da capacidade de recuperação de forma e um efeito de estabilização da martensita, observado através de um aumento das temperaturas de transformação do material e de uma diminuição da tensão crítica para formação de martensita. Os efeitos provocados pela ciclagem tornam-se mais significativos com o aumento da amplitude de deformação.
- Um aumento da velocidade de rotação provoca uma diminuição da vida em fadiga das ligas NiTi superelásticas submetidas à ciclagem por dobramento rotatório ao ar, sendo esta diminuição mais pronunciada em maiores amplitudes de deformação.
- No uso prático das ligas NiTi superelásticas, é de fundamental importância levar-se em consideração os efeitos provocados pela ciclagem mecânica, no intuito de se prevenir possíveis falhas do material em serviço.



## **8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

Seria interessante, em trabalhos futuros, realizar-se uma caracterização detalhada dos defeitos introduzidos e de sua evolução durante a ciclagem mecânica, bem como uma caracterização dos precipitados  $Ti_3Ni_4$  presentes no material. Estas caracterizações poderiam ser realizadas através de microscopia eletrônica de transmissão.

Também seria útil verificar a reversibilidade dos efeitos provocados pelas deformações cíclicas nas propriedades funcionais e mecânicas das ligas NiTi superelásticas, através da realização de tratamentos térmicos no material afetado pela ciclagem.

**REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. AIROLDI, G.; CORSI, A.; RIVA, G. Step-wise martensite to austenite reversible transformation stimulated by temperature or stress: a comparison in Ni-Ti alloys. *Materials Science and Engineering A*, v.241, n.1, p.233-240, 1998.
2. ANDRADE, M. S. *Características estruturais e termomecânicas de uma liga TiNi aproximadamente equiatômica na faixa de temperatura 20-100 °C*. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 1978. 114p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica).
3. ARAÚJO, C. J.; MORIN, M.; GUÉNIN, G. Estimation of internal stresses in shape memory wires during thermal cycling under constant load: a macromechanical approach. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v.11, p.516-524, 2000.
4. AURICCHIO, F.; TAYLOR, R. L.; LUBLINER, J. Shape memory alloys: macromodelling and numerical simulations of the superelastic behavior. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, v.146, p.281-312, 1997.
5. BAHIA, M.G.A. *Resistência à fadiga e comportamento em torção de instrumentos endodônticos de NiTi ProFile*. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2004, 212 p. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).
6. BATAILLARD, L; GOTTHARDT, R. Influence of thermal treatment on the appearance of a three step martensitic transformation in NiTi. *Journal de Physique III*, v.5, p.C8-647-652, 1995.

7. BUEHLER, W. J.; GILFRICH, J. V.; WILEY, *Journal of Applied Physics*, v.34, p.1475, 1963 apud HODGSON, D. E. Shape Memory Alloys., <http://www.sma-inc.com/SMAPaper.html>, 1998.
8. CHANG, L. C.; READ, T. A. *Transactions AIME*, v.191, p.47, 1951 apud HODGSON, D. E. Shape Memory Alloys. <http://www.sma-inc.com/SMAPaper.html>, 1998.
9. CHEN, W. W.; WU, Q.; KANG, J. H.; NANCY, A. W. Compressive superelastic behavior of a NiTi shape memory alloy at strain rates of 0.001-750 s<sup>-1</sup>. *International Journal of Solids and Structures*, v.38, p.8989-8998, 2001.
10. COURTNEY, T. H. *Mechanical Behavior of Materials*. USA: McGraw Hill, 1990. 620p.
11. CREVOISERAT, S.; SCHERRER, P.; DIMITROPOULOS, C.; GOTTHARDT, R.; Study of the martensitic phase transformation in Ni-Ti by nuclear magnetic resonance. *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.357-361, 1999.
12. 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., editors. *Proc MRS International Meeting on Advanced Materials*. v.9, Pittsburgh: Materials Research Society; p.243-249, 1989.
13. DELGADILLO-HOLTFORT, I.; KAACK, M.; YOHANNES, T.; PELZL, J.; KHALIL-ALLAFI, J. Ultrasonic investigation of multistage martensitic transformations in aged Ni-rich Ni-Ti shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, v.378, p.76-80, 2004.

14. DIAS, R. F.; BUONO, V.T.L. Influência da deformação cíclica nas temperaturas de transformação de uma liga NiTi superelástica. In: CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS INTERNACIONAL, 56, 2001, Belo Horizonte. *Anais do 56o. Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais Internacional*. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001. p.1860-1868.
15. DIETER, G. E. *Mechanical Metallurgy*. SI Metric Edition. UK: McGraw Hill, 1988. 751p.
16. DUERIG, T. W.; MELTON, K. N.; PROFT, J. L. Wide hysteresis shape memory alloys. In: DUERIG, T. W.; MELTON, K. N.; STÖCKEL, D.; WAYMAN, C. M. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. Butterworth-Heinemann Ltd, 499p., 1990
17. 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.
18. FAN, G.; CHEN, W.; YANG, S.; ZHU, J.; REN, X.; OTSUKA, K. Origin of abnormal multi-stage martensitic transformation behavior in aged Ni-rich Ti-Ni shape memory alloys. *Acta Materialia*, v.52, p.4351-4362, 2004.
19. FILIP, P.; MAZANEC, K. On precipitation kinetics in TiNi shape memory alloys. *Scripta Materialia*, v.45, p.701-707, 2001.
20. FILIP, P.; MAZANEC, K. Influence of work hardening and heat treatment on the substructure and deformation behaviour of TiNi shape memory alloys. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v.32, n.9, p.1375-1380, 1995.

21. FUKUDA, T.; SABURI, T.; DOI, K.; NENNO, S. Nucleation and self-accommodation of the R-phase in Ti-Ni alloys. *Materials Transactions JIM*, v.33, p.271-277, 1992.
22. GALL, K; SEHITOGLU, H.; ANDERSON, R.; KARAMAN, I.; CHUMLYAKOV, Y. I.; KIREEVA, I. V. On the mechanical behavior of single crystal NiTi shape memory alloys and related polycrystalline phenomenon. *Materials Science and Engineering A*, v.317, p.85-92, 2001.
23. GALL, K; SEHITOGLU, H.; CHUMLYAKOV, Y. I.; KIREEVA, I. V. Tension-compression asymmetry of the stress-strain response in aged single crystal and polycrystalline NiTi. *Acta Materialia*, v.47, p.1203-1217, 1999.
24. HODGSON, D. E.; WU, M. H.; BIERMAN, R. J. *Shape Memory Alloys*. <http://www.sma-inc.com/SMAPaper.html>, 1999.
25. HOLTZ, R. L.; SADANANDA, K.; IMAM, M. A. Fatigue thresholds of NiTi alloy near the shape memory transition temperature. *International Journal of Fatigue*, v.21, p.S137-S145, 1999.
26. HORNBOGEN, E. Review: Thermo-mechanical fatigue of shape memory alloys. *Journal of Materials Science*, v.39, p.385-399, 2004.
27. HORNBOGEN, E. Some effects of martensitic transformation on fatigue resistance. *Fatigue Fracture of Engineering Materials and Structures*, v.25, p.785-790, 2002.
28. HORNBOGEN, E.; MERTINGER, V.; WURZEL, D. Microstructure and tensile properties of two binary NiTi-alloys. *Scripta Materialia*, v.44, p.171-178, 2001.

29. 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.
30. HUMBEECK, J. V. Non-medical applications of shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.134-148, 1999.
31. HUMBEECK, J. V.; STALMANS, R. Characteristics of shape memory alloys. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. *Shape Memory Materials*. New York: Cambridge, 289p., 1998.
32. IADICOLA, M. A.; SHAW, J. A. The effect of uniaxial cyclic deformation on the evolution of phase transformation fronts in pseudoelastic NiTi wire. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v.13, p.143-155, 2002.
33. INOUE, H.; MIWA, N.; INAZAKU, N. Texture and shape memory strain in TiNi alloy sheets. *Acta Materialia*, v.44, p.4825-4834, 1996.
34. KHALIL-ALLAFI, J.; EGGELER, G.; DLOUHY, A.; SCHMAHL, W. W.; SOMSEN, C. On the influence of heterogeneous precipitation on martensitic transformations in a Ni-rich NiTi shape memory alloy. *Materials Science and Engineering A*, v.378, p.148-151, 2004.
35. KHALIL-ALLAFI, J.; DLOUHY, A.; EGGELER, G. Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>-precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence on martensitic phase transformations. *Acta Materialia*, v.50, p.4255-4274, 2002.
36. KNOWLES, K. M.; SMITH, D. A. The crystallography of the martensitic transformation in equiatomic nickel-titanium. *Acta Metallurgica*, v.29, p.101-110, 1981.

37. LEO, P. H.; SHIELD, T. W.; BRUNO, O. P. Transient heat transfer effects on the pseudoelastic behavior of shape-memory wires. *Acta Metallurgica et Materialia*, v.41, p.2477-2485, 1993.
38. LIANG, C.; ROGERS, C. A. One-dimensional thermomechanical constitutive relations of shape memory materials. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, Vol. 1, No. 2, p.207-234, 1990.
39. LIM, T. J.; McDOWELL, D. L. Cyclic thermomechanical behavior of a polycrystalline pseudoelastic shape memory alloy. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v.50, p.651-676, 2002.
40. LIN, H. C.; WU, S. K.; CHOU, T. S.; KAO, H. P. The effects of cold rolling on the martensitic transformation of an equiatomic TiNi alloy, *Acta Metallurgica et Materialia*, v.39, p.2069-2080, 1991.
41. LIU, Y.; FAVIER, D. Stabilisation of martensite due to shear deformation via variant reorientation in polycrystalline NiTi. *Acta Materialia*, v.48, p.3489-3499, 2000.
42. LIU, Y.; TAN, G. S. Effect of deformation by stress-induced martensitic transformation on the transformation behaviour of NiTi. *Intermetallics*, v.8, p.67-75, 2000
43. LIU, Y.; XIE, Z.; HUMBEECK, J. V.; DELAEY, L. Some results on the detwinning process in NiTi shape memory alloys. *Scripta Materialia*, v.41, n.12, p.1273-1281, 1999-a.
44. LIU, Y.; XIE, Z.; HUMBEECK, J. V.; DELAEY, L. Effect of texture orientation on the martensite deformation of NiTi shape memory alloy sheet. *Acta Materialia*, v.47, p.645-660, 1999-b.

45. LIU, Y.; XIE, Z.; HUMBEECK, J. V.; DELAEY, L. Asymmetry of stress-strain curves under tension and compression for NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*, v.46, p.4325-4338, 1998.
46. LIU, Y.; XIANG, H. Apparent modulus of elasticity of near-equiatomic NiTi. *Journal of Alloys and Compounds*, v.270, p.154-159, 1998.
47. LIU, Y.; HUMBEECK, J. V.; STALMS, R.; DELAEY, L. Some aspects of the properties of NiTi shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, v.247, p.115-121, 1997.
48. LIU, Y.; McCORMICK, P. G. Thermodynamic analysis of the martensitic transformation in NiTi – I. Effect of heat treatment on transformation behaviour. *Acta Metallurgica et Materialia*, v.42, p.2401-2406, 1994.
49. LIU, Y.; McCORMICK, P. G. Factors influencing the development of two-way shape memory in NiTi. *Acta Metallurgica et Materialia*, v.38, p.1321-1326, 1990.
50. MASSALKI, T. B.; OKAMOTO, H.; SUBRAMANIAN, P. R.; KACPRZAC, L. *Binary Alloy Phase Diagrams*. 2.ed. Ohio: ASM International, 1990. 2875p.
51. MATSUMOTO, O; MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K.; TAMURA, H. Crystallography of martensitic transformation in Ti-Ni single crystals. *Acta Metallurgica*, v.35, p.2137-2144, 1987.
52. MATSUZAKI, Y.; NAITO, H. Macroscopic and microscopic constitutive models of shape memory alloys based on phase interaction energy function: a review. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v.15, p.141-155, 2004.



53. McCORMICK, P. G.; LIU, Y. Thermodynamic analysis of the martensitic transformation in NiTi – II. Effect of transformation cycling. *Acta Metallurgica et Materialia*, v.42, p.2407-2413, 1994.
54. McKELVEY, A. L.; RITCHIE, R. O. Fatigue-crack propagation in Nitinol, a shape-memory and superelastic endovascular stent material. *Journal of Biomedical Materials Research*, v.47, p.301-308, 1999.
55. MELO, M. C. C. *Avaliação da resistência à fadiga de instrumentos de Níquel-Titânio acionados a motor*. Belo Horizonte: Faculdade de Odontologia da UFMG, 1999. 153p. (Dissertação, Mestrado em Odontologia).
56. MELO, M.C.C., BAHIA, M.G.A., BUONO, V.T.L. Fatigue resistance of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, v.28, n.11, p.765-769, 2002.
57. MELTON, K. N. Ni-Ti based shape memory alloys. In: DUERIG, T. W.; MELTON, K. N.; STÖCKEL, D.; WAYMAN, C. M. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. Butterworth-Heinemann Ltd, 499p., 1990.
58. MELTON, K. N.; MERCIER, O. Fatigue of NiTi thermoelastic martensites. *Acta Metallurgica*, v.27, p.137-144, 1979.
59. MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. *Princípios de Metalurgia Mecânica*. São Paulo: Edgard Blücher Ltda, 1982. 423p.
60. MIYAZAKI, S. ISHIDA, A. Martensitic transformation and shape memory behavior in sputter-deposited TiNi-base thin films. *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.106-133, 1999.

61. MIYAZAKI, S.; MIZUKOSHI, K.; UEKI, T.; SAKUMA, T.; LIU, Y. Fatigue life of Ti-50 at.% Ni and Ti-40Ni-10Cu (at.%) shape memory alloy wires. *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.658-663, 1999.
62. MIYAZAKI, S. Medical and dental applications of shape memory alloys. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. *Shape Memory Materials*. New York: Cambridge, 289p., 1998.
63. MIYAZAKI, S. Thermal and stress cycling effects and fatigue properties of NiTi alloys. In: DUERIG, T. W.; MELTON, K. N.; STÖCKEL, D.; WAYMAN, C. M. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. Butterworth-Heinemann Ltd, 499p., 1990.
64. MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. The shape memory mechanism associated with the martensitic transformation in Ti-Ni alloys – I. Self-accommodation. *Acta Metallurgica*, v.37, p.1873-1884, 1989.
65. MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K. Development of shape memory alloys. *ISIJ International*, v.29, p.353-377, 1989.
66. 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.
67. MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K. Deformation and transition behavior associated with the R-phase in Ti-Ni alloys. *Metallurgical Transactions A*, v.17, p.53-63, 1986.
68. MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K.; SUZUKI, Y. Transformation pseudoelasticity and deformation behavior in Ti-50.6at%Ni alloy. *Scripta Metallurgica*, v.15, p.287-292, 1981.

69. NISHIDA, M.; WAYMAN, C. M.; HONMA, T. Precipitation processes in near-equiatomic TiNi shape memory alloys. *Metallurgical Transactions A*, v.17, p.1505-1515, 1986.
70. NISHIDA, M.; HONMA, T. All-round shape memory effect in Ni-rich TiNi alloys generated by constrained aging. *Scripta Metallurgica*, v.18, p.1293-1298, 1984.
71. NISHIDA, M; OHGI, H; ITAI, I; CHIBA, A; YAMAUCHI, K. Electron microscopy studies of twin morphologies in B19' martensite in the Ti-Ni shape memory alloy. *Acta Metallurgica et Materialia*, v.43, p.1219-1227, 1995.
72. ORGÉAS, L.; FAVIER, D. Strees-induced martensitic transformation of a NiTi alloy in isothermal shear, tension and compression. *Acta Materialia*, v.46, p.5579-5591, 1998.
73. ORGÉAS, L.; FAVIER, D. Non-symmetric tension-compression behaviour of NiTi alloy. *Journal de Physique IV*, v.5, p.C8-605-610, 1995
74. ORTÍN, J.; DELAEY, L. Hysteresis in shape-memory alloys. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, v.37, p.1275-1281, 2002.
75. OTSUKA, K.; REN, X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*, v.50, p.511-678, 2005.
76. OTSUKA, K.; KAKESHITA, T. Science and technology of shape-memory alloys: new developments. *MRS Bulletin*, v.27, p.91-100, 2002.
77. OTSUKA, K.; REN, X. Martensitic transformations in nonferrous shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.89-105, 1999.

78. OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. Introduction & Mechanism of shape memory effect and superelasticity. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. *Shape Memory Materials*. New York: Cambridge, 289p., 1998.
79. OTSUKA, K. Introduction to the R-phase transition. In: DUERIG, T. W.; MELTON, K. N.; STÖCKEL, D.; WAYMAN, C. M. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. Butterworth-Heinemann Ltd, 499p., 1990.
80. PELOSIN, V.; RIVIERE, A. Effect of thermal cycling on the R-phase and martensitic transformation in a Ti-rich Ni-Ti alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.29, n.4, p.1175-1180, 1998.
81. PERKINS, J. Shape memory behavior and thermoelastic martensitic transformations. *Materials Science and Engineering*, v.51, p.181-192, 1981.
82. PERKINS, J.; EDWARDS, G. R.; SUCH, C. R.; JOHNSON, J. M. *Proceedings of the International Symposium on Shape Memory Effects and Applications - Shape Memory Effects in Alloys*, p.273-303, Toronto, Canada, 1975.
83. PRUETT, J. P.; CLEMENT, D. J.; CARNES, D. L. Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, v.23, n.2, p.77-85, 1997.
84. REN, X.; MIURA, N.; ZHANG, J.; OTSUKA, K.; TANAKA, K.; KOIWA, M.; SUZUKI, T.; CHUMLYAKOV, Y. I.; ASAI, M. A comparative study of elastic constants of Ti-Ni-based alloys prior to martensitic transformation. *Materials Science and Engineering A*, v.312, p.196-206, 2001.
85. RUSSEL, S. *Shape Memory Applications*. <http://www.sma-inc.com/nitivssteel.html>, 1998.

86. SABURI, T. Ti-Ni shape memory alloys. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. *Shape Memory Materials*. New York: Cambridge, 289p., 1998.
87. SATTAPAN, B. Defects in rotatory nickel-titanium files after clinical use. *Journal of Endodontics*, v.26, n.3, p.161-165, 2000.
88. SCHÄFER, E. Root canal instruments for manual use: a review. *Endodontics and Dental Traumatology*, v.13, p.51-64, 1997.
89. SCHMAHL, W. W.; KHALIL-ALLAFI, J.; HASSE, B.; WAGNER, M.; HECKMANN, A.; SOMSEN, C. Investigation of the phase evolution in a super-elastic NiTi shape memory alloy (%50.7 at.%Ni) under extensional load with synchrotron radiation. *Materials Science and Engineering A*, v.378, p.81-84, 2004.
90. SERENE, T. P.; ADAMS, J. D.; SAXENA, A. *Nickel-titanium Instruments: Applications in Endodontics*. St Louis: Ishiyaku EuroAmerica, 1995. 112p.
91. SHAW, J. A. Simulations of localized thermo-mechanical behavior in a NiTi shape memory alloy. *International Journal of Plasticity*, v.16, p.541-562, 2000.
92. SHAW, J. A.; KYRIAKIDES, S. On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy. *Acta Materialia*, v.45, p.683-700, 1997.
93. SHAW, J. A.; KYRIAKIDES, S. Thermomechanical aspects of Ni-Ti. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, v.43, n.8, p.1243-1281, 1995.
94. SHEWMON, P. G. *Transformations in Metals*. New York: Mc Graw-Hill, 1969. 394p.

95. SOMSEN, C.; ZÄRES, H.; KÄSTNER, J.; WASSERMANN, E. F.; KAKESHITA, T.; SABURI, T. Influence of thermal annealing on the martensitic transitions in Ni-Ti shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.310-314, 1999.
96. STACHOWIAK, G. B.; McCORMICK, P. G. Shape memory behavior associated with the R and martensitic transformations in a NiTi alloy. *Acta Metallurgica*, v.36, p.291-297, 1988.
97. STRNADEL, B.; OHASHI, S.; OHTSUKA, H.; ISHIHARA, T.; MIYAZAKI, S. Cyclic stress-strain characteristics of Ti-Ni and Ti-Ni-Cu shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, v.202, p.148-156, 1995.
98. STRÓŽ, D. Studies of the R-phase transformation in a Ti-51at.%Ni alloy by transmission electron microscopy. *Scripta Materialia*, v.47, p.363-369, 2002.
99. SURESH, S. *Fatigue of Materials*. Second Edition. UK: Cambridge University Press, 2003. 679p.
100. SUZUKI, Y. Fabrication of shape memory alloys. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. *Shape Memory Materials*. New York: Cambridge, 289p., 1998.
101. SUZUKI, Y.; TAMURA, H. Fatigue properties of Ni-Ti shape memory alloys. In: DUERIG, T. W.; MELTON, K. N.; STÖCKEL, D.; WAYMAN, C. M. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. Butterworth-Heinemann Ltd, 499p., 1990.
102. TABANLI, R. M.; SIMHA, N. K.; BERG, B. T. Mean stress effect on the fatigue of NiTi. *Materials Science & Engineering A*, v.273-275, p.644-648, 1999.

103. TAMIYA, T.; SHINDO, D.; MURAKAMI, Y.; BANDO, Y.; OTSUKA, K. *In-situ* observations of R-phase transformation in a  $Ti_{50}Ni_{48}Fe_2$  alloy by electron microscopy. *Materials Transactions JIM*, v.39, p.714-723, 1998.
104. TAN, G.; LIU, Y. Comparative study of deformation-induced martensite stabilization via martensite reorientation and stress-induced martensitic transformation in NiTi. *Intermetallics*, v.12, p.373-381, 2004.
105. TAN, G.; LIU, Y.; SITTNER, P.; SAUNDERS, M. Lüders-like deformation associated with stress-induced martensitic transformation in NiTi. *Scripta Materialia*, v.50, p.193-198, 2004.
106. TAUTZENBERGER, P.; KEHRER, H. P.; NUßKERN, H.; KOHER, H. H. Stability of the shape memory effect and mechanical fatigue of Ni-Ti-Cu and Ni-Ti elements. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON MARTENSITIC TRANSFORMATIONS, 1992, Monterey. *Proceedings of the International Conference on Martensitic Transformations*. Monterey: Monterey Institute for Advanced Studies, 1993. p.1295-1300.
107. THOMPSON, S. A. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. *International Endodontic Journal*, v.33, p.297-310, 2000.
108. TIRRY, W.; SCHRYVERS, D. High resolution TEM study of  $Ni_4Ti_3$  precipitates in austenitic  $Ni_{51}Ti_{49}$ . *Materials Science and Engineering A*, v.378, p.157-160, 2004.
109. TIRRY, W.; SCHRYVERS, D. Quantitative determination of strain fields around  $Ni_4Ti_3$  precipitates in NiTi. *Acta Materialia*, v.53, p.1041-1049, 2005.

110. 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.
111. TOBUSHI, H.; SHIMENO, Y.; HACHISUKA, T.; TANAKA, K. Influence of strain rate on superelastic properties of TiNi shape memory alloy. *Mechanics of Materials*, v.30, p.141-150, 1998-a.
112. TOBUSHI, H.; HACHISUKA, T.; HASHIMOTO, T. Cyclic deformation and fatigue of a TiNi shape memory alloy wire subjected to rotating bending. *Journal of Engineering Materials and Technology*, v.120, p.64-70, 1998-b.
113. TOBUSHI, H.; HACHISUKA, T.; YAMADA, S.; LIN, P. H. Rotating-bending fatigue of a TiNi shape memory alloy wire. *Mechanics of Materials*, v.26, p.35-42, 1997.
114. 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.
115. WADA, B. K.; FANSON, J. L.; CRAWLEY, E. F. Adaptive structures. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v.1, n.2, p.157-174, 1990.
116. 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.
117. WALIA, H.; BRANTLEY, W. A.; GERSTEIN, H. An initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files. *Journal of Endodontics*, v.14, p.346-351, 1988.



118. WANG, Z. G.; ZU, X. T.; FU, Y. Q. Study of incomplete transformations of near equiatomic TiNi shape memory alloys by DSC methods. *Materials Science and Engineering A*, v.390, p.400-403, 2005-a.
119. WANG, J. J.; OMORI, T.; SUTOU, Y.; KAINUMA, R.; ISHIDA, K. Two-way shape memory effect induced by cold-rolling in Ti-Ni and Ti-Ni-Fe alloys. *Scripta Materialia*, v.52, p.311-316, 2005-b.
120. WAYMAN, C. M.; DUERIG, T. W. An introduction to martensite and shape memory. In: DUERIG, T. W.; MELTON, K. N.; STÖCKEL, D.; WAYMAN, C. M. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. Butterworth-Heinemann Ltd, 499p., 1990.
121. WU, K.; YANG, F.; PU, Z; SHI, J. Effect of strain rate on detwinning and superelastic behavior of Ni-Ti shape memory alloys. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v.7, n.2, p.138-144, 1996.
122. XIE, Z.; LIU, Y.; HUMBEECK, J. V. Microstructure of NiTi shape memory alloy due to tension-compression cyclic deformation. *Acta Materialia*, v.46, p.1989-2000, 1998.
123. YANG, Z.; TIRRY, W.; SCHRYVERS, D. Analytical TEM investigations on concentration gradients surrounding Ni<sub>3</sub>Ti<sub>4</sub> precipitates in Ni-Ti shape memory material. *Scripta Materialia*, v.52, p.1129-1134, 2005.
124. YANG, D. Shape memory alloy and smart hybrid composites – advanced materials for the 21<sup>st</sup> century. *Materials and Design*, v.21, p.503-505, 2000.
125. YI, S.; GAO, S. Fracture toughening mechanism of shape memory alloys due to martensite transformation. *International Journal of Solids and Structures*, v.37, p.5315-5327, 2000.

126. YOUNG, J. M.; VLIET, K. J. V. Predicting in vivo failure of pseudoelastic NiTi devices under low cycle, high amplitude fatigue. *Journal of Biomedical Material Research Part B: Applied Biomaterials*, v.72, p.17-26, 2005.
127. ZHANG, X.; SEHITOGLU, H. Crystallography of the B2→R→B19' phase transformations in NiTi. *Materials Science and Engineering A*, v.374, p.292-302, 2004.

## ANEXOS

### Anexo I

#### Método de intercepto das tangentes

A figura A.1 ilustra uma curva DSC. Escolhe-se um ponto no qual a curva começa a desviar-se de sua linha base (ponto A), e um outro ponto no qual o gradiente da parte ascendente/descendente do pico torna-se quase-constante (ponto B). Traça-se as respectivas retas tangentes dos pontos acima citados (AA' e BB'). O valor da temperatura de transformação corresponde ao ponto de intercepto das retas tangentes AA' e BB' (ponto P).

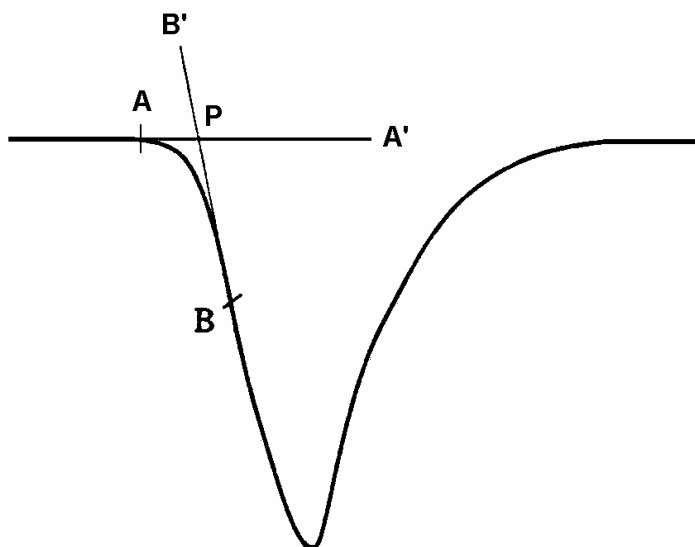


Figura A.1. – Curva DSC, ilustrando a determinação de uma temperatura de transformação através do método de intercepto das retas tangentes.

**Anexo II**

**Valores de composição química dos fios, determinados através de análise por EDS.**

Região analisada	Composição química (% atômica)	
	Titânio	Níquel
1	48,85	51,15
2	49,24	50,76
3	48,23	51,77
4	48,66	51,34
5	48,96	51,04
6	49,71	50,29
7	49,29	50,71
8	49,42	50,58
9	48,77	51,23
10	48,98	51,02
<b>Média ± erro</b>	<b>49,01 ± 0,28</b>	<b>50,99 ± 0,32</b>

Região analisada	Composição química (% atômica)				
	Ti <sub>4</sub> Ni <sub>2</sub> O			TiNi <sub>3</sub>	
	Ti	Ni	O	Ti	Ni
1	58,47	31,42	10,11	36,88	63,12
2	58,62	30,89	10,49	36,99	63,01
3	58,12	30,95	10,93	36,54	63,46
<b>Média ± erro</b>	<b>58,40 ± 0,19</b>	<b>31,09 ± 0,66</b>	<b>10,51 ± 0,28</b>	<b>36,80 ± 0,18</b>	<b>63,20 ± 0,18</b>

**Anexo III**

**Tempo e número de ciclos até a fratura em três amplitudes de deformação, 2,0, 3,0 e 4,5%, na velocidade de rotação de 340rpm.**

<b>Amplitude de deformação</b>					
<b>2,0%</b>		<b>3,0%</b>		<b>4,5%</b>	
<b>Tempo (s)</b>	<b>Número de ciclos</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>Número de ciclos</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>Número de ciclos</b>
333	1887	151	856	89	504
334	1893	153	867	92	521
319	1808	167	946	97	550
316	1791	162	918	98	555
317	1796	164	929	91	516
329	1864	155	878	96	544
331	1876	151	856	97	550
316	1791	153	867	91	516
318	1802	165	935	89	504
326	1847	168	952	94	533
330	1870	164	929	93	527
316	1791	168	952	97	550
314	1779	152	861	99	561
329	1864	154	873	90	510
332	1881	158	895	97	544
<b>Média ± erro</b>		<b>Média ± erro</b>		<b>Média ± erro</b>	
324 ± 7	1836 ± 40	159 ± 6	901 ± 34	94 ± 3	533 ± 17

**Tempo e número de ciclos até a fratura em amplitudes de deformação de 2,0 e 3,0% e velocidades de rotação de 630 e 1040rpm.**

<b>Amplitude de deformação</b>							
<b>2,0%</b>				<b>3,0%</b>			
<b>630rpm</b>		<b>1040rpm</b>		<b>630rpm</b>		<b>1040rpm</b>	
<b>Tempo (s)</b>	<b>Número de ciclos</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>Número de ciclos</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>Número de ciclos</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>Número de ciclos</b>
165	1733	99	1716	71	746	41	711
166	1743	96	1664	70	735	44	763
158	1659	90	1560	68	714	39	676
153	1606	88	1525	78	819	37	641
168	1764	92	1595	76	798	48	832
156	1638	89	1543	69	725	34	589
157	1648	85	1473	79	830	43	745
151	1585	97	1681	79	830	40	693
152	1596	91	1577	78	819	45	780
159	1670	93	1612	72	756	38	659
166	1743	91	1577	68	714	43	745
164	1722	95	1647	69	725	40	693
163	1711	89	1543	68	714	44	763
156	1638	94	1629	71	746	38	659
153	1606	91	1577	78	819	42	728
<b>Média ± erro</b>		<b>Média ± erro</b>		<b>Média ± erro</b>		<b>Média ± erro</b>	
159 ± 5	1670 ± 53	92 ± 3	1595 ± 52	73 ± 4	766 ± 42	41 ± 3	711 ± 52

**Anexo IV**

**Curvas tensão-deformação em tração de fios não ciclados e fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga, em amplitudes de deformação de 3,0% e 4,5%.**

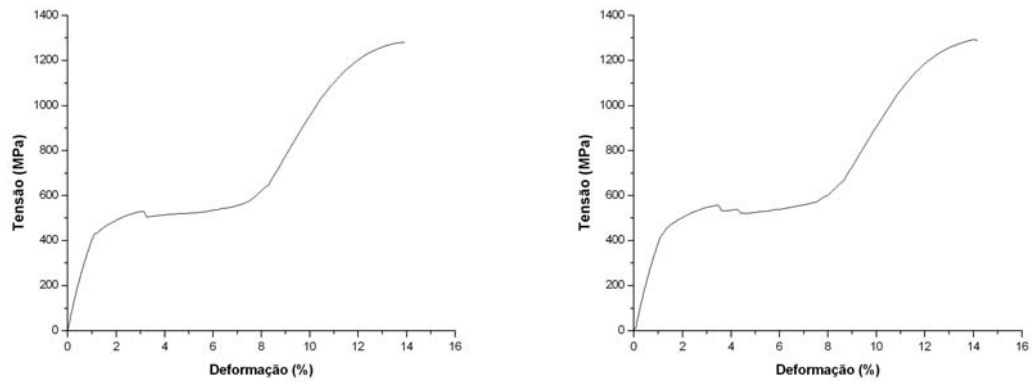


Figura A.2. – Curvas de tração até a ruptura de fios não submetidos à ciclagem.

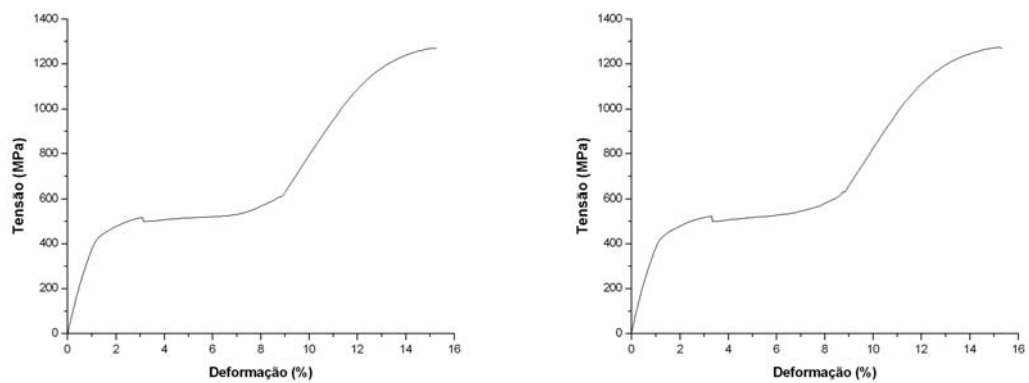


Figura A.3. – Curvas de tração de fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  de suas vidas em fadiga, em uma amplitude de deformação de 3,0%.

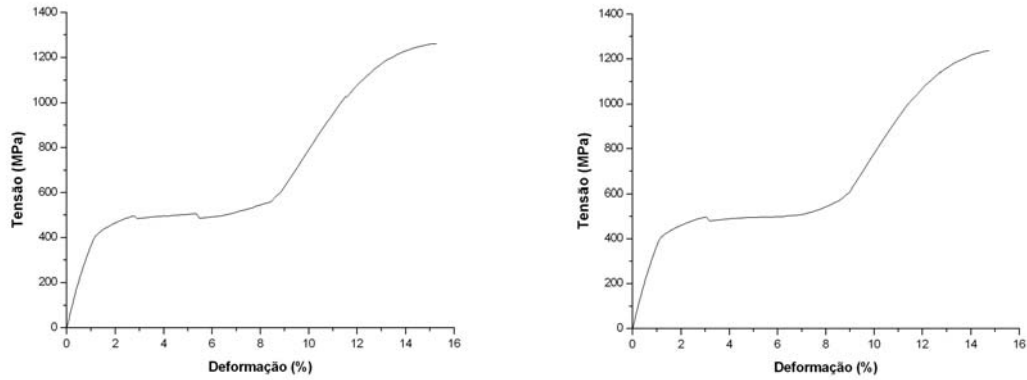


Figura A.4. – Curvas de tração de fios ciclados até  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga, em uma amplitude de deformação de 3,0%.

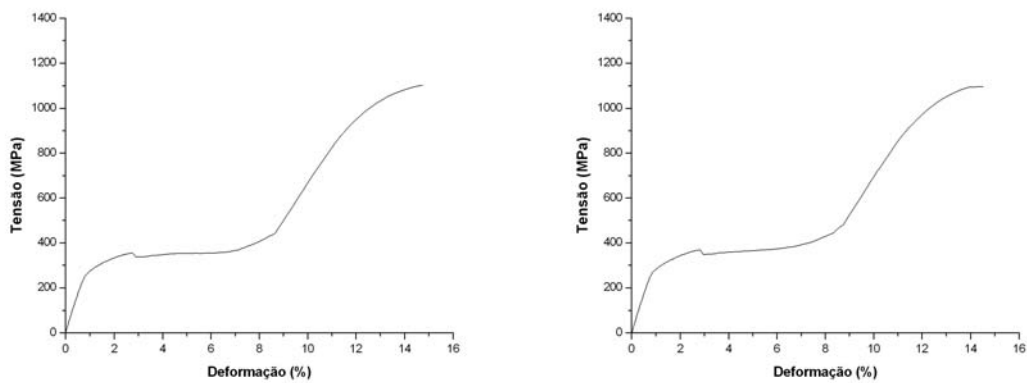


Figura A.5. – Curvas de tração de fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  de suas vidas em fadiga, em uma amplitude de deformação de 4,5%.



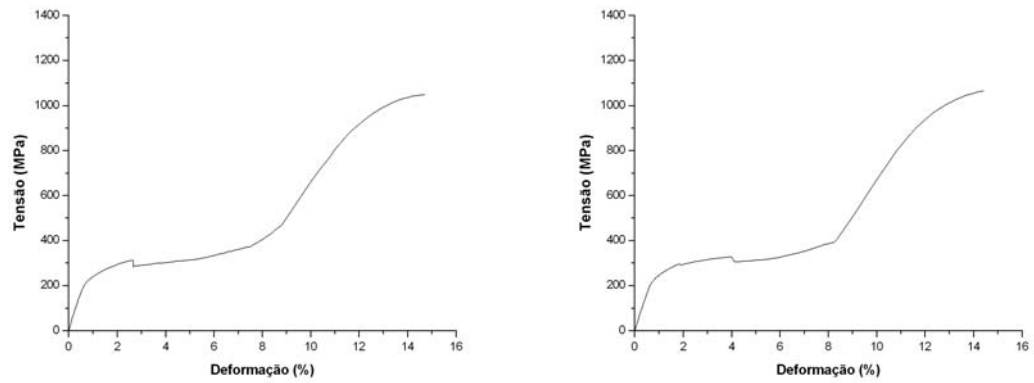


Figura A.6. – Curvas de tração de fios ciclados até  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga, em uma amplitude de deformação de 4,5%.

**Anexo V**

**Curvas de carga e descarga em tração de fios não ciclados e fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga, em amplitudes de deformação de 3,0% e 4,5%.**

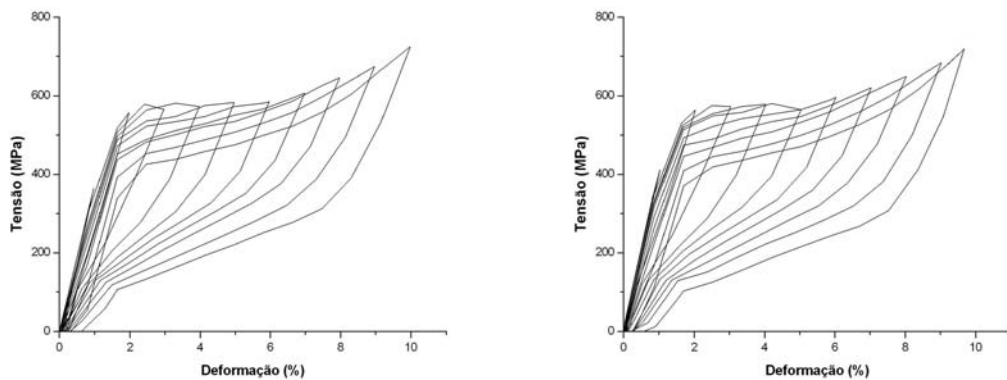


Figura A.7. – Curvas de carga e descarga em passes ascendentes de 1,0% de deformação, de fios não submetidos à ciclagem.

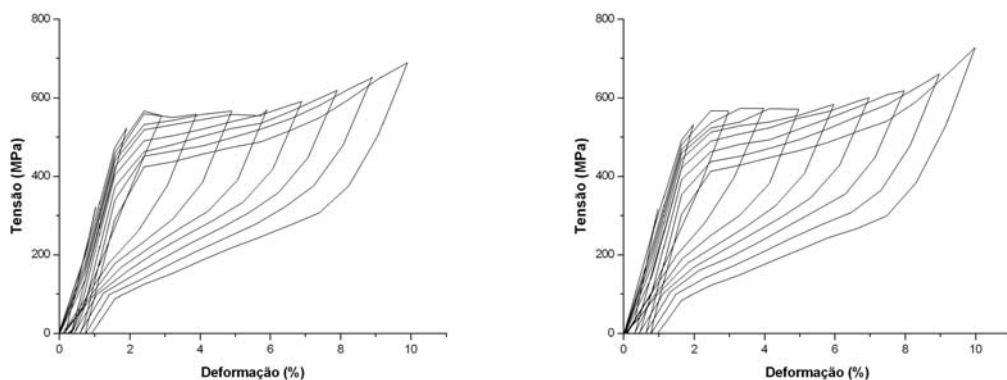


Figura A.8. – Curvas de carga e descarga em passes ascendentes, de fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  de suas vidas em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%.

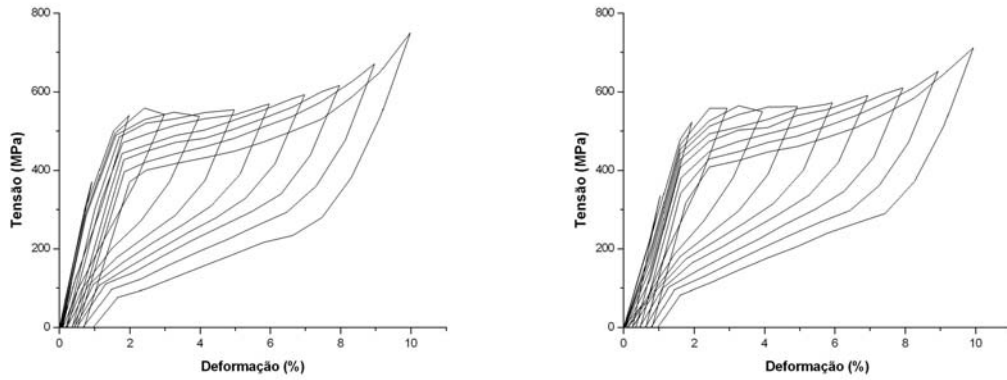


Figura A.9. – Curvas de carga e descarga em passes ascendentes, de fios ciclados até  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga em uma amplitude de deformação de 3,0%.

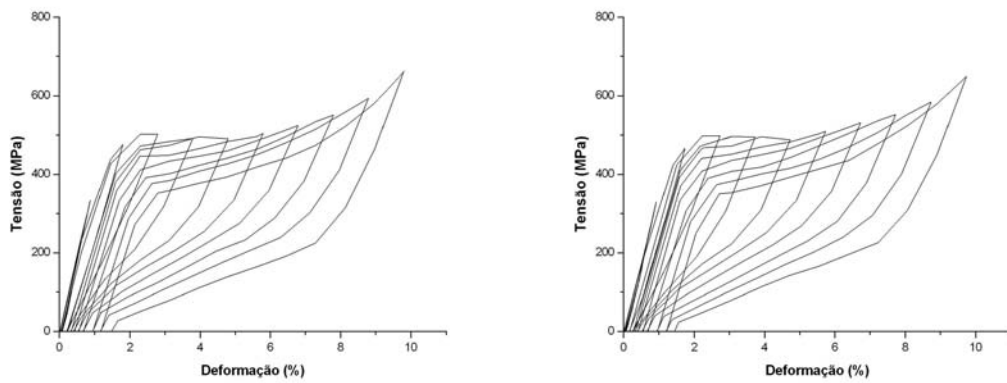


Figura A.10. – Curvas de carga e descarga em passes ascendentes, de fios ciclados até  $\frac{1}{4}$  de suas vidas em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.

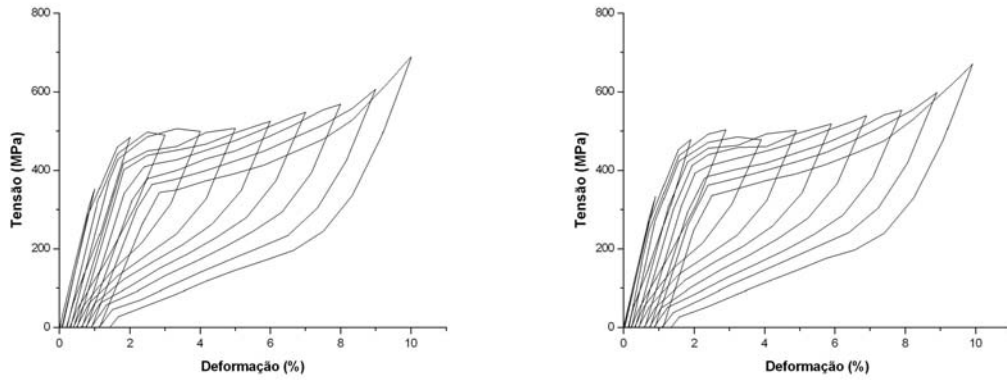


Figura A.11. – Curvas de carga e descarga em passes ascendentes, de fios ciclados até  $\frac{3}{4}$  de suas vidas em fadiga em uma amplitude de deformação de 4,5%.

**Anexo VI**

Curvas DSC, em ciclos térmicos completos, correspondendo a fios submetidos a cada uma das condições de ensaio utilizadas (amplitude de deformação e tempo de interrupção do ensaio).

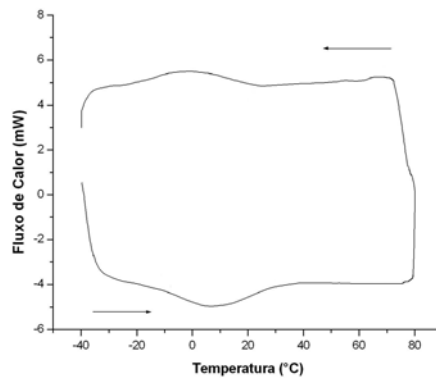


Figura A.12. – Curva DSC de um fio não submetido à ciclagem.

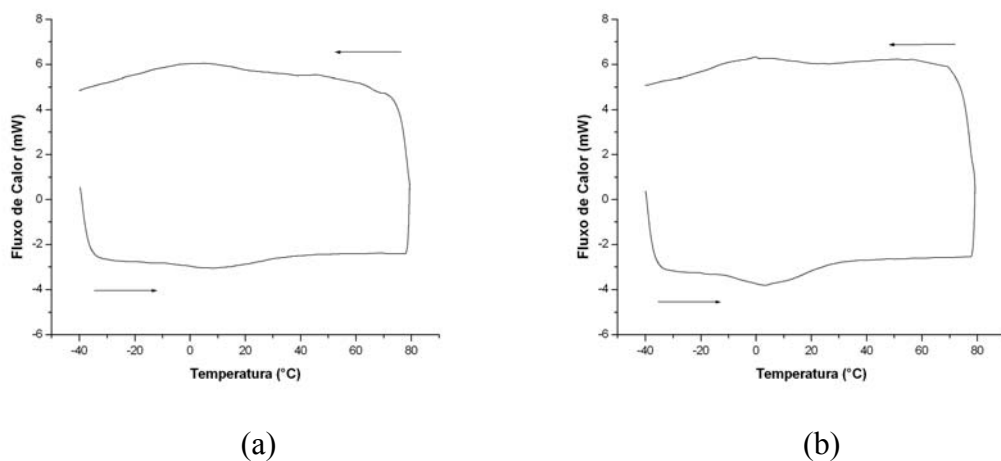


Figura A.13. – Curvas DSC do material submetido a  $\frac{1}{4}$  (a) e  $\frac{3}{4}$  (b) do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 2%.

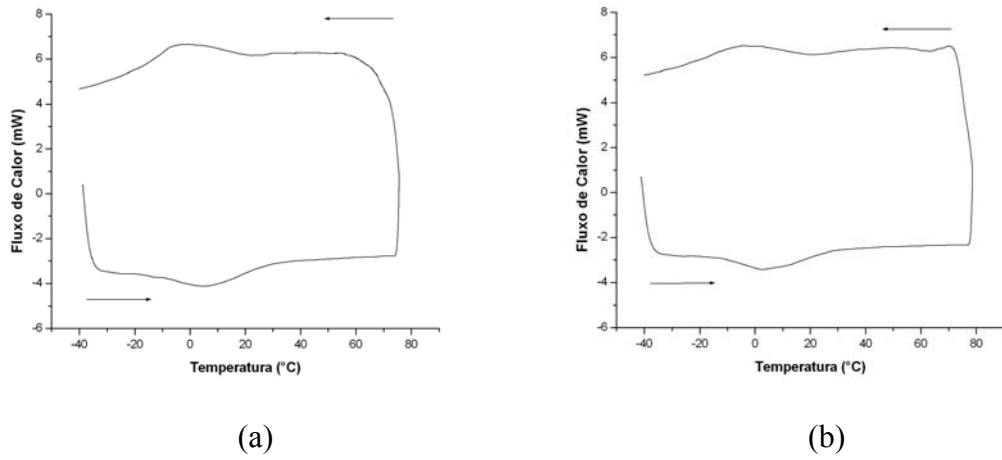


Figura A.14. – Curvas DSC do material submetido a  $\frac{1}{4}$  (a) e  $\frac{3}{4}$  (b) do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 3%.

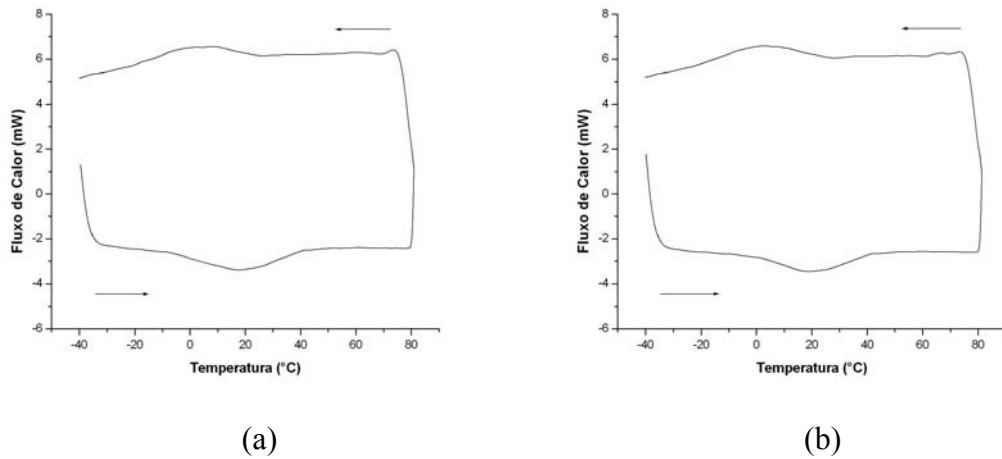


Figura A.15. – Curvas DSC do material submetido a  $\frac{1}{4}$  (a) e  $\frac{3}{4}$  (b) do número médio de ciclos até a fratura, em uma amplitude de deformação de 4,5%.