

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

Tese de doutorado

**CARACTERIZAÇÃO DA FADIGA MECÂNICA
DE BAIXO CICLO EM
LIGAS SUPERELÁSTICAS DE NiTi**

Autora: Ana Maria Gontijo Figueiredo

Orientador: Professor Paulo José Modenesi

Co-orientadores: Professores Vicente Tadeu Lopes Buono e Gabriel de Oliveira Ribeiro

dezembro de 2006

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

Ana Maria Gontijo Figueiredo

**CARACTERIZAÇÃO DA FADIGA MECÂNICA
DE BAIXO CICLO EM
LIGAS SUPERELÁSTICAS DE NiTi**

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 de Transformação

Orientador: Professor Paulo José Modenesi

Co-orientadores: Professor Vicente Tadeu Lopes Buono

Professor Gabriel de Oliveira Ribeiro

Belo Horizonte

Escola de Engenharia da UFMG

dezembro de 2006

*Para minha mãe,
Professora Delba Gontijo Figueiredo*

*“Tudo no mundo está dando respostas;
o que demora é o tempo das perguntas.”*

*José Saramago
(in Memorial do Convento)*

AGRADECIMENTOS

A autora agradece a todos que contribuíram com este trabalho, particularmente

ao orientador, Professor Paulo José Modenesi, por partilhar sua experiência e sabedoria com dedicação, paciência e amizade;

aos co-orientadores, Professor Vicente Tadeu Lopes Buono e Professor Gabriel de Oliveira Ribeiro, pela disponibilidade, incentivo e apoio material;

à Professora Berenice Mendonça Gonzalez pela realização dos ensaios de tração e pelo entusiasmo carinhoso;

à Professora Maria Celeste Monteiro de Souza Costa pelo apoio e incentivo inestimáveis;

ao Professor Dagoberto dos Santos Brandão, pelo apoio na caracterização do material por microscopia eletrônica de varredura;

ao “Mestre Urias” - Sr. Newton Urias Pinto, cuja criatividade, habilidade e disponibilidade tornaram possíveis os resultados mais surpreendentes deste trabalho;

ao engenheiro Eustáquio Apolinário, pela construção da máquina de ensaios de fadiga;

aos técnicos Patrícia Mara Trigueiro, Andréia Bicalho Henriques e João Alves Ribeiro, pelo apoio nas análises laboratoriais;

aos meus colegas do Departamento de Engenharia de Estruturas da EEUFMG, pelo incentivo carinhoso;

e, em especial, à minha família, pelo apoio incondicional.

RESUMO

O crescimento acelerado da utilização de ligas superelásticas, particularmente as do sistema NiTi, em aplicações médicas e odontológicas, juntamente com o emprego de procedimentos cada vez menos invasivos, tem imposto a necessidade crescente de investigação da tecnologia de produção e do comportamento desses materiais. Como, na maioria dos casos, esses materiais estão submetidos a solicitações mecânicas cíclicas, o conhecimento da sua resposta à fadiga torna-se fundamental para a segurança na sua utilização. Entretanto, a natureza não-linear da superelasticidade dificulta a modelagem, através das teorias clássicas, do comportamento mecânico de materiais que apresentam esta propriedade. Assim, vários aspectos do comportamento dessas ligas permanecem controversos. O presente trabalho visou estudar o comportamento em fadiga de baixo ciclo de fios de NiTi, submetidos a ensaios de flexão rotativa controlada por deformação. Foram empregados cinco tipos de fios - um com microestrutura austenítica estável, dois superelásticos, um bifásico (microestrutura austenítica e martensítica) e um martensítico estável. Para comparação, foi ensaiado um fio de aço inoxidável austenítico. As curvas de vida em fadiga (ϵ_a - N_f) obtidas foram comparadas entre si e com as encontradas na literatura. A microestrutura dos fios foi caracterizada antes e após os ensaios de fadiga. Foi observado que, nas condições testadas, os fios martensíticos apresentaram a maior vida em fadiga. Os resultados de uma modelagem numérica pelo método dos elementos finitos sugeriram que a concentração de tensões e deformações é bem menos intensa no fio martensítico e propõe-se que esta seja uma das razões da maior vida em fadiga deste fio. Mostrou-se que os fios superelástico e bifásico apresentam curvas de fadiga que, para deformações menores que 4%, se aproximam da curva do fio austenítico. Entretanto, para deformações mais altas, um crescimento da vida em fadiga faz com que suas curvas passem a se aproximar gradativamente da curva do fio martensítico, adquirindo a inesperada forma de um “Z”. Foi verificado que variações no trecho em “Z” das curvas de fadiga estão relacionadas a diferenças na estabilidade da austenita nos fios. Além disso, foi possível relacionar esse efeito “Z” com alterações nas superfícies de fadiga e na morfologia das trincas. Propõe-se que este efeito seja devido à inibição da formação de martensita na ponta da trinca, causada pela redução de volume associada a esta transformação. Esta inibição é superada quando as deformações são mais altas e um volume crescente de martensita é formado no material, dificultando a nucleação e propagação de trincas de fadiga.

PALAVRAS-CHAVE: Superelasticidade, ligas NiTi, fadiga de baixo ciclo, fadiga de materiais metálicos.

ABSTRACT

The continuous growth of the use of superelastic alloys, especially those of the Ni-Ti system, in medical and odontologic applications, together with the growing trend to less invasive procedures, have imposed an ever growing need for the investigation of the production technology and performance of those materials. As, in most applications, these materials are subjected to cyclic mechanical loads, the knowledge of their fatigue behavior is fundamental to their safe use. However, the non linear characteristics of superelasticity make the classic theories inadequate to model the mechanical behavior of materials that present such property. Therefore, many aspects of the behavior of these materials are still controversial. The present investigation focuses the low-cycle fatigue behavior of NiTi wires subjected to deformation-control rotation-bending conditions. Five wires - one with a microstructure of stable austenite, two superelastic, one with a microstructure of austenite and martensite (dual phase), and one martensitic - were used. An austenitic stainless steel wire was also tested for comparison. Fatigue ϵ_a-N_f curves were obtained and compared to results available in the literature. It was observed that, for the conditions tested, fatigue life of the martensitic wires is the longest. Numerical modeling by the finite element method suggested that deformation and stress concentration was much less intense in martensite and it is proposed that this may contribute to the longer fatigue life of the martensitic wire. The microstructure of the wires was characterized both before and after the fatigue testing. It was shown that the superelastic and dual phase wires present fatigue curves that, for deformation below 4%, are close to that of the austenitic wire. However, for higher deformation, their fatigue curves tend to approach that of the martensitic wire. This causes, for those wires, an increase of fatigue live, resulting in unexpected "Z-shaped" curves. It is shown that the changes in the "Z" segment of fatigue curves are related to the relative stability of the austenite in the wires. Furthermore, this "Z" effect can also be linked to changes in the fatigue fracture surface and crack morphologies. It is proposed that such effect is caused by the inhibition of martensite formation at the crack tip by the volume reduction associated to the transformation. This inhibition is overcome for higher imposed deformation, and an ever increasing volume of martensite is formed in the material that makes it more difficult for the nucleation and growth of fatigue cracks.

KEY WORDS: Superelasticity, NiTi alloys, low-cycle fatigue, fatigue of metallic materials.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	ix
LISTA DE TABELAS	xix
LISTA DE SÍMBOLOS	xxi
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	4
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1. Ligas de NiTi	5
3.1.1. Histórico, aplicações e processos de fabricação	5
3.1.2. O Sistema Ti-Ni	8
3.1.2.1. Diagrama de equilíbrio	8
3.1.2.2. Transformações martensíticas em ligas NiTi	10
3.1.2.3. Cristalografia	12
3.1.3 Mecanismos de efeito memória de forma e superelasticidade	14
3.1.3.1. Efeito memória de forma (EMF)	14
3.1.3.2. Pseudoelasticidade – Superelasticidade (SE)	16
3.1.4. Comportamento mecânico	19
3.1.4.1. Efeitos de tratamentos termomecânicos	21
3.1.4.2. Comportamento sob tração <i>versus</i> compressão	24
3.1.4.3. Influência da taxa de deformação	25
3.1.4.4. Outros efeitos	26
3.1.5. Propriedades	27
3.2. Fadiga em metais	29
3.3. Fadiga em ligas de NiTi	32
3.3.1. Fadiga funcional	32
3.3.1.1. Ciclagem térmica	32

3.3.1.2. Ciclagem mecânica	34
3.3.2. Fadiga estrutural	39
3.3.2.1. Comportamento em fratura sob carregamento monotônico	40
3.3.2.2. Comportamento em fadiga	43
3.3.2.2.1. Abordagem de “vida em fadiga”	43
3.3.2.2.2. Abordagem “tolerância a dano”	57
3.3.2.2.3. Comparação entre ligas de NiTi e outros materiais	66
3.3.2.2.4. Conclusão	67
4. METODOLOGIA	69
4.1. Material analisado	69
4.2. Caracterização do material	70
4.2.1. Composição química	70
4.2.2. Temperaturas de transformação efetivas	71
4.2.3. Fases e microestrutura	71
4.2.4. Superfície dos fios	72
4.2.5. Propriedades mecânicas	72
4.3. Ensaio de fadiga por flexão rotativa	74
4.3.1. Equipamento	74
4.3.2. Influência do equipamento e ambiente nos ensaios	77
4.3.3. Construção das curvas de vida em fadiga	85
4.4. Caracterização do material após fadiga por flexão rotativa	86
4.4.1. Superfícies de fratura	86
4.4.2. Seções longitudinais dos fios rompidos por fadiga	87
4.4.3. Superfície lateral dos fios rompidos por fadiga	89
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	90
5.1 Caracterização do material	90
5.1.1. Composição química	90
5.1.2. Temperaturas de transformação	92
5.1.3. Superfície dos fios	98

5.1.4. Fases e microestrutura	100
5.1.4.1. Identificação das fases	100
5.1.4.2. Observação da microestrutura	106
5.1.5. Propriedades mecânicas	113
5.1.5.1. Ensaios de tração	113
5.1.5.2. Ensaios de recuperação de forma	118
5.2 Comportamento sob fadiga	120
5.2.1. Modelagem numérica	120
5.2.2. Resultados dos ensaios de fadiga (curvas ϵ_a - N_f)	133
5.3. Caracterização dos fios após ensaio	151
5.3.1. Superfícies de fratura por tração - aspectos macro e microscópicos	151
5.3.2. Superfícies de fratura por fadiga	153
5.3.2.1. Aspectos macroscópicos.	153
5.3.2.2. Aspectos microscópicos	164
5.3.3. Morfologia e propagação das trincas	174
6. CONCLUSÕES	195
7. CONTRIBUIÇÕES ORIGINAIS E RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS	198
8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	200
PUBLICAÇÕES RELACIONADAS COM O TRABALHO	202
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	203

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1	Diagrama de fase do sistema NiTi.	9
Figura 3.2	Temperaturas características das transformações martensítica e reversa.	11
Figura 3.3	Esquema de estrutura cristalina das fases (a) B2; (b) R; (c) B19'.	12
Figura 3.4	Esquema de transformação martensítica de liga Ti-50,2% _{at} Ni tratada termo-mecanicamente: (a) resistividade elétrica <i>versus</i> temperatura; (b) DSC.	13
Figura 3.5	(a) Ilustração do EMF, (b) curva deformação <i>versus</i> tensão-temperatura.	14
Figura 3.6	Mecanismo de EMF.	15
Figura 3.7	Comportamento típico de liga NiTi superelástica sob carga e descarga. .	17
Figura 3.8	Resposta tensão-deformação de NiTi a 70°C e esquema das mudanças micro-estruturais associadas. Material inicial na FA (A), não tracionado.	17
Figura 3.9	Curvas tensão-deformação típicas de liga NiTi, obtidas em ensaios a diferentes temperaturas. Ensaio a temperatura (a) acima de M_d ; (c) entre M_d e A_f ; (b) abaixo de M_s	20
Figura 3.10	Tensão crítica em função da temperatura, para induzir martensita ($T > M_s$) e para demacção ($T < M_s$) (o); e para transformação reversa (●).	21
Figura 3.11	Curvas tensão-deformação de liga Ti-50,2% _{at} Ni recozida a 400°C por 1 hora, após laminação a frio a 25%.	22
Figura 3.12	Micrografias óticas mostrando recristalização de liga Ti-50,2% _{at} Ni recozida a 400°C por 1 hora, após laminação a frio a 25%.	23
Figura 3.13	Curvas tensão-deformação de liga NiTi martensítica sob tração e compressão monotônicas, com mesma velocidade de deformação.	24
Figura 3.14	Curvas tensão-deformação de liga NiTi sob tração e compressão, no caso de EMF.	25
Figura 3.15	Esquema de curva tensão-deformação mostrando região de transformação B2→R e R→B19'.	26

Figura 3.16	(a) Efeito da ciclagem térmica na curva de resistividade elétrica <i>versus</i> temperatura; (b) temperaturas de transformação em função do número de ciclos térmicos (liga Ti-49,8% _{at} Ni, recozida a 1000°C por 1 hora, seguido de têmpera em água gelada).	33
Figura 3.17	Efeito da deformação cíclica nas curvas σ - ϵ sob várias temperaturas para liga Ti-50,5% _{at} Ni.	34
Figura 3.18	Curvas σ - ϵ das três ligas de NiTi (A, B e C) durante o 1º e o 50º ciclos sob ciclagem com controle de (a) ϵ ; (b) σ	36
Figura 3.19	Contornos de início e final de transformação martensítica para trincas estáticas em uma temperatura entre A_s e A_f	41
Figura 3.20	Tensão σ correspondente à deformação de tração máxima aplicada <i>versus</i> número de ciclos.	43
Figura 3.21	(a) Deformação total por ciclo <i>versus</i> número de ciclos para falha; (b) deformação plástica por ciclo <i>versus</i> número de ciclos para falha.	44
Figura 3.22	Deformação cíclica <i>versus</i> número de ciclos para falha final.	46
Figura 3.23	Dados de ensaios tensão-deformação cíclicas (linhas mais grossas), superpostos às curvas tensão-deformação quasistáticas. (a),(b),(c),(d),(e) condições descritas na tabela III.2. Ciclagem na martensita (M), na austenita (A), na região superelástica (SE).	47
Figura 3.24	Estado de tensão de seção transversal de fio durante (a) flexão pura e (b) fadiga por flexão sob rotação (rotação anti-horária); (c) diagrama σ - ϵ simplificado para material pseudoelástico. Linhas grossas indicam região de patamar no carregamento, linhas finas, no descarregamento e linhas verticais indicam regiões de transição; região linear elástica está em branco.	48
Figura 3.25	(a) Curvas “amplitude de deformação (ϵ_a) – vida em fadiga (N_f)”, para várias temperaturas de ensaio; (b) esquema de curva tensão-deformação definindo a deformação de limite elástico (ϵ_e) e proporcional (ϵ_{pr}).	49
Figura 3.26	(a) Elevação de temperatura <i>versus</i> tempo durante teste de fadiga ($\epsilon_a=1,54\%$); (b) relação entre elevação de temperatura (saturada) (ΔT_{amb}) e frequência.	50
Figura 3.27	Amplitude de deformação <i>versus</i> vida em fadiga, sob várias frequências f , no ar.	51

Figura 3.28	Relação entre elevação de temperatura e frequência.	51
Figura 3.29	a) Gráfico ε_a - N_f para três diâmetros diferentes de fios, a 200 rpm; b) gráfico ε_a - N_f para fios de dois diâmetro diferentes, 1,2mm para $N_f < 10^4$ e 1,4mm para $N_f > 10^4$, sob diferentes velocidades de rotação.	52
Figura 3.30	(a) Superfície de fratura, de fio de 1,4mm de diâmetro e $\varepsilon = 1,8\%$ (MEV); (b) esquema da localização do início da trinca e direção de propagação; (c) esquema tridimensional da direção de propagação na parte tracionada do CP.	53
Figura 3.31	Localização da nucleação de trincas, observadas ao MEV: (a) extrusões; (b) riscos profundos; (c) pequenos riscos; (d) inclusões.	54
Figura 3.32	Fractografias, por MEV, mostrando alteração na superfície de fratura, de (a), (b) dominada por estrias a (c), (d), (e) dominada por dimples, à medida que a trinca se propaga, obtidas para fio de 1,4mm de diâmetro $\varepsilon = 1,3\%$, rompido com $N_f = 1283$	54
Figura 3.33	Variação de N_f com ε_a , para fios de NiTi.	56
Figura 3.34	Curvas (a) tensão-deformação; (b) tensão (normalizada para σ_{UTS}) <i>versus</i> número de ciclos para falha final.	57
Figura 3.35	Taxa de propagação de trinca por ciclo <i>versus</i> amplitude de intensidade de tensão.	58
Figura 3.36	Taxa de propagação de trinca em função da amplitude do fator de intensidade de tensão, sob várias temperaturas, para a liga Ti-50,8%atNi.	59
Figura 3.37	Taxa de propagação de trinca, a 26°C, em função do fator de intensidade de tensão, para várias ligas.	60
Figura 3.38	(a) curvas da/dN - ΔK ; (b) curva ΔK_{lim} - M_s	61
Figura 3.39	(a) Curvas tensão-deformação uniaxial (liga NiTi nos regimes ME, AE e ASE); (b) propagação de trincas em NiTi em função da temperatura, microestrutura e comportamento constitutivo.	63
Figura 3.40	Superfícies de fratura de liga NiTi nos regimes (a) AE, (b) ASE, (c) ME, (d) ME, sob (i) taxas intermediárias de propagação e (ii) taxas de propagação próximas ao limiar.	64

Figura 3.41	Varição na deformação diametral em função da axial, em austenita superelástica (SE), em CP com e sem entalhe.	65
Figura 3.42	Comparação de taxas de propagação de trincas de ligas metálicas de aplicação biomédicas.	67
Figura 4.1	(a) Peça para ensaios de recuperação de forma após dobramento, para deformações de 5% e 8% na fibra externa do fio de 1mm; (b) esquema utilizado no cálculo da recuperação de forma (SANTOS <i>et al</i> , 2001).....	73
Figura 4.2	Dispositivo de bancada utilizado para ensaios de flexão rotativa, com ângulo de dobramento = 60° (a) vista, (b) planta, (c) detalhe, (d) esquema da planta.	75
Figura 4.3	Determinação da deformação máxima de tração sob dobramento; R é o raio de curvatura e d o diâmetro do fio.	76
Figura 4.4	Imagens de dois ensaios de fadiga no aço, com (a) e (b) $\epsilon_a = 0,5\%$; (c) e (d) $\epsilon_a = 1\%$, onde se vê o aumento da oscilação vertical do fio, que “espiraliza” com o aumento da amplitude de deformação imposta.	80
Figura 4.5	Imagens de ensaios de fadiga de NiTi A0, com (a) a (d) $\epsilon_a = 1\%$; (e) a (h) $\epsilon_a = 3\%$; (i) e (j) $\epsilon_a = 4\%$; (k) e (l) $\epsilon_a = 6\%$	80
Figura 4.6	Modelo adotado para simulação numérica utilizando o programa ANSYS®.	82
Figura 4.7	Modelo adotado para simulação numérica utilizando o programa DEFORM®. Na seção transversal, está ressaltado o círculo, correspondente à seção real, inscrito no quadrado adotado no modelo numérico.	83
Figura 4.8	(a) Curvas constitutivas adotadas na simulação numérica utilizando o programa DEFORM®, construídas a partir das relações mostradas em (b).	84
Figura 4.9	(a) Esquema de amostra com seções longitudinais de fios rompidos, preparados para observação ao MEV; (b) detalhe com região fraturada e espessura máxima de um fio após lixamento; (c) seção longitudinal de um fio, com eventuais trincas secundárias.	88

Figura 4.10	Esquema de superfície de um fio rompido, onde se vêem trincas secundárias próximas à região fraturada.	89
Figura 5.1	Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em amostra de liga NiTi, fio A0.	91
Figura 5.2	Curvas de (a) aquecimento e (b) resfriamento, obtidas em ensaios DSC para fio A0.	92
Figura 5.3	Curvas de (a) aquecimento e (b) resfriamento, obtidas em ensaios DSC para fio A-5.	93
Figura 5.4	Curvas de (a) aquecimento e (b) resfriamento, obtidas em ensaios DSC para fio A25.	95
Figura 5.5	Curvas de (a) aquecimento e (b) resfriamento, obtidas em ensaios DSC para fio A45.	96
Figura 5.6	Imagens das superfícies dos fios (a), (b), (c) A0 e (d), (e), (f) A-5 ao MEV, como recebidos.	99
Figura 5.7	Difratograma de raios-X de liga NiTi, fio A0 (a) amostra como recebida, (b) amostra embutida.	100
Figura 5.8	Difratograma de raios-X de liga NiTi, fio A-5 (a) amostra como recebida, (b) amostra embutida.	102
Figura 5.9	Difratograma de raios-X de liga NiTi, fio A25 (a) amostra como recebida, (b) amostra embutida.	103
Figura 5.10	Difratograma de raios-X de liga NiTi, fio A45 (a) amostra como recebida, (b) amostra embutida.	104
Figura 5.11	Imagens obtidas no MO, de microestrutura do fio A0 com (a) aumento de 100x; (b) aumento de 500x; (c) aumento de 1000x.	106
Figura 5.12	Imagens obtidas no MEV, de microestrutura dos fios A0 e A-5 sem ataque químico, com (a) e (b) aumento de 500x; (c) e (d) aumento de 1500x; (d) e (e) aumento de 3000x.	107
Figura 5.13	Imagens obtidas no MEV, de microestrutura dos fios A0 e A-5, atacada com solução de HNO ₃ -10% e HF-5% em H ₂ O, (a) e (b) aumento de 500x; (c) e (d) aumento de 1500x; (d) e (e) aumento de 3000x.	108

Figura 5.14	Imagens obtidas no MEV, de microestrutura do fio A25 com (a) aumento de 500x; (b) aumento de 1500x; (c) aumento de 3000x.	111
Figura 5.15	Imagens obtidas no MEV, de microestrutura do fio A45 com (a) aumento de 500x; (b) aumento de 1500x; (c) aumento de 3000x.	111
Figura 5.16	Curvas tensão-deformação convencional para os fio A0 e A-5.	114
Figura 5.17	Curvas tensão-deformação convencional para os fios (a) A25 e (b) A45.	115
Figura 5.18	Síntese: curvas tensão-deformação, em tração, dos fios A0, A-5, A25 e A45.	117
Figura 5.19	Diagramas-síntese das propriedades mecânicas, em tração, dos fios A0, A-5, A25 e A45.	118
Figura 5.20	Curvas tensão-deformação do fio A0 - recuperação de forma após descarga.	119
Figura 5.21	Deformação do fio, quando sob efeito do momento de torção, mostrada junto à sua forma original, a partir de quatro ângulos diferentes.	120
Figura 5.22	Modelagem pelo DEFORM © do fio superelástico, com (a) configuração inicial, seguida de seqüência de configurações assumidas pelo fio nas etapas de número (b) 10, (c) 40, (d) 70, (e) 90 e (f) 100. Está representada a distribuição de tensões efetivas ao longo do fio.	121
Figura 5.23	Gráficos de (a), (d) tensão efetiva e (b), (c), (e), (f) deformação efetiva em uma seção transversal do fio, próxima ao mandril. Os gráficos (a), (b), (d), (e) foram construídos a partir de resultados obtidos diretamente do programa DEFORM ©; (c), (f) incorporam o efeito das deformações elásticas, corrigidas pela relação entre os momentos de inércia.	124
Figura 5.24	(a) Correspondência entre curvas de distribuição de tensão efetiva e regime de deformação na seção transversal de cada um dos materiais (deformações correspondentes à máxima tensão desenvolvida caso se impusesse ao fio, na configuração fletida, uma rotação completa em torno do eixo da barra); (b) (c) curvas tensão efetiva-deformação efetiva ao longo da seção transversal dos três materiais, para $\epsilon_a=11\%$ e $\epsilon_a=5,5\%$, respectivamente, obtidas a partir dos resultados da análise numérica.	126
Figura 5.25	Configurações deformadas dos fios austenítico, superelástico e martensítico representadas (a) separadamente; (b) justapostas.	128

Figura 5.26	Modelo processado no programa DEFORM © (a) configuração inicial; (b) malha de elementos finitos para a metade direita do modelo; (c) configuração após a deformação.	129
Figura 5.27	Distribuição de deformações e tensões efetivas nos fios (a), (b) austenítico, (c), (d) superelástico e (e), (f) martensítico, obtida pelo programa DEFORM ©, mostrada também em detalhe na região do entalhe.	130
Figura 5.28	Distribuição de (a), (b) deformação efetiva e (c) tensão efetiva ao longo da linha P1-P100 mostrada na figura 5.27(c). As curvas referem-se à metade direita da barra.	131
Figura 5.29	Configuração deformada de barras dos três materiais (separadas e superpostas).	132
Figura 5.30	Resultados dos ensaios (curvas ϵ_a-N_f) com os fios (a) NiTi A0; (b) NiTi A-5; (c) NiTi A25; (d) NiTi A45; (e) NiTi A0 à 90°C; (f) aço 308L.	134
Figura 5.31	Curvas ϵ_a-N_f dos fios de NiTi (A0, A0 90C, A-5, A25 e A45) e aço inoxidável 308L.	137
Figura 5.32	Curvas ϵ_a-N_f dos fios de NiTi (A0, A0 90C, A-5, A25 e A45) e aço inoxidável 308L para (a) valores médios de N_f ; (b) esquema dos resultados.	138
Figura 5.33	Faixas de N_f para A0, A0 90°C, A25 e A45.	142
Figura 5.34	Resultados deste trabalho (N_f médios) superpostos às curvas obtidas por TOBUSHI <i>et al.</i> (1999 e 2000); YANG (1997), MIYAZAKI <i>et al.</i> (1999); SAWAGUCHI <i>et al.</i> (2003); EGGELER <i>et al.</i> , (2004); WAGNER <i>et al.</i> (2004).	143
Figura 5.35	Resultados deste trabalho (faixas de N_f) superpostos aos resultados obtidos por YOUNG & VAN VLIET (2004), estes para $2,5\% < \epsilon_a < 18,2\%$	145
Figura 5.36	Erro padrão de N_f ($\frac{D.P.}{N_{f,m\u00e9dio}} \times 100$) em função da amplitude de deformação.	146
Figura 5.37	Superfícies de fratura de ensaios de tração A0 e A-5 com aumento de (i) e (ii) 100x ; (iii) e (iv) 2000x na região a – zona fibrosa; (v) e (vi) 2000x na região b - zona de cisalhamento (<i>shear lips</i>).	151

Figura 5.38	Superfícies de fratura por fadiga do fio A0, rompidos em ensaios sob (i) $\varepsilon_a = 0,8\%$, (ii) $\varepsilon_a = 1\%$, (iii) $\varepsilon_a = 3\%$, (iv) $\varepsilon_a = 5\%$, (v) $\varepsilon_a = 8\%$ e (vi) $\varepsilon_a = 12\%$ e (i1), (ii1), (iii1), (iv1), (v1), (vi1) esquemas com separação entre as regiões de fratura por fadiga e fratura final.	153
Figura 5.39	Superfícies de fratura por fadiga do fio A0 90°C, rompidos em ensaios sob (i) $\varepsilon_a = 1\%$, (ii) $\varepsilon_a = 3\%$, (iii) $\varepsilon_a = 5\%$, (iv) $\varepsilon_a = 8\%$ e (v) $\varepsilon_a = 12\%$ e (i1), (ii1), (iii1), (iv1), (v1) esquemas com separação entre as regiões de fratura por fadiga e fratura final.	156
Figura 5.40	Superfícies de fratura por fadiga do fio A-5, rompidos em ensaios sob (i) $\varepsilon_a = 1\%$, (ii) $\varepsilon_a = 3\%$, (iii) $\varepsilon_a = 5\%$ e (i1), (ii1), (iii1) esquemas com separação entre as regiões de fratura por fadiga e fratura final.	157
Figura 5.41	Superfícies de fratura por fadiga do fio A25, rompidos em ensaios sob (i) $\varepsilon_a = 1\%$, (ii) $\varepsilon_a = 3\%$, (iii) $\varepsilon_a = 5\%$, (iv) $\varepsilon_a = 8\%$ e (v) $\varepsilon_a = 12\%$ e (i1), (ii1), (iii1), (iv1), (v1) esquemas com separação entre as regiões de fratura por fadiga e fratura final.	158
Figura 5.42	Superfícies de fratura por fadiga do fio A45, rompidos em ensaios sob (i) $\varepsilon_a = 3\%$, (ii) $\varepsilon_a = 5\%$, (iii) $\varepsilon_a = 8\%$ e (iv) $\varepsilon_a = 12\%$ e (i1), (ii1), (iii1) e (iv1) esquemas com separação entre as regiões de fratura por fadiga e fratura final.	160
Figura 5.43	Curvas Superfície de fadiga (%) - Amplitude de deformação (%), para os fios A0, A0 90°C, A-5, A25 e A45.	162
Figura 5.44	Curva Superfície de fadiga (%) - N_f , para os fios A0 90°C, A-5, A0, A25 e A45, sob $\varepsilon_a=5\%$	163
Figura 5.45	Superfícies de fratura do fio A0 – regiões correspondentes a fratura por fadiga, sob amplitudes de deformação (i) e (ii) 0,8%; (iii) e (vi) 1%; (v) e (vi) 3%; (vii) e (viii) 5%; (ix)(x) 8% e (xi), (xii) e (xiii) 12%.	164
Figura 5.46	Superfícies de fratura do fio A0 – regiões correspondentes a fratura final, sob amplitudes de deformação (i) 0,8%, (ii) 3%, (iii) 8% e (iv) 12%.	168
Figura 5.47	Superfícies de fratura dos fios (i)A0 90°C, (ii)A25 e (iii) A-5 - regiões correspondentes a fratura por fadiga, sob amplitude de deformação $\varepsilon_a=1\%$	169

Figura 5.48	Superfícies de fratura dos fios (i)A45, (ii)A0 90°C, (iii)A25 e (iv) A-5 - regiões correspondentes a fratura por fadiga, sob amplitude de deformação $\epsilon_a = 3\%$	170
Figura 5.49	Superfícies de fratura dos fios (i)A45, (ii)A0 90°C, (iii)A25 - regiões correspondentes a fratura por fadiga, sob amplitude de deformação $\epsilon_a=12\%$	171
Figura 5.50	Comparação entre o padrão de estriamento nos fios A45 para (i) $\epsilon_a = 3\%$, (iii) $\epsilon_a = 8\%$, (ii) $\epsilon_a = 3\%$, (iv) $\epsilon_a = 8\%$	172
Figura 5.51	Superfícies de fratura dos fios (i)A45, (ii)A0 90°C e (iii)A25, sob amplitude de deformação $\epsilon_a=12\%$, e (iv)A-5 sob $\epsilon_a=5\%$ - regiões correspondentes a fratura final.	173
Figura 5.52	Imagem de seção longitudinal de fio rompido, preparado para metalografia, ao MEV. Fio A0, $\epsilon_a = 3\%$, aumento de 100x, posições a,b,c do esquema na figura 5.56.	174
Figura 5.53	Fio A0: seção longitudinal do fio virgem; detalhe de região próxima à superfície, observada com aumentos de (i) 1500x; (ii) (3000x).	175
Figura 5.54	Fio A0: esquema das regiões observadas ao MEV, relativas a (i) $\epsilon_a = 1\%$, (ii) $\epsilon_a = 3\%$, (iii) $\epsilon_a = 5\%$, (iv) $\epsilon_a = 8\%$ e (v) $\epsilon_a = 12\%$	176
Figura 5.55	Fio A0, $\epsilon_a=1\%$: seção longitudinal do fio rompido.	178
Figura 5.56	Fio A0, $\epsilon_a=3\%$: seção longitudinal do fio rompido.	179
Figura 5.57	Fio A0, $\epsilon_a=5\%$: seção longitudinal do fio rompido.	181
Figura 5.58	Fio A0, $\epsilon_a=8\%$: seção longitudinal do fio rompido.	181
Figura 5.59	Fio A0, $\epsilon_a=12\%$: seção longitudinal do fio rompido.	182
Figura 5.60	Fio A0: superfície do fio rompido sob (i) $\epsilon_a=1\%$, (ii) $\epsilon_a=3\%$; (iii) $\epsilon_a=5\%$; (iv) $\epsilon_a=8\%$; (v) $\epsilon_a=12\%$	184
Figura 5.61	Fio A0 90°C: seção longitudinal do fio rompido – esquema.	185
Figura 5.62	Fio A0 90°C: seção longitudinal do fio rompido sob (i) $\epsilon_a=1\%$; (ii) $\epsilon_a=3\%$; (iii) $\epsilon_a=5\%$; (iv) $\epsilon_a=12\%$, com aumento de 3000x.	186
Figura 5.63	Fio A-5: seção longitudinal do fio rompido – esquema.	187

Figura 5.64	Fio A-5: seção longitudinal do fio rompido sob (i) $\epsilon_a = 1\%$; (ii), (iii),(iv),(v) $\epsilon_a=3\%$; (vi) $\epsilon_a=5\%$	187
Figura 5.65	Superfície dos fios (i)A0 90°C, (ii)A-5, (iii)A25, (iv)A45 ($\epsilon_a = 3\%$).....	189
Figura 5.66	Superfície dos fios (i)A0 90°C, (ii)A-5, (iii)A25, (iv)A45 ($\epsilon_a = 5\%$).....	190
Figura 5.67	Superfície dos fios (i)A0 90°C, (ii)A25, (iii)A45 ($\epsilon_a = 8\%$).	191
Figura 5.68	Esquema de correspondência entre padrão de trincamento do fio superelástico (SE) e sua curva $\epsilon_a - N_f$, referenciada às curvas dos fios austenítico estável (AE) e martensítico estável (ME).	193

LISTA DE TABELAS

Tabela III.1	Propriedades de ligas Ti-Ni.	28
Tabela III.2	Efeito da deformação média na vida em fadiga.	46
Tabela IV.1	Composição química e temperatura de transformação A_f dos quatro fios de NiTi empregados (valores fornecidos pelo fabricante).	70
Tabela IV.2	Composição química (% em peso) do fio de aço inoxidável austenítico empregado (valores nominais).	70
Tabela IV.3	Temperaturas máxima e mínima dos fios durante os ensaios e respectivas temperaturas de transformação (M_d foi estimado em $A_f + 50^\circ\text{C}$).	78
Tabela IV.4	Número e temperatura de ensaios para cada tipo de fio (NiTi e aço). ..	85
Tabela IV.5	Número de superfícies de fratura observadas, por tipo de ensaio, material, e amplitude de deformação.	86
Tabela V.1	Composição química da liga de NiTi nos fios A0, A-5, A25, A45, obtida por EDS.....	91
Tabela V.2	Temperaturas de transformação dos fios A0 e A-5.	94
Tabela V.3	Temperaturas de transformação do fio A25.	97
Tabela V.4	Temperaturas de transformação do fio A45.	97
Tabela V.5	Composição química de partículas, possivelmente $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}$, encontradas nos três fios (a) A0, (b) A25, (c) A45.	110
Tabela V.6	Composição química de partícula encontrada no fio A25.	113
Tabela V.7	Propriedades mecânicas dos fios A0 e A-5.	114
Tabela V.8	Propriedades mecânicas dos fios A25 e A45.	116
Tabela V.9	Recuperação de forma dos fios A0, A25 e A45 em ensaios de dobramento.	119
Tabela V.10	Propriedades do material e condições de ensaio os casos apresentados nas figuras 5.5 e 5.6.	144

Tabela V.11	Erro padrão médio.	146
Tabela V.12	Percentagem de área correspondente à fadiga, nas superfícies de fratura obtidas nos ensaios de flexão rotativa, por material, por amplitude de deformação; redução de área nas superfícies de fratura obtidas nos ensaios de tração, por material.	161

LISTA DE SÍMBOLOS

A	Austenita.
a	Comprimento de trinca.
A_d	Temperatura mínima de início da transformação reversa sob tensão.
AE	Austenita estável.
AEMF	Austenita com efeito memória de forma.
A_f	Temperatura de final da transformação reversa.
A_s	Temperatura de início da transformação reversa.
ASE	Austenita superelástica.
d	Diâmetro.
C	Constante da equação de Coffin-Manson.
CP	Corpo de prova.
da/dN	Taxa de propagação de trinca.
DSC	Calorimetria exploratória diferencial.
DP	Desvio padrão.
E	Módulo de elasticidade.
EDS	Espectroscopia de energia de raios X.
EMF	Efeito memória de forma.
EPD	Estado plano de deformação.
EPT	Estado plano de tensão.
f	Frequência de ciclagem.
f_s	Fração de recuperação elástica e superelástica.
f_{EMF}	Fração de recuperação por EMF.
FM	Fase martensítica.
FA	Fase austenítica.
K_C	Tenacidade à fratura sob estado plano de tensão.
I	Momento de inércia.

LMF	Liga(s) com efeito memória de forma.
M	Martensita.
M_d	Temperatura máxima para transformação martensítica induzida por tensão.
ME	Martensita estável.
MET	Microscópio eletrônico de transmissão.
MEV	Microscópio eletrônico de varredura.
M_f	Temperatura de final da transformação martensítica.
MIT	Martensita induzida por tensão.
M_s	Temperatura de início da transformação martensítica.
N	Número de ciclos.
N_f	Número total de ciclos para a fratura.
R	Relação entre as tensões mínima e máxima em um ciclo.
R	Raio de curvatura.
R_f	Temperatura de final da transformação de fase R.
R_s	Temperatura de início da transformação de fase R.
SE	Superelasticidade/superelástico(a).
T	Temperatura.
T_{amb}	Temperatura ambiente.
T_{cr}	Temperatura crítica para início de deformação plástica.
TM	Transformação martensítica.
TR	Transformação reversa.
σ	Tensão.
σ_a	Amplitude da tensão cíclica.
σ_{cr}	Tensão crítica para indução de martensita ou para demacção.
σ_l	Limite de fadiga.
σ_p, σ_y	Tensão de escoamento .
σ_{UTS}	Limite de resistência.
σ_z	Tensão na direção do eixo z.
$\sigma_{0,2}$	Tensão que produz deformação permanente de 0,2%.
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$	Tensões principais.

$\bar{\sigma}$	Tensão efetiva.
β	Constante da equação de Coffin-Manson (inclinação da curva).
ε	Deformação.
ε_m	Deformação média.
ε_{max}	Deformação máxima.
ε_a	Amplitude de deformação no ciclo.
ε_z	Deformação na direção do eixo z.
$\Delta\sigma$	Amplitude de tensão cíclica no campo elástico.
$\Delta\varepsilon_{el}$	Amplitude de deformação cíclica no campo elástico.
$\Delta\varepsilon_{pl}, \Delta\varepsilon_p$	Amplitude de deformação cíclica no campo plástico.
$\Delta\varepsilon_t$	Deformação total por ciclo.
Δa	Variação no comprimento da trinca.
$\Delta a/\Delta N$	Taxa de propagação de trinca.
ΔK	Amplitude do fator de intensidade de tensão.
ΔK_{lim}	Limiar de fadiga.
ΔK_{eff}	Amplitude do fator de intensidade de tensão efetivo.
ΔT	Variação de temperatura.
θ_e	Ângulo de retorno elástico.
θ_m	Ângulo de retorno por EMF.
θ_s	Ângulo de retorno elástico + superelástico.
$\%_{at}$	Porcentagem em número de átomos.
3D	Tridimensional.

1

INTRODUÇÃO

Certos materiais metálicos possuem a propriedade de recuperar grandes deformações, retornando à forma que possuíam anteriormente à sollicitação. Quando a recuperação se dá pelo seu aquecimento, a propriedade é denominada **efeito memória de forma**; quando se dá apenas com a retirada do carregamento que produziu a deformação, é denominada **superelasticidade**. As duas propriedades estão ligadas a transformações de fase adifusionais e diferem entre si apenas com relação à temperatura em que se dá a sollicitação, em comparação com a faixa de temperaturas em que a transformação ocorre. Através de tratamentos termomecânicos é possível programar o comportamento destas ligas, sendo as duas propriedades intercambiáveis em muitos casos. Outra característica importante desses materiais é a capacidade de dissipar energia durante um ciclo de carga-descarga, devida a uma considerável histerese mecânica. Dentre as ligas metálicas que apresentam efeito memória de forma e/ou superelasticidade, destacam-se aquelas do sistema NiTi aproximadamente equiatômico, que vêm sendo empregadas tecnologicamente, com sucesso, em áreas tão diversas quanto engenharia, medicina e odontologia.

Na engenharia civil, especificamente engenharia estrutural, as propriedades singulares das ligas com memória de forma têm atraído a atenção de pesquisadores, visando sua aplicação em estruturas inteligentes, tendo sido desenvolvidos, nesse sentido, vários tipos de atuadores e dissipadores de energia. Para minimizar os efeitos de terremotos severos em estruturas de edifícios, as ligas de NiTi têm sido empregadas em componentes de amortecedores histeréticos passivos, assim como em isoladores para fundações. Um desafio importante, principalmente nos países europeus e asiáticos, diz respeito à restauração e reabilitação de estruturas históricas, em particular as localizadas em regiões sujeitas a movimentos sísmicos, exigindo o emprego de técnicas adequadas, visando preservar valores culturais além de vidas humanas. Nessas estruturas, as limitações arquitetônicas ou artísticas via de regra não permitem o emprego de técnicas convencionais, impondo o desenvolvimento de sistemas tecnológicos apropriados. Aços inoxidáveis, ligas de alumínio, ligas de titânio e ligas com efeito memória de forma são alguns metais especiais, adequados para o emprego neste tipo de reabilitação estrutural. Ligas de NiTi foram empregadas em algumas obras importantes, como a da Basílica de São Francisco de Assis (Itália), severamente afetada pelo terremoto de 1997, e a da Torre do Sino de São Jorge, em Trignano (Itália).

Nas áreas médica e odontológica, a tendência à adoção de procedimentos cada vez menos invasivos tem impulsionado fortemente o desenvolvimento da tecnologia de produção destes materiais. Nessas áreas, as ligas do sistema NiTi vêm substituindo com vantagens alguns materiais de comportamento convencional, como aços inoxidáveis e algumas ligas de titânio, além de se mostrarem mais adequadas que outras ligas superelásticas. Tal fato deve-se a alguns aspectos peculiares do comportamento deste material, cuja ocorrência simultânea é pouco comum, tais como biocompatibilidade (resistência à corrosão e baixa toxicidade); compatibilidade biomecânica (comportamento mecânico similar ao de materiais biológicos); resistência a deformações localizadas (dobramento e torção); capacidade de recuperar grandes deformações sob tensão constante; histerese; compatibilidade com imagens por ressonância magnética; resistência à fadiga. Devido ao fato do corpo humano constituir um ambiente isotérmico, o material tem sido mais

utilizado na sua forma superelástica. Muitos dispositivos biomecânicos têm sido produzidos com essas ligas, tais como *stents* auto-expansivos, filtros de veia cava, sistemas de oclusão de septo atrial, instrumentos cirúrgicos endoscópicos variados, fios ortodônticos, limas endodônticas e próteses ortopédicas de material esponjoso. Entretanto, procedimentos médicos sempre envolvem riscos em algum grau e os mais importantes estão relacionados com a resposta do tecido biológico vizinho (biocompatibilidade) e com a vida mecânica útil do componente (vida em fadiga).

Com relação ao comportamento em fadiga de ligas de NiTi, a natureza não-linear da superelasticidade, determinada pelas transformações de fase, dificulta sua modelagem através das teorias convencionais. Várias questões ainda não estão bem respondidas e este permanece um dos aspectos menos compreendidos do comportamento dessas ligas. Em particular, os requisitos rigorosos para aplicação em dispositivos biomecânicos, como, por exemplo, um número de ciclos para falha superior a 400 milhões (por volta de 10 anos) para um *stent* intravascular exigido pela norte-americana *Food and Drug Administration* (FDA), apontam a necessidade de uma melhor compreensão dos fatores que afetam a vida em fadiga de ligas superelásticas de NiTi.

O presente trabalho pretendeu contribuir nesse sentido, através do estudo do comportamento de fios de liga NiTi superelástica sob fadiga mecânica de baixo ciclo, comparando-o com o comportamento de fios de NiTi com outras microestruturas, além de um fio de aço inoxidável austenítico.

No capítulo 2 estão apresentados os objetivos e no capítulo 3 é feita uma revisão bibliográfica dos diversos aspectos envolvidos no trabalho. No capítulo 4 é exposta a metodologia empregada nos experimentos e na análise dos resultados e no capítulo 5 encontram-se os resultados obtidos, juntamente com sua discussão. Finalmente, nos capítulos 6, 7 e 8 estão listadas as principais conclusões que podem ser extraídas dos resultados, as contribuições originais e as sugestões para trabalhos futuros, respectivamente.

2

OBJETIVOS

Buscou-se, no presente trabalho, caracterizar o comportamento em fadiga de baixo ciclo de uma liga superelástica de NiTi, através da curva de vida em fadiga controlada por deformação, obtida em ensaios de flexão rotativa de fios de 1mm de diâmetro, sob amplitudes de deformação de até 12%.

Procurou-se, também, estabelecer uma correspondência das características dessa curva com as superfícies de fadiga e com a morfologia de propagação das trincas.

O comportamento dessa liga foi comparado com o de fios de NiTi com diferentes microestruturas (austenítico estável, martensítico estável, bifásico e outro superelástico com maior estabilidade da austenita), além de um fio de aço inoxidável austenítico.

3

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Ligas de NiTi

3.1.1. Histórico, aplicações e processos de fabricação

Efeito memória de forma (EMF) e superelasticidade (SE) são propriedades que possuem certos materiais, em particular um determinado grupo de ligas metálicas, de recuperar grandes deformações quando o carregamento é retirado, ou quando são aquecidos a temperaturas relativamente baixas, retomando a configuração anterior à deformação.

Dentre as ligas que apresentam EMF e/ou SE, destacam-se aquelas dos sistemas NiTi, CuZnAl, CuAlNi e AuCd, que admitem deformações reversíveis entre 3% e 8% (KRISHNAN *et al.*, 1974; SHAW & KYRIAKIDES, 1995; HUMBEECK & STALMANS, 1998; OTSUKA & WAYMAN, 1998; HODGSON *et al.*, 1999; McNANEY *et al.*, 2003).

Data de 1932 o primeiro registro de observação de uma transformação martensítica com memória de forma, devida a CHANG & READ (apud HODGSON *et al.*, 1999), em que a reversibilidade da transformação foi observada em AuCd através de metalografia e calorimetria diferencial (DSC). Em 1938, a transformação foi verificada em latão (CuZn) e, em 1962, BUEHLER *et al.* (apud HODGSON *et al.*, 1999) verificaram o efeito em liga níquel-titânio (NiTi) equiatômica, no “Naval Ordnance Laboratory – NOL” em Silver Springs, Maryland – EUA. Passados dez anos, alguns produtos fabricados com o material estavam disponíveis no mercado e a compreensão do efeito já se encontrava avançada. Dentre as ligas que exibem EMF, ligas de NiTi e à base de Cu foram alvo da maioria dos esforços de pesquisa e exploração comercial (HODGSON *et al.*, 1999). A primeira utilização em grande escala de uma liga com memória de forma (LMF) deu-se em 1971, com uma conexão de NiTi para tubulação hidráulica de titânio da aeronave Grumman F-14 (MELTON, 1998; WAYMAN, 1980; OTSUKA & REN, 1999). Porém, foram necessários aproximadamente 25 anos para que as LMF se tornassem materiais funcionais bem conhecidos. A competição, inicialmente estabelecida entre as ligas à base de Cu e as de NiTi, evoluiu para a consolidação da superioridade das ligas de NiTi na maioria das aplicações comerciais (HUMBEECK, 1999).

Em 1980, WAYMAN reportou aplicações diversas para ligas à base de Cu, tais como conexões e anéis de vedação, dispositivos termostáticos e termomecânicos, por exemplo atuadores para portas corta-fogo e válvulas de radiadores para sistemas de aquecimento residencial. Foram citadas, também, aplicações para ligas de NiTi, tais como dispositivos para aplicação em energia, fios para aros ortodônticos, substituindo com vantagens os de aço inoxidável, e grampos para aneurismas intracranianos. Em 1999, OTSUKA & REN reportaram a existência de um número superior a 10.000 patentes de aplicações de materiais com EMF e/ou SE, dentre eles as ligas de NiTi. Apontaram os aros ortodônticos como a primeira utilização comercial da propriedade de SE destes materiais, tendo sido utilizado inicialmente um material martensítico à temperatura ambiente. Destacaram o emprego, àquela época, do mecanismo de SE da martensita induzida por tensão (MIT), sendo este particularmente adequado às aplicações médicas e dentárias, uma vez que a

otimização do efeito pode ser conseguida facilmente em uma faixa de temperaturas entre a ambiente e a do corpo humano. Ao contrário das aplicações das ligas com EMF, que muitas vezes podem ser projetadas com o emprego de outros materiais a um custo mais baixo (bimetais, por exemplo), a propriedade da SE é apresentada tipicamente apenas por esses materiais. Além do fato de que as ligas NiTi são os metais com maior “efeito mola” hoje disponíveis, o projeto de componentes superelásticos é relativamente simples, não demandando ciclagem térmica ou mecanismos de reconfiguração no resfriamento (HUMBEECK, 1999).

Em aplicações médicas e dentárias, em que classicamente eram empregadas ligas dos sistemas Fe-Cr-Ni, Co-Cr e Ti-Al-V, mais recentemente as ligas de NiTi têm sido consideradas biomateriais mais adequados, tendo em vista suas propriedades de biofuncionalidade (capacidade de desempenhar a função desejada pelo tempo previsto dentro do corpo), biocompatibilidade (não toxicidade durante o período em que estiver implantado), estabilidade mecânica, resistência à corrosão, dentre outras. Além de aros ortodônticos, esses materiais têm sido empregados em instrumentos endodônticos rotativos acionados a motor (limas endodônticas), pinos para implantes, próteses de raízes dentárias, fio-guia para cateteres de uso médico (endoscópios ativos), *stents* de desobstrução cardiovascular, filtros de coágulos sanguíneos venais, dispositivos vários de uso ortopédico, tais como placas ósseas para fixação de fraturas e próteses porosas de articulações, dentre outros (OTSUKA & WAYMAN, 1998; HODGSON *et al.*, 1999; OTSUKA & REN, 1999).

Com relação à fabricação, as ligas de NiTi com EMF, compostos intermetálicos aproximadamente equiatômicos, apresentam problemas de três naturezas: (1) necessidade de controle rigoroso da composição química; (2) dificuldade de trabalho a frio; (3) necessidade de tratamento termo-mecânico para produzir a propriedade de memória de forma. Como o Ti líquido reage fortemente com oxigênio, o material para produção da liga é fundido a vácuo por indução sob alta frequência, através de feixe de elétrons, plasma ou a arco com argônio. A trabalhabilidade a quente melhora com o aumento da temperatura, em

especial sob temperaturas acima de 527°C, e a temperatura ótima está situada em torno de 800°C. A trabalhabilidade a frio é bem pior que a quente, sendo muito afetada pela composição da liga, piorando com o aumento do teor de Ni, especialmente se este exceder 51%_{at}. Após ser trefilado, o fio de NiTi é conformado em sua configuração final e em seguida sofre tratamento térmico para adquirir a propriedade de memória de forma. O tratamento térmico para SE é basicamente o mesmo que para EMF, uma vez que se tratam de duas propriedades inter-relacionadas. Recentemente vêm sendo desenvolvidas técnicas mais sofisticadas para a produção de ligas com memória de forma, empregando metalurgia do pó (SUZUKI, 1998).

3.1.2. O sistema NiTi

3.1.2.1. Diagrama de equilíbrio

As propriedades de EMF e SE são apresentadas por ligas NiTi, aproximadamente equiatômicas, quando submetidas a transformações martensíticas termoelásticas, induzidas por variações de temperatura e/ou tensão a partir de fase austenítica B2 ordenada.

A figura 3.1 apresenta um diagrama de equilíbrio desenvolvido recentemente por MASSALSKI *et al.* (apud OTSUKA & REN, 2005) para o sistema NiTi. Na região central, limitada pelas fases Ti₂Ni e TiNi₃, encontra-se a fase de interesse, TiNi, que a 1090°C no resfriamento (linha pontilhada) sofre uma transição desordem-ordem, de CCC para B2 ordenada. Abaixo de 650°C a região da fase B2 torna-se muito estreita, determinando sua composição aproximadamente equiatômica.

Ligas com maiores teores de Ni decompõem-se quando resfriadas lentamente a partir de altas temperaturas, ou quando envelhecidas a temperaturas abaixo de 700°C após têmpera a partir de altas temperaturas (SABURI, 1998). Neste caso, o processo de precipitação produz fases metaestáveis, Ti₃Ni₄ e Ti₂Ni₃ nesta ordem com o tempo de envelhecimento, até ser atingida a segunda fase estável TiNi₃.

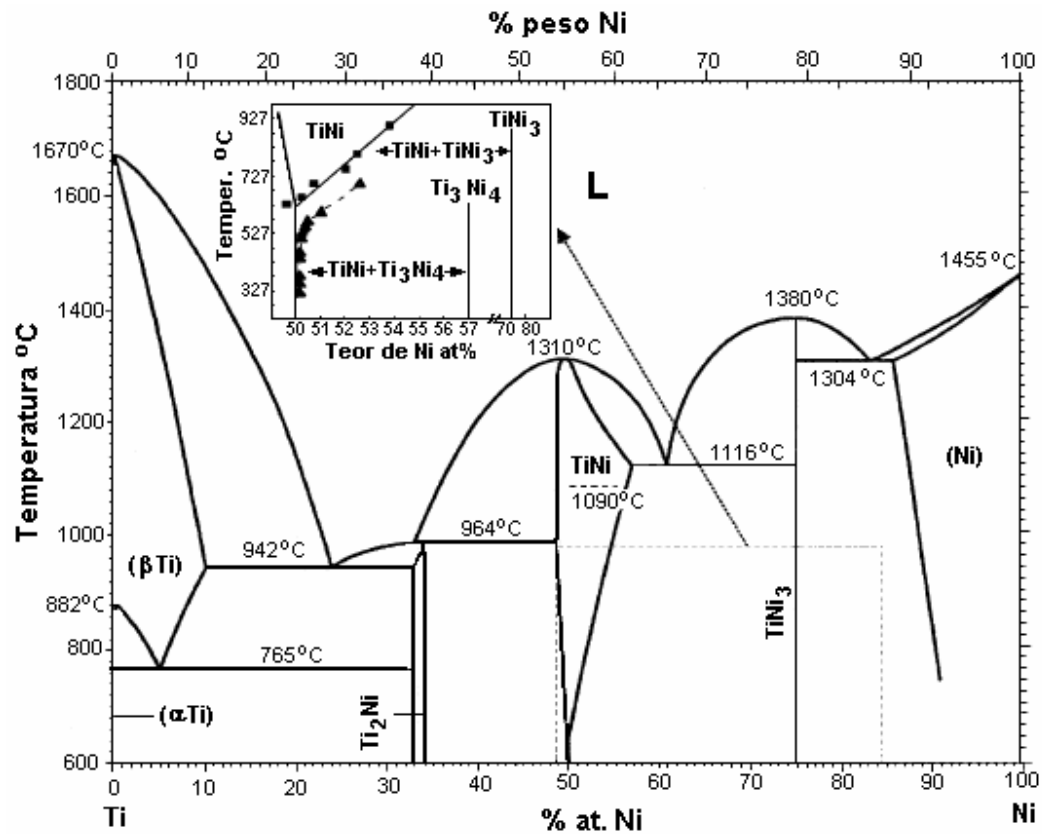


Figura 3.1 – Diagrama de fase do sistema NiTi (OTSUKA & REN, 2005).

Os efeitos de memória de forma e superelasticidade em ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica são produzidos e aprimorados através de tratamentos termomecânicos. A composição final de interesse para EMF e SE é TiNi + Ti₃Ni₄. A fase Ti₃Ni₄ forma-se nos primeiros estágios de envelhecimento a baixas temperaturas, na forma de plaquetas finas coerentes com a matriz. Estas produzem campos de deformação ao seu redor, afetando as propriedades nas ligas NiTi na medida em que endurecem a fase matriz B2 (fase β), o que aumenta a recuperabilidade da forma (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

3.1.2.2. Transformações martensíticas em ligas NiTi

Transformações martensíticas são transformações volumétricas de natureza cisalhante, que ocorrem pelo movimento cooperativo de átomos, quando o material é resfriado ou deformado. Tais transformações distinguem-se das maclações, pelo fato de que nestas não há mudança de fase, mas reorientação atômica volumétrica da mesma fase, produzindo deformação plástica que, como tal, é determinada pela aplicação de tensão. Em ambos os casos, cada volume realinhado do material sofre uma mudança de forma que distorce a matriz circunvizinha (REED-HILL & ABBASCHIAN, 1994; SHEWMON, 1969).

A figura 3.2 apresenta, esquematicamente, temperaturas características das transformações martensítica e reversa, que podem ser obtidas através da medida de alterações em propriedades físicas do material, tais como a resistividade elétrica. Nesta figura, M_s é a temperatura, no resfriamento, na qual tem início a transformação fase austenítica (FA)→fase martensítica (FM) e M_f é a temperatura de término desta transformação, abaixo da qual o material é essencialmente martensítico; A_s é a temperatura, no aquecimento, de início da transformação reversa FM→FA e A_f é a temperatura em que termina esta transformação, acima da qual todo o material está na FA (austenita); T_1 é a histerese de temperatura. Entre M_s e M_f , no resfriamento, e entre A_s e A_f , no aquecimento, estão presentes simultaneamente as duas fases, austenita e martensita (OTSUKA & WAYMAN, 1998). Cabe ressaltar que T_1 varia com a fração volumétrica de martensita, porém não foram encontradas, na literatura consultada, referências de critérios para medida da histerese.

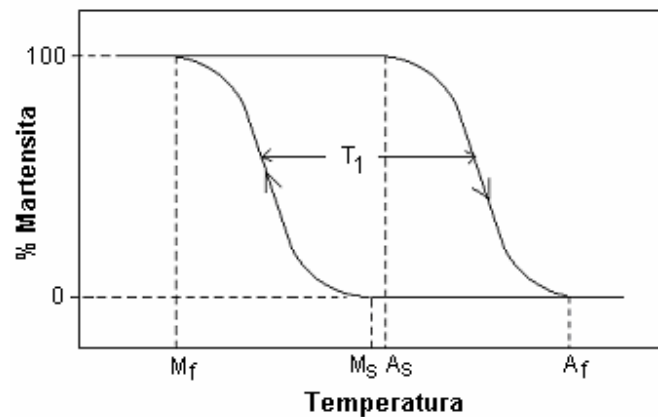


Figura 3.2 – Temperaturas características das transformações martensítica e reversa (esquema após HODGSON *et al.*, 1999).

Martensitas são encontradas mais comumente na forma de pequenas placas ou lentes, que se formam sobre os denominados planos de hábito, que são as superfícies de separação entre as duas fases. Estes não são, na maioria dos casos, planos cristalograficamente invariantes (não-distorcidos), uma vez que é difícil a existência de planos comuns entre estruturas cristalinas de duas fases com simetrias de rede distintas. Microscopicamente, as placas de martensita podem apresentar subestruturas de deformação invariante de rede em seu interior, por maclação ou escorregamento, que promovem maior acomodação das deformações da rede, minimizando as distorções dos planos de hábito. Por esta razão, macroscopicamente os planos de hábito são freqüentemente considerados invariantes, análogos aos planos de macla (REED-HILL & ABBASCHIAN, 1994).

Uma mesma martensita pode ser formada com diversas orientações, denominadas variantes, a partir da mesma FA. Encontram-se facilmente essas variantes em martensitas auto-acomodadas, obtidas por resfriamento sem aplicação de tensões. As variantes são rotações e/ou imagens especulares umas das outras, com configurações energeticamente equivalentes entre si. Diferentes variantes têm diferentes orientações locais e as interseções coerentes de tais variantes são contornos de macla, os quais podem ser movidos facilmente por aplicação de tensão (SHAW & KYRIAKIDES, 1995).

Tensões aplicadas podem afetar o comportamento na transformação, uma vez que atuam na estabilidade da fase em que se encontra o material. Assim, um material na FA submetido a tensões pode ter suas temperaturas de transformação aumentadas, como efeito da desestabilização da austenita. Neste caso, transformação martensítica (TM) e transformação reversa (TR) ocorrem a temperaturas superiores a M_s e A_s respectivamente. Esta elevação das temperaturas de transformação não é ilimitada, sendo conhecida por M_d a maior temperatura na qual ocorre transformação martensítica sob tensão; analogamente, denomina-se A_d a menor temperatura de início da TR quando sob tensão (SHEWMON, 1969). A martensita produzida nessas circunstâncias é denominada martensita induzida por tensão (MIT) e tanto a presença quanto a organização de variantes são afetadas (OTSUKA & REN, 1999).

3.1.2.3. Cristalografia

As ligas NiTi na fase B2 ordenada, fase β , são susceptíveis de sofrer transformação martensítica tanto por resfriamento abaixo da temperatura M_s , quanto por efeito de aplicação de tensão dentro de uma determinada faixa de temperaturas, superiores a M_s . A fase B2 é cúbica de corpo centrado (CCC), com ordenamento de longo alcance, sendo sua célula unitária constituída por quatro átomos de Ti nos vértices do cubo e um átomo de Ni em seu centro, ou vice-versa (figura 3.3(a)).

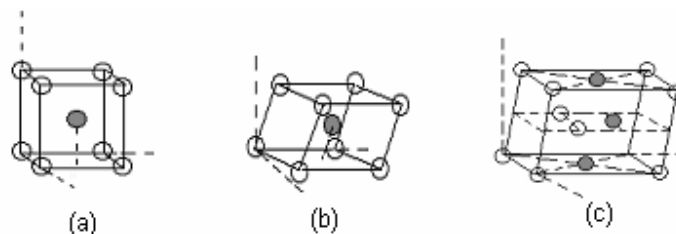


Figura 3.3 – Esquema de estrutura cristalina das fases (a) B2; (b) R; (c) B19' (SHAW & KYRIAKIDES, 1995).

A transformação martensítica de uma liga NiTi aproximadamente equiatômica, após recozimento, produz diretamente uma estrutura monoclinica B19' (figura 3.3(c)). Quando a liga sofre ciclagem térmica ou tratamento termo-mecânico, ou mesmo em circunstâncias tais como maior teor de Ni ou presença de outros elementos de liga (por exemplo, 2% a 3% de Fe ou Al), a fase B2 transforma-se inicialmente em outro tipo de martensita, conhecida por fase R, cuja célula unitária está mostrada na figura 3.3(b), e esta pode sofrer em seguida uma segunda transformação martensítica para a fase B19' (OTSUKA & REN, 1999).

A figura 3.4 mostra a seqüência de transformação de uma liga Ti-50,2%_{at}Ni tratada termo-mecanicamente, medida através de resistividade elétrica e calorimetria diferencial (curva DSC) em função da temperatura.

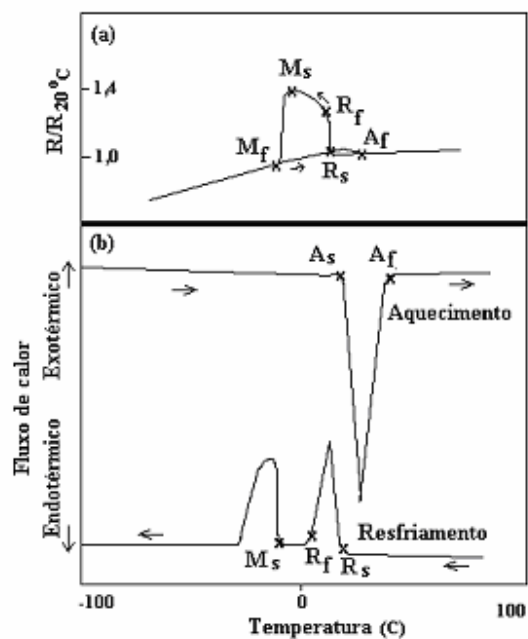


Figura 3.4 –Esquema de transformação martensítica de liga Ti-50,2%_{at}Ni tratada termo-mecanicamente: (a) resistividade elétrica *versus* temperatura; (b) DSC (SABURI, 1998).

No resfriamento, a coincidência do aumento da resistividade com o pico da curva DSC acusa a transformação de fase R. A temperatura de início desta transformação é chamada R_s e a de final, R_f . O segundo pico na curva DSC coincide com uma redução na resistividade e é devido à transformação da fase R para a B19', correspondendo à temperatura M_s . A TR, entretanto, continua a ocorrer em apenas uma etapa, da fase B19' para a B2, como mostram as curvas de aquecimento na figura 3.4 (SABURI, 1998).

3.1.3. Mecanismos de efeito memória de forma e superelasticidade

3.1.3.1. Efeito memória de forma (EMF)

A propriedade EMF, tal como definida na seção 3.1.1, está ilustrada esquematicamente na figura 3.5(a), em que o material, após sofrer grandes deformações devidas a aplicação de tensão, uma vez retirada esta tensão recupera sua forma inicial com o aumento da temperatura. A figura 3.5(b) mostra uma típica curva deformação *versus* tensão-temperatura, correspondente a este comportamento. A recuperação de forma ocorre pela transformação reversa, da martensita para a fase autêntica (figura 3.6).

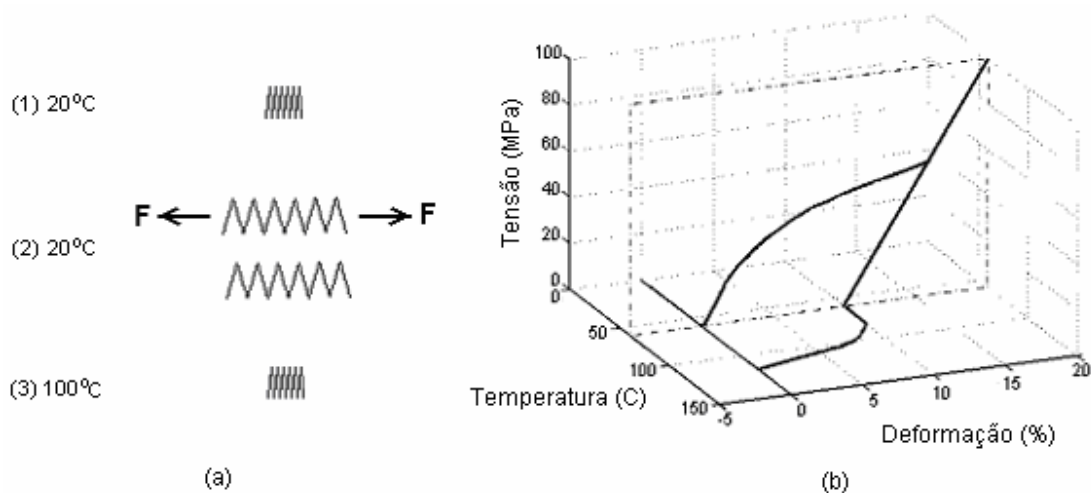


Figura 3.5 - (a) Ilustração do EMF (após OTSUKA & WAYMAN, 1998), (b) curva deformação *versus* tensão-temperatura (AURICCHIO & LUBLINER, 1997).

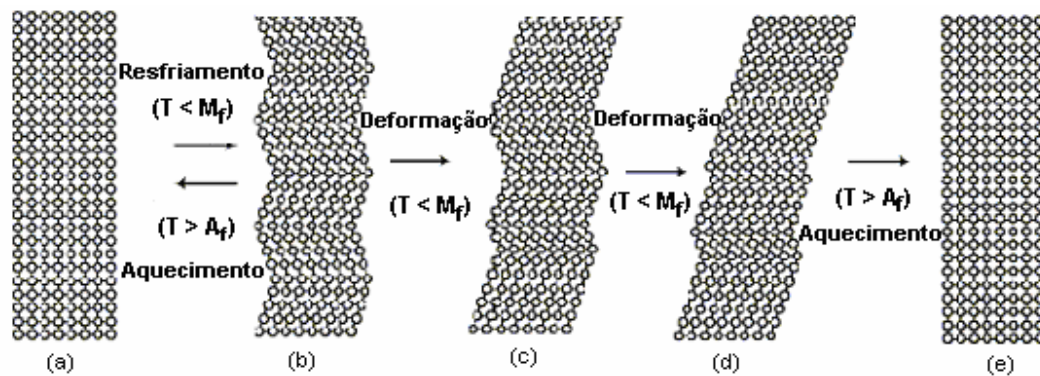


Figura 3.6 - Mecanismo de EMF (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

Inicialmente o material está austenítico (figura 3.6(a)) e, com seu resfriamento, forma-se a martensita auto-acomodada, multivariante (figura 3.6(b)). Em seguida, é submetido a carregamento mecânico, induzindo a conversão da martensita multivariante em martensita univariante (demaclação ou reorientação de variantes), adquirindo deformação residual (figura 3.6(c),(d)). Finalmente (figura 3.6(e)), a configuração inicial é recuperada através de aquecimento acima de A_f (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

Segundo OTSUKA & WAYMAN (1998), a deformação pode ser totalmente recuperada quando (a) tiver ocorrido somente por movimento de contornos de macla e (b) a transformação for cristalograficamente reversível. Caso uma das duas condições não for observada, ou ocorrer apenas parcialmente, o EMF não será completo. Já KRISHNAN *et al.* (1974) afirmam que a recuperação total nunca é conseguida, resultando sempre alguma deformação plástica, que não é recuperada com o aquecimento até A_f . Uma das razões da reversibilidade da martensita termoelástica é a inerente pequena quantidade de deformação elástica criada pela mudança de estrutura cristalina, de maneira que os limites elásticos das fases envolvidas não são excedidos, não ocorrendo portanto deformações plásticas. As microdeformações que aparecem em torno das placas individuais de martensita são efetivamente canceladas pela formação de grupos de placas mutuamente acomodadas, resultando em pequena mudança de forma líquida (PERKINS, 1981).

No caso da ocorrência de fase R, esta tem seu próprio conjunto de variantes, demaclaradas por tração nos primeiros estágios do carregamento. A quantidade de deformação que pode ser acomodada pela demaclarção desta fase é significativamente menor que a do caso anterior (martensita B19'). A continuidade do alongamento transforma a fase R univariante em martensita B19' demaclarada (SHAW & KYRIAKIDES, 1995).

3.1.3.2. Pseudoelasticidade

Pseudoelasticidade é a capacidade de recuperar grandes deformações apenas com a retirada das tensões, por transformação de fase ou rearranjo de variantes da martensita, sem que haja necessidade de variação de temperatura. Quando a pseudoelasticidade ocorre pela transformação de fase (FA \leftrightarrow FM), ou seja, produção de martensita induzida por tensão acima da temperatura A_f do material, emprega-se o termo **superelasticidade** (SE) para identificá-lo. Quando o fenômeno ocorre com o material na FM (FM \leftrightarrow FM), o mecanismo atuante é o rearranjo de variantes martensíticas (demaclarção), através do movimento reversível de contornos de macla (subestruturas da martensita), e é empregado o termo “**efeito borracha**” para identificá-lo (KRISHNAN *et al.*, 1974; SHAW & KYRIAKIDES, 1995; HUMBEECK & STALMANS, 1998; OTSUKA & WAYMAN, 1998; HODGSON *et al.*, 1999; McNANEY *et al.*, 2003). Além desses dois, outros efeitos também podem ser obtidos, tais como o “efeito memória de forma bidirecional” (*two-way shape memory effect*) (OTSUKA & REN, 1999; HUMBEECK & STALMANS, 1998), porém não são relevantes para o presente trabalho.

a) Superelasticidade (SE)

A figura 3.7 apresenta esquematicamente o típico comportamento superelástico, através da curva tensão-deformação de um material em ensaio carga-descarga sob temperatura constante acima de A_f .

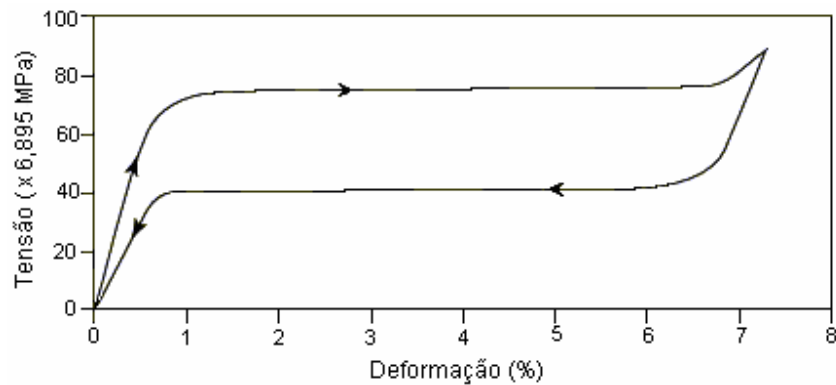


Figura 3.7 - Comportamento típico de liga NiTi superelástica sob carga e descarga (HODGSON *et al.*, 1999).

A figura 3.8 mostra uma curva tensão-deformação de uma liga de NiTi, obtida em um ensaio de tração a 70°C, juntamente com um esquema das modificações micro-estruturais associadas a cada fase do ensaio.

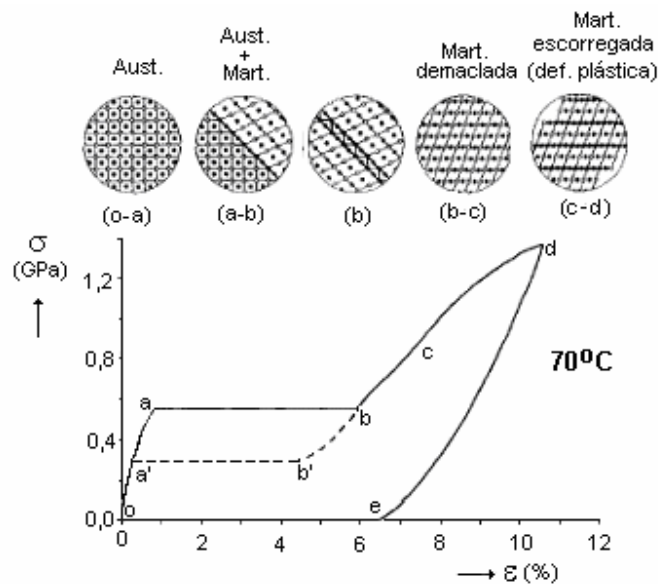


Figura 3.8 – Resposta tensão-deformação de NiTi a 70°C e esquema das mudanças micro-estruturais associadas. Material inicial na FA (A), não tracionado (SHAW & KYRIAKIDES, 1995).

Nesta temperatura de ensaio ($>A_f$), o material está inicialmente austenítico (FA). Ao longo do trecho o-a, a tensão causa somente distorções elásticas. Sob um nível crítico de tensão (ponto a), a austenita torna-se instável e inicia-se a nucleação de MIT. A mudança da rede B2 para monoclinica (B19') resulta em alongamento. Se o ensaio for realizado com controle de deslocamento, a fração volumétrica de martensita aumenta sob tensão constante (platô a-b). Durante esta parte do ensaio, as duas fases coexistem e a deformação é heterogênea. Neste caso (figura 3.8), a transformação de fase resulta em uma deformação de aproximadamente 5%. O descarregamento, a partir deste platô, é inicialmente elástico e deixa atrás de si martensita e austenita intermisturadas. O descarregamento a partir do final do platô (ponto b) resulta, inicialmente, em descarregamento elástico da estrutura predominantemente martensítica. Similarmente à instabilidade da austenita durante o carregamento, a martensita torna-se instável quando a tensão cai abaixo de um valor crítico (ponto b') e o material passa a transformar-se de volta em austenita. Sob descarregamento com deslocamento controlado, essa transformação reversa resulta em novo platô de tensão (b'-a'), no qual austenita e martensita coexistem, ocorrendo encurtamento do corpo de prova. No ponto a' o material retornou à fase austenítica e o descarregamento subsequente segue o trajeto do carregamento inicial. Apesar de o material ter sofrido deformação de 6%, a deformação foi recuperada (SHAW & KYRIAKIDES, 1995).

Ao final do platô (a-b) a maior parte do material se transformou em martensita. Além do ponto b, um aumento na deformação requer um aumento na tensão. Inicialmente, o mecanismo principal de deformação é a distorção elástica da martensita, acompanhada pela transformação da austenita residual. A uma deformação de aproximadamente 7,5% (ponto c), a tensão atinge um nível alto o suficiente para que se inicie a deformação plástica na martensita. A uma tensão de aproximadamente 1,4GPa, tem início uma segunda região de inclinação relativamente pequena na curva e a continuidade da deformação pode resultar no rompimento do CP. No caso da figura 3.8, o CP foi descarregado com uma deformação de aproximadamente 10,5% (d-e). No processo, partes no material se transformam de volta em austenita; entretanto, permanece uma deformação residual de mais de 6% (SHAW & KYRIAKIDES, 1995).

Cabe ressaltar que, durante o carregamento, depois de excedido o limite elástico da fase inicial austenítica, coloca-se em curso uma competição entre dois mecanismos de deformação: escorregamento (deformação plástica) e mudança de fase (deformação reversível). Portanto, o limite de escoamento do material deve ser alto o suficiente para que a tensão crítica de indução de martensita seja atingida antes do início do escorregamento.

b) Efeito borracha

Uma liga com EMF, quando envelhecida no estado martensítico por tempo suficiente, pode adquirir efeito borracha, isto é, se for aplicada tensão, a deformação correspondente é recuperada com o descarregamento (OTSUKA & WAYMAN, 1998). Este comportamento é devido à reversibilidade do movimento dos contornos de macla, e só em 1999 foi proposto um modelo para explicar a razão pela qual estes contornos se tornam reversíveis após envelhecimento. Segundo este modelo, quando a martensita envelhecida é deformada, ela se reorienta na forma de outra variante (macla), como resultado da acomodação de deformações. Como o processo de maclação é também adifusional, a nova configuração pode não ser estável do ponto de vista da distribuição atômica. Neste caso, atua uma força de restauração da variante original e, quando o carregamento é retirado imediatamente, esta força restauradora reverte a nova variante para a original, por demaclação (OTSUKA & REN, 1999).

3.1.4. Comportamento mecânico

O comportamento mecânico das ligas com EMF é grandemente determinado pela faixa de temperaturas em que se dá a sollicitação mecânica. Superelasticidade e efeito memória de forma são fenômenos estreitamente relacionados e complementares: o que não é recuperado quando a carga é retirada pode ser recuperado com aquecimento acima de A_f (KRISHNAN *et al.*, 1974). A figura 3.9 ilustra esquematicamente o processo.

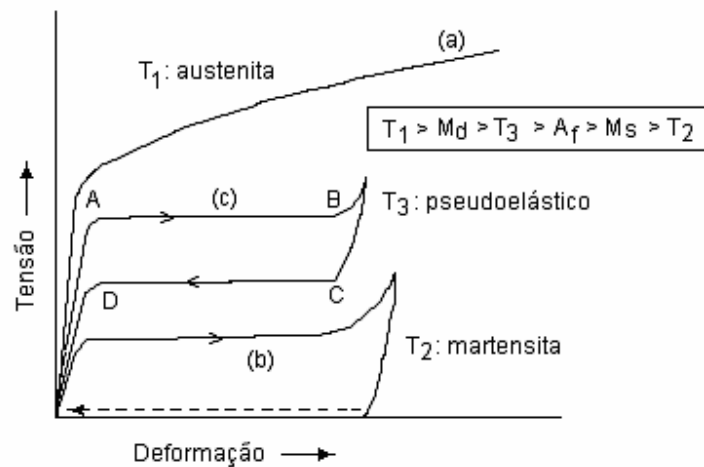


Figura 3.9 – Curvas tensão-deformação típicas de liga NiTi, obtidas em ensaios a diferentes temperaturas. Ensaio a temperatura (a) acima de M_d ; (c) entre M_d e A_f ; (b) abaixo de M_s (HODGSON *et al.*, 1999).

Na situação da figura 3.9(a), o material foi ensaiado em estado austenítico, a uma temperatura acima de M_d . O material permanece, portanto, austenita, com comportamento elasto-plástico convencional. Na figura 3.9(b), o ensaio se deu a uma temperatura abaixo de A_s , portanto com o material na fase martensítica desde o início. Sob tensão, ocorre rearranjo de variantes. As deformações produzidas são recuperáveis por aquecimento acima de A_s (linha tracejada), se não tiver sido atingida a tensão de escoamento da martensita demaçada. Esse é o comportamento típico de EMF. A figura 3.9(c) mostra a curva de um ensaio que ocorreu a uma temperatura intermediária, abaixo de M_d e acima de A_f . O material, inicialmente austenítico, sob tensão sofre TM induzida, ocorrendo grandes deformações. Estas podem ser uma combinação de mudança de fase, rearranjo de variantes da MIT, deformação elástica da martensita demaçada e, caso a tensão continue aumentando, deformação plástica da martensita até a ruptura final, nesta ordem. Como a temperatura está acima de A_f , se não houver sido atingida a tensão de escoamento da martensita demaçada, ao ser retirado o carregamento a deformação é recuperada, seguindo a trajetória inversa (HODGSON *et al.*, 1999).

Na figura 3.10 estão representados valores da tensão crítica para transformação de fase em função da temperatura.

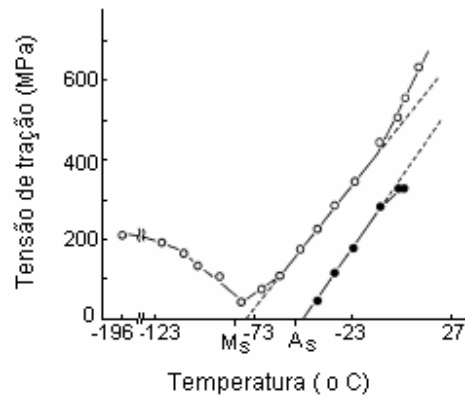


Figura 3.10 - Tensão crítica em função da temperatura, para induzir martensita ($T > M_s$) e para demacção ($T < M_s$) (○); e para transformação reversa (●) (MIYAZAKI *et al.*, 1981).

Os círculos vazados indicam tensões críticas para induzir martensita (caso $T > M_s$), ou para demacção, quando contornos entre martensitas ou contornos de maclas internas começam a mover-se (caso $T < M_s$). Círculos sólidos indicam tensões nas quais se inicia a TR (MIYAZAKI *et al.*, 1981). A tensão crítica assume um valor mínimo nas vizinhanças de M_s e cresce com a redução da temperatura, quando abaixo de M_s . Sob temperaturas acima de M_s , a tensão crítica cresce com o seu aumento e, entre -63°C e -13°C , a relação é linear. Em outras palavras, quanto mais alta a temperatura maior a estabilidade da austenita, o que se traduz numa maior dificuldade de induzir martensita, daí o aumento da tensão crítica. Acima de -13°C , quando permanecem deformações residuais após o descarregamento, a tensão crítica tanto para TM, quanto para TR, se desvia da linearidade, para mais no caso de TM e para menos no caso de TR (MIYAZAKI *et al.*, 1981).

3.1.4.1. Efeitos de tratamentos termomecânicos

Uma vez que no processo de deformação de LMF, em particular de NiTi, ocorre uma competição entre os mecanismos de deformação associados à memória de forma e os associados à deformação plástica, os procedimentos que elevam a tensão de escoamento da

liga favorecem o EMF e a SE. Nesse sentido, em ligas com teores de níquel superiores a 50,5%_{at}, é efetivo o endurecimento por precipitação de Ti₃Ni₄, que ocorre com tratamentos térmicos a temperaturas entre 300°C e 500°C. Estes precipitados, quando suficientemente finos (entre 10nm e 100nm), são coerentes, criando um campo de tensões de longo alcance, não impedindo o movimento das interfaces (SABURI, 1998). Em ligas NiTi com teor de níquel entre 50%_{at} e 50,5%_{at}, completamente recozidas, tanto o comportamento superelástico quanto de memória de forma são parciais. Neste caso, as propriedades são insensíveis a tratamentos térmicos, porém podem ser fortemente determinadas por tratamentos termomecânicos (trabalho a frio seguido de recozimento a temperaturas abaixo de 500°C). Na fase mecânica desses tratamentos - deformação a frio, produz-se uma grande densidade de deslocamentos, elevando a tensão de escoamento (encruamento), porém com isso a liga se torna muito pouco dúctil. Em seguida, um processo de recozimento a temperaturas abaixo da de recristalização promove o rearranjo destas deslocamentos, criando subestruturas dentro dos grãos, que têm efeito semelhante ao de refino de grãos, aumentando, portanto, a ductilidade (SABURI, 1998).

A figura 3.11 mostra uma série de curvas tensão-deformação de liga Ti-50,2%_{at}Ni recozida a 400°C por 1 hora, após laminação a frio de 25%, testada a várias temperaturas.

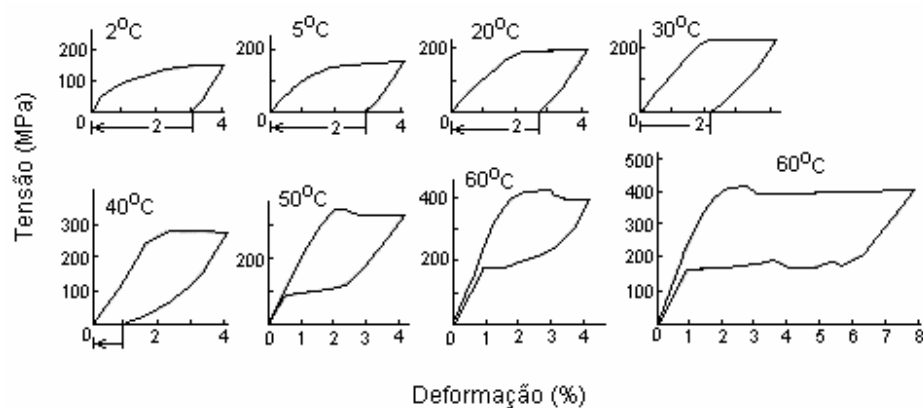


Figura 3.11 - Curvas tensão-deformação de liga Ti-50,2%_{at}Ni recozida a 400°C por 1 hora, após laminação a frio a 25% (SABURI, 1998).

Verifica-se na figura 3.11 que, a temperaturas inferiores a 30°C, não ocorre recuperação superelástica da deformação, mas, sim, por aquecimento (EMF). A 40°C, a SE começa a ocorrer, e acima de 50°C a recuperação superelástica é total, mesmo de deformações de ~7% (SABURI, 1998).

A figura 3.12 mostra microestruturas de ligas NiTi aproximadamente equiatômicas, quando laminadas a frio a 25% e recozidas por 1 hora sob várias temperaturas. A temperatura de recristalização situa-se entre 550°C e 600°C. No caso de recozimento abaixo de 500°C, a deformação aparente ainda persiste, ao passo que a 600°C surgem pequenos grãos recristalizados que crescem à medida que a temperatura de recozimento é aumentada. Com laminação a frio a 25% e recozimento a 600°C, a recuperação SE da deformação é parcial (SABURI, 1998).

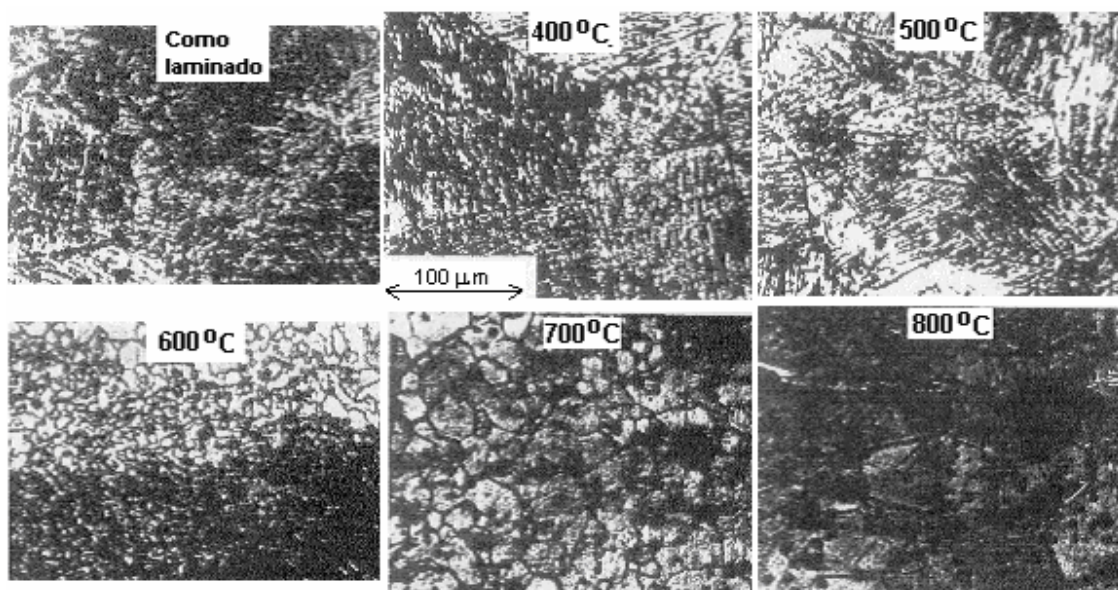


Figura 3.12 - Micrografias óticas mostrando recristalização de liga Ti-50,2%_{at}Ni recozida a 400°C por 1 hora, após laminação a frio a 25% (SABURI, 1998).

3.1.4.2. Comportamento sob tração *versus* compressão

LIU *et al.* (1998), reportaram discrepâncias entre as curvas tensão-deformação de ensaios de tração e compressão em uma liga NiTi martensítica, sob uma mesma taxa de deformação. A curva de tração apresenta um patamar de tensão, não observado na curva de compressão, sugerindo que neste caso o material sofre rápido encruamento (figura 3.13). A análise das microestruturas comprovou que o mecanismo de deformação da liga estudada é diferente para tensões de tração e compressão. No caso de tração, ocorre principalmente movimento de interfaces de placas de martensita (demaclação), enquanto, no caso de compressão, ocorre principalmente nucleação e movimento de deslocamentos.

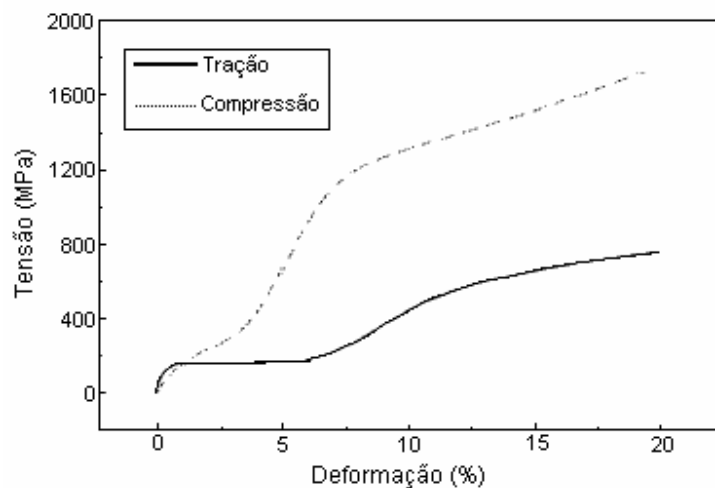


Figura 3.13 - Curvas tensão-deformação de liga NiTi martensítica sob tração e compressão monotônicas, com mesma velocidade de deformação (LIU *et al.*, 1998).

No caso de ligas na FA, com EMF, os resultados reportados por GALL *et al.* (1999), mostrados na figura 3.14, também revelaram assimetria entre os comportamentos sob tração e compressão, em ensaios de liga NiTi a uma temperatura pouco superior a M_s e abaixo de A_f .

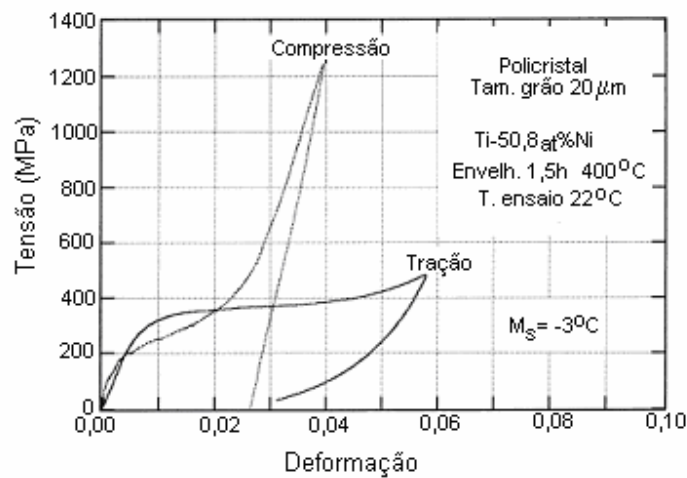


Figura 3.14 - Curvas tensão-deformação de liga NiTi sob tração e compressão, no caso de EMF (GALL *et al.*, 1999).

3.1.4.3. Influência da taxa de deformação

Segundo OTSUKA & WAYMAN (1998), um aumento na taxa de deformação provoca um aumento na histerese, demandando uma maior força motriz para a ocorrência da SE. TOBUSHI *et al.* (1998), reportaram resultados de ensaios em **liga NiTi superelástica**, nos quais, para velocidades de deformação superiores a $1,7 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ ($10\% \text{min}^{-1}$), tanto M_s quanto o calor dissipado (histerese) aumentaram com o aumento da velocidade de deformação; porém A_s e a energia de deformação diminuíram. Já para velocidades de deformação inferiores a $3,3 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ ($2\% \text{min}^{-1}$), essas propriedades mostraram-se insensíveis a variações na velocidade de deformação.

LIU *et al.* (1998) reportaram resultados de ensaios de tração e compressão monotônicas em uma **liga NiTi martensítica**, sob diferentes velocidades de deformação ($1,8 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ e $1,8 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$ para tração e $3,0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, $3,0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ e $1,5 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ para compressão), indicando que, tanto no caso de tração quanto no de compressão, a influência da velocidade de deformação nas curvas tensão-deformação é pouco significativa. Em 1999, LIU *et al.*, apresentaram resultados da mesma liga sob compressão a velocidades altas de deformação,

indicando que, também neste caso, a estabilização da martensita e as características da curva tensão-deformação mostraram-se insensíveis à mudança da velocidade de deformação para uma faixa de valores entre 10^3s^{-1} e 10^7s^{-1} .

3.1.4.4. Outros efeitos

a) EMF e SE associados à fase R

A transformação de fase austenítica em fase R, pelo fato de ser martensítica e termoelástica, também pode estar associada a EMF e SE. Entretanto, esta transformação produz pequena mudança de forma ($\sim 0,8\%$) se comparada à transformação de fase austenítica em martensita B19' ($\sim 7\%$). É, portanto, pequena a deformação recuperável que pode ser atribuída à fase R. A histerese de temperatura associada à transformação R é, também, significativamente menor que a associada à transformação B19' (SABURI, 1998).

A curva tensão-deformação de uma liga NiTi, submetida a ensaio de tração convencional, a uma temperatura entre R_s e M_s , pode apresentar dois patamares de tensão sucessivos antes da ocorrência de escorregamento (figura 3.15). O primeiro deles está associado à reorientação das variantes martensíticas da fase R e é bem menor que o segundo (indução de martensita B19').

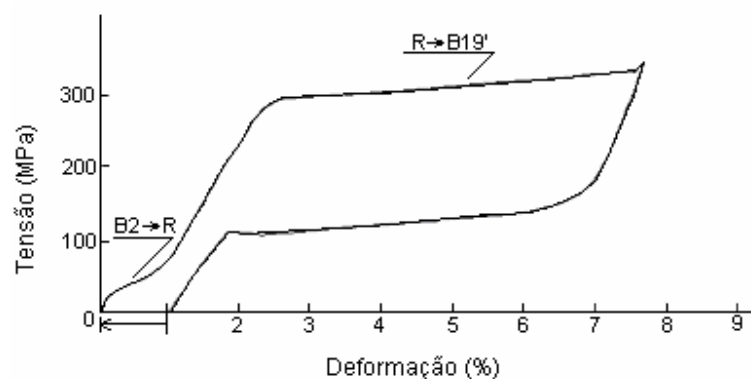


Figura 3.15 - Esquema de curva tensão-deformação mostrando região de transformação B2→R e R→B19' (SABURI, 1998).

b) Textura e tamanho de grão

Tal como observado comumente em metais, ligas NiTi com orientação cristalográfica preferencial (textura) podem exibir variações consideráveis no comportamento mecânico (anisotropia) dependendo da direção de aplicação da carga em relação à textura. Essa propriedade pode ser usada para melhorar a capacidade de memória de forma em uma determinada direção, através de tratamentos termomecânicos tais como laminação a quente (LIU *et al.*, 1999). Da mesma forma, a redução do tamanho dos grãos, obtida através de tratamentos térmicos, é muito efetiva na melhora da SE, uma vez que eleva a tensão de escoamento do material (SABURI, 1998).

3.1.5. Propriedades

A tabela III.1 apresenta uma relação de valores de propriedades físicas, mecânicas e de transformação de ligas binárias NiTi com memória de forma fornecidas por um fabricante.

Tabela III.1- Propriedades de ligas NiTi (<http://www.sma-inc.com/> Shape Memory Applications, Inc.)

Propriedades de transformação

Faixa de temperatura de transformação.....	-200 to 110°C
Calor latente de transformação.....	5,78 cal/g
Deformação de transformação (para material policristalino)	
para 1 ciclo.....	max 8%
para 100 ciclos.....	6%
para 100.000 ciclos.....	4%
Histerese**.....	.30 a 50°C

Propriedades físicas

Ponto de fusão.....	1300°C
Densidade.....	6,45 g/cm ³
Condutividade térmica	
austenita.....	0,18 W/cm.°C
martensita.....	0,086 W/cm.°C
Coeficiente de expansão térmica	
austenita.....	11,0x10 ⁻⁶ /°C
martensita.....	6,6 x10 ⁻⁶ /°C
Calor específico.....	0,20 cal/g.°C
Resistência à corrosão***.....	excelente

Propriedades elétricas e magnéticas

Resistividade [resistência = resistividade x comprimento / área da seção transversal]	
austenita.....	aprox. 100 micro-ohms x cm
martensita.....	aprox. 80 micro-ohms x cm
Permeabilidade magnética.....	< 1.002
Susceptibilidade magnética.....	3,0x10 ⁶ emu/g

Propriedades mecânicas

Módulo de elasticidade****	
austenita.....	aprox. 83 GPa
martensita.....	aprox. 28 a 41 GPa
Limite de escoamento	
austenita.....	195 a 690 MPa
martensita.....	70 a 140 MPa
Limite de resistência	
Inteiramente recozido.....	895 MPa)
encruado.....	1900 MPa
Coeficiente de Poisson.....	0.33
Alongamento até fratura	
Inteiramente recozido.....	25 to 50%
encruado.....	5 to 10%
Formabilidade a quente.....	muito boa
Formabilidade a frio.....	difícil devido ao rápido encruamento
Usinabilidade.....	difícil (preferência por técnicas abrasivas)

** Valores para completa transição martensita-austenita. A histerese pode ser significativamente reduzida por transformação parcial ou ligas ternárias.

*** Similar a aço inoxidável série 300 ou titânio

**** Altamente não-linear com a temperatura

3.2. Fadiga em metais

O termo fadiga, no contexto de comportamento de materiais de engenharia, segundo a ASTM E 1150 refere-se “ao processo gradual de mudança estrutural localizada permanente em um material sujeito a condições que produzem tensões e deformações flutuantes em algum ponto (ou pontos) e que pode culminar em trincas ou em fratura, depois de um número suficiente de flutuações”. Quando as solicitações são tensões ou deformações, a fadiga é dita fadiga mecânica, ocorrendo fratura sob tensões inferiores tanto à tensão de escoamento quanto à tensão crítica de fratura monotônica do material. Sob variações cíclicas de temperatura, o fenômeno denomina-se fadiga térmica e sob combinação dos dois efeitos, fadiga termo-mecânica. Fadiga sob fluência, fadiga sob corrosão e fadiga de contato são outras manifestações de fadiga mecânica, produzidas por diferentes combinações de solicitações. Componentes estruturais muito frequentemente operam sob carregamentos variáveis, suficientemente severos para fazer da resistência à fadiga um critério primário de projeto, justificando o grande esforço de investigação desenvolvido no século XX, o qual produziu por volta de 10.000 referências (MANN, 1990, apud SCHIJVE, 2003). Particularmente nas últimas quatro décadas, os efeitos de fatores mecânicos, microestruturais e ambientais na iniciação e crescimento de trincas de fadiga em um vasto espectro de materiais de engenharia têm sido objeto de importantes pesquisas. Nesse período, o avanço substancial na compreensão das deformações cíclicas e de mecanismos de iniciação e propagação de trincas de fadiga deveu-se, em larga medida, ao desenvolvimento da microscopia ótica e eletrônica.

O processo de falha por fadiga, após a fase inicial de interação entre deslocamentos, pode ser dividido em três estágios: Estágio I – nucleação da trinca (iniciação); Estágio II – crescimento estável da trinca (propagação); Estágio III - falha final rápida, que ocorre quando a superfície remanescente da seção transversal não é mais capaz de suportar a carga aplicada (fratura por sobrecarga de tração) ou quando o valor da tensão na região da

ponta da trinca atinge o valor da intensidade de tensão crítica do material (tenacidade à fratura). Tanto a existência quanto a extensão desses estágios dependem das condições de aplicação de carga, da geometria da peça, da presença e dimensões de defeitos preexistentes, assim como das propriedades mecânicas do material.

A aparência da superfície de uma fratura por fadiga frequentemente reflete aspectos da propagação no Estágio II. É comum a presença de marcas típicas, tanto em escala macroscópica (marcas de praia e marcas de catraca) quanto microscópica (estrias).

Uma das classificações comuns dos processos de fadiga os divide em “fadiga de alto ciclo” e “fadiga de baixo ciclo”. **Fadiga de alto ciclo** é aquela na qual a sollicitação é baixa, portanto o número de ciclos para ruptura (N_f) é grande, usualmente excedendo muito 10^3 ciclos, e o material sofre deformação macroscópica apenas elástica. Neste caso, N_f é relacionado tanto com o campo de deformações elásticas ($\Delta\epsilon_{el}$) quanto com o campo de tensões ($\Delta\sigma=E\Delta\epsilon_{el}$). Via de regra, para materiais que falham sob essas deformações cíclicas pequenas, a nucleação de trincas de fadiga (Estágio I) requer um número muito maior de ciclos do que a sua propagação (Estágio II) requer para atingir o comprimento crítico. Por esta razão, a resistência à nucleação de trinca é uma das principais características que os materiais devem possuir nessas circunstâncias. Metais duros, ou com tratamento para endurecimento superficial, são adequados para resistirem a este tipo de fadiga. A amplitude de tensões abaixo da qual considera-se, na abordagem clássica, que o material não irá falhar por fadiga denomina-se limite de fadiga. À medida que a amplitude da tensão ou da deformação cíclicas é aumentada, N_f decresce e, concomitantemente, é desenvolvida uma componente de deformação plástica cíclica. Comumente, para $N_f \approx 10^3$ ciclos, as amplitudes de deformação plástica ($\Delta\epsilon_{pl}$) e elástica ($\Delta\epsilon_{el}$) são semelhantes e, para valores menores de N_f , $\Delta\epsilon_{pl}$ excede $\Delta\epsilon_{el}$. O processo passa, então, a ser conhecido como **fadiga de baixo ciclo** e, neste caso, $\Delta\epsilon_{pl}$ correlaciona-se melhor com N_f do que $\Delta\sigma$. Equações empíricas relacionando $\Delta\epsilon_{pl}$ com N_f têm sido desenvolvidas para fadiga de baixo ciclo e seu emprego provê uma estimativa de vida em fadiga neste caso. Eventualmente essas expressões podem ser usadas para fadiga de alto ciclo, no caso da presença de defeitos preexistentes

com dimensões conhecidas. Metais dúcteis respondem melhor à fadiga de baixo ciclo, uma vez que a deformação plástica da ponta da trinca resulta no seu embotamento, reduzindo a taxa de propagação.

O comportamento em fadiga, nos casos convencionais, é tradicionalmente abordado através de duas metodologias diferentes. A primeira, conhecida por “**vida em fadiga**”, é uma abordagem clássica, baseada no conceito de número total de ciclos para falhar a partir do material sem trincas, quando este é submetido a tensões ou deformações cíclicas de amplitude controlada. Com os resultados, são construídas curvas σ_a-N_f (ou S-N), no caso de processo com controle de amplitude de tensão, e ϵ_a-N_f , no caso de processo com controle de amplitude de deformação. A vida em fadiga obtida desta forma incorpora o número de ciclos para iniciar e para propagar uma trinca dominante até que ocorra a falha final. Nos casos comuns de fadiga de alto ciclo, o número de ciclos para a falha costuma ser caracterizado em termos de amplitude de tensões. No caso de fadiga de baixo ciclo, a vida em fadiga é mais bem caracterizada em termos de amplitude de deformações.

A segunda metodologia, conhecida por “**tolerância a danos**”, emprega as leis de crescimento de trincas da mecânica de fratura. Trabalha-se com a premissa de que existem trincas pré-existentes no material, e procura-se estimar o número de ciclos de fadiga para propagar uma trinca dominante até um comprimento crítico, o qual pode ser estimado com base, por exemplo, na tenacidade à fratura do material. Esta abordagem é mais comumente adotada nas situações de fadiga de alto ciclo, sob cargas baixas, em que são atendidos os requisitos da mecânica de fratura elástica-linear, isto é, a zona plástica na ponta da trinca é pequena, comparada com as dimensões características do componente trincado (incluindo o comprimento da trinca), prevalecendo as condições de comportamento elástico.

Os conceitos aqui apresentados sucintamente estão, há muito, bem estabelecidos, podendo ser encontrados na literatura clássica, bem como em artigos de revisão, tais como BROEK (1986); HERTZBERG (1989); COURTNEY (1990); EWALDS & WANHILL (1993);

DOWLING (1999); SURESH (2003); DAVIDSON & LANKFORD (1992) e SCHIJVE (2003).

3.3. Fadiga em ligas de NiTi

Na maioria das aplicações das ligas de NiTi, as propriedades de EMF e SE são utilizadas sob solicitações cíclicas. EGGELER *et al.* (2004) classificaram a fadiga de LMF em **fadiga funcional** e **fadiga estrutural**, termo este que já havia sido empregado por HUMBEECK & STALMANS (1998). Fadiga funcional refere-se à degradação, como consequência de carregamento cíclico, nas propriedades funcionais da liga, tais como a amplitude dos deslocamentos recuperáveis. Fadiga estrutural refere-se ao processo convencional de fadiga, ou dano microestrutural que se acumula durante o carregamento cíclico (EGGELER *et al.*, 2004), podendo culminar em falha por fratura dos materiais de engenharia. Entretanto, no caso das LMF, atuam mecanismos de deformação diferentes dos usuais, com grande sensibilidade a variações de temperatura, fazendo com que o estudo de ambos os tipos de fadiga, funcional e estrutural, deva necessariamente considerar a perspectiva das mudanças microestruturais que se dão durante a ciclagem.

3.3.1. Fadiga funcional

3.3.1.1. Ciclagem térmica

MIYAZAKI *et al.* (1986) estudaram os efeitos da ciclagem térmica (entre M_s e A_f – ciclagem térmica completa) sobre as temperaturas de transformação em três ligas de NiTi, com diferentes teores de Ni e tratamentos termomecânicos. A figura 3.16 apresenta os resultados para uma das ligas, que podem ser sintetizados da seguinte forma:

(a) Pela observação das curvas nas três ligas ensaiadas verificou-se que, se o material encontrava-se recozido, o aumento do número de ciclos produziu redução em M_s , elevação na diferença ($M_s - M_f$), e não teve efeito importante em R_s . Essas alterações diminuíram e tenderam a se estabilizar com o aumento do número de ciclos. Já com teor de Ni superior a

50%_{at} e o material envelhecido, ou com teor de Ni inferior a 50%_{at} e o material submetido a tratamento termomecânico prévio, não foram observadas alterações nas temperaturas de transformação com o aumento no número de ciclos.

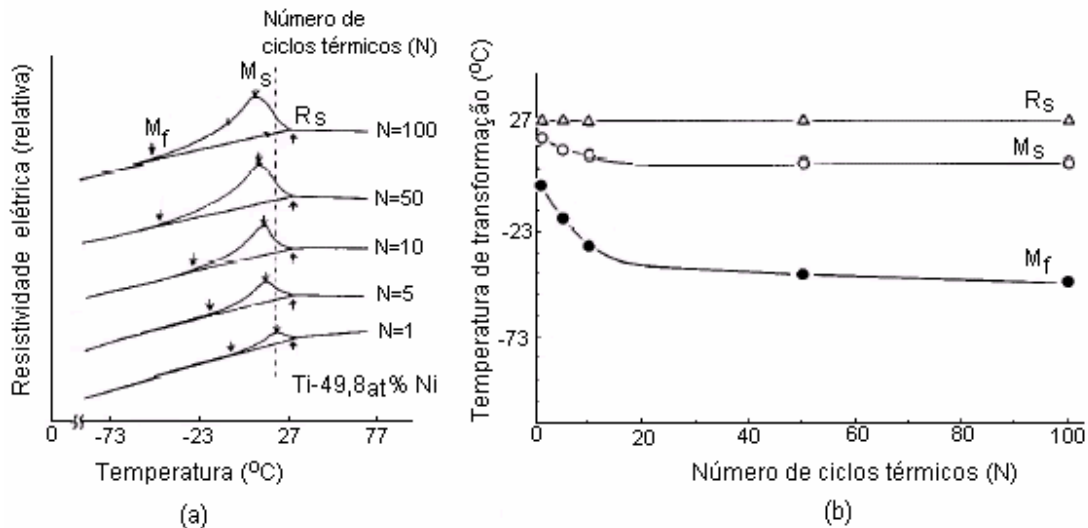


Figura 3.16 – (a) Efeito da ciclagem térmica na curva de resistividade elétrica *versus* temperatura; (b) temperaturas de transformação em função do número de ciclos térmicos (liga Ti-49,8%_{at}Ni, recozida a 1000°C por 1 hora, seguido de têmpera em água gelada) (MIYAZAKI *et al.*, 1986).

(b) A comparação, ao MET, das microestruturas cicladas com as originais revelou aumento da densidade de deslocações quando havia efeito de ciclagem (material recozido) e, no caso de haver precipitados e/ou deslocações prévias (pouco efeito de ciclagem), a densidade de deslocações permaneceu inalterada. Concluiu-se que o efeito da ciclagem térmica pode ser atribuído ao campo de tensões formado por deslocações introduzidas no processo (MYIAZAKI *et al.*, 1986; SABURI, 1998).

Esses resultados foram confirmados por HUMBEECK & STALMANS (1998) que relataram a existência, em LMF de maneira geral, de vários mecanismos ativos durante a ciclagem térmica, com efeitos muitas vezes opostos. Citaram, como exemplo, a introdução de defeitos através de tratamentos termomecânicos, que geralmente estabilizam a fase em

que foram criados. O tamanho de grão, por sua vez, pode ter influência na densidade e configuração dos defeitos, devido às altas tensões de acomodação nos contornos. Além disso, defeitos podem produzir mudanças localizadas, alterando localmente as temperaturas de transformação.

3.3.1.2. Ciclagem mecânica

MIYAZAKI *et al.* (1986) estudaram as alterações na curva tensão-deformação durante deformação cíclica e a efetividade de tratamentos termomecânicos na estabilização do comportamento superelástico de quatro ligas de NiTi, com diferentes teores de Ni, submetidas a diferentes tratamentos termomecânicos. Os efeitos do carregamento cíclico na curva σ - ϵ estão ilustrados na figura 3.17.

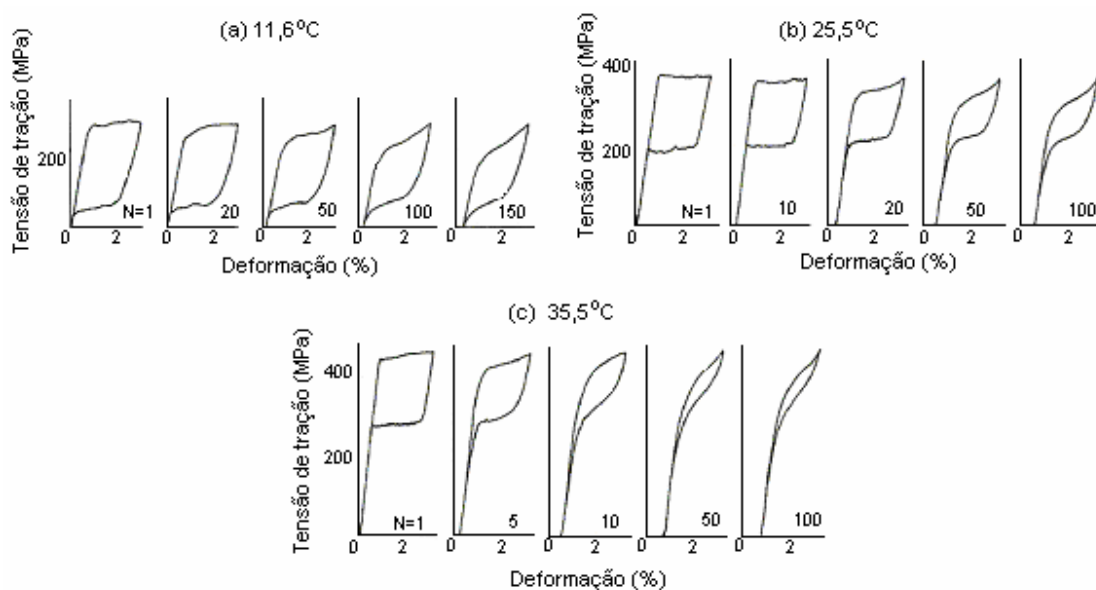


Figura 3.17 – Efeito da deformação cíclica nas curvas σ - ϵ sob várias temperaturas para uma liga Ti-50,5%at Ni (MIYAZAKI *et al.*, 1986).

Verifica-se, na figura, um aumento da σ_{cr} com a elevação da temperatura do ensaio, coerentemente com o esperado aumento da estabilidade da FA. Além disso, constata-se que com o aumento do número de ciclos, de maneira geral, a deformação residual cresce,

enquanto a σ_{cr} e a histerese de deformação ou tensão diminuem. Com o aumento do número de ciclos esses parâmetros tendem a se estabilizar, tornando-se insensíveis à ciclagem, fato que pode ser explicado pelo encruamento ocorrido a cada ciclo. A microestrutura do material inicialmente recozido quando sob carregamento, observada ao microscópio ótico, revelou que em todos os ciclos as transformações ocorreram sempre nas mesmas regiões. Além disso, observações da microestrutura após descarga mostraram um aumento na quantidade de martensita residual com o aumento do número de ciclos, próxima aos contornos de grão. Foram empregados dois tratamentos termomecânicos para elevar a tensão de escoamento da FA: endurecimento por precipitação e encruamento. Sob ciclagem, a curva σ - ϵ do material endurecido por precipitação apresenta aumento gradual da inclinação do platô, o que não acontece no caso do material encruado. O material com efeito combinado dos dois tratamentos termomecânicos apresentou melhor comportamento (mais estável) que sob cada um dos dois efeitos individualmente. Em todos os casos, notou-se uma tendência à estabilização das características superelásticas com o aumento do número de ciclos.

Resultados semelhantes foram obtidos por EGGELER *et al.* (2004), HECKMANN & HORNBOGEN (2003) e STRANADEL *et al.* (1995). Estes últimos, para estudar o comportamento σ - ϵ , sob carregamento cíclico, de ligas NiTi no estado superelástico, utilizaram duas categorias de ciclagem: com controle de σ e com controle de ϵ . A figura 3.18 apresenta exemplos dos resultados de ensaios obtidos com três ligas NiTi (o teor de Ni diminui de A para C, sendo as curvas (a) referentes à ciclagem com controle de ϵ e as (b), à ciclagem com controle de σ . Segundo os autores, uma maior tensão de escoamento (causada por maior teor de Ni) em geral reduz a taxa de crescimento da deformação residual, promovendo a estabilização do diagrama σ - ϵ cíclico. O mesmo efeito ocorre, também, com um encruamento cíclico mais intenso, promovido por deformações máximas mais altas e por uma maior tensão aplicada. Em ligas com menor teor de Ni, a tensão de escoamento mais baixa e o considerável endurecimento cíclico assistido por deformação residual induzem grandes tensões internas e um declínio acentuado da tensão crítica para formação de martensita.

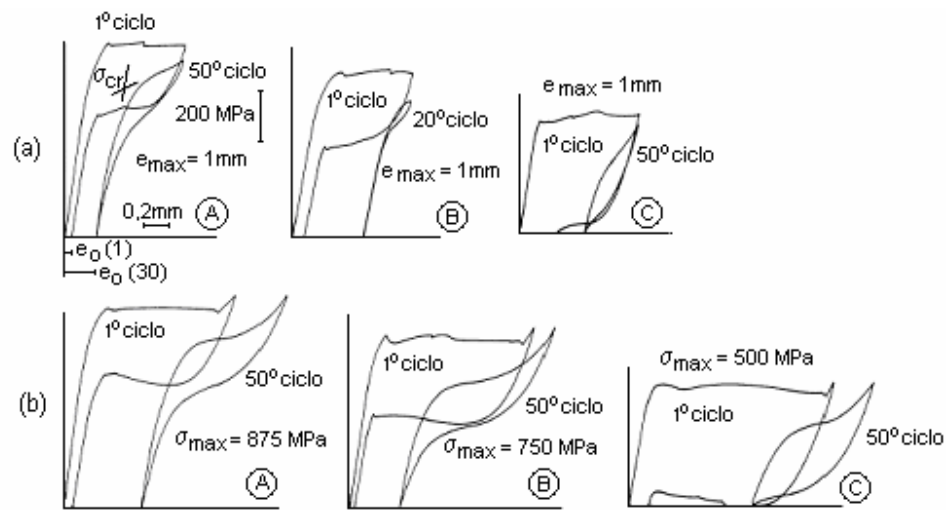


Figura 3.18 – Curvas σ - ε das três ligas de NiTi (A, B e C) durante o 1º ciclo e um ciclo intermediário sob ciclagem com controle de (a) ε ; (b) σ (STRANADEL *et al.*, 1995).

Os autores sugerem que o fato da histerese também diminuir com o aumento do número de ciclos é causado, na ciclagem com controle de ε , pela redução da deformação de transformação devida à crescente deformação residual e, na ciclagem com controle de σ , primariamente pela resistência crescente da estrutura de deslocamentos a qualquer deslocamento dos contornos de fase. Dessa forma, as ligas com menores teores de Ni e, portanto, menor tensão de escoamento e maior deformação plástica residual, respondem à ciclagem sob controle de ε com um declínio mais rápido da histerese do que o caso de ciclagem com controle de σ .

Em outro trabalho, sob as mesmas condições do anterior, STRANADEL *et al.* (1995) avaliaram os efeitos da velocidade de deformação no comportamento superelástico do material, empregando agora a mesma σ_{cr} no primeiro ciclo de todos os ensaios, através de ajustes na temperatura do ensaio. Velocidades de deformação mais altas resultaram na redução mais rápida de σ_{cr} , porém a velocidade da redução da histerese parece não ter sido afetada.

LIM & McDOWELL (1995) investigaram como certos processos, tais como geração de deslocamentos na FA e distribuição e orientação de colônias de martensita, em ligas Ti-50,8%_{at}Ni no regime SE, fazem com que a resposta cíclica seja dependente do caminho de deformação. O material foi submetido a ciclagem tração-tração, ciclagem em duas fases: tração-tração seguida de compressão-compressão, e ciclagem tração-compressão, todas elas com carregamento uniaxial sob controle de deformação. De maneira geral, os resultados indicaram simetria no comportamento em tração e em compressão sob ciclagem, o que é uma tendência diferente da relatada em trabalhos posteriores, tanto dos mesmos quanto de outros autores.

Em seu trabalho posterior, LIM & McDOWELL (1999) ensaiaram tubos de paredes finas de ligas Ti-50,8%_{at}Ni trabalhando na região de comportamento superelástico sob carregamento uni e biaxial. Foram realizadas medidas de temperatura dos corpos-de-prova durante os ensaios mecânicos sob ciclagem, visando analisar os efeitos do calor latente de transformação de fase. Como esperado, a tensão crítica de transformação martensítica aumentou com o aumento da temperatura, devido à liberação de calor latente de transformação. Com relação à assimetria da tensão crítica de transformação durante a ciclagem em tração-compressão, diferentemente dos resultados de seu trabalho anterior, mostrou-se que a resposta depende do estado de tensões, uma vez que, sob cisalhamento cíclico (ensaios de torção pura), o material respondeu simetricamente, enquanto a resposta à ciclagem em tração-compressão uniaxial, na direção do eixo do corpo de prova, mostrou-se assimétrica. Tais resultados se repetiram em uma análise numérica por elementos finitos tridimensionais (3D), realizada em um trabalho posterior dos mesmos autores (LIM & McDOWELL, 2002). Segundo eles, foi demonstrado que a assimetria no comportamento tensão-deformação durante carregamento uniaxial cíclico deve-se à orientação preferencial da textura cristalográfica. Foi também observado que a aparente dependência da resposta do material em relação à velocidade de deformação deve-se, na realidade, ao acoplamento termomecânico com o calor latente gerado/absorvido durante a transformação de fase.

GALL *et al.* (2001) ensaiaram monocristais de Ti-50,8%_{at}Ni sob carregamento cíclico, visando compreender a assimetria das curvas tensão-deformação sob tração e sob compressão em policristais de NiTi, em regime superelástico. Os resultados obtidos são semelhantes aos resultados de ensaios com policristais, descritos nos trabalhos anteriores. Esse comportamento permite supor que as interações de contornos de grãos não são de importância primária na fadiga estrutural de ligas NiTi com precipitados. A interação entre placas de martensita em transformação e precipitados deve, portanto, controlar a deformação cíclica e o processo de fadiga estrutural.

Utilizando dados de difração de neutrons obtidos em vários pontos da curva σ - ϵ de ensaios com carregamento cíclicos, SWALLOWE *et al.* (2002) afirmaram que tanto a assimetria tração-compressão, apresentada no comportamento mecânico de policristais de NiTi, quanto a formação de textura na martensita podem ter origem na cristalografia da transformação martensítica $B2 \Leftrightarrow B19'$.

Em 2002, GALL & MAIER apresentaram resultados de ensaios de compressão cíclica de monocristais de Ti-50,9%_{at}Ni, em três estados microestruturais: totalmente solubilizado, com dispersão coerente e dispersão incoerente de precipitados de Ti_3Ni_4 . Os resultados dos ensaios mecânicos revelaram que a resistência à degradação no ciclo de compressão é fortemente dependente da orientação cristalográfica. Entretanto, este efeito não foi facilmente identificado nas observações ao MET. Com relação ao comportamento da histerese de tensão-deformação, seu valor no primeiro ciclo parece ter estreita relação com a resistência à fadiga do material. Independentemente do tratamento térmico e da orientação, o material com grande histerese apresentou um desempenho em fadiga bem pior do que o material com pequena histerese.

Em um trabalho mais recente, BRINSON *et al.* (2004) investigaram a correlação entre microestrutura e variantes de martensita com a resposta macromecânica a carregamentos monotônicos e cíclicos, em liga NiTi superelástica. Além do registro da resposta mecânica (curvas σ - ϵ), a microestrutura foi observada durante o processo de carga e descarga,

através de um microscópio ótico acoplado à bancada de ensaio. Os resultados revelaram mudanças microestruturais importantes no material após poucos ciclos. Deformações plásticas localizadas ocorreram nas vizinhanças das placas de martensita que se formaram, com um pequeno crescimento de deformação permanente a cada ciclo.

Há uma série de artigos que reportam o comportamento sob ciclagem de ligas NiTi na fase martensítica, estável à temperatura do ensaio, induzida por tensão, tanto no regime de EMF quanto no superelástico sob alta tensão (ou deformação) média. Neste caso não há transformação de fase envolvida no comportamento, como nos casos anteriormente descritos, mas reorientação de variantes e subestruturas de maclas. De maneira geral, os resultados de ciclagem sob tração-compressão uniaxial revelaram uma resposta assimétrica, sendo mais difícil deformar o material sob compressão que sob tração, havendo convergência de opiniões em relação às diferenças entre os mecanismos de deformação da martensita sob tração e sob compressão (LIU *et al.*, 1998; LIU *et al.*, 1999; XIE *et al.*, 1998; HU *et al.*, 2002).

3.3.2. Fadiga estrutural

Segundo WILKES & LIAW (2000), o primeiro registro de análise de fadiga em LMF parece ter sido o de RACHINGER (1957), em monocristais de Cu-Al-Ni; em ligas de NiTi, parece ter sido o de BUEHLER & WANG (1968).

Segundo DUERIG *et al.* (1999) e MORGAN (2004), é fato bem conhecido que ligas de NiTi oferecem uma boa resistência em situações de fadiga de baixo ciclo, com controle de deformação, enquanto podem apresentar pequena resistência à fadiga com controle de tensão. Uma aplicação recente de ligas de NiTi, em que a solicitação se dá com controle de deformação, são as limas para procedimentos endodônticos (BAHIA, 2004). Sob a perspectiva do emprego do material na área biomecânica, como na maioria dos ambientes do corpo humano os dispositivos de NiTi estarão submetidos a movimentos cíclicos

irregulares contra tecidos flexíveis, ocorrerá uma combinação de fadiga com controle de tensão e de deformação (MORGAN, 2004; DUERIG *et al.*, 1999).

De acordo com MORGAN (2004), a natureza não-linear da transformação de fase superelástica de ligas de NiTi faz com que, possivelmente, as teorias convencionais de vida em fadiga não sejam adequadas para descrever o comportamento deste material. Há, segundo ele, convergência de opiniões sobre alguns aspectos de fadiga de ligas de NiTi, como, por exemplo, o fato de que condições superficiais, inclusões e deformação plástica parecem ter influência sobre iniciação e crescimento de trincas no estágio 1. Da mesma forma, há consenso sobre o estágio 3, de fratura final rápida, que parece ser tipicamente caracterizado por coalescimento de *dimples* levando à fratura dúctil por sobrecarga, como acontece com a maioria dos materiais metálicos convencionais. Já as informações sobre o crescimento de trincas no estágio 2 encontram-se ainda controversas.

3.3.2.1. Comportamento em fratura sob carregamento monotônico

Ainda mais do que no caso dos materiais convencionais, para a compreensão do comportamento das ligas NiTi em fadiga é fundamental o entendimento prévio dos fenômenos que ocorrem na ponta da trinca quando sob carregamento monotônico. Há, ainda hoje, relativamente pouca informação publicada acerca do efeito das transformações martensíticas termoelásticas na tenacidade à fratura dessas ligas.

Um dos primeiros registros disponíveis é o do trabalho de MELTON & MERCIER (1981), em que três ligas de NiTi, com diferentes temperaturas de transformação, foram submetidas a ensaios de tração e tenacidade à fratura, sob várias temperaturas diferentes. A tenacidade apresentou um mínimo nas proximidades da região de M_d e aventou-se a possibilidade da queda na tenacidade ser devida a uma interação entre martensita induzida por tensão e movimento de deslocações, uma vez que nessa região esses processos ocorrem simultaneamente. A tenacidade da austenita estável mostrou-se maior que da martensita

induzida por tensão sob SE, porém menor do que da induzida sob EMF e da martensita estável.

HOLTZ *et al.* (1999) obtiveram resultados um pouco diferentes, ao estimarem a tenacidade à fratura em estado plano de tensão (K_{IC}) em corpos de prova CTS (Compact Test Specimen) de uma liga Ti-49,9%_{at}Ni, com o material inicialmente nas formas de martensita estável, austenita com EMF, austenita com SE e austenita estável. Verificou-se que a tenacidade cresceu monotonicamente com a temperatura a partir do momento em que a martensita passou a ser induzida por tensão (EMF e SE), atingindo um valor máximo acima de M_d . Esses resultados mostram uma tendência semelhante à verificada no trabalho de MELTON & MERCIER (1981) para a região de austenita estável e MIT sob SE. Porém, nos casos de MIT sob EMF e do material inicialmente sob a forma de martensita estável, os dois trabalhos mostram tendências diferentes.

YI & GAO (2000) abordaram analiticamente o mecanismo de tenacidade de ligas NiTi, sob o modo I de carregamento em estado plano de deformação, empregando os métodos da inclusão de Eshelby e das funções ponderadas. Os resultados indicaram que o material próximo à ponta da trinca pode ser subdividido em três regiões distintas, esquematizadas na figura 3.19.

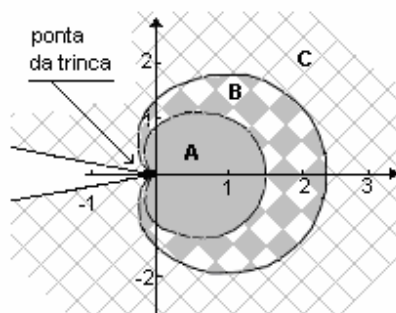


Figura 3.19 – Contornos de início e final de transformação martensítica para trincas estáticas em uma temperatura entre A_s e A_f (simbologia descrita no texto) (YI & GAO, 2000).

Na região mais interna (A), onde a tensão excede σ_{cr} , o material está totalmente transformado. Na região mais externa (C), as tensões estão abaixo de σ_{cr} e o material não sofre, portanto, TM. Entre estas duas zonas há uma região de transição (B), onde o material encontra-se parcialmente transformado. Foi avaliado, também, o efeito do nível das cargas remotas no fator de intensidade de tensão modificado pela transformação de fase, tendo sido reportado um alívio de tensões na ponta da trinca, de no máximo 20%, devido à transformação de fase, coerente com o crescimento da região transformada com a tensão remota aplicada.

YI *et al.* (2001) desenvolveram estudo semelhante para o caso de carregamento em modo misto. Utilizando as mesmas hipóteses, métodos e material, chegaram a conclusões análogas às do caso de carregamento sob o modo I (YI & GAO, 2000), isto é, a tenacidade é aumentada na ponta da trinca.

Do exposto, podem ser questionados dois aspectos. O primeiro refere-se ao fato de que foi adotado, nas análises, EPD e aparentemente não foi levada em conta a variação negativa de volume sofrida pelo material na transformação martensítica, (MELTON & MERCIER, 1979; DAUSKARDT *et al.*, 1989; HOLTZ *et al.*, 1999; McKELVEY & RITCHIE, 2001). A combinação de redução de volume com EPD teoricamente produziria um aumento no fator de intensidade de tensão, pelo fato do material na ponta da trinca estar confinado. Ao sofrer redução de volume, esse material sob transformação estaria sujeito a uma tensão de tração adicional aplicada pelo material do entorno, que se somaria à tensão original na ponta da trinca, aumentando o fator de intensidade de tensão. Esse efeito da TM supostamente pioraria o desempenho do material à fratura. Há que ser considerada, também, a possibilidade da TM ser inibida, caso a tensão de tração gerada pela redução de volume seja muito alta (McKELVEY & RITCHIE, 2001). O segundo aspecto relevante diz respeito ao emprego dos conceitos de fator de intensidade de tensão e tenacidade à fratura para analisar os efeitos da TM. Pode-se questionar o fato de que, uma vez que o material pode sofrer grandes deformações devidas à TM, a abordagem mais apropriada pode não ser a de mecânica de fratura elástica-linear.

3.3.2.2. Comportamento em fadiga

3.3.2.2.1. Abordagem de “vida em fadiga”

a) Fadiga com controle de amplitude de deformação (curvas ϵ_a-N_f)

O comportamento geral de uma liga NiTi durante um ensaio de fadiga com controle de deformação está ilustrado pela curva da figura 3.20, obtida por MELTON & MERCIER (1979) ao ensaiar uma liga martensítica estável (à temperatura do ensaio), sendo σ a tensão correspondente à deformação máxima em tração aplicada e N o número de ciclos.

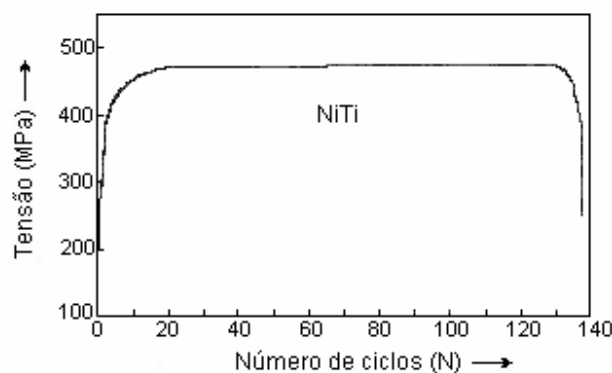
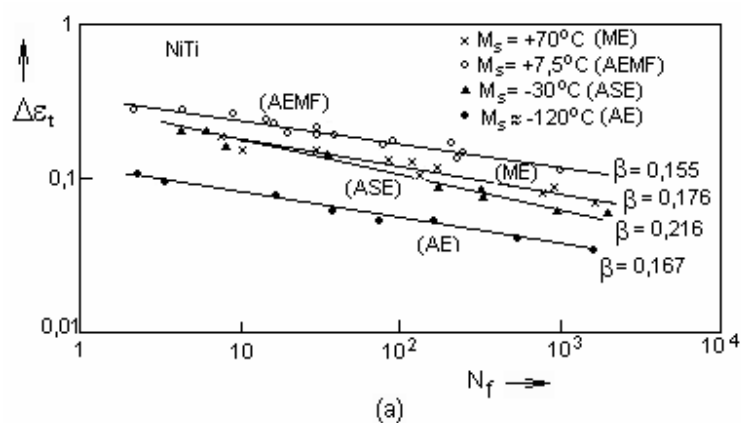


Figura 3.20 - Tensão σ correspondente à deformação de tração máxima aplicada *versus* número de ciclos (MELTON & MERCIER, 1979).

Nestes ensaios foi observado um endurecimento do material durante os ciclos iniciais, tendendo rapidamente à saturação, a partir da qual a tensão permaneceu praticamente constante até perto da fratura. O decréscimo da tensão nos estágios finais indica o início da formação de trincas. As ligas martensítica estável e austenítica com memória de forma apresentaram taxas de endurecimento mais altas que a austenítica estável.

Na literatura consultada, estão relatados dois tipos principais de ensaios de fadiga com controle de deformação: fadiga em ensaio de tração, com ciclagem em tração ou tração-compressão, e fadiga em ensaio de flexão rotativa.

No primeiro grupo, fadiga em ensaio de tração ciclada, encontram-se os trabalhos de MELTON & MERCIER (1979 e 1979) e McNICHOLS & BROOKES (1981), empregando ciclagem tração-compressão, e TABANLI *et al.* (1999), que empregou ciclagem em tração. MELTON & MERCIER (1979 e 1979) submeteram a ensaios de fadiga de baixo ciclo ligas de NiTi de diferentes comportamentos à temperatura ambiente - martensítico estável (ME), austenítico estável (AE), austenítico com efeito memória de forma (AEMF) e austenítico com superelasticidade (ASE), obtidos através de pequenas alterações na composição química. As curvas deformação total por ciclo ($\Delta\epsilon_t$) *versus* número total de ciclos para a fratura (N_f) estão mostradas na figura 3.21(a). As diferentes ligas comportaram-se semelhantemente. É interessante notar que o comportamento das ligas ME e ASE é muito semelhante, apesar de AE ter comportamento convencional. O gráfico da deformação “plástica” por ciclo (definida como a largura total do *loop* de histerese sob tensão zero), $\Delta\epsilon_p$, medida no segundo ciclo de cada ensaio, *versus* N_f está mostrado na figura 3.21(b).



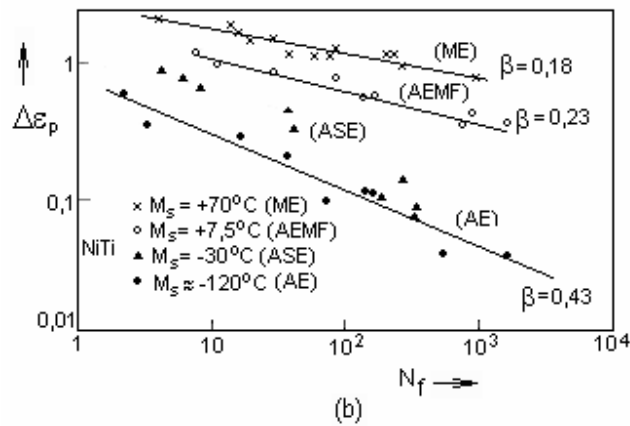


Figura 3.21 - (a) Deformação total por ciclo *versus* número de ciclos para falha; (b) deformação plástica por ciclo *versus* número de ciclos para falha (MELTON & MERCIER, 1979).

Em ambos os gráficos constata-se relação linear na curva log-log, indicando que todas as ligas seguem a equação de Coffin-Manson, $N_f^\beta \times \Delta \varepsilon = C$, onde β e C são constantes. No caso de $\Delta \varepsilon_p$, foram encontradas inclinações β próximas a 0,2 para todas as ligas, com exceção da liga austenítica estável, para a qual foi encontrado $\beta=0,43$. A liga ASE mostrou maior dispersão dos pontos, o que, segundo os autores, deve-se à interação entre a martensita induzida por tensão e os defeitos gerados por deformação plástica no ciclo anterior. Vários metais comuns, quando deformados à temperatura ambiente, apresentam $\beta \approx 0,5$. Os valores mais baixos obtidos para as ligas de maior M_s , isto é, ME e AEMF, refletiriam o efeito que a TM tem nas propriedades de fadiga de baixo ciclo; deformações bem maiores que nas ligas convencionais são observadas para N_f por volta de 10^3 ciclos para a fratura. A superfícies de fratura das ligas NiTi mostraram fraturas quase inteiramente transgranulares.

McNICHOLS & BROOKES (1981) estenderam os resultados de MELTON & MERCIER (1979) para fadiga de alto ciclo ($N_f \leq 2,2 \times 10^5$), no caso da liga NiTi martensítica à temperatura ambiente. Os resultados obtidos estão mostrados na figura 3.22.

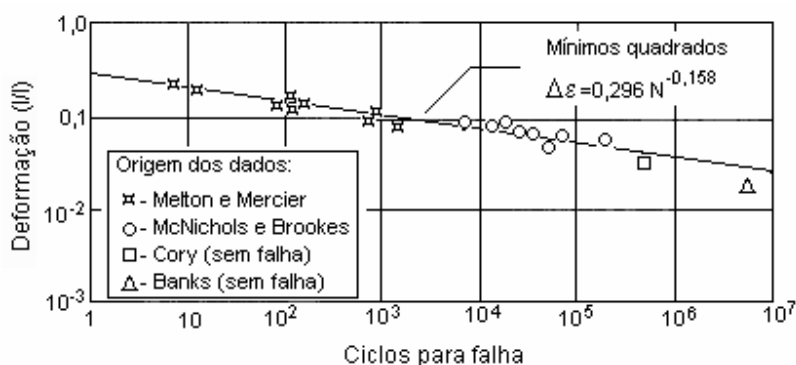


Figura 3.22 – Deformação cíclica *versus* número de ciclos para falha final (McNICHOLS & BROOKES, 1981).

Os dados deste trabalho parecem estar bem correlacionados com os dos demais, apesar de haver grandes diferenças de geometria, tipo de deformação e temperatura de ciclagem.

TABANLI *et al.* (1999) estudaram o efeito da tensão média na fadiga de ligas Ti-50,6%_{at}Ni superelásticas, empregando corpos de prova tubulares, ciclados em tração na região de fadiga de alto ciclo. Analisaram o comportamento em fadiga do material na região de comportamento elástico da austenita (A) e da martensita (M), e na região superelástica (SE), adotando, para isso, valores de deformação média (ε_m) correspondentes aos diferentes pontos da curva tensão-deformação estática mostrados na figura 3.23.

Tabela III.2 – Efeito da deformação média na vida em fadiga (TABANLI *et al.*, 1999).

	Defor. média (%)	Amplit. de deform. (%)	Nº de ciclos
(a)	0.25	0.21	185 000*
(b)	0.36	0.20	97 300
(c)	2.12	0.24	10 900
(d)	2.0	0.22	24 340
(e)	9.3	0.22	82 650*

(a) (b) (c) (d) (e) - referem-se à figura 3.2.3 * - indica fratura nas garras

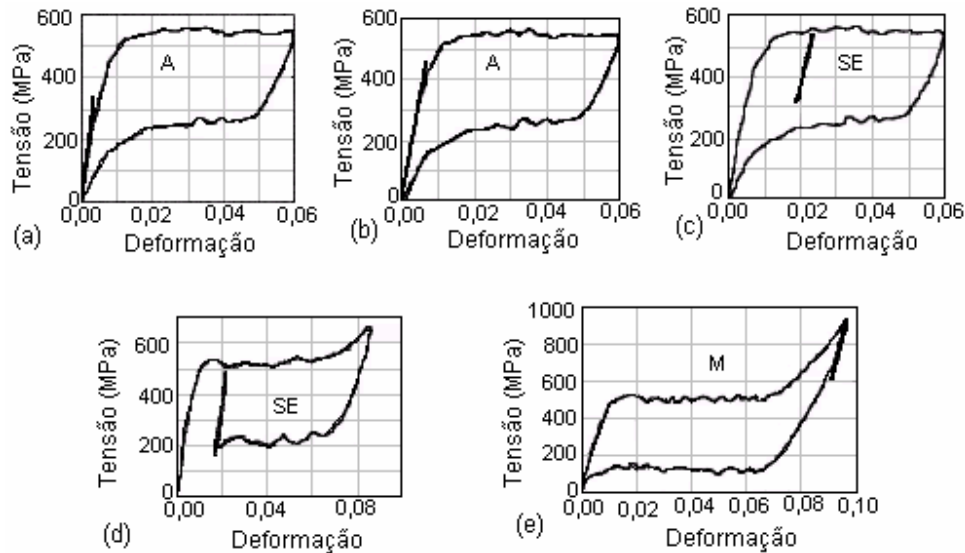


Figura 3.23 – Dados de ensaios tensão-deformação cíclicas (linhas mais grossas), superpostos às curvas tensão-deformação quasiestáticas. (a),(b),(c),(d),(e) condições descritas na tabela III.2. Ciclagem na martensita (M), na austenita (A), na região superelástica (SE) (TABANLI et al., 1999).

Com o aumento de ϵ_m , N_f variou de maneira não monotônica. No caso A, N_f decresceu com o aumento de ϵ_m ; o material SE mostrou uma queda em N_f quando comparado ao A. É interessante notar que, no caso M, apesar de ϵ_m ser quatro vezes maior que no SE, N_f é aproximadamente quatro vezes maior (tabela III.2).

Aparentemente, a presença simultânea de austenita e martensita em um corpo de prova (casos SE) reduziu drasticamente a vida em fadiga. Entretanto, o comportamento tensão-deformação sob ciclagem indicou haver pouca transformação de fase nos corpos-de-prova, uma vez que não foi registrada histerese significativa. A resposta, portanto, foi similar à de um compósito constituído de duas fases elásticas. Os autores aventaram a possibilidade de que, apesar de não haver histerese, os contornos das fases austenita e martensita tenham atuado como fontes de concentração de tensão e que o dano plástico subsequente tenha sido, possivelmente, a maior causa da queda drástica na vida em fadiga na região das duas

fases. Resultados semelhantes foram publicados em 2001 por TABANLI *et al.*, reportando estudo semelhante, sobre o efeito da deformação média em tubos da mesma liga submetidos a fadiga de alto ciclo. Concluíram que a relação de N_f com a deformação média, quando sob ε_a constante, é menor no caso do material ciclado na condição bifásica.

No segundo grupo (ensaios de fadiga por flexão rotativa) encontram-se os trabalhos de TOBUSHI *et al.* (1997 e 2000), YANG (1997), MIYAZAKI *et al.* (1999), SAWAGUCHI *et al.* (2003), YOUNG & VAN VLIET (2004), EGGELER *et al.* (2004) e WAGNER *et al.* (2004 e 2004). Estes últimos propuseram um modelo mecânico para a distribuição de tensões na seção transversal de um fio submetido a flexão rotativa. A figura 3.24(a),(b) mostra o esquema da seção transversal de um fio no regime ASE, para flexão pura e flexão rotativa, respectivamente. Em ambos os casos, a deformação na seção transversal cresce linearmente com a distância do eixo neutro (linha pontilhada na figura 3.24(a),(b)).

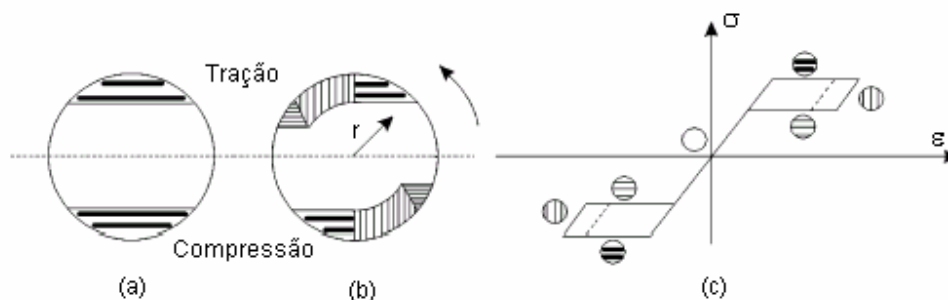


Figura 3.24 – Estado de tensão de seção transversal de fio durante (a) flexão pura e (b) fadiga por flexão sob rotação (rotação anti-horária); (c) diagrama σ - ε simplificado para material pseudoelástico. Linhas grossas indicam região de patamar no carregamento, linhas finas, no descarregamento e linhas verticais indicam regiões de transição; região linear elástica está em branco (WAGNER *et al.*, 2004).

A figura 3.24(b) representa a história da tensão, após um ciclo rotacional completo, para todos os pontos de $r = 0$ a $r = d/2$, sendo d o diâmetro do fio. Entretanto, como a configuração do fio fletido não muda durante a rotação quando observada de um ponto fixo no espaço, a figura 3.24(b) também representa a distribuição de tensões na seção

transversal a qualquer tempo. Portanto, se o comportamento tensão-deformação de um material superelástico é conhecido, a distribuição de tensões na seção transversal do fio pode ser determinada analiticamente.

De maneira geral, a menos dos valores das constantes β , todos os trabalhos confirmaram os resultados publicados por MELTON & MERCIER (1979 e 1979), quanto ao fato das curvas ϵ_a - N_f seguirem a lei de Coffin-Manson. YANG (1997), através de ensaios isotérmicos de fios Ti-50,7%_{at}Ni, SE, concluiu que a equação de Coffin-Manson é válida para fadiga de alto e baixo ciclos. MIYAZAKI *et al.* (1999) ensaiaram isotermicamente fios de liga Ti-50%_{at}Ni, em fadiga de alto e baixo ciclos, sob várias temperaturas, correspondendo a regiões de comportamentos diferentes, dentre eles EMF e SE. Diferentemente dos outros autores, encontraram, para ligas SE, três retas no gráfico ϵ_a - N_f (figura 3.25(a)) e atribuíram o efeito à região de comportamento anelástico no gráfico σ - ϵ (região entre os limites de deformação elástica e proporcional), mostrada na figura 3.25(b). No caso EMF, os limites elástico e de proporcionalidade seriam muito próximos entre si.

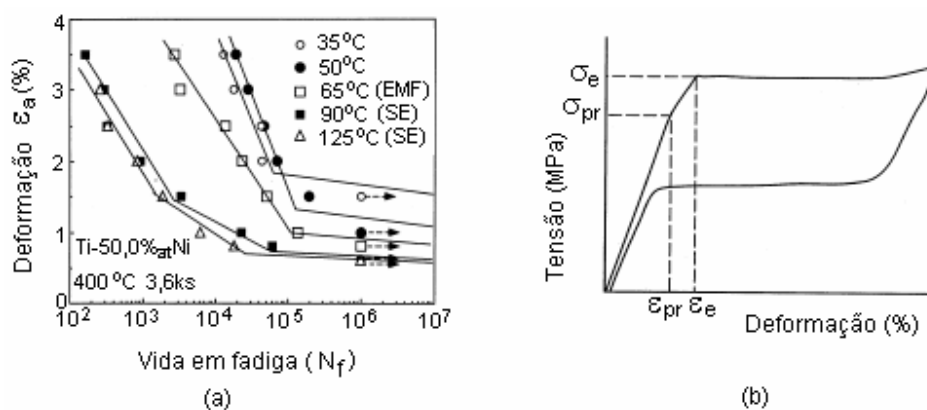


Figura 3.25 – (a) Curvas “amplitude de deformação (ϵ_a) – vida em fadiga (N_f)”, para várias temperaturas de ensaio; (b) esquema de curva tensão-deformação definindo a deformação de limite elástico (ϵ_e) e proporcional (ϵ_{pr}) (MIYAZAKI *et al.*, 1999).

Em todos os trabalhos do segundo grupo foram avaliados os efeitos de temperatura e/ou velocidade de rotação no comportamento em fadiga de ligas NiTi de composições químicas semelhantes. TOBUSHI *et al.* (1997) apresentaram resultados de ensaios de vida

em fadiga de alto e baixo ciclos, de fios de liga Ti-50,2%_{at}Ni (AEMF e ASE com transformação de fase R). Avaliaram os efeitos da elevação espontânea de temperatura por dissipação de energia (histerese), da amplitude da deformação e da frequência de rotação. Os resultados para fadiga de baixo ciclo foram confirmados em um trabalho posterior (TOBUSHI *et al.*, 2000). Foi verificado um significativo aumento espontâneo da temperatura, sendo tanto maior quanto mais alta a frequência de rotação adotada, chegando a atingir aproximadamente 25°C, quando a temperatura de início do ensaio foi de 30°C (figura 3.26(b)). Observa-se que, neste caso, o material, que no início do ensaio encontrava-se no regime AEMF, ao passar de 50°C (A_f), muda para o regime ASE. Foi observado que o aumento de temperatura tende a estabilizar após 20 a 30 segundos de ensaio (figura 3.26(a)).

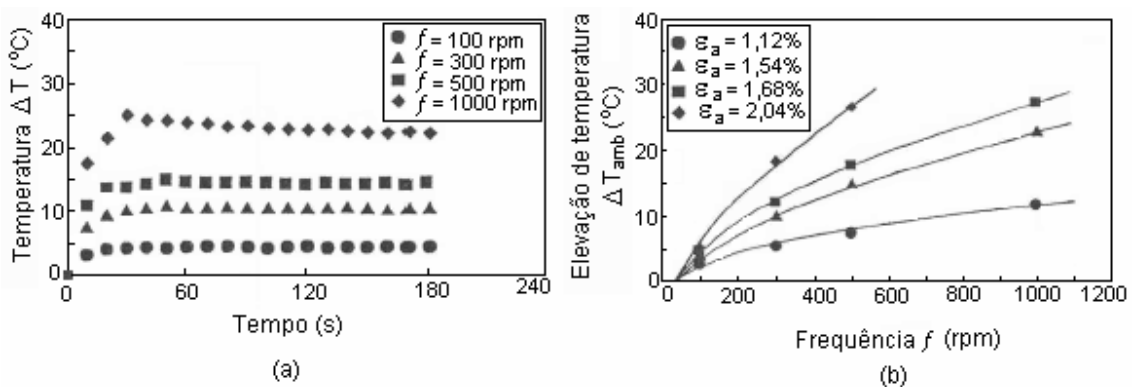


Figura 3.26 – (a) Elevação de temperatura *versus* tempo durante teste de fadiga ($\epsilon_a=1,54\%$); (b) relação entre elevação de temperatura (saturada) (ΔT_{amb}) e frequência (TOBUSHI *et al.*, 2000).

Devido à maior elevação da temperatura quando o ensaio é realizado no ar, a vida em fadiga tende a diminuir com o aumento da frequência de rotação (figura 3.27). Este efeito foi atribuído à elevação da temperatura com o aumento da frequência, uma vez que o ar é um dissipador de calor pouco eficaz. Observa-se que, no caso de $f=1000$ rpm, após a estabilização da temperatura, o material é ASE ($T > A_f$), ao contrário dos outros casos, em que é AEMF.

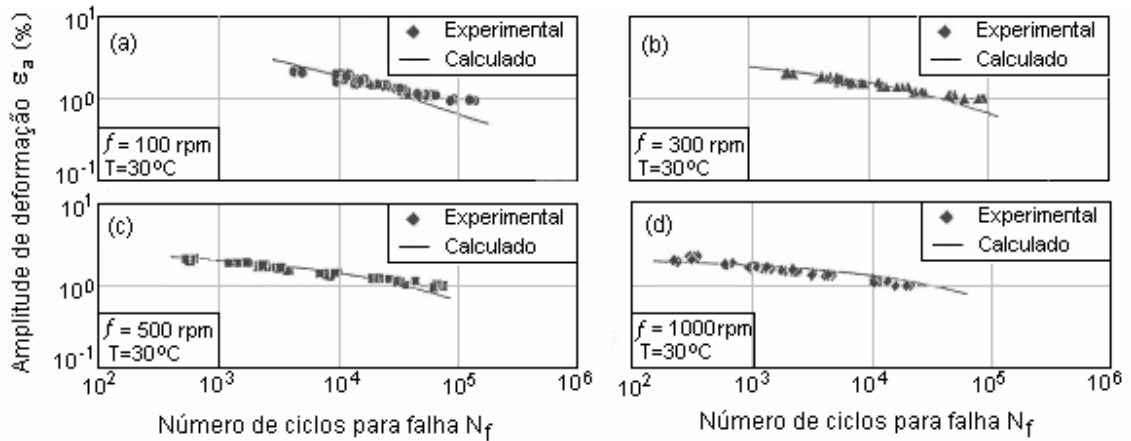


Figura 3.27 – Amplitude de deformação *versus* vida em fadiga, sob várias freqüências *f*, no ar (TOBUSHI *et al.*, 2000).

Na água, que dissipa melhor o calor, a vida em fadiga não variou com a freqüência. Para descrever as curvas, foi proposta a expressão $\epsilon_a \times N_f^{0,5} = 8,56 \times 10^{-0,012(T-M_s)}$, para $\Delta T=0$ (água). Ao ar ($\Delta T \neq 0$), a expressão proposta foi $\epsilon_a \times N_f^{0,5} = 8,56 \times 10^{-0,012(T+\Delta T-M_s)}$. Foi adotado $\beta = 0,5$, valor usual para metais convencionais, que difere muito dos encontrados por MELTON & MERCIER (1979), com exceção do caso AE. A variação da temperatura com a freqüência foi descrita pela expressão $\Delta T_{amb} = \left(\frac{f}{f_0}\right)^b$, onde f_0 é o valor de f para $\Delta T=0$ e b é a inclinação da curva, na figura 3.28, que varia com a freqüência.

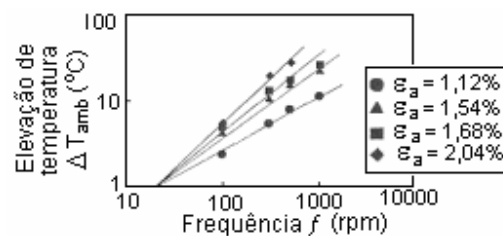


Figura 3.28 – Relação entre elevação de temperatura e freqüência (TOBUSHI *et al.*, 2000).

SAWAGUCHI *et al.* (2003), EGGELER *et al.* (2004) e WAGNER *et al.* (2004) reportam resultados de pesquisa desenvolvida em conjunto, na qual obtiveram resultados semelhantes aos anteriores, a partir de ensaios de fadiga de alto e baixo ciclos em fios de Ti-50,9%_{at}Ni, ASE, com tamanho de grão médio de 50nm, sem precipitados, porém contendo inclusões de TiC. Foram ensaiados fios de três diâmetros diferentes, sob diferentes amplitudes de deformação e velocidades de rotação. Concluíram que a influência do diâmetro do fio e da velocidade de rotação é mais significativa na região de fadiga de baixo ciclo (figura 3.29(b)) e está relacionada com a produção de calor durante a formação de martensita. WAGNER *et al.* (2004) realizaram ensaios similares em banho de óleo de silicone, mostrando que, sob temperatura constante, a vida em fadiga não varia com o diâmetro do fio e a velocidade de rotação. Foi investigada, também, a variação da configuração do fio na montagem (inicialmente semicircular) durante os ensaios, o que determina o estado de tensões atuante, que por sua vez determina a resposta do material. Concluíram que ocorreu aumento de ϵ_a na região central do arco e redução de ϵ_a nas regiões próximas aos apoios, porém não maiores que 5%, não afetando significativamente os resultados. A figura 3.29(a) apresenta resultados obtidos para fios de três diâmetros diferentes, a 200 rpm, representados por uma única curva $\epsilon_a \times N_f$.

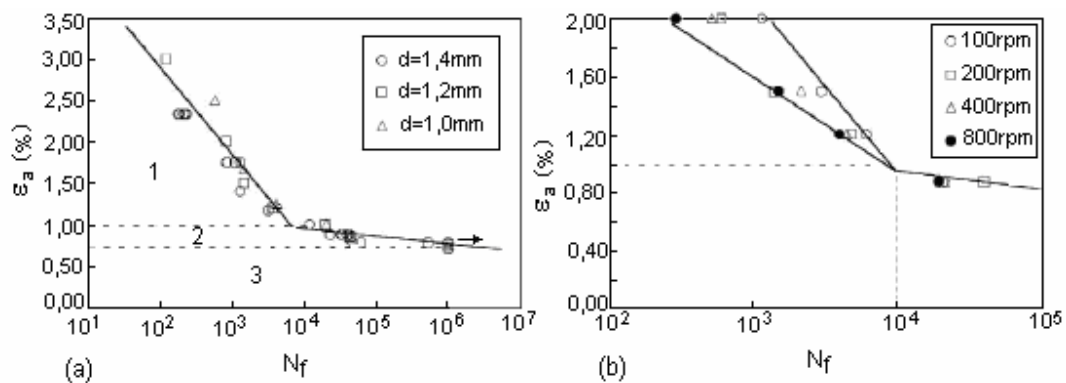


Figura 3.29 – a) Gráfico ϵ_a - N_f para três diâmetros diferentes de fios, a 200 rpm; b) gráfico ϵ_a - N_f para fios de dois diâmetro diferentes, 1,2mm para $N_f < 10^4$ e 1,4mm para $N_f > 10^4$, sob diferentes velocidades de rotação (EGGELER *et al.*, 2004).

Os autores concluíram que o comportamento pode ser dividido em três regimes: baixo ciclo, alto ciclo e região abaixo do limite de fadiga, respectivamente 1, 2 e 3 na figura 3.29(a).

Uma das superfícies de fratura obtidas nos ensaios de flexão rotativa está mostrada na figura 3.30(a). A figura 3.30(b) identifica o local de iniciação da trinca de fadiga (CS) e indica as direções de seu crescimento. A figura 3.30(c) apresenta um esquema tridimensional da direção de propagação da trinca, na parte tracionada do ciclo de flexão rotativa, a partir de uma trinca nucleada na superfície do fio.

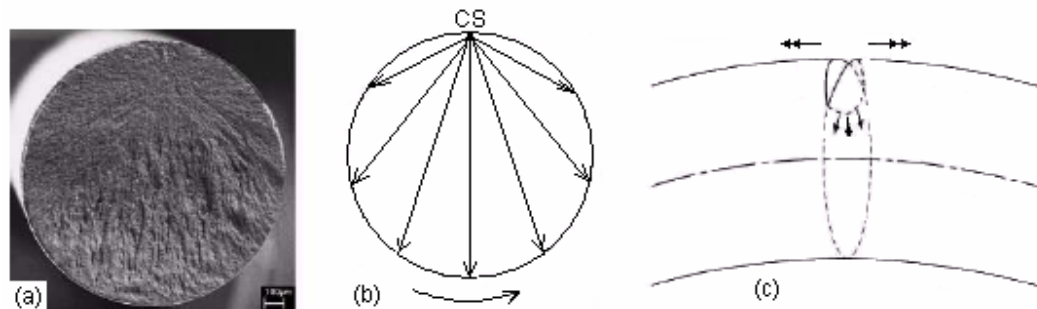


Figura 3.30 – (a) Superfície de fratura, de fio de 1,4mm de diâmetro e $\epsilon_a = 1,8\%$ (MEV); (b) esquema da localização do início da trinca e direção de propagação; (c) esquema tridimensional da direção de propagação na parte tracionada do CP (SAWAGUCHI *et al.*, 2003 e EGGELER *et al.*, 2004).

Foram encontradas trincas que se iniciaram em irregularidades da superfície, arranhões e inclusões de TiC, que atuaram como concentradores de tensão durante o ciclo de carga, como mostrado na figura 3.31. Os autores sugerem que, apesar de extrusões (rugosidade da superfície do material induzida por plastificação) serem consideradas uma forma de iniciação de trincas de fadiga em uma superfície ideal, elas não parecem ser importantes em LMF. Verificaram que, à semelhança de materiais convencionais, sob valores altos de ϵ_a , as trincas nuclearam principalmente em pequenos riscos (figura 3.31(c)) e *dimples* na superfície; no caso de valores baixos de ϵ_a , foram necessários riscos profundos (figura 3.31(b)) ou irregularidades importantes, tais como extrusões (figura 3.31(a)) ou grandes

inclusões (figura 3.31(d)) na superfície do fio, sendo a razão da maior dispersão dos resultados de N_f na região de fadiga de alto ciclo.

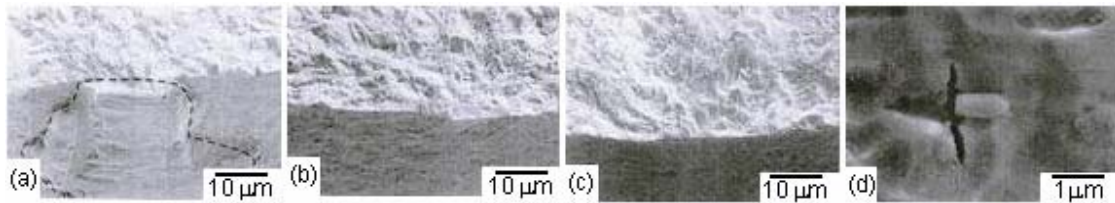


Figura 3.31 – Localização da nucleação de trincas, observadas ao MEV: (a) extrusões; (b) riscos profundos; (c) pequenos riscos; (d) inclusões (SAWAGUCHI *at al.*, 2003).

Foram identificadas estrias nos estágios iniciais de propagação das trincas, sob todas as condições de ensaio, e de *dimples* nos estágios finais, como ilustrado na figura 3.32, e o espaçamento entre as estrias, como esperado, parece aumentar da situação (a) para (b).

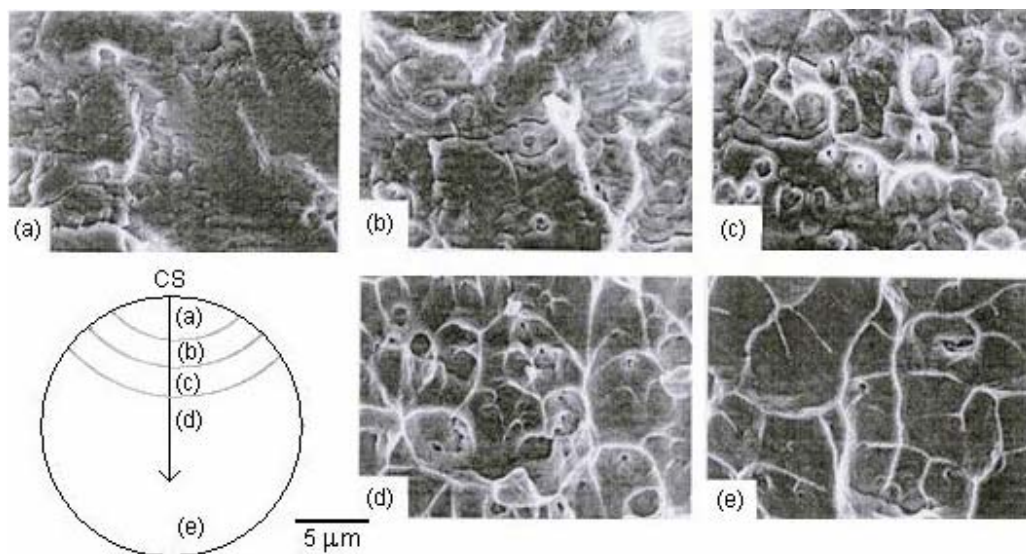


Figura 3.32 – Fractografias, por MEV, mostrando alteração na superfície de fratura, de (a), (b) dominada por estrias a (c), (d), (e) dominada por *dimples*, à medida que a trinca se propaga, obtidas para fio de 1,4mm de diâmetro, $\epsilon_a = 1,3\%$, rompido com $N_f = 1283$ (SAWAGUCHI *at al.*, 2003).

Finalmente, os autores concluem que as ligas SE apresentam vida em fadiga elevada, porque a transformação induzida por tensão limita tensões e, portanto, fatores de intensidade de tensão, os quais governam o crescimento de trincas. Essa última conclusão não é consistente com o observado por outros autores (DAUSKARDT *et al.*, 1989; McKELVEY & RITCHIE, 2001).

WAGNER *et al.* (2004) investigaram, também em fio de liga SE, Ti-50,9%_{at}Ni de 0,508mm de diâmetro, submetido a fadiga por flexão rotativa sob $\epsilon_a \leq 1,7\%$, os efeitos da aplicação de momento de torção. Concluíram que N_f inicialmente diminui com o aumento do momento de torção, devido ao acoplamento das tensões (flexo-torção). A partir de certo ponto, N_f passa a crescer, efeito que foi atribuído à deformação média efetiva, que aumenta com a aplicação de torção.

YOUNG & VAN VLIET (2004) investigaram o comportamento de ligas SE Ti-50,7%_{at}Ni, com tamanho de grão de 15 μ m, sob fadiga de baixo ciclo, em condições mais próximas às encontradas em aplicações endodônticas (limas), variando raio e ângulo de curvatura, diâmetro do fio, amplitude de deformação, frequência de ciclagem e volume sob deformação. Destacam-se os resultados que obtiveram para grandes amplitudes de deformação (até 18%) e as conclusões sobre o efeito do volume deformado no comportamento do material. A figura 3.33 apresenta a variação de N_f com ϵ_a ao ar, porém não foram especificadas as condições de ensaio a que se referem estes resultados.

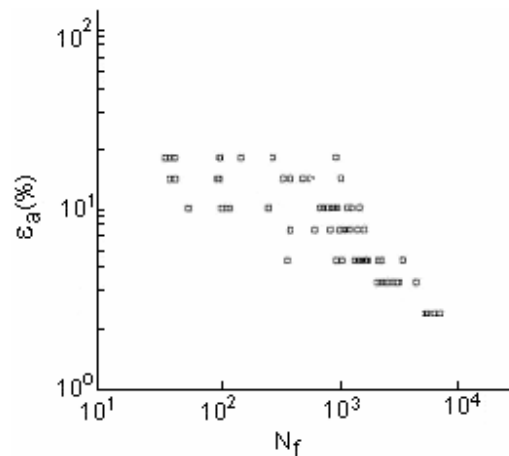


Figura 3.33– Variação de N_f com ϵ_a , para fios de NiTi (YOUNG & VAN VLIET (2004)).

O volume sob deformação mostrou-se um parâmetro importante na caracterização da fadiga de NiTi. N_f varia inversamente com o volume, mas de uma forma dependente de ϵ_a . A análise fractográfica da superfície de fratura (MEV) não revelou a ocorrência de estrias.

Uma simulação numérica, por elementos finitos, do efeito de contração de volume, que ocorre com a TM, na tenacidade de ligas superelásticas de NiTi foi realizada por YAN *et al.* em 2002. Concluíram que, apesar da contração ser menor que 0,5%, ela pode aumentar em mais de 10% a intensidade de tensão efetiva nas proximidades da ponta da trinca, reduzindo a tenacidade do material, concordando com YI & GAO (2000), YI *et al.* (2001) e McKELVEY & RITCHIE (2001). Já a TR tem efeito desprezível no fator de intensidade de tensão induzido por transformação de fase, devido ao fato de ocorrer apenas parcialmente na esteira da ponta da trinca em propagação.

b) Fadiga com controle de amplitude de tensão (curvas σ - N_f)

No trabalho de MELTON & MERCIER (1979) foram realizados, também, ensaios de vida em fadiga de alto ciclo (tração ciclada), com controle de tensão, para ligas NiTi nos regimes ME, AEMF e ASE. Os resultados de ensaios de tração nestas ligas estão mostrados na figura 3.34(a).

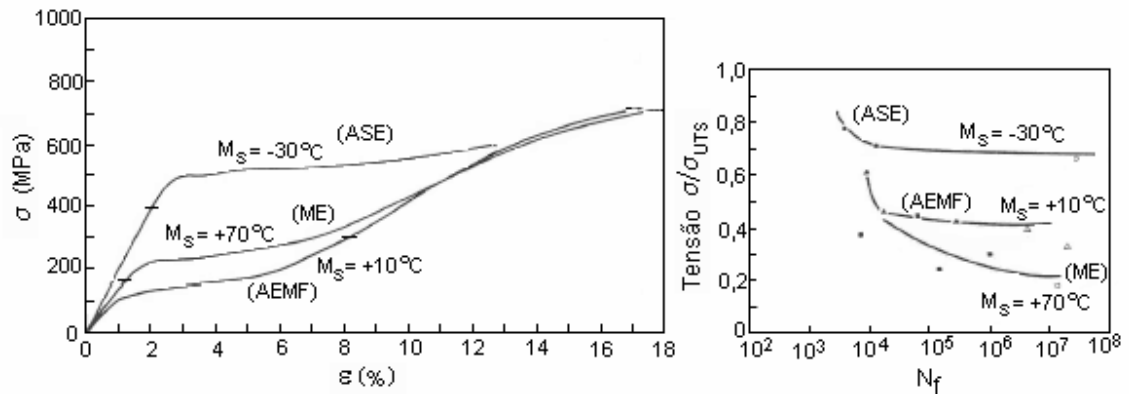


Figura 3.34 – Curvas (a) tensão-deformação; (b) tensão (normalizada para σ_{UTS}) versus número de ciclos para falha final (MELTON & MERCIER, 1979).

As curvas σ/σ_{UTS} versus N_f estão mostradas na figura 3.34(b), onde σ foi normalizada com σ_{UTS} porque a tensão crítica para TM ou reorientação de variantes de martensita dessas ligas varia muito, enquanto a σ_{UTS} varia muito pouco. As curvas σ/σ_{UTS} - N_f foram obtidas sob tração-compressão, com tensão média zero.

Pode ser observado que o limite de fadiga convencional (σ para 10^7 ciclos) cresce com o decréscimo de M_s e, segundo os autores, esse resultados devem-se possivelmente ao comportamento na etapa de nucleação das trincas, uma vez que não foram encontradas diferenças significativas nas taxas de propagação de trincas, em ensaios anteriores.

3.3.2.2.2. Abordagem “tolerância a dano”

A tolerância a dano é comumente avaliada através de ensaios de propagação de trincas, em que são medidas as taxas de propagação (da/dN) em função do fator cíclico de intensidade de tensão (ΔK). Um dos primeiros trabalhos significativos nessa área foi o de MELTON & MERCIER (1979), que realizaram ensaios deste tipo em ligas NiTi, ME e AEMF, sob

controle de deslocamento, frequência de 2,3 Hz e $R < 0,1$. Os resultados estão mostrados na figura 3.35.

Pode ser verificado que as taxas de propagação de trinca mostraram-se semelhantes para as duas ligas e são, grosso modo, comparáveis às de ligas convencionais de Ni e de Ti. O pequeno efeito observado foi atribuído à variação negativa de volume decorrente da transformação martensítica. Observa-se que nas duas ligas tem-se ciclagem na martensita, sendo uma térmica (ME) e outra induzida por tensão (AEMF) no primeiro ciclo, não sendo, portanto, o caso de se esperar resultados muito diferentes entre si.

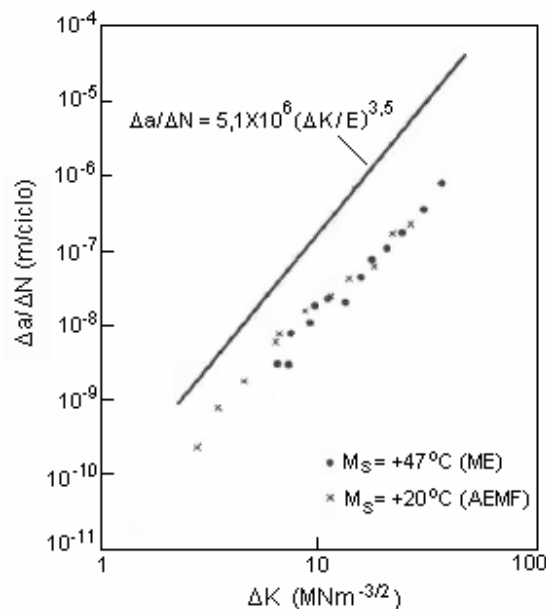


Figura 3.35 – Taxa de propagação de trinca por ciclo *versus* amplitude de intensidade de tensão (MELTON & MERCIER, 1979).

Os autores comparam o comportamento observado com a equação empírica proposta por

M.O. Speidel, $\frac{\Delta a}{\Delta N} = 5,1 \times 10^{-6} \left(\frac{\Delta K}{E} \right)^{3,5}$ (m/ciclo), em uma pesquisa não publicada à época,

para materiais testados ao ar, cuja curva está também mostrada na figura 3.35 (foi empregado o módulo de elasticidade de uma das ligas). As taxas de propagação medidas

mostraram-se praticamente uma ordem de grandeza menores que as calculadas, o que foi considerado uma consequência dos processos de deformação reversível da martensita (reorientação de variantes), levando a uma menor acumulação de dano por ciclo, em relação aos materiais convencionais.

MIYAZAKI *et al.* (1989) ensaiaram ligas Ti-50,6%_{at}Ni, Ti-50,8%_{at}Ni e Ti-51,0%_{at}Ni, cicladas em tração, sob várias temperaturas, e comparam as taxas de propagação de trincas de fadiga em ligas ME, AEMF, ASE e AE. Os resultados de uma das ligas estão mostrados na figura 3.36.

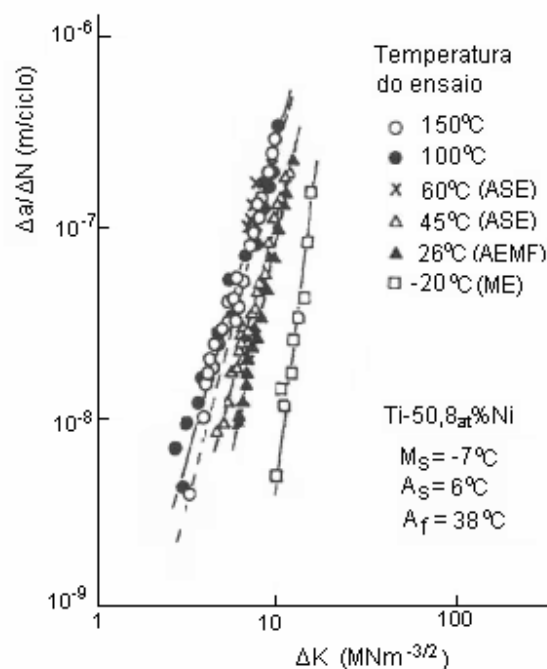


Figura 3.36 –Taxa de propagação de trinca em função da amplitude do fator de intensidade de tensão, sob várias temperaturas, para a liga Ti-50,8%_{at}Ni (MIYAZAKI *et al.*, 1989).

No caso da liga ME, os resultados confirmaram os de MELTON & MERCIER (1979), apresentando as menores taxas de propagação (figura 3.36), atribuídas à baixa tensão crítica de reorientação de variantes de martensita e à sua insensibilidade à variação de

temperatura. No caso das ligas AEMF e ASE, a taxa de propagação de trincas cresceu com o aumento da temperatura. Observações ao microscópio ótico constataram, segundo os autores, que a fase martensítica foi induzida na ponta da trinca a cada ciclo, relaxando as tensões. A tensão crítica para induzir martensita cresceu com o aumento da temperatura, até a temperatura M_d , ou a tensão para a transformação tornou-se alta demais para relaxar eficazmente a tensão na ponta da trinca. A partir de M_d , com o material no regime AE, a taxa de propagação tornou-se novamente insensível à variação de temperatura, satisfazendo a equação empírica de M.O. Speidel, citada por MELTON & MERCIER (1979).

Foram, também, avaliados os efeitos do teor de Ni e de tratamentos termomecânicos. Na figura 3.37 pode-se constatar um aumento da taxa de propagação com o aumento do teor de Ni, atribuído ao decréscimo da temperatura de transformação.

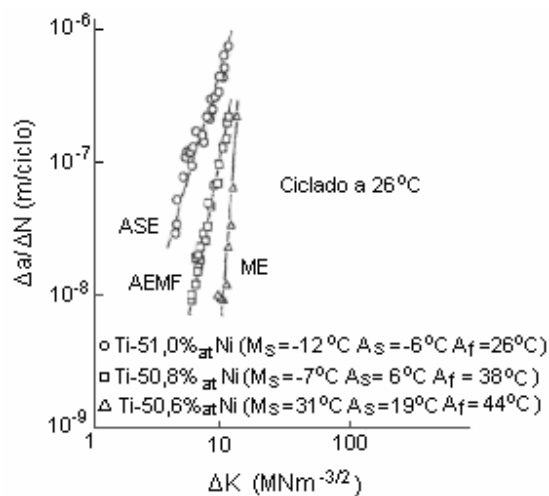


Figura 3.37 – Taxa de propagação de trinca, a 26°C, em função do fator de intensidade de tensão, para várias ligas (MIYAZAKI *et al.*, 1989).

DAUSKARDT *et al.* (1989) ensaiaram, sob controle de tensão, ligas NiTi, aproximadamente equiatômicas, ME, AE, AEMF e ASE à temperatura ambiente, $R = 0,1$, $f = 50\text{Hz}$ e taxas de propagação $10^{-11} < da/dN < 10^{-6}$ m/ciclo. Os valores da taxa de propagação

(da/dN) em função da amplitude de fator de intensidade de tensão (ΔK) para as quatro ligas estão mostrados na figura 3.38(a).

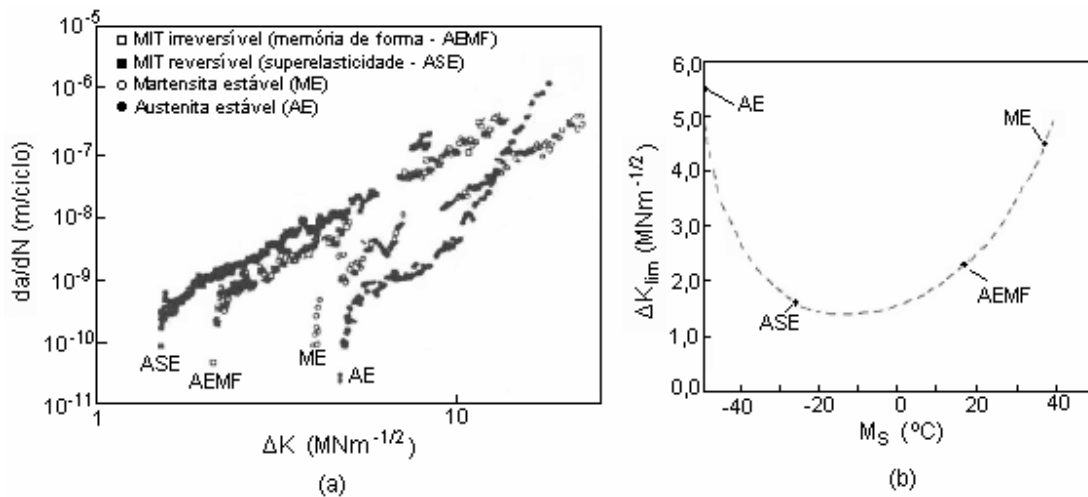


Figura 3.38 – (a) curvas da/dN - ΔK ; (b) curva ΔK_{lim} - M_s (DAUSKARDT *et al.*, 1989).

Os resultados encontrados, segundo os autores, contrariaram o que se acreditava à época, que materiais com EMF e SE apresentam melhor comportamento em fadiga que os convencionais. Os limiares de fadiga, ΔK_{lim} , mostraram-se baixos ($5,4\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ para AE e $1,6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ para ASE) quando comparados com outras ligas metálicas de resistências equivalentes, tais como ligas de alumínio e de titânio e aços (8 a $10\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ para aços com tensão de escoamento semelhante e 5 a $8\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ com limite de resistência equivalente). Observa-se que os valores de ΔK_{lim} diminuem na ordem AE, ME, AEMF e ASE (figura 3.38(a),(b)), sendo que obtidos para o regime ME foram confirmados por VAIDYANATHAN *et al.*, em 2000. Como pode ser verificado na figura 3.38, o limiar mais baixo refere-se à liga ASE e o mais alto à liga AE (que tem comportamento convencional), porém ainda baixo quando comparado com outros materiais. Além disso, com exceção da liga AE cuja propagação se acelera muito quando da/dN ultrapassa 10^{-8} m/ciclo, as taxas de propagação mostraram-se mais baixas para ME e AE. Os materiais que sofrem transformação martensítica induzida por tensão, AEMF e ASE,

apresentaram taxas mais altas de propagação, principalmente o último. As superfícies de fratura destes materiais mostraram-se semelhantes às observadas nos materiais estáveis ME e AE, respectivamente. Estas duas últimas se diferenciam entre si pela presença de ripas martensíticas subjacentes no caso da ME. Os autores argumentam que o papel da transformação nas características da propagação é complexo, envolvendo vários fatores simultaneamente, tais como as propriedades intrínsecas das fases matriz e produto, a energia despendida pela transformação (incluindo efeitos de aquecimento adiabático nas proximidades da ponta da trinca) e o efeito da mudança de fase suprimindo deformações localizadas e criando uma região “protegida” no entorno da ponta da trinca (*crack-tip shielding*), com o aumento da zona de deformação plástica. Apesar de terem considerado inconclusivas as razões para o pior desempenho das ligas ASE, aventaram a hipótese de ser devido, em parte, à perda do efeito da proteção da ponta da trinca, devida à pequena redução negativa de volume associada à transformação martensítica.

Esta última hipótese foi mais explorada por McKELVEY & RITCHIE (2001), que estudaram a propagação de trincas em Ti-50%_{at}Ni, nos regimes AE, ASE e ME, sob controle de tensão, com ênfase no efeito da TM induzida por tensão na resistência à propagação de trincas.

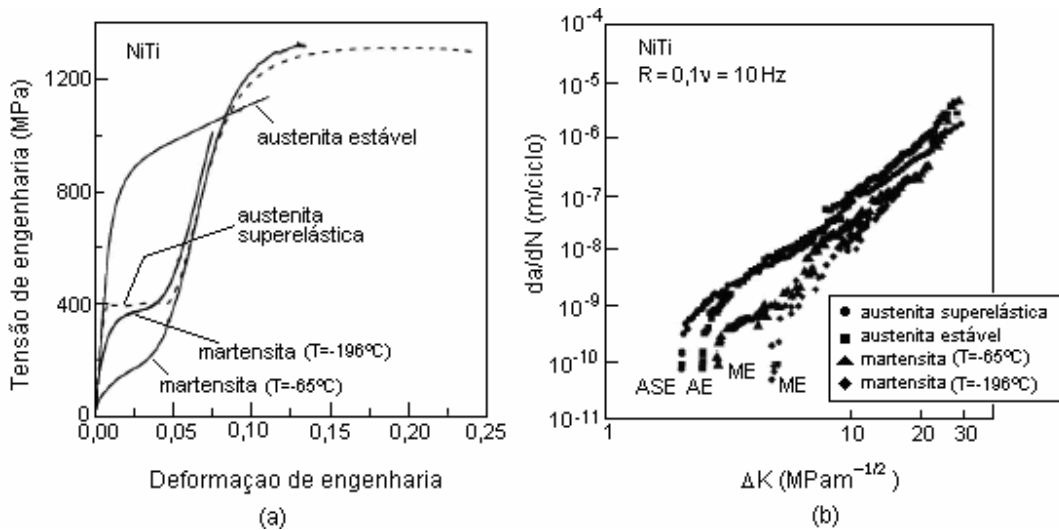


Figura 3.39 - (a) Curvas tensão-deformação uniaxial (liga NiTi nos regimes ME, AE e ASE); (b) propagação de trincas em NiTi em função da temperatura, microestrutura e comportamento constitutivo (McKELVEY & RITCHIE, 2001).

Foram empregados corpos de prova com espessura suficiente para estabelecer o regime de EPD para valores de K até $\sim 60 \text{ MPam}^{1/2}$. A figura 3.39(a) mostra resultados de ensaios de tração uniaxial nos diversos regimes. De maneira geral, os resultados dos ensaios de propagação seguiram as tendências descritas por DAUSKARDT *et al.* (1989) (figura 3.38(a)), mostrando-se sensíveis à microestrutura e à temperatura (figura 3.39(b)). Quando analisado em função de ΔK , no regime AE o comportamento é função de R : ΔK_{lim} caiu para quase metade e as taxas de propagação, na região de Paris ($\sim 10^{-9}$ a 10^{-6} m/ciclo), cresceram aproximadamente uma ordem de grandeza quando R variou de 0,1 a 0,7. No regime ASE foram encontradas tendências similares.

Foram observadas as superfícies de fratura, ao MEV, do material nos regimes AE, ASE e ME, submetidos a taxas de propagação de valores intermediários e baixos. Na primeira condição, o comportamento mostrou-se relativamente insensível à microestrutura (figura 3.40(i)) e os resultados não revelaram diferenças morfológicas importantes, apesar de que a ME (testada na temperatura mais baixa) mostrou-se mais facetada e frágil (figura 3.40(i-d)).

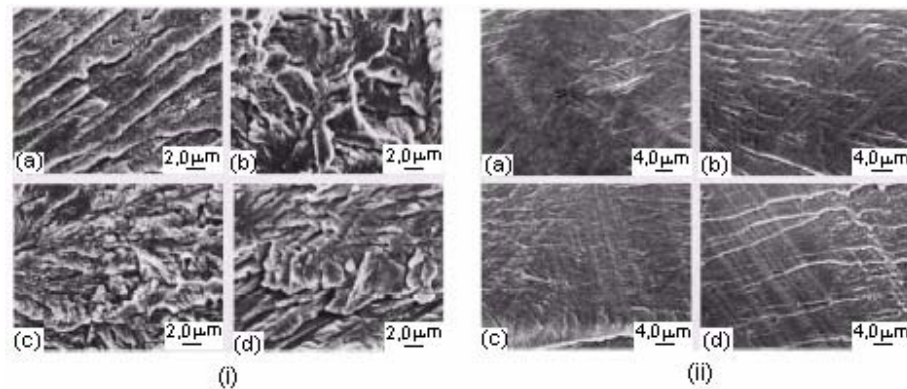


Figura 3.40 – Superfícies de fratura de liga NiTi nos regimes (a) AE, (b) ASE, (c) ME, (d) ME, sob (i) taxas intermediárias de propagação e (ii) taxas de propagação próximas ao limiar (McKELVEY & RITCHIE, 2001).

As observações referentes a ensaios sob taxas baixas, próximas ao limiar, caso em que há efeito importante da microestrutura, revelaram superfícies mais suaves, apesar da ME ter apresentado um aumento de aspereza (figura 3.40(ii)). Esta aspereza poderia promover a melhora da resistência à fadiga, através do fechamento da trinca, particularmente nos regimes próximos ao limiar.

Apesar da diferença marcante no comportamento monotônico da AE e da ASE, o comportamento na propagação de trincas de fadiga foi bastante semelhante, exceto sob taxas baixas, próximas do limiar. Os autores concluíram, como DAUSKARDT *et al.* (1989), que a SE não melhora a resistência à propagação de trincas no NiTi. Mais ainda, sugeriram que a similaridade do comportamento na propagação em AE e ASE está relacionada ao fato de que a transformação de fase superelástica teria sido suprimida no caso ASE, em razão do estado de tensão hidrostático positivo (triaxial) à frente da trinca produzido pela variação negativa de volume da TM, quando a região encontra-se sob EPD. Ao contrário, no caso de corpos-de-prova pouco espessos, quando há prevalência de EPT, não se desenvolve o alto grau de triaxialidade da ponta da trinca, ocorrendo, então, a transformação martensítica na região. A figura 3.41 apresenta resultados de ensaios de

tração com corpos-de-prova com e sem entalhe, este simulando aproximadamente, nas suas imediações, o estado de tensões atuante em um corpo-de-prova trincado.

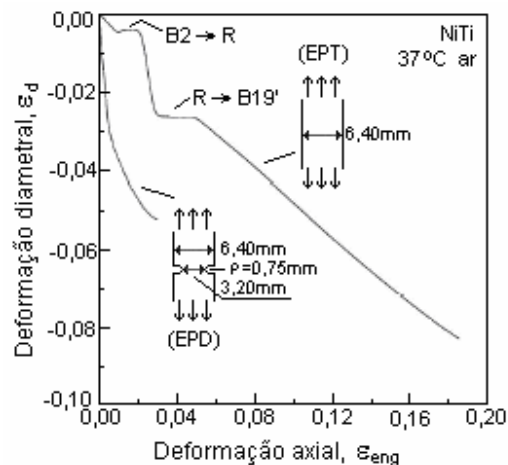


Figura 3.41 – Variação na deformação diametral em função da axial, em austenita superelástica (SE), em CP com e sem entalhe (McKELVEY & RITCHIE, 2001).

Segundo os autores, a supressão da TM na ponta das trincas estaria comprovada pelas curvas da figura 3.41, uma vez que o estado triaxial de tensões produzido na região do entalhe suprimiu os platôs de deformação diametral, presentes na curva do corpo de prova sem entalhe, que podem ser atribuídos às transformações martensíticas (R e B19').

Estas conclusões basearam-se, além dos resultados da figura 3.41, no fato de que a deformação plástica na região próxima à ponta da trinca estabiliza a MIT, de tal forma que a transformação se torna irreversível (degradação da superelasticidade). A observação de superfícies de fratura, ao MET, na região da zona deformada plasticamente de trincas do material, sob EPD, mostrou uma densidade de deslocamentos substancialmente maior que a do material original, além de não terem sido observadas as estruturas de ripas, características da martensita. O padrão da difração de raios X, obtido na mesma região, confirmou a presença da fase austenítica, indicando que o material deformado plasticamente na esteira da trinca não sofreu TM.

3.3.2.2.3. Comparação entre ligas de NiTi e outros materiais

É possível encontrar, na literatura, o comportamento em fadiga de ligas NiTi comparado ao de outros materiais que também sofrem TM termoelástica e com o de materiais convencionais. Os relatos são, em certa medida, controversos.

Com relação a outros materiais com EMF, MELTON & MERCIER (1979), comparando ligas de NiTi e Cu-Zn-Al em fadiga de baixo ciclo com controle de deformação, concluíram que a liga NiTi apresenta maior deformação a 10^3 ciclos para a fratura, possivelmente por que a fratura no Cu-Zn-Al se deu predominantemente nos contornos de grão. Em outra publicação, MELTON & MERCIER (1979), comparando fadiga de baixo ciclo em ligas de NiTi e ligas SE de CuAlNi, também verificaram deformações significativamente maiores para NiTi. MIYAZAKI *et al.* (1999) concluíram que o modo de deformação e a tensão aplicada durante os ensaios são fatores que afetam a vida em fadiga, mas a vida em fadiga de Ti-50%_{at}Ni é sempre maior que a de Ni-40%Ti-10%Cu, se analisada em função da diferença (T-M_s). Estudando fadiga em aços austeníticos metaestáveis, HORNBOGEN (2002) reporta que, numa faixa definida de temperaturas, a resistência à fadiga de alto ciclo cresce na seqüência γ -FeMnSi < β -CuAlZn < β -NiTi, seqüência esta determinada pela resistência crescente das fases austeníticas (γ ou β). Em um trabalho posterior, o autor reafirma estas relações (HORNBOGEN, 2004).

Com relação aos materiais convencionais, MELTON & MERCIER (1979) concluíram que a máxima relação σ_f / σ_{UTS} (em que σ_f é o limite de fadiga) encontrada para NiTi (0,65) é alta, enquanto o valor mínimo (0,2) é baixo em relação a materiais convencionais. Segundo SURESH (2003), para aços e ligas de Cu, σ_f varia de 0,35 a 0,50 de σ_{UTS} . YANG (1997) afirmou que, em ambientes isotérmicos, sob controle de deformação, a vida em fadiga de ligas Ti-50,7%_{at}Ni superelásticas supera a de aços inoxidáveis convencionais. DAUSKARDT *et al.* (1989), a partir de resultados de ensaios de propagação de trincas, verificaram que os limiares de fadiga, ΔK_{lim} , mostraram-se baixos quando comparados

com outras ligas metálicas de limites de escoamento e resistências equivalentes (por exemplo aço e ligas de alumínio e de titânio). McKELVEY & RITCHIE, em 1999, ensaiaram Ti-49,9%_{at}Ni, no regime superelástico (ASE), sob controle de tensão e $R=0,1$, com o objetivo de comparar seu comportamento em fadiga com outras ligas metálicas de aplicação biomédica. Os resultados estão apresentados na figura 3.42. Foram comparados os comportamentos de aço inoxidável 316L, Ti puro, Ti-6Al-4V e liga CoCr (Haynes 25). Dentre estas, a de NiTi apresentou a pior resistência à propagação de trincas: o valor de ΔK_{lim} , sob $R \approx 0$, foi mais baixo e as taxas de propagação, para qualquer amplitude de intensidade de tensão aplicada, foram mais altas no caso do NiTi.

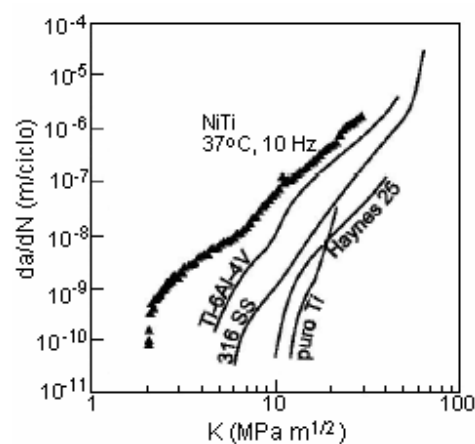


Figura 3.42 – Comparação de taxas de propagação de trincas de ligas metálicas de aplicação biomédicas (McKELVEY & RITCHIE, 1999).

3.3.2.2.4. Conclusão

Em síntese, quando se considera o conjunto das investigações, ao longo do tempo, sobre comportamento em fadiga das ligas de NiTi, constata-se que, apesar dos trabalhos mais antigos, como o de MELTON & MERCIER (1979 e 1979), relatarem melhor comportamento das ligas superelásticas em relação às estáveis (martensíticas e austeníticas), as publicações mais recentes, como as de DAUSKARDT *et al.* (1989);

TABANLI (1999) e MIYAZAKI *et al.* (1999), apresentam as martensíticas com melhor desempenho. Algumas hipóteses aventadas em certos trabalhos podem ajudar a explicar esse comportamento, como a de YI & GAO (2000) e YI *et al.* (2001), que o atribuem ao alívio de tensões na ponta da trinca devido à TM, observado sob carregamento monotônico. Um outro grupo de autores, DAUSKARDT *et al.* (1989); McKELVEY & RITCHIE (2001); SAWAGUCHI *et al.* (2003), defendem a hipótese da inibição da TM na ponta da trinca, devida ao estado triaxial de tensões criado pela redução de volume inerente a esta mudança de fase. Assim, nesta região a liga permaneceria austenítica e sujeita a uma intensificação de tensões aumentada, o que explicaria o pior desempenho deste material em relação ao martensítico.

Outro aspecto a ser ressaltado é a pouca quantidade de informações disponíveis na literatura sobre o comportamento em fadiga sob amplitudes de deformação maiores que 3%, o que faz do comportamento em fadiga de baixo ciclo das ligas superelásticas de NiTi uma área ainda pouco explorada.

Essa perspectiva evidencia que o assunto não está esgotado e que se faz necessária a continuidade de investigações focadas no comportamento do material transformável na ponta da trinca, seja diretamente através da observação das características das superfícies de fratura e da morfologia de iniciação e propagação de trincas, seja indiretamente através de alterações na resposta mecânica do material submetido a fadiga de baixo ciclo.

4

METODOLOGIA

4.1. Material analisado

Foram empregados quatro fios de 1mm de diâmetro de ligas NiTi, dois deles com microestrutura austenítica superelástica (A0 e A-5), um com microestrutura martensítica estável (A45) e o quarto bifásico à temperatura ambiente (A25), todos fabricados pela *Nitinol Devices and Components*, Fremont, CA, EUA. A tabela IV.1 apresenta a composição química e a temperatura de transformação A_f , valores fornecidos pelo fabricante, de cada um dos fios empregados, todos eles no material como recebido. Não foram realizados tratamentos termomecânicos para ajuste das propriedades.

Para comparação dos mecanismos atuantes e das propriedades com os de materiais de comportamento convencional, o fio A0 foi submetido a ensaios de fadiga também a uma temperatura elevada o suficiente para inibir a transformação martensítica.

Tabela IV.1 – Composição química e temperatura de transformação A_f dos quatro fios de NiTi empregados (valores fornecidos pelo fabricante).

Fio	Composição química	A_f
A0	Ti-50,8% _{at} Ni	0°C
A-5	Ti-50,9% _{at} Ni	-5 °C
A25	Ti-50,4% _{at} Ni	25°C
A45	Ti-50,4% _{at} Ni	45°C

Com o mesmo propósito, foi ensaiado, ainda, um fio de aço inoxidável austenítico 308L, cuja composição química está na tabela IV.2. O limite de resistência à tração é de 520MPa e o alongamento, 35%.

Tabela IV.2 – Composição química (% em peso) do fio de aço inoxidável austenítico empregado (valores nominais).

Fio	Composição química (% em peso)								
	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	P	S	Cu
ER308L	0,03	19,5-22,0	9,0-11,0	0,75	1,0-2,5	0,30-0,65	0,03	0,03	0,75

4.2. Caracterização do material

4.2.1 Composição química

A composição química de cada liga foi verificada por espectroscopia de energia de raios X (EDS), realizada em microscópio eletrônico de varredura - MEV, (*JSM 5410, Jeol, Tokyo, Japão*), quando foram feitas medidas em dez (10) regiões de uma seção transversal do fio preparada para análise metalográfica, definidas aleatoriamente, visando obter composições médias. Não foi considerada necessária, para os objetivos deste trabalho, a análise por via úmida, ou método equivalente, para obter a composição química com maior precisão.

4.2.2 Temperaturas de transformação

As temperaturas de transformação efetivas das ligas A0 e A-5 foram determinadas através de calorimetria diferencial de varredura (DSC), utilizando o equipamento *DSC 60*, da *Shimadzu (Kyoto, Japão)*. De cada fio foram ensaiadas três (3) amostras de cerca de 30mg cada, no intervalo de temperaturas de -60°C a 60°C , com taxa de aquecimento/resfriamento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

No caso das ligas A25 e A45, foram realizados dois ensaios com cada uma delas, no intervalo de temperaturas de -40°C a 80°C e taxa de aquecimento/resfriamento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, e os resultados foram comparados com os obtidos anteriormente por DIAS & BUONO (2004) para os mesmos fios.

As temperaturas de início e final das transformações martensítica e reversa foram calculadas pela média dos resultados obtidos a partir das respectivas curvas de aquecimento e resfriamento, por interseção de tangentes (ABEL *et al.*, 2004).

4.2.3 Fases e microestrutura

As **fases** presentes, nas quatro ligas, foram identificadas através de difratometria de raios X (DRX) em um equipamento *PW 1710, Philips-PANalytical (Almelo, Holanda)*, com as seguintes condições de ensaio: radiação Cu-K α , cristal de monocromador de grafita, varredura por passo entre 35 e $50^{\circ}2\theta$, passo de $0,01^{\circ}2\theta$ e tempo por passo de 1 segundo. Os picos de difração obtidos foram indexados utilizando programa específico APD (*Philips-PANalytical, Almelo, Holanda*), com base nas fichas eletrônicas do ICDD – *International Committee for Diffraction Data*. De cada liga, foram analisadas duas (2) amostras, uma do fio como recebido e outra do fio preparado para análise metalográfica (seções longitudinais).

A **análise microestrutural** foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) - JSM 6360, Jeol (Tokyo, Japão). A amostra de cada material consistiu de 13 fios de cerca de 150 mm de comprimento cada, posicionados lado a lado e embutidos a frio. A seção foi lixada em lixas d'água #600 e #1000 e polidas em pasta de diamante de grana 9 μ m, 3 μ m e 1 μ m. Com a finalidade de eliminar uma possível camada de material transformado (martensita induzida por tensão) durante o lixamento e polimento, as amostras foram atacadas utilizando uma solução de HNO₃-10% e HF-5% em H₂O. Para comparação, estas amostras foram analisadas também sem ataque químico.

4.2.4 Superfície dos fios

Para maior controle na comparação dos resultados dos ensaios de fadiga, a superfície dos fios superelásticos (A0 e A-5), como recebidos, foi analisada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), através de equipamento *JSM 6360, Jeol, Tokyo, Japão*. Para cada material, foi analisada uma (1) amostra composta de três (3) segmentos do fio.

4.2.5 Propriedades mecânicas

Com os fios A0 e A-5 (superelásticos), foram realizados ensaios convencionais de tração, com o emprego de extensômetros, em equipamento *Instron 5582, Canton, MA, EUA*, para obtenção do limite de resistência, tensão crítica de indução de martensita e deformação até a fratura, além da verificação dos módulos de elasticidade tanto da fase austenítica, quanto da martensítica. Foram ensaiadas amostras com 80mm de comprimento útil, à temperatura ambiente, sob taxa' de deformação de $1,0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Os resultados foram calculados pela média de três ensaios, utilizando o programa de análise *Instron Series IX for Windows*.

As propriedades mecânicas dos fios A25 e A45 foram obtidas a partir das médias dos valores obtidos em três (3) ensaios convencionais de tração para cada fio, realizados por DIAS & BUONO (2004), nas mesmas condições e equipamento que os realizados com os fios A0 e A-5 no presente trabalho.

Com o objetivo de verificar a capacidade de recuperação de deformações, foram realizados, no mesmo equipamento, três (3) ensaios de carga e descarga por tração com o fio A0, com a aplicação de 8% de deformação máxima, sob velocidade de deformação de $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Para medir a capacidade de recuperação de forma dos fios A25 e A45, além de confirmar os resultados dos ensaios de carga e descarga por tração no fio A0, foram também realizados ensaios de recuperação de forma após dobramento, no caso de A25 e A45 até deformação máxima de 5% seguida de aquecimento, utilizando uma peça de aço construída para esse fim, mostrada esquematicamente na figura 4.1(a). Na figura 4.1(b), estão apresentados, também esquematicamente, os parâmetros obtidos nos ensaios.

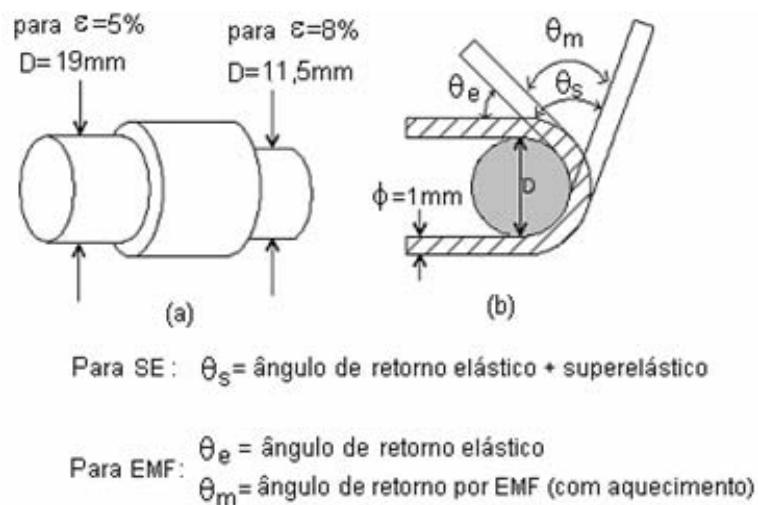


Figura 4.1 – (a) Peça para ensaios de recuperação de forma após dobramento, para deformações de 5% e 8% na fibra externa do fio de 1mm; (b) esquema utilizado no cálculo da recuperação de forma (SANTOS *et al.*, 2001).

Para obter a deformação de 8% nas fibras externas, três amostras do fio A0 foram dobradas num ângulo de 180° em torno da ponta cilíndrica de 11,5mm de diâmetro (extremidade direita da peça da figura 4.1(a)), à temperatura ambiente. Em seguida, as amostras foram

liberadas e, com a medida θ_s do ângulo de retorno, foi calculada a fração de recuperação elástica e superelástica usando a expressão (SANTOS *et al.*, 2001)

$$f_s = \frac{\theta_s}{180^\circ} \quad \theta_s = \text{ângulo de retorno elástico + superelástico}$$

Da mesma forma, para a deformação de 5% nas fibras externas, os fios A25 e A45 (três amostras de cada) foram dobrados em torno da ponta cilíndrica de 19mm de diâmetro (extremidade esquerda da peça da figura 4.1(a)), o primeiro à temperatura de 20°C (em água) e de 27°C o segundo (ao ar). Após a liberação dos fios, foi medido o ângulo de retorno elástico (θ_e na figura 4.1(b)). Em seguida, cada amostra foi aquecida a 100°C, em água, e foi medido o ângulo de retorno por efeito memória de forma (θ_m na figura 4.1(b)), utilizado no cálculo da recuperação da deformação com a expressão (SANTOS *et al.*, 2001)

$$f_{EMF} = \frac{\theta_m}{(180^\circ - \theta_e)} \quad \begin{array}{l} \theta_e = \text{ângulo de retorno elástico} \\ \theta_m = \text{ângulo de retorno por EMF (com aquecimento)} \end{array}$$

A capacidade de recuperação de forma, em porcentagem, foi calculada pela média de valores obtidos em três (3) ensaios com cada um dos três fios.

4.3. Ensaio de fadiga por flexão rotativa

4.3.1 Equipamento

Para os ensaios de flexão rotativa foi construído, no Laboratório de Soldagem e Ensaio não Destrutivos (LABSEND) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG, o equipamento mostrado na figura 4.2(a,b,c) e, esquematicamente, na figura 4.2(d).

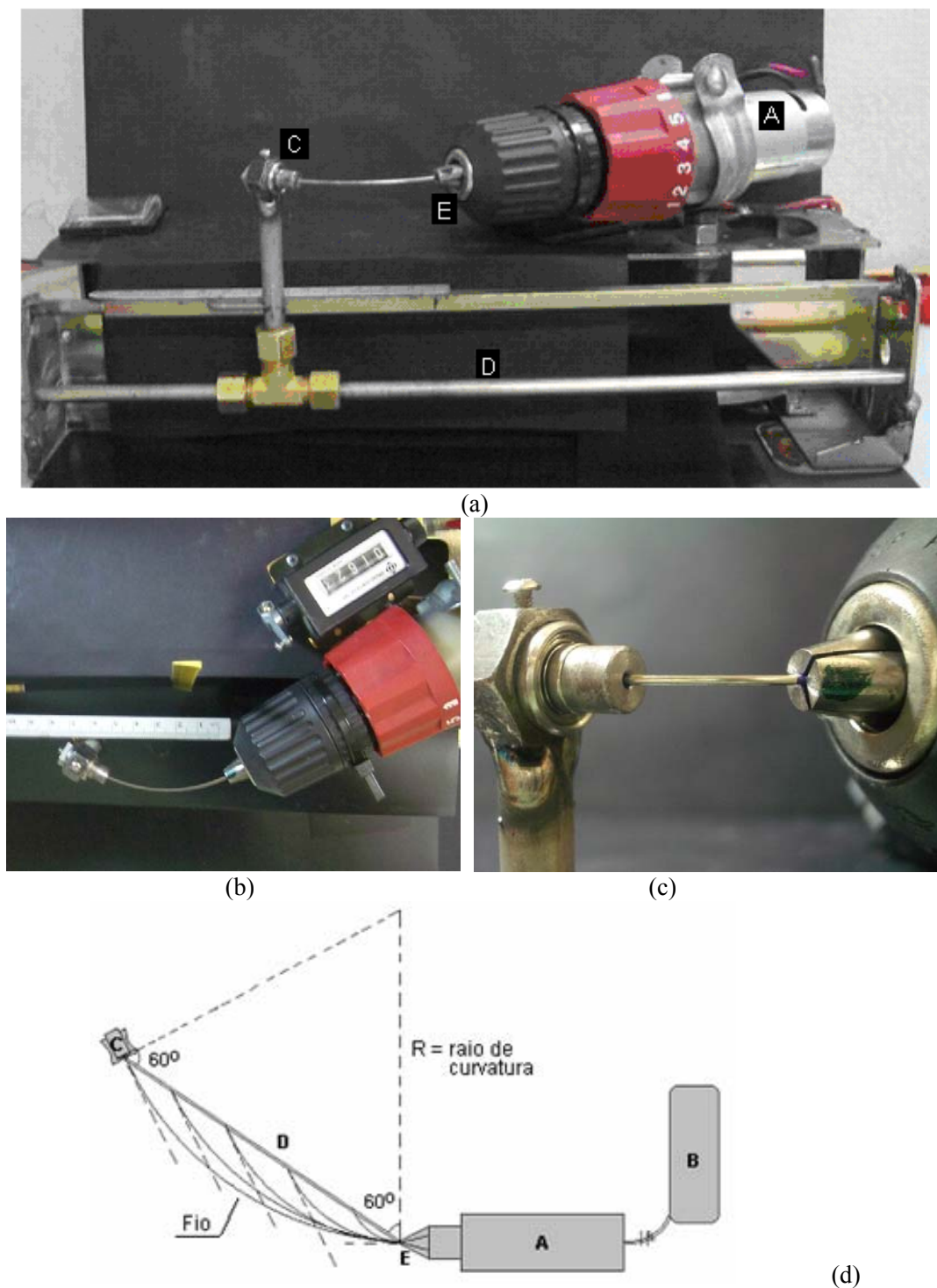


Figura 4.2 – Dispositivo de bancada utilizado para ensaios de flexão rotativa, com ângulo de dobramento = 60° (a) vista, (b) planta, (c) detalhe, (d) esquema da planta.

O equipamento consiste de um motor elétrico de corrente contínua que pode ser alimentado até uma tensão máxima de 9,6V (A), uma fonte regulável Tektronix PS282 DC Power Supply, 188 W; 231 VA; 50-60 Hz (B), através da qual também é feito o controle da velocidade de rotação, e um sistema para posicionamento do arame (C-E). O fio a ser ensaiado é fixado ao motor por um mandril posicionado na direção do eixo da barra nesse ponto (E). A outra extremidade do fio é apoiada em um pequeno rolamento (C), através de um orifício de 1,1mm de diâmetro (10% maior que o diâmetro do fio), permitindo assim, nesse ponto, tanto a rotação do fio em torno de seu próprio eixo, quanto o deslocamento linear tangente a este eixo.

A deformação máxima de tração do material ocorre na superfície externa do fio e pode ser calculada pela expressão

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

onde R é o raio de curvatura do corpo de prova e d é o diâmetro do fio (DIETER, 1988), conforme a figura 4.3.

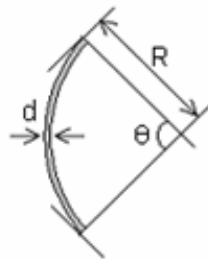


Figura 4.3 – Determinação da deformação máxima de tração sob dobramento; R é o raio de curvatura e d o diâmetro do fio.

As seções transversais dos fios nos pontos de apoio (C e E) estão contidas em planos que fazem entre si um ângulo de 60° (ângulo de dobramento), como mostrado na figura 4.2(d). Foi adotado neste trabalho um ângulo menor que o de 90° empregado por DIAS & BUONO (2004), ou o de 180° empregado por SAWAGUCHI *et al.* (2003), EGGELER *et al.* (2004) e WAGNER *et al.* (2004), visando reduzir tanto os esforços de torção no fio, que

ocorrem quando da aplicação da rotação, quanto o volume de material submetido a fadiga, neste caso visando diminuir o efeito deste no número de ciclos para fratura.

O rolamento (extremidade C na figura 4.2(a)) pode ser fixado em qualquer ponto ao longo da guia (D) que une as duas extremidades da montagem, tornando possível a variação do raio de curvatura do fio, variando, assim, sua deformação máxima. A trajetória linear entre os pontos E e C permite a variação da deformação sem alterar o ângulo de 60° entre as extremidades do fio.

A contagem do número de giros aplicados ao fio durante o ensaio foi realizada por um conta-giros conectado ao eixo do motor (figura 4.2(b)). A velocidade de rotação do fio foi controlada através do valor da tensão elétrica aplicado ao motor, de acordo com calibração realizada previamente.

4.3.2 Influência do equipamento e ambiente nos ensaios

a) Controle de temperatura

O equipamento usado nos ensaios de flexão rotativa juntamente com o ambiente em que foram realizados impuseram algumas limitações no escopo deste trabalho. Uma delas refere-se à temperatura atingida pelo fio durante os ensaios, que é função, para uma dada deformação, da velocidade de rotação (entre 30 e 480 rpm), a qual foi controlada através da tensão de alimentação do motor. A temperatura foi medida com termopar, diretamente do fio na montagem, antes e durante os ensaios. Inicialmente as temperaturas medidas foram consideradas valores apenas indicativos. Entretanto, os resultados obtidos mostraram coerência de comportamento, tendo em vista as faixas de temperatura medidas e as temperaturas de transformação do material, como está discutido na seção 5.1.2.

Os ensaios de fadiga por flexão rotativa foram realizados com os fios de NiTi, A0, A-5, A25 e A45 à temperatura ambiente (inicial), com o fio A0 aquecido, através de jato de ar, à

temperatura de 90°C, e com o fio de aço inoxidável 308L, este também à temperatura ambiente.

A temperatura de 90°C, na qual foi ensaiada uma série do fio A0, foi suposta superior à M_d deste fio, considerada esta da ordem de $A_f+50^\circ\text{C}$ (hipótese comprovada, posteriormente, a partir dos resultados dos ensaios).

Visando minimizar alterações nas propriedades das ligas de NiTi durante os ensaios (McNICHOLS & BROOKES, 1981; TOBUSCHI *et al.*, 1997 e 2000; YANG, 1997, MIYAZAKI *et al.*, 1999; SAWAGUCHI *et al.*, 2003; EGGELER *et al.*, 2004; WAGNER *et al.*, 2004), a temperatura dos fios foi mantida entre A_f e M_d para os fios A0 e A-5, entre A_s e A_f para o fio A25 e abaixo de A_s para o fio A45, conforme mostrado na tabela IV.3, construída a partir dos resultados da análise por DSC (seção 5.3). Registra-se, ainda, que as maiores elevações de temperatura foram inferiores a 5°C e ocorreram em alguns poucos ensaios sob amplitudes de deformação maiores do que 4%.

Tabela IV.3 – Temperaturas máxima e mínima dos fios durante os ensaios e respectivas temperaturas de transformação (M_d foi estimado em $A_f + 50^\circ\text{C}$).

Fio	A_s (°C)	A_f (°C)	R_s (°C)	R_f (°C)	M_s (°C)	M_f (°C)	M_d (°C)	min. T_{inicial} (°C)	max. T_{final} (°C)
A0	-16	18			9	-20	68	22	31
A-5	-18	4			-10	-33	54	25	29
A25	18	48			36	28	98	22	30
A45	46	57	41	35	2	-20	107	23	30

Os valores da tabela IV.3 mostram que, tanto no caso de A0 quanto no de A-5, a faixa de temperaturas a que os fios foram submetidos encontra-se entre A_f e M_d , isto é, dentro da faixa de comportamento superelástico. Para o fio A25, a faixa localiza-se entre A_s e A_f , condizente com seu estado bifásico, e para o fio A45 a faixa de temperaturas encontra-se abaixo de A_s , condizente com seu estado martensítico. A partir desses resultados, assumiu-se que não houve mudança de fase dos materiais, volumetricamente significativa, induzida por variação de temperatura, isoladamente.

b) Amplitudes de deformação

Outra limitação importante, esta colocada pelas dimensões do equipamento e/ou pela rigidez física e geométrica dos fios, foi quanto às amplitudes de deformação, máxima e mínima, a que os fios foram submetidos.

Nos ensaios com os fios de NiTi, foram adotadas amplitudes de deformação variando de

- a) 0,6% a 12% (raio de curvatura entre 83,8mm e 4,7mm) para o fio A0 à temperatura ambiente;
- b) de 1% a 12% (raio de curvatura entre 50,5mm e 4,7mm) para os fios A0 à 90°C, A-5 e A25;
- c) de 3% a 12% para o fio A45 (raio de curvatura entre 17,2mm e 4,7mm).

Destes limites, os superiores foram impostos pelas dimensões do equipamento e os inferiores, pelo elevado número de ciclos para a fratura, tendo em vista que o foco principal deste trabalho é o comportamento da liga sob fadiga de baixo ciclo.

Já o aço foi submetido a amplitudes de deformação entre 0,42% e 1,1% (raio de curvatura entre 119,5mm e 46,0mm). Neste caso, o limite inferior foi imposto pelas dimensões do equipamento e o limite superior, pelas grandes deformações fora do plano que contém o fio fletido, verificadas durante os ensaios preliminares. Tais deslocamentos, que atingiram valores da ordem de milímetros, interferem fortemente nos resultados para amplitudes a partir de 0,7%, quando o fio tende a sofrer, em sua porção central, deslocamentos que resultam em sua espiralização. Este efeito parece advir, principalmente, de instabilidade na flexo-compressão e flexo-torção, tanto das fibras comprimidas durante o posicionamento do fio no equipamento (ver resultados do primeiro modelo numérico apresentado na seção seguinte), quanto durante a ciclagem, com a alternância entre deformações de tração e compressão nas fibras já deformadas plasticamente. Este efeito, crescente com a deformação aplicada, altera de forma substancial as condições de ensaio e torna pouco consistente a comparação com os resultados obtidos com os fios de NiTi (figura 4.4).

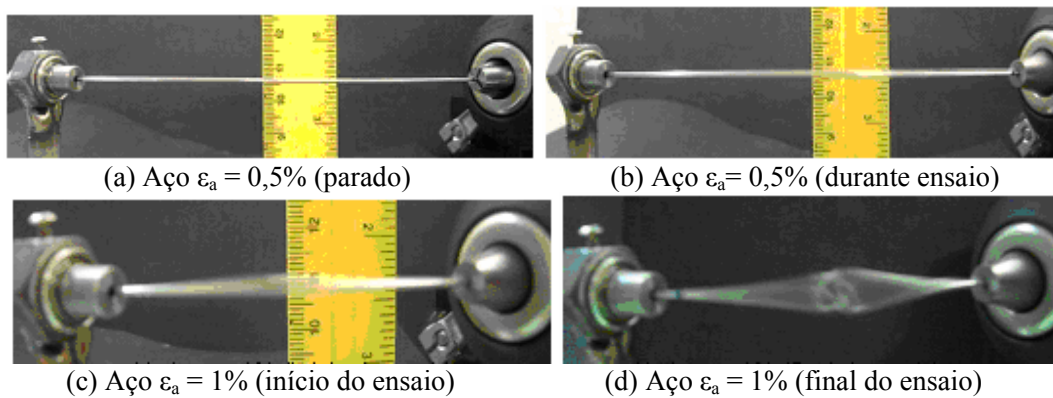
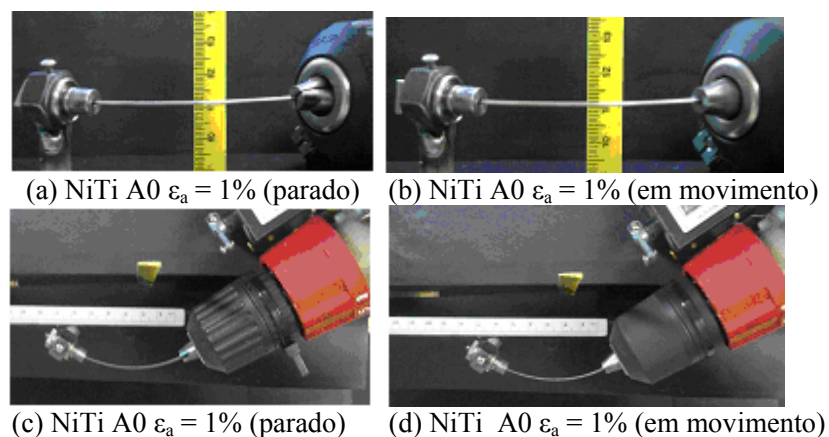


Figura 4.4 – Imagens de dois ensaios de fadiga no aço, com (a) e (b) $\varepsilon_a = 0,5\%$; (c) e (d) $\varepsilon_a = 1\%$, onde se vê o aumento da oscilação vertical do fio, que “espiraliza” com o aumento da amplitude de deformação imposta.

Nos fios de NiTi, o predomínio da parcela de deformações superelásticas, e/ou devidas a demaciação, sobre a parcela de deformação plástica resulta em deslocamentos verticais (fora do plano) muito pequenos, valor máximo de $\sim 0,5\text{mm}$ nos casos ensaiados, não ocorrendo a espiralização do fio durante o ensaio. Na figura 4.5 são apresentadas fotografias de quatro ensaios realizados com NiTi A0, com amplitudes de deformação $\varepsilon_a = 1\%$, $\varepsilon_a = 3\%$, $\varepsilon_a = 4\%$ e $\varepsilon_a = 6\%$, onde estão mostradas as situações inicial (parado), durante o ensaio e, no caso de $\varepsilon_a = 3\%$, após a ruptura.



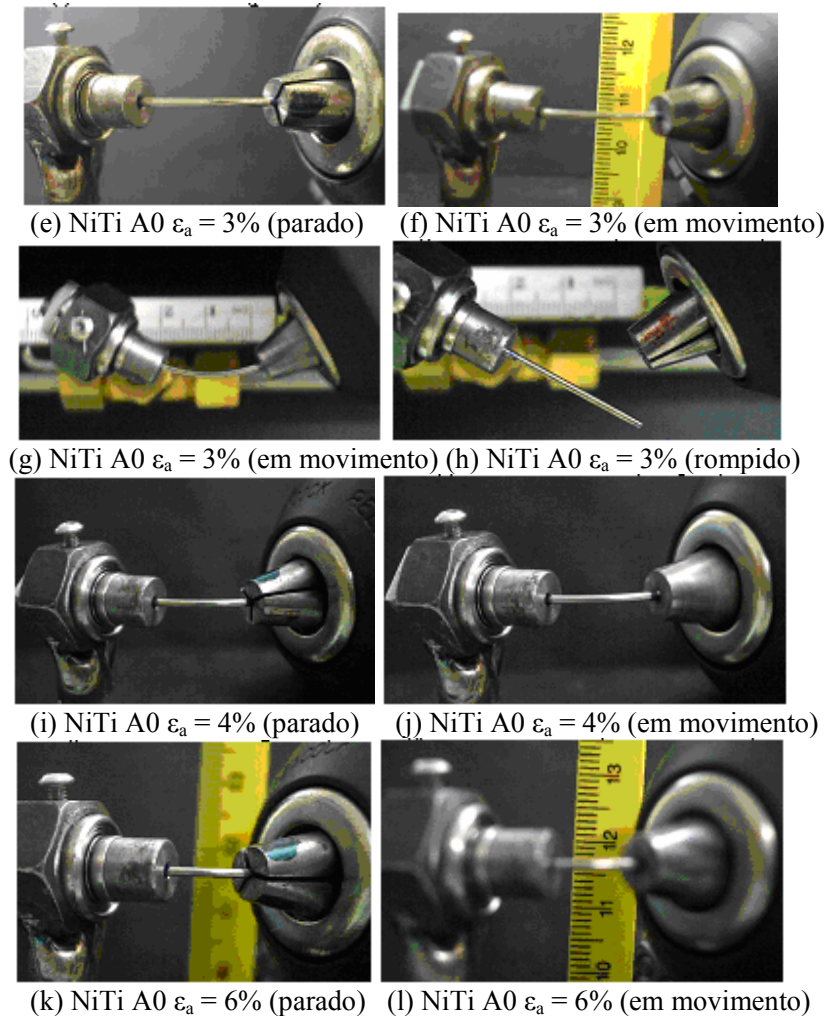


Figura 4.5 – Imagens de ensaios de fadiga de NiTi A0, com (a) a (d) $\varepsilon_a = 1\%$; (e) a (h) $\varepsilon_a = 3\%$; (i) e (j) $\varepsilon_a = 4\%$; (k) e (l) $\varepsilon_a = 6\%$.

c) Modelagem numérica

Alguns aspectos do comportamento do fio durante o ensaio foram modelados numericamente, usando dois programas baseados no método dos elementos finitos, ANSYS© e DEFORM©.

O primeiro modelo, processado no programa ANSYS©, consistiu de análise estática, com elementos de barra de pórtico espacial e propriedades do aço no regime elástico. Com isso,

buscou-se uma idéia preliminar, e apenas qualitativa, da natureza dos esforços e deformações que a torção em uma das extremidades produz em um fio de material convencional. O modelo geométrico constituiu-se de barra curva, com eixo em forma de segmento de círculo, com a mesma curvatura de um fio reto submetido a flexão tal que $\varepsilon = 0,42\%$ na fibra externa, porém, no modelo, sem tensões iniciais. As restrições introduzidas pelo conjunto mandril-cabeçote foram simuladas através de apoios, de forma que as duas extremidades do fio foram liberadas para rotação em torno do próprio eixo da barra e a extremidade correspondente ao cabeçote foi, ainda, liberada para deslocamento linear na direção tangente ao eixo da barra naquele ponto. Foi aplicado um momento de torção, com valor numérico arbitrário de 100 (unidades compatíveis), à extremidade correspondente ao mandril (figura 4.6).

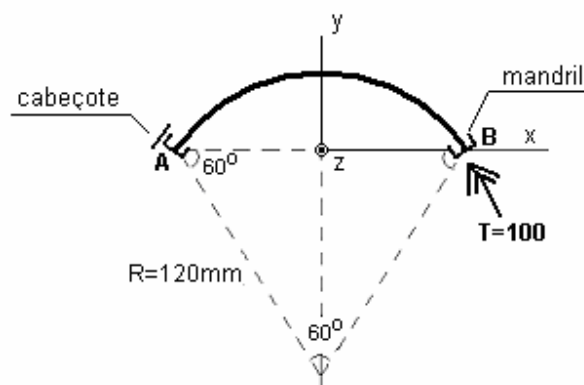


Figura 4.6– Modelo adotado para simulação numérica utilizando o programa ANSYS©.

O segundo modelo numérico foi processado no programa **DEFORM**©, desenvolvido principalmente para simulação de processos de conformação mecânica, através de análise no regime plástico, sob grandes deslocamentos e/ou grandes deformações. O modelo empregado constitui, também ele, uma aproximação limitada, uma vez que se adotaram elementos de chapa sob estado plano de deformação, por não estarem disponíveis, na versão utilizada do programa, elementos de barra e tampouco de estado plano de tensão. Assim, como a altura da chapa é 1mm (igual ao diâmetro do fio), esta será aqui

considerada uma “barra” de seção transversal quadrada, de lado 1mm, que não sofre deslocamentos fora do plano x-y (figura 4.7).

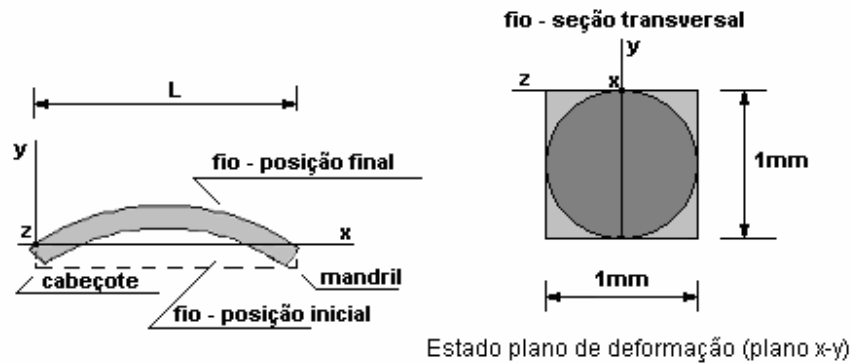


Figura 4.7 –Modelo adotado para simulação numérica utilizando o programa **DEFORM**®. Na seção transversal, está ressaltado o círculo, correspondente à seção real, inscrito no quadrado adotado no modelo numérico.

O modelo utilizado é geometricamente mais rígido que o fio real porque, dentre outras razões, a barra está impedida de se movimentar fora do plano x-y ($\varepsilon_z=0$ e $\sigma_z \neq 0$) e o momento de inércia do quadrado é maior que o do círculo, com relação $\frac{I_{\text{quadrado}}}{I_{\text{circulo}}} = 1,698$.

Procurou-se, com esse modelo, verificar como as diferenças nas propriedades mecânicas dos materiais, advindas de mudanças de fase e/ou demacção, afetam as distribuições de tensão e deformação ao longo do fio durante sua flexão (no plano x-y, na figura 4.7) para posicionamento no equipamento, antes do início do ensaio. Tal efeito poderia interferir no comportamento em fadiga e ajudar a explicar alguns dos resultados obtidos. Limitou-se a analisar a etapa inicial de flexão do arame pois não foi possível aplicar torção na barra após a flexão, devido ao fato do modelo de estado plano de deformações não permitir a aplicação de esforços “fora do plano”, como é o caso do binário que produziria torção na barra.

Para efeito de comparação, além do modelo com as propriedades do material superelástico (A0), o mesmo modelo geométrico foi processado com as propriedades do material

martensítico (A45) e com as de um material austenítico estável. Adotaram-se, na análise, as curvas constitutivas mostradas na figura 4.8(a), que simulam, de forma aproximada, o comportamento não-elástico (plástico e/ou superelástico) obtido nos ensaios de tração dos fios A0 e A45. Já a curva do material austenítico estável foi idealizada, uma vez que não estavam disponíveis resultados de ensaios desse material. Para as deformações elásticas, excluídas da análise, foram adotados 1,4%, 0,8% e 0,4%, para austenita, superelástico e martensita, respectivamente (figura 4.8). Estes valores foram obtidos das curvas dos ensaios de tração, tomando como “limite de escoamento” a tensão crítica de mudança de fase (550MPa), ou reorientação de variantes de martensita (100MPa), para os fios A0 e A45, respectivamente, e o da austenita foi calculado considerando o limite de escoamento por volta de 1000MPa e o módulo de elasticidade igual ao do material superelástico nesse trecho (70GPa) (figura 4.8).

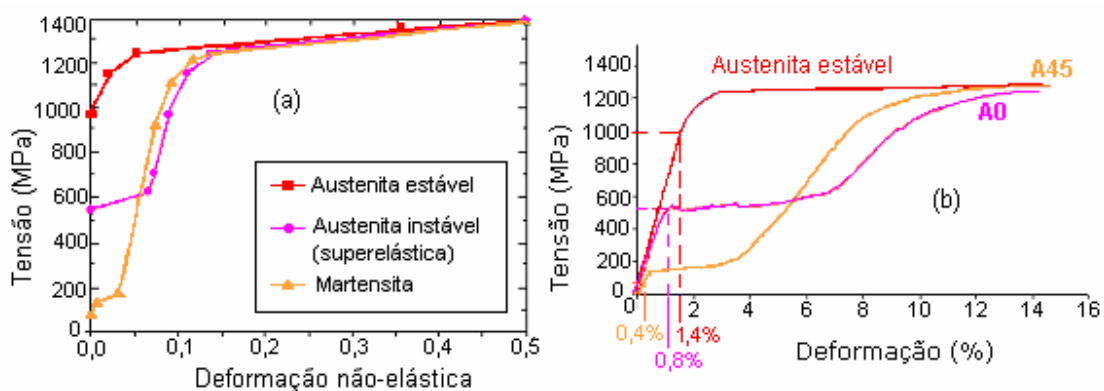


Figura 4.8 – (a) Curvas constitutivas adotadas na simulação numérica utilizando o programa **DEFORM©**, construídas a partir das relações mostradas em (b).

O mandril foi simulado através de engastamento do fio na respectiva extremidade e o cabeçote, por uma peça com um furo passante, de diâmetro 10% maior (1,1 mm) que o do fio e bordas arredondadas, estas para evitar concentrações de tensão no cabeçote.

Foram realizadas duas simulações, uma para deformação máxima (na fibra externa) nominal $\varepsilon_a = 11\%$ (comprimento do fio = 5mm) e outra para $\varepsilon_a = 5,5\%$ (comprimento do

fio = 10mm). Em ambos os casos, o fio foi submetido a uma flexão em 100 etapas consecutivas, através da rotação dos apoios de $0,3^\circ$ em cada etapa, em relação ao eixo inicialmente reto. Ao final da última etapa, o modelo apresenta configuração equivalente à do fio após seu posicionamento no equipamento, imediatamente antes da aplicação da rotação.

4.3.3 Construção das curvas de vida em fadiga

Para a construção das curvas ϵ_a-N_f , foram realizados 172 ensaios à temperatura ambiente com o fio A0, 36 com este fio a 90°C , 40 ensaios com o fio A-5, 46 ensaios com o fio A25, 31 com o fio A45 e 27 ensaios com o fio de aço, conforme tabela IV.4. O maior número de ensaios com o fio A0 à temperatura ambiente deve-se ao fato de este ser o objeto principal do estudo.

Tabela IV.4 – Número e temperatura de ensaios para cada tipo de fio (NiTi e aço).

Fio	Nº de ensaios	Temperatura do ensaio
A0 (ASE)	172	ambiente
A0 (AE)	36	90°C
A-5 (ASE)	40	ambiente
A25 (ASE-M)	46	ambiente
A45 (ME)	31	ambiente
Aço	27	ambiente

Para o fio A0, foi adotado um número padrão de 7 ensaios por nível de amplitude de deformação, esta variando em intervalos de 0,5%. Ressalva-se que, nas regiões de maior dispersão dos resultados, o número de ensaios foi aumentado e o intervalo de variação da deformação foi reduzido. Contrariamente, nas situações de N_f muito grande, o número de ensaios foi reduzido. Para os demais fios e A0 90°C , foi adotado 3 para número padrão de ensaios, e 1% para a variação na deformação, valendo as ressalvas feitas para o fio A0.

As curvas de vida em fadiga dos fios de NiTi foram comparadas entre si e com as curvas obtidas para o aço austenítico inoxidável.

4.4. Caracterização do material após fadiga por flexão rotativa

A caracterização, após rompimento por fadiga, dos quatro tipos de fios (A0, A45, A-5 e A25) e do fio A0 ensaiado a 90°C foi realizada utilizando imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV – mesmo equipamento empregado nos demais procedimentos), tanto da superfície de fratura, quanto da superfície dos fios após rompimento, assim como de seções longitudinais dos fios rompidos.

Tentou-se, ao final, correlacionar as características observadas no conjunto de imagens, obtidas através dos três procedimentos, com as curvas de vida em fadiga ($\epsilon_a - N_f$) dos diversos fios (seção 4.3.3), visando identificar características microscópicas compatíveis com o comportamento mecânico observado.

4.4.1 Superfícies de fratura

Foram analisadas as superfícies de fratura obtidas de ensaios de fadiga realizados com os fios A0, A45, A-5 A25 e A0 90°C, sob amplitudes de deformação de 1%, 3%, 5%, 8% e 12%, assim como as provenientes dos ensaios de tração dos fios A0 e A-5 (tabela IV.5).

Tabela IV.5 - Número de superfícies de fratura observadas, por tipo de ensaio, material, e amplitude de deformação.

Material	Número de superfícies de fratura						Tração
	Fadiga (ϵ_a %)						
	0,80%	1%	3%	5%	8%	12%	
A0	2	2	2	2	1	1	2
A0 90°C		1	1	1	1	1	
A25		1	1	1	1	1	
A45			1	1	1	1	
A-5		1	1	1			2

Para o registro de imagens, foram escolhidos fios que romperam com valores intermediários de N_f , considerando a faixa de N_f obtida para cada amplitude de deformação, de cada material. As áreas correspondentes à fratura por fadiga e a redução de área nos ensaios de tração foram calculadas a partir de imagens obtidas com aumento pequeno (90x e 100x, respectivamente). As superfícies de fratura foram analisadas utilizando também imagens obtidas com aumentos maiores, visando identificar, ou confirmar, o tipo de fratura sofrida em cada região e comparar as características das superfícies de diferentes materiais e amplitudes de deformações.

Nos primeiros procedimentos, relativos ao fio A0, foram analisadas duas superfícies (de dois ensaios diferentes) para cada amplitude de deformação, e a área de fadiga correspondente foi tomada como a média das duas medidas. Entretanto, no decorrer da análise, tal procedimento mostrou-se desnecessário, uma vez que não foram observadas diferenças significativas tanto nos valores das áreas correspondentes à fadiga, quanto em seu aspecto. Vale lembrar que não foram realizados ensaios de fadiga com deformação de 0,80% para outros fios além do A0, assim como ensaios de tração com os fios A25 e A45, cujas propriedades mecânicas foram obtidas de DIAS & BUONO (2004). Não foram, também, registradas imagens das superfícies do fio A-5 com deformações de 8% e 12%, apesar de terem sido realizados os ensaios de fadiga correspondentes.

4.4.2 Seções longitudinais dos fios rompidos por fadiga

Amostras de uma série de fios rompidos ($\epsilon_a=1\%$, $\epsilon_a=3\%$, $\epsilon_a=5\%$, $\epsilon_a=8\%$ e $\epsilon_a=12\%$) do material foram embutidas longitudinalmente a frio (posição mostrada esquematicamente na figura 4.9(a)), lixadas até que aproximadamente metade da espessura dos fios (0,5mm) fosse removida (figura 4.9(b)), em seguida polidas e atacadas, como descrito na seção 4.2.3.

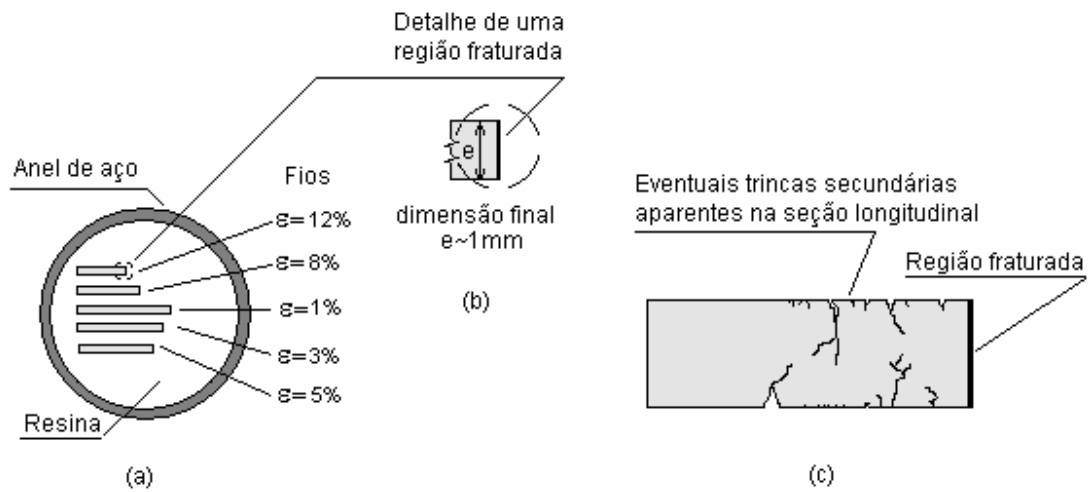


Figura 4.9 – (a) Esquema de amostra com seções longitudinais de fios rompidos, preparados para observação ao MEV; (b) detalhe com região fraturada e espessura máxima de um fio após lixamento; (c) seção longitudinal de um fio, com eventuais trincas secundárias.

Este procedimento visou a obtenção de seções longitudinais dos fios rompidos, aproximadamente diametraes ($e=1\text{mm}$ na figura 4.9(b)), para observação das características da propagação, em particular de sua morfologia, de eventuais trincas secundárias, aproximadamente paralelas à região fraturada (trinca principal), como ilustrado esquematicamente na figura 4.9(c). Devido à colocação de mais de um fio em cada amostra, a espessura da camada retirada não foi a mesma em todos eles. Ressalva-se que, do fio A-5, foram registradas imagens de amostras rompidas apenas sob $\varepsilon=1\%$, $\varepsilon_a=3\%$ e $\varepsilon_a=5\%$ e que não foram registradas imagens de seções longitudinais do fio A25.

As características observadas nas imagens de um mesmo fio com diferentes amplitudes de deformação foram comparadas entre si e com as de fios diferentes.

4.4.3 Superfície lateral dos fios rompidos por fadiga

Para cada uma das superfícies de fratura analisadas, foi observada, também ao MEV, a superfície externa do fio, após limpeza com ultra-som, na região próxima à fratura, conforme esquema da figura 4.10.

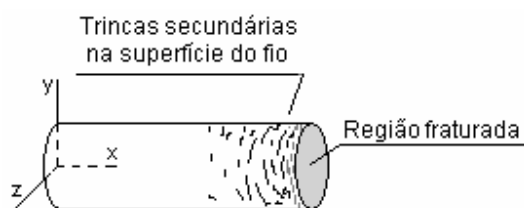


Figura 4.10 – Esquema de superfície lateral de um fio rompido, onde se vêem trincas secundárias próximas à região fraturada.

Visou-se, com isso, verificar a ocorrência de trincas secundárias, tentar identificar padrões de iniciação, densidade e características morfológicas das trincas, correlacionando-as com as imagens das superfícies de fratura e das seções longitudinais dos fios. As imagens obtidas também foram comparadas entre si, tanto com relação ao nível de deformação, quanto ao tipo de material.

5

RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização do material

5.1.1 Composição química

A composição química foi verificada por EDS, conforme previsto, em amostras embutidas dos quatro tipos de fio. Um espectro típico desse ensaio, para o fio A0, está mostrado na figura 5.1. A tabela V.1 apresenta os resultados da composição química de cada fio (A0, A-5, A25 e A45), obtida pela média de 10 valores, além dos valores fornecidos pelo fabricante.

Embora os resultados não possam ser confirmados com precisão, devido à natureza semiquantitativa da análise por EDS, as discrepâncias verificadas entre os resultados e a composição fornecida pelo fabricante parecem relativamente pequenas, considerando os desvios-padrão. Além disso, esta não constitui uma preocupação central do presente trabalho, tendo em vista que seu foco principal é o efeito das variações microestruturais, e dos mecanismos de deformação, no comportamento em fadiga.

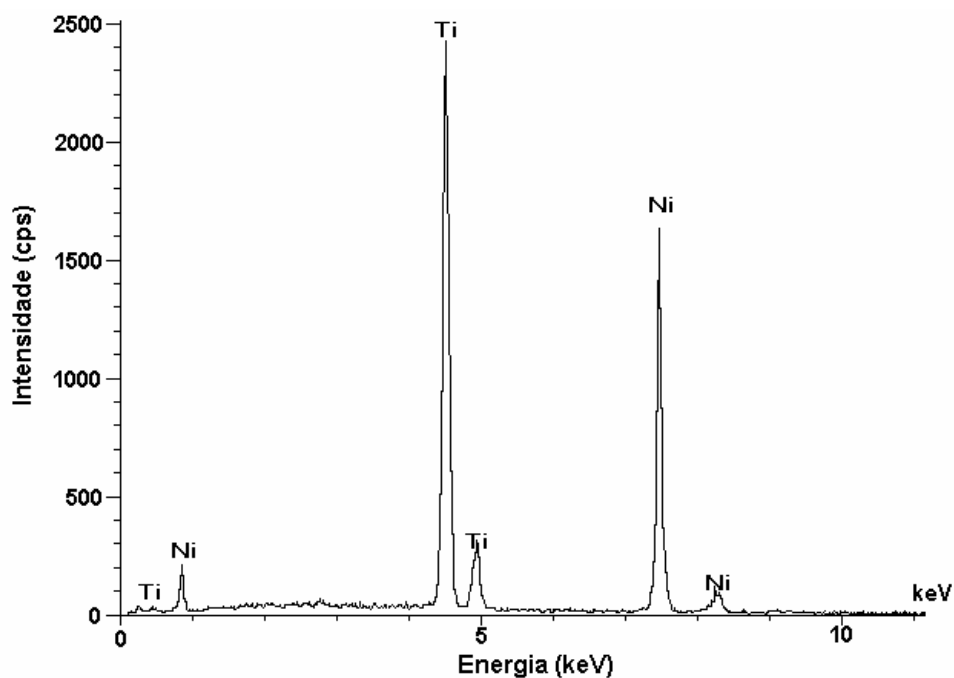


Figura 5.1 – Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em amostra de liga NiTi, fio A0.

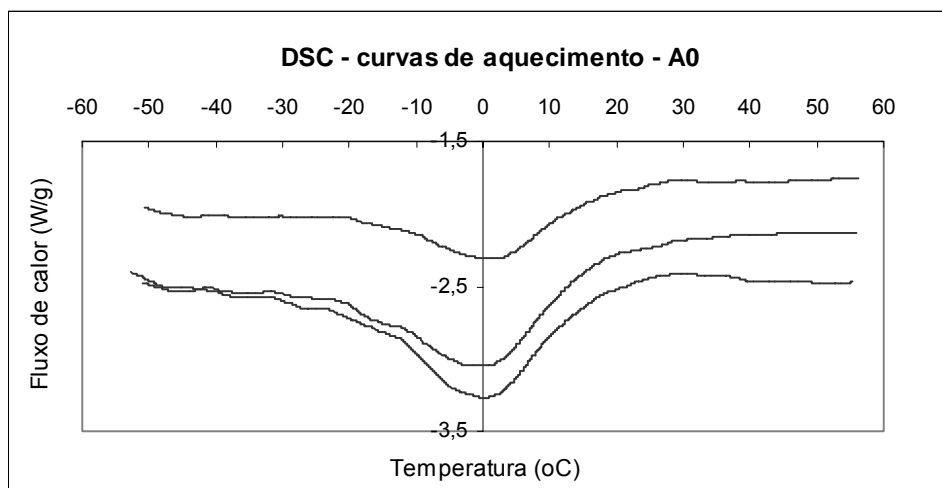
Tabela V.1 – Composição química da liga de NiTi nos fios A0, A-5, A25, A45, obtida por EDS.

Elem.	Fio	% atômica - Média (D.P.) [*] Valores fornecidos pelo fabricante							
		A0		A-5		A25		A45	
Ti		49 (1)	[49,2]*	49,9 (0,7)	[49,1]*	48,4 (0,9)	[49,6]*	48,7 (0,9)	[49,6]*
Ni		51 (1)	[50,8]*	50,1 (0,7)	[50,9]*	51,6 (0,9)	[50,4]*	51,3 (0,9)	[50,4]*
Total		100	[100]*	100	[100]*	100	[100]*	100	[100]*

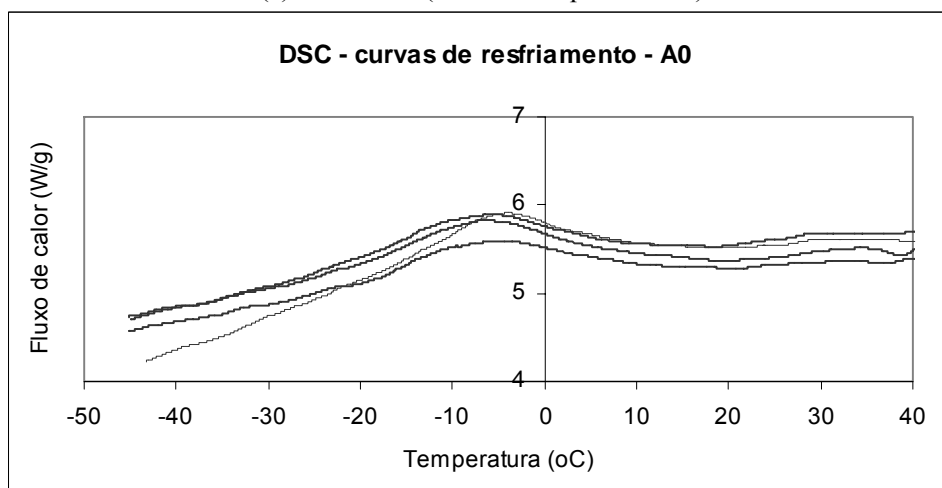
5.1.2 Temperaturas de transformação

As temperaturas de transformação efetivas foram estimadas através de ensaios DSC, com os parâmetros especificados na seção 4.2.2.

No caso dos fios A0, foram realizados três ensaios, cujas curvas de aquecimento e de resfriamento estão apresentadas na figura 5.2(a) e (b), respectivamente.



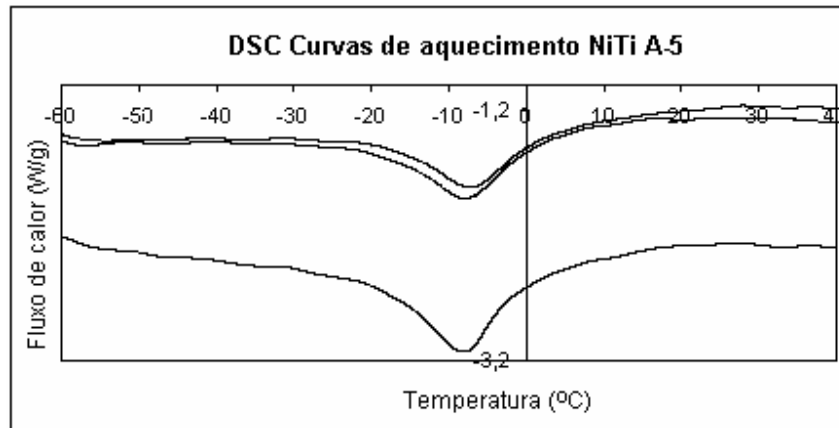
(a) A0 – DSC (curvas de aquecimento)



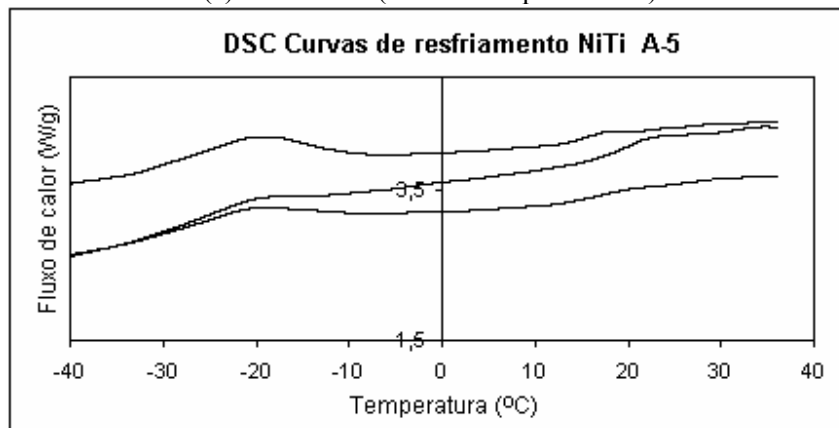
(b) A0 – DSC (curvas de resfriamento)

Figura 5.2 – Curvas de (a) aquecimento e (b) resfriamento, obtidas por DSC para o fio A0.

Da mesma forma, com o fio A-5 foram realizados 3 ensaios e as curvas de aquecimento e resfriamento estão apresentadas na figura 5.3(a) e (b), respectivamente.



(a) A-5 – DSC (curvas de aquecimento)



(b) A0 – DSC (curvas de resfriamento)

Figura 5.3 – Curvas de (a) aquecimento e (b) resfriamento, obtidas em ensaios DSC para fio A-5.

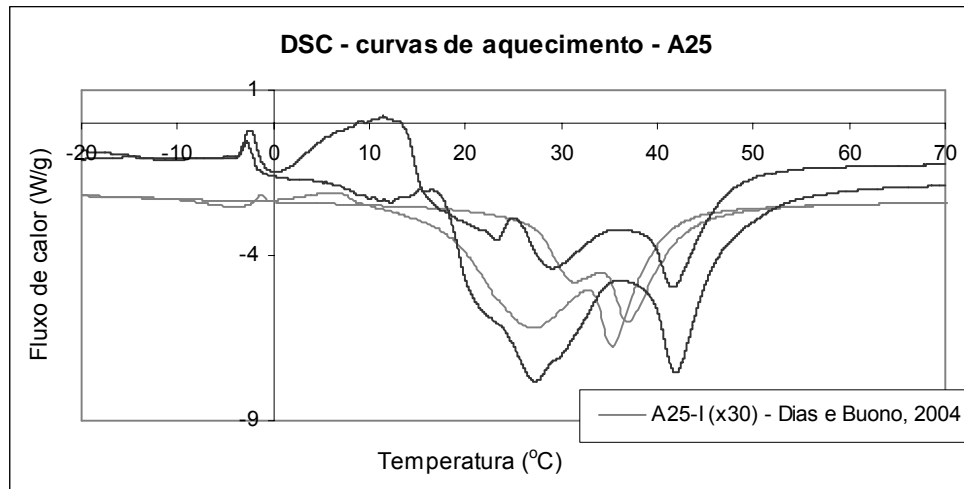
As temperaturas de transformação martensítica e reversa (M_s , M_f , A_s e A_f) dos dois fios superelásticos, cada uma delas obtida pela média de três valores, são mostradas na tabela V.2.

Tabela V.2– Temperaturas de transformação dos fios A0 e A-5.

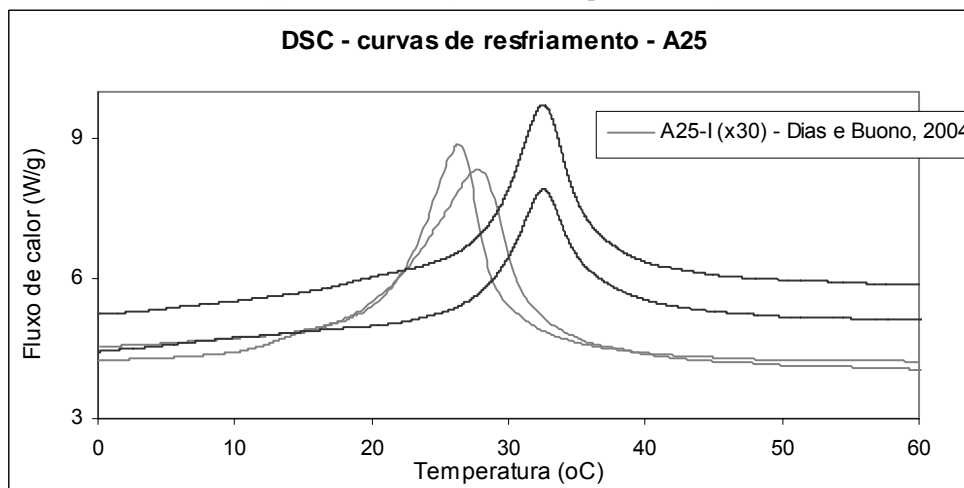
Fio	A _s	A _f	M _s	M _f
A0 Média (DP)	-16 (1)	17,9 (0,6)	8,5 (0,2)	-19,5(0,6)
A-5 Média (DP)	-17,9 (0,1)	4 (2)	-9,7 (0,6)	-32,4 (0,4)

Pode-se verificar que a largura das faixas de temperatura em que ocorrem as transformações são mais estreitas em A-5 do que em A0, passando de 34°C para 22°C na TR (redução de 12°C) e de 28°C para 23°C na TM (redução de 5°C). As temperaturas de transformação são mais baixas em A-5, sendo de 14°C a diferença entre os valores de A_f. Tal fato, isoladamente, indicaria uma maior estabilidade da austenita à temperatura ambiente, coerentemente com o menor teor de Ni e a menor quantidade de precipitados Ti₃Ni₄ do fio A-5, acarretando elevação da tensão crítica de TM. Como foram encontradas tensões críticas semelhantes nos dois fios (ver os resultados dos ensaios de tração: σ_{cr} do A0 é superior em 2% à do A-5), cabe supor a existência de algum fator desestabilizador da fase austenítica no fio A-5, que atuaria na TM induzida por tensão, mas não na TM térmica. Tendo em vista o menor tamanho de grão do fio A-5 em relação ao do fio A0 (ver seção 5.1.4.2), o fator estaria possivelmente relacionado com subestruturas de deslocações advindas de tratamentos termo-mecânicos, cuja presença não foi analisada.

Das quatro curvas referentes aos fios A25 e A45, mostradas nas figuras 5.4 e 5.5, respectivamente, duas foram obtidas por DIAS & BUONO (2004).



(a) A25 – DSC (curvas de aquecimento)

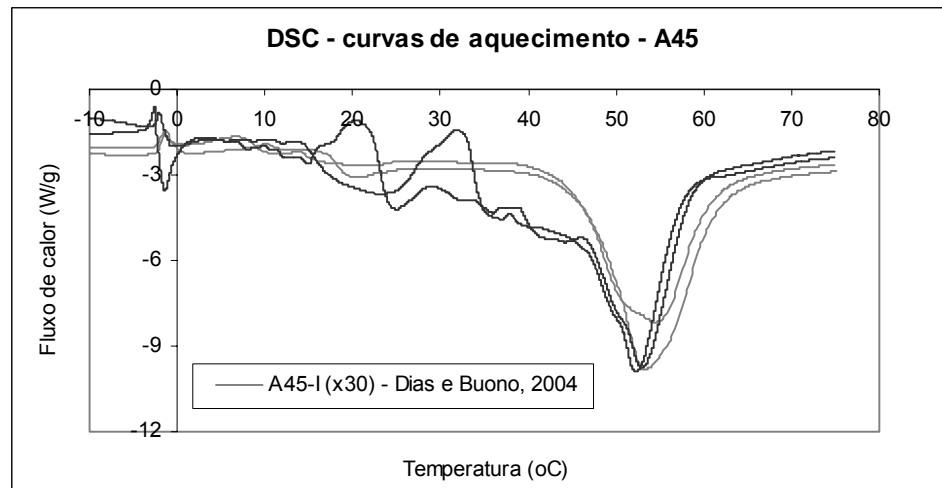


(b) A25 – DSC (curvas de resfriamento)

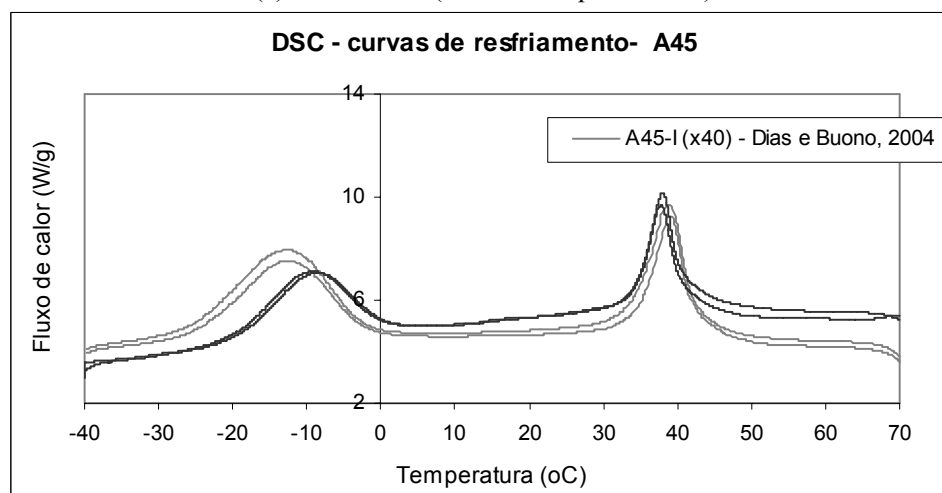
Figura 5.4 – Curvas de (a) aquecimento e (b) resfriamento, obtidas em ensaios DSC para fio A25.

As curvas de aquecimento do fio A25 (figura 5.4(a)) apresentam picos duplos, que poderiam, em tese, ser atribuídos à precipitação heterogênea de Ti_3Ni_4 . Nas regiões em que tenha ocorrido maior precipitação, comumente os contornos de grão, o teor de Ni da matriz seria mais baixo do que no seu interior abaixando, portanto, as temperaturas de transformação locais. Assim, a TR se daria em duas etapas: inicialmente no interior dos grãos e, em seguida, nos contornos, produzindo os dois picos nas curvas de DSC

(KHALIL-ALLAFI *et al.*, 2004; OTSUKA & REN, 2005). Porém, não foram realizadas análises microscópicas que confirmassem essa hipótese.



(a) A45 – DSC (curvas de aquecimento)



(b) A45 – DSC (curvas de resfriamento)

Figura 5.5 – Curvas de (a) aquecimento e (b) resfriamento, obtidas em ensaios DSC para fio A45.

As temperaturas de transformação, obtidas a partir destas curvas, estão apresentadas nas tabelas V-3 e V-4.

Tabela V.3 – Temperaturas de transformação do fio A25.

Curva	A _s	A _f	M _s	M _f
1	16,4*	41,6*	31,8*	20,9*
2	26,8*	43,6*	29,4*	18,5*
3	18,0	48,0	36,4	28,2
4		48,0	36,4	27,6
Média (DP)	20 (6)	45 (3)	34 (4)	24 (5)
Média ^(a) (DP)	18	48,0 (0,0)	36,4 (0,0)	27,9 (0,4)

(*) das curvas obtidas por DIAS & BUONO (2004) ^(a) apenas das curvas obtidas neste trabalho

A aparente inconsistência entre os intervalos de temperaturas de transformação martensítica e reversa, isto é, o intervalo de temperaturas em que se dá a TM está contido dentro do intervalo da TR (TM: 36°C a 28°C e TR: 18 °C a 48 °C), deve-se à ocorrência dos dois picos nas curvas de aquecimento (figura 5.4(a)). Considerando apenas o segundo pico, A_s estaria em torno de 38°C e, portanto, consistentemente maior que M_f(28°C).

Tabela V.4 – Temperaturas de transformação do fio A45.

Curva	A _s	A _f	R _s	R _f	M _s	M _f
1	44,2*	59,6*	43,5*	35,0*	-2,0*	-25,0*
2	45,4*	61,3*	42,5*	33,5*	-2,0*	-24,5*
3	44,6	56,7	41,0	34,5	1,5	-20,0
4	46,3	57,9	41,0	34,5	1,5	-19,5
Média (DP)	45,1 (0,9)	59 (2)	42 (1)	34,4 (0,6)	-0,5 (2,0)	-22 (3)
Média ^(a) (DP)	46 (1)	57,3 (0,8)	41,0 (0,0)	34,5 (0,0)	1,5 (0,0)	-19,8 (0,4)

(*) das curvas obtidas por DIAS & BUONO (2004) ^(a) apenas das curvas obtidas neste trabalho

De maneira geral, os resultados dos fios A25 e A45 apontam uma diferença significativa nos valores das temperaturas de transformação obtidos a partir dos ensaios de DIAS & BUONO (2004) e do presente trabalho. Não ficaram claros os motivos de tais discrepâncias, que tanto podem ser devidas a diferenças de procedimentos na operação, quanto a problemas no equipamento, ou mesmo a alguma alteração nas propriedades do material com o tempo. KHALIL-ALLAFI *et al.* (2004), SCHMAHL *et al.* (2004) e MICHUTTA *et al.* (2004) reportaram alterações em curvas DSC de ligas NiTi, o último em monocristais sob compressão, devidas a precipitação heterogênea de Ti₃Ni₄ junto a

contornos de grão, por envelhecimento sob temperaturas entre 400°C e 500°C. Com o envelhecimento, as curvas sofreram deslocamento para regiões de temperaturas mais altas, além de haver ocorrido um segundo pico, e eventualmente um terceiro, nas curvas de aquecimento. Entretanto, não foram encontradas, na literatura, referências a envelhecimento do material à temperatura ambiente. Dessa forma, as causas das discrepâncias merecem uma investigação futura. Ressalta-se o fato de que, apesar da acentuada instabilidade das curvas, na forma de oscilação, as temperaturas de transformação calculadas com os resultados obtidos neste trabalho apresentam desvios padrão pequenos. As temperaturas médias apresentadas na última linha das tabelas V-3 e V-4 (Média^(a) (DP)) foram obtidas considerando apenas estes resultados e adotadas no que se segue.

Considerando que a composição química dos quatro fios de NiTi é muito semelhante e tomando o fio A0 como referência, pode-se considerar que o fio A-5 apresenta comportamento mecânico semelhante ao que apresentaria o A0 a uma temperatura mais alta, mas ainda inferior a M_d . Da mesma forma, o fio A25 possui comportamento mecânico semelhante ao que teria A0 a uma temperatura suficientemente baixa para apresentar-se bifásico (entre M_s e M_f) e o fio A45, ao que teria A0 a uma temperatura ainda mais baixa, inferior a M_f , isto é, já na fase martensítica.

5.1.3 Superfície dos fios

A superfície dos fios superelásticos A0 e A-5, como recebidos, foi examinada ao MEV e as imagens obtidas estão apresentadas na figura 5.6. Nestas, o eixo longitudinal do fio A0 encontra-se na vertical e o do fio A-5, na horizontal.

Como pode ser verificado na figura, o acabamento superficial do fio A0 é superior ao do fio A-5, este apresentando maior densidade, profundidade e extensão de riscos e outros defeitos. Como tal característica parece geral, tendo sido encontrada em diversas regiões de

segmentos diferentes do fio, pode influenciar o comportamento mecânico sob fadiga, reduzindo o número de ciclos para fratura do fio A-5 em relação ao A0.

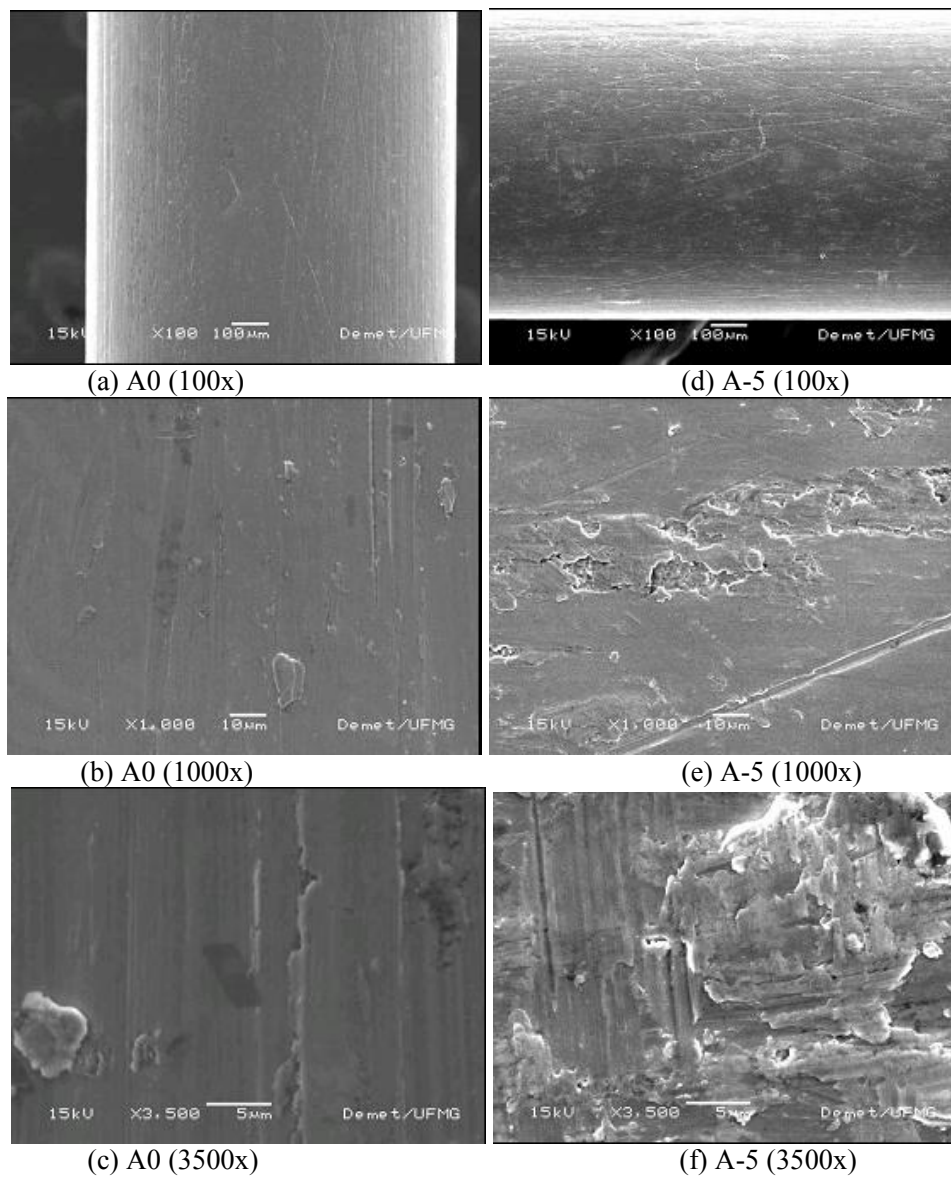


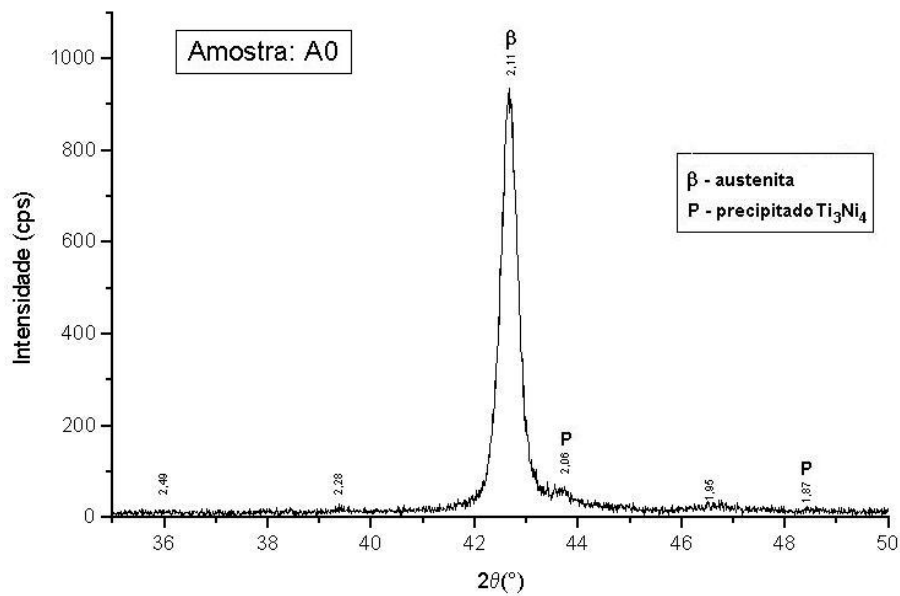
Figura 5.6 – Imagens das superfícies dos fios (a), (b), (c) A0 e (d), (e), (f) A-5 ao MEV, como recebidos.

5.1.4 Fases e microestrutura

5.1.4.1 Identificação das fases

Foram realizados dois difratogramas de raios-X para cada fio, à temperatura ambiente, um na amostra como recebida e outro na amostra embutida, preparada para observação por MEV.

Como esperado, nas duas amostras do fio superelástico A0, os difratogramas registraram a presença apenas da austenita (fase β , de estrutura B2), além do precipitado Ti_3Ni_4 (figura 5.7).



(a)

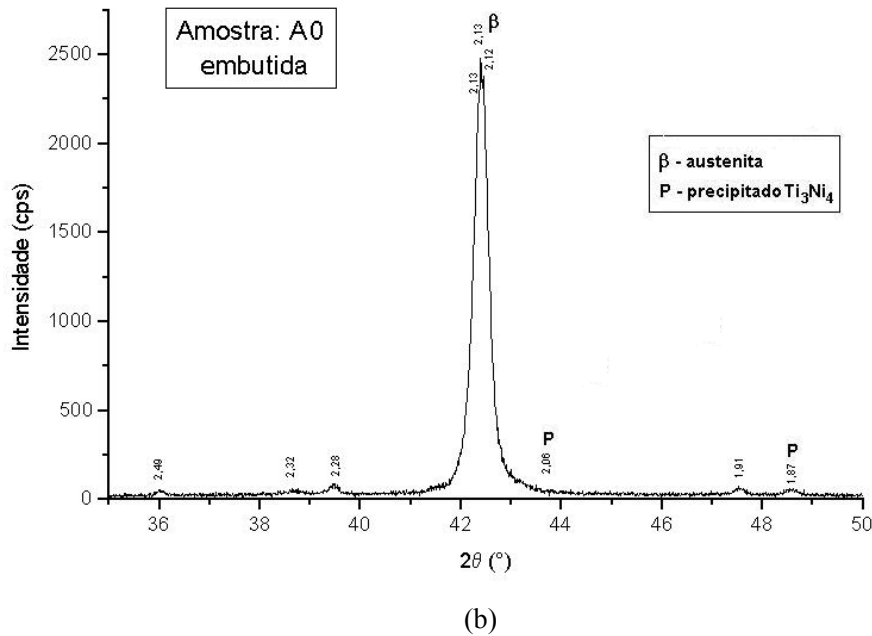


Figura 5.7 – Difratoograma de raios-X de liga NiTi, fio A0 (a) amostra como recebida, (b) amostra embutida.

Nas duas amostras do fio superelástico A-5, os difratogramas registraram a presença apenas da austenita, não apresentando evidências de precipitado Ti_3Ni_4 como no fio A0 (figura 5.8).

Apesar de o teor de Ni, determinado por EDS, no fio A-5 (50,1%_{at}) ser ligeiramente inferior ao do fio A0 (51,0%_{at}), o que poderia explicar a ausência de precipitado Ti_3Ni_4 (constituindo um dos efeitos desestabilizadores da FA no fio A-5, citados na seção 5.1.2), a composição química dos dois fios, fornecida pelo fabricante, é praticamente a mesma, com ligeira inversão nos teores dos dois elementos (A-5: 49,1%Ti-50,9%_{at}Ni e A0: Ti-50,8%_{at}Ni).

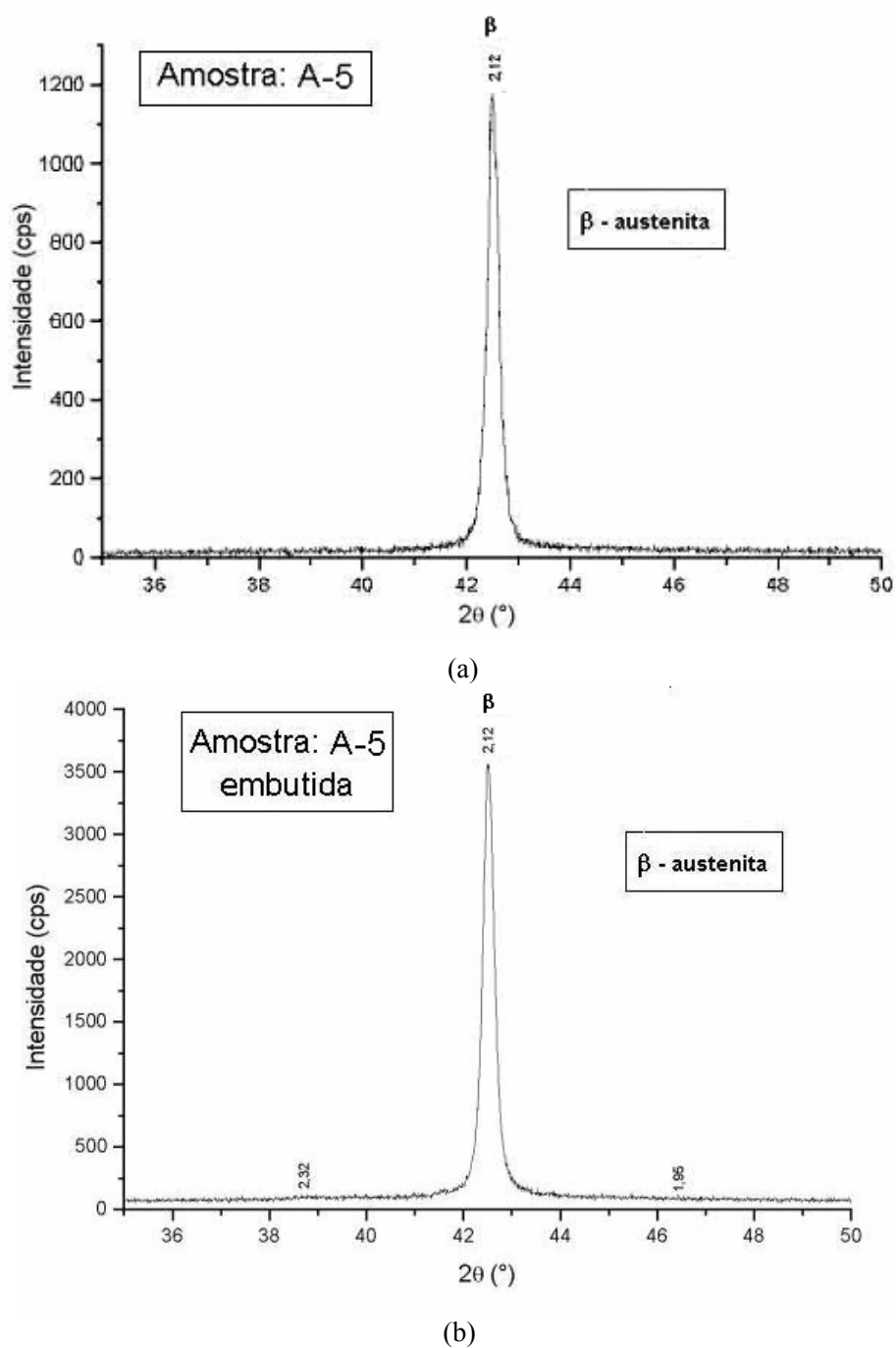


Figura 5.8 – Difratoograma de raios-X de liga NiTi, fio A-5 (a) amostra como recebida, (b) amostra embutida.

No caso dos fios bifásico (A25) e martensítico (A45), foi registrada a presença das fases austenítica (β), martensíticas B19' e R, além do precipitado Ti_3Ni_4 , tanto na amostra do material como recebido quanto no material embutido, como pode ser visto nas figuras 5.9 e 5.10.

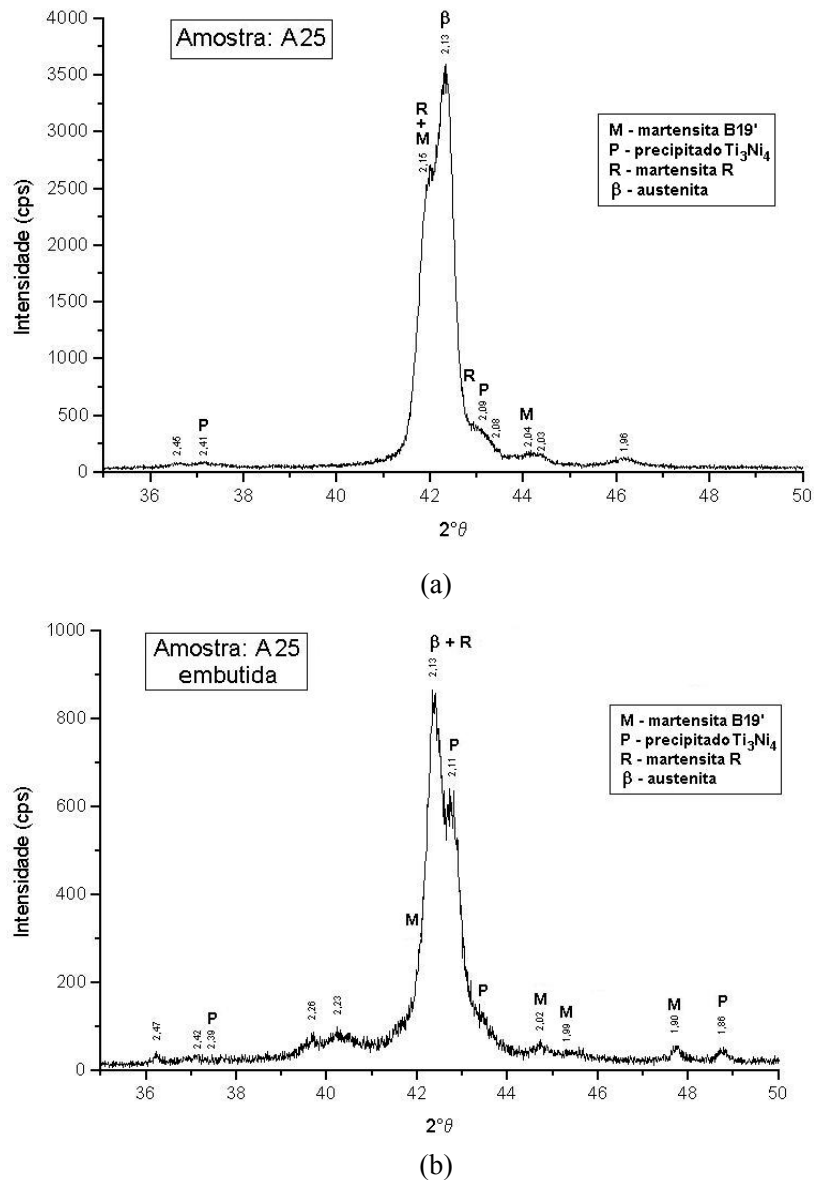
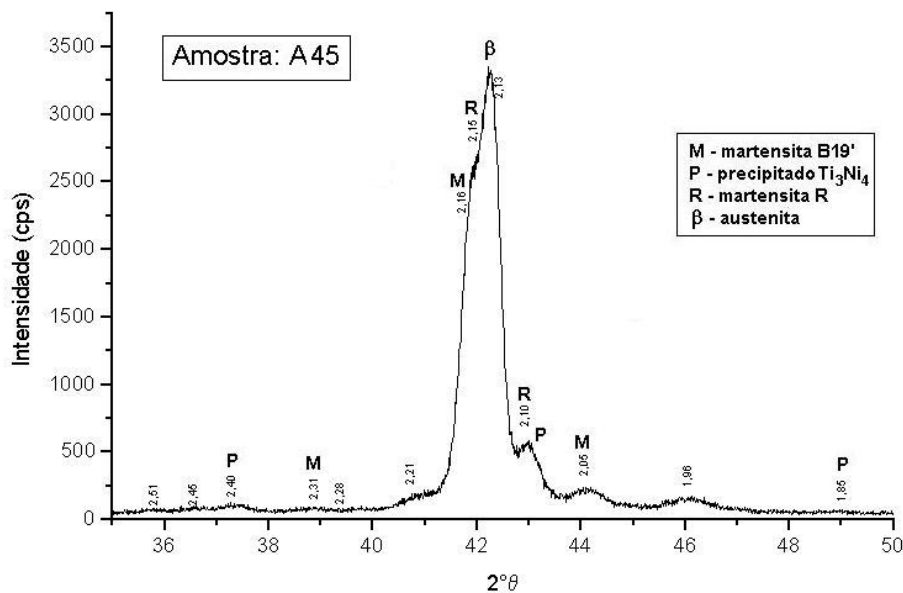
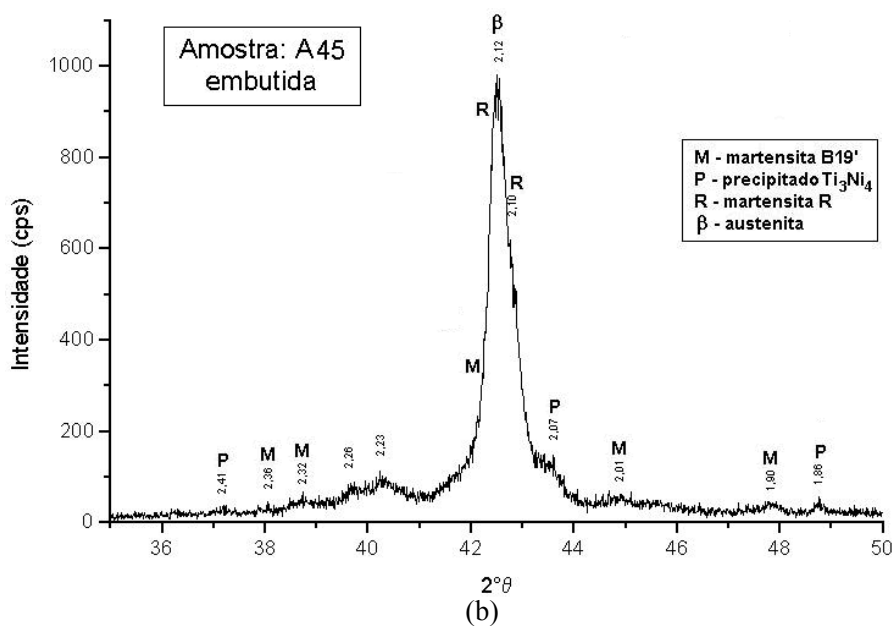


Figura 5.9 – Difratoograma de raios-X de liga NiTi, fio A25 (a) amostra como recebida, (b) amostra embutida.



(a)



(b)

Figura 5.10 – Difratoograma de raios-X de liga NiTi, fio A45 (a) amostra como recebida, (b) amostra embutida.

No fio A25, por ser bifásico, a presença da fase β era previsível. Já no caso do A45 (martensítico), sua presença não seria, em princípio, esperada. Entretanto, tal ocorrência é coerente com o reportado por BRINSON *et al.* (2004), segundo os quais, a TM “total” do material dá-se para um volume menor do que 100% (~70% no experimento relatado), devido ao fato de que a transformação seqüencial dos grãos influencia localmente os estados de tensão, ancorando as variantes, tal que os grãos não mais sofrem TM. Outra possibilidade, não excludente, é que, sendo de 46°C a temperatura de transformação A_s do fio A45 (seção 5.1.2), pode-se pensar na presença de austenita retida, formada por aquecimento da superfície durante o polimento do material, principalmente se levado em conta que $M_f = -19,8^\circ\text{C}$. A presença da fase β nas amostras como recebidas pode ser devida a fenômeno semelhante, uma vez que o material foi trefilado e em seguida tratado termicamente.

Já a fase martensítica R, cuja presença é registrada nos difratogramas dos dois fios (A25 e A45), foi detectada na análise por DSC do fio A45, porém não no fio A25. Cabe lembrar que os tratamentos termo-mecânicos (a que o fio certamente foi submetido durante sua fabricação) podem levar ao aparecimento da fase R, daí a sua presença ter sido detectada por DRX. Entretanto, sob ciclagem térmica esta fase pode desaparecer e, nesse caso, não seria detectada na análise por DSC (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

As características das análises por DRX realizadas não permitem afirmar se ocorreram alterações quantitativas importantes nas fases presentes após o preparo para observação ao MEV (amostras embutidas – figuras 5.7(b), 5.8(b), 5.9(b), 5.10(b)), em relação às amostras como recebidas (figuras 5.7(a), 5.8(a), 5.9(a), 5.10(a)). Entretanto, é possível afirmar que, nas amostras dos fios superelásticos, não foi detectada presença de fase martensítica induzida, permitindo supor que, neste caso, os efeitos do preparo nas características estudadas não são significativos.

5.1.4.2 Observação da microestrutura

As imagens obtidas da microestrutura do fio A0 no microscópio ótico foram pouco significativas para a identificação das características microestruturais desse material, como pode ser verificado na figura 5.11. Por esta razão, não foram usadas neste trabalho e optou-se por não realizar esta análise para os demais fios.

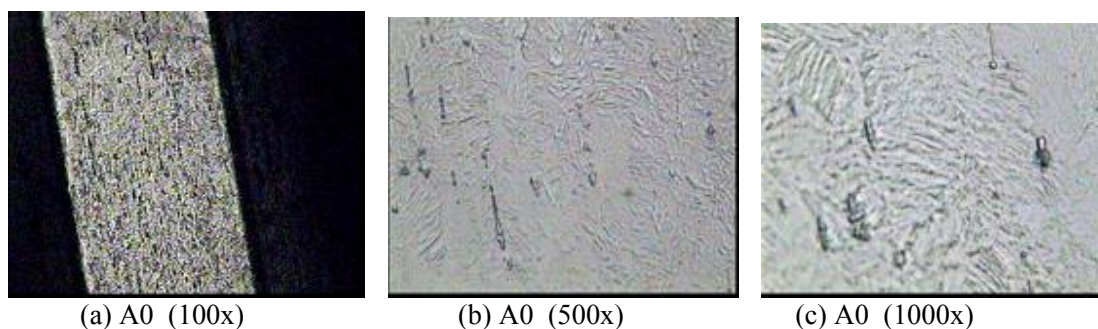


Figura 5.11 – Imagens obtidas no MO, de microestrutura do fio A0 com (a) aumento de 100x; (b) aumento de 500x; (c) aumento de 1000x.

As imagens das microestruturas dos fios A0 e A-5, obtidas no MEV, para as amostras preparadas conforme descrito na seção 4.2.3, estão mostradas nas figuras 5.12 e 5.13, respectivamente para as amostras não submetidas e submetidas a ataque químico. Em ambas as figuras, as imagens (a), (c) e (e) referem-se às amostras ao fio A0 e as (b),(d) e (f) referem-se às do fio A-5.

A microestrutura dos dois fios é bastante semelhante, com os grãos apenas vislumbrados. Na imagem 5.13(c) procurou-se registrar uma região com ocorrência menor de partículas, visando caracterizar melhor a matriz, com aumento de 1500x. As imagens sugerem tamanho de grão austenítico do fio A-5 menor que o do fio A0. Tal característica, isoladamente, produziria elevação da tensão de escoamento da austenita, melhorando as propriedades superelásticas.

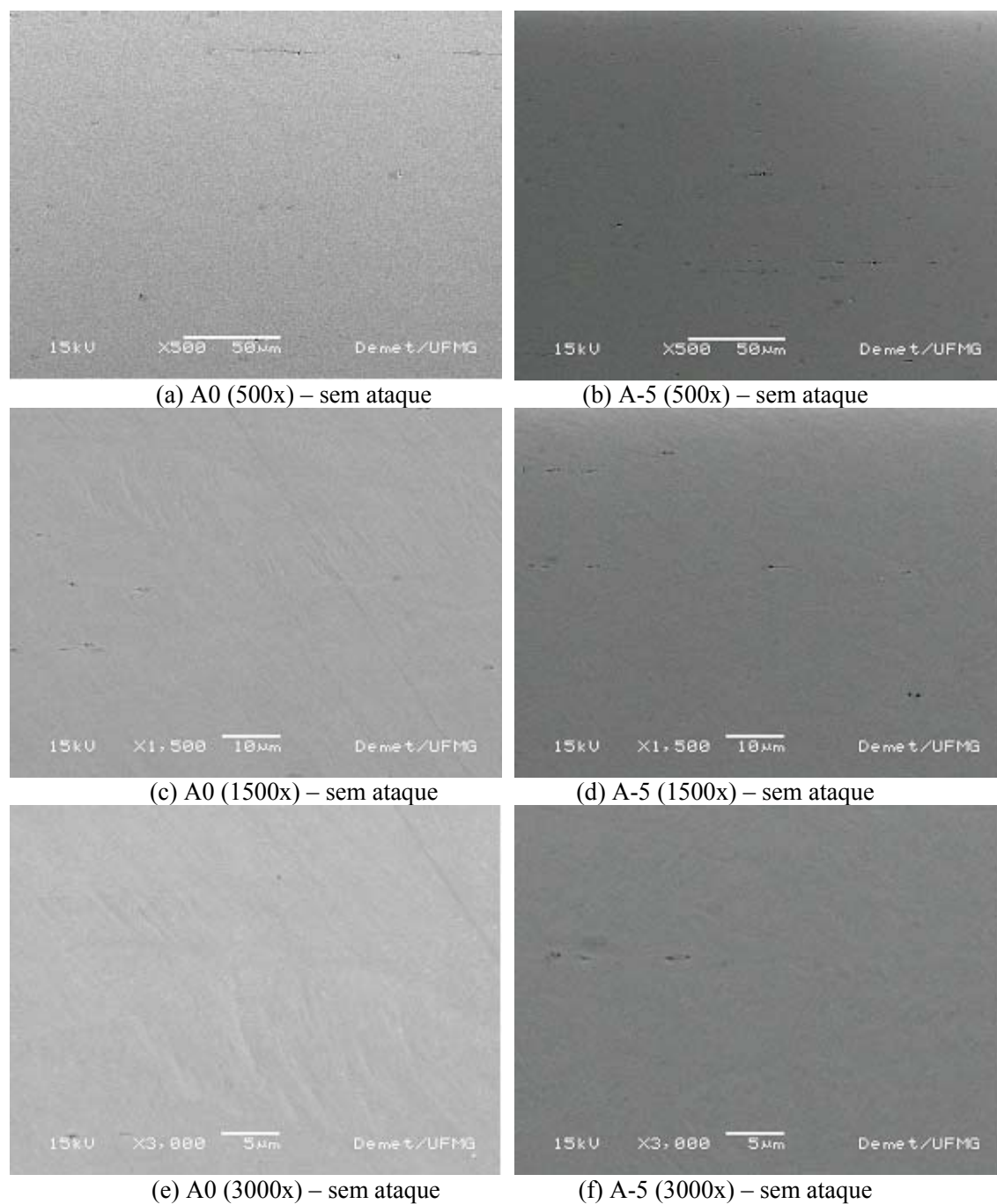


Figura 5.12 – Imagens obtidas no MEV, de microestrutura dos fios A0 e A-5 sem ataque químico, com (a) e (b) aumento de 500x; (c) e (d) aumento de 1500x; (e) e (f) aumento de 3000x.

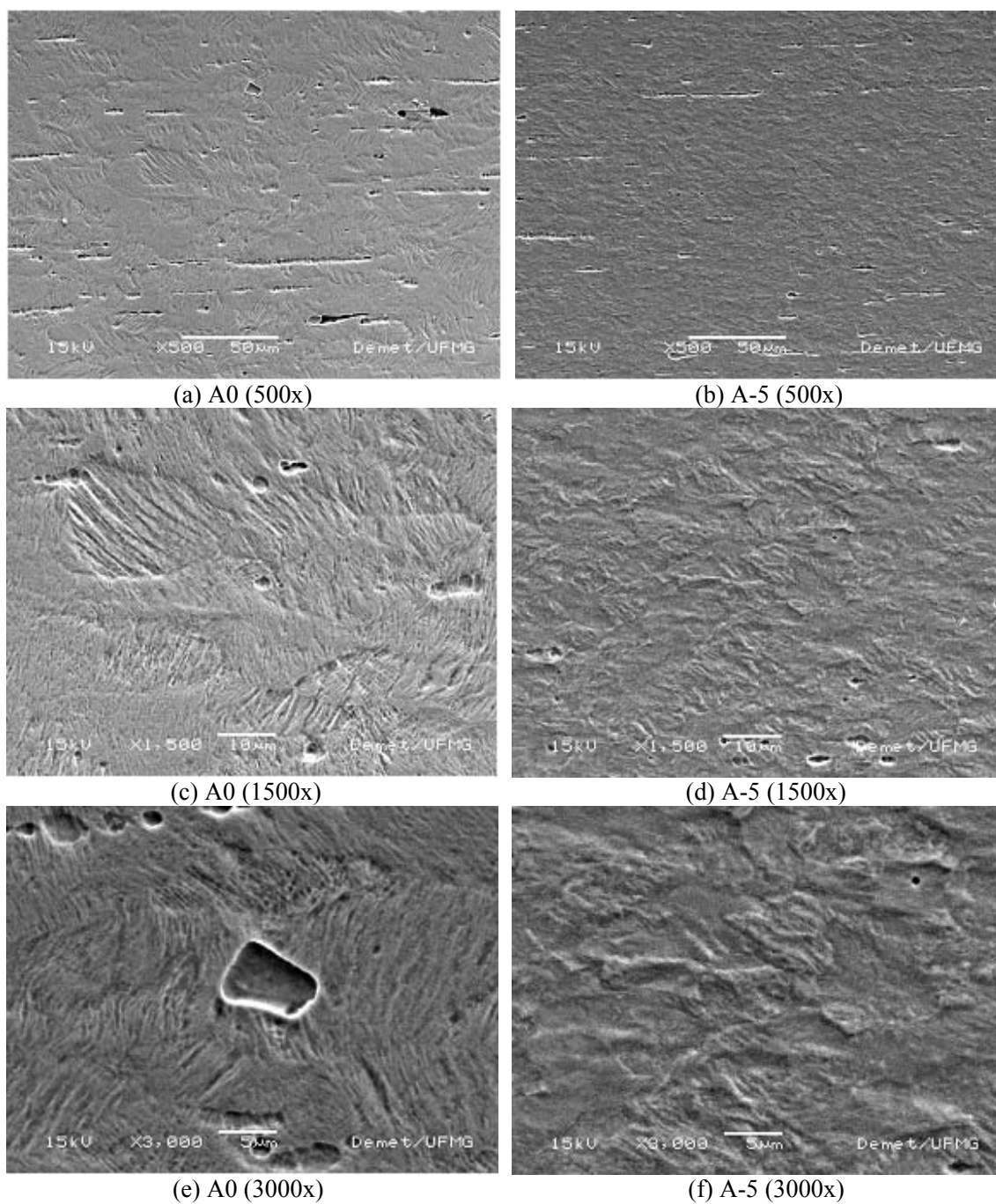


Figura 5.13 – Imagens obtidas no MEV, de microestrutura dos fios A0 e A-5, atacada com solução de HNO₃-10% e HF-5% em 100ml de H₂O, (a) e (b) aumento de 500x; (c) e (d) aumento de 1500x; (d) e (e) aumento de 3000x.

Tanto nas amostras não atacadas (figura 5.12), quanto nas atacadas quimicamente (figura 5.13), podem ser observadas variações de relevo indicativas da presença de martensita, que aparecem bem mais definidas nas amostras atacadas. Estas estruturas não eram esperadas e para explicá-las podem ser consideradas algumas hipóteses, dentre elas: a) as estruturas observadas na figura 5.13 são realmente variantes de martensita, reveladas pelo ataque químico, devidas ao efeito do campo de tensões “desequilibradas” nos grãos localizados na superfície da amostra (McNANEY *et al.*, 2003), hipótese esta que contraria os resultados obtidos nas análises por RX, que revelaram somente fase austenítica tanto nos fios virgens quanto nas amostras tratadas (figuras 5.7 e 5.8); b) a estrutura lisa nas imagens da figura 5.12 refere-se a martensita polida; as aparentes variantes nas amostras atacadas são estruturas de austenita, advinda de transformação reversa ocorrida com o ataque químico, que liberou as deformações residuais devidas ao preparo; c) o aparente relevo observado são subestruturas da austenita, compostas de precipitados de Ti_3Ni_4 e subestruturas de deslocação advindas da fase final do processo de fabricação (passe final de trefilação com grande redução de área, seguido de recozimento a baixa temperatura (entre 300°C e 400°C)), como descrito por OTSUKA & REN (2005). Esta última hipótese mostrou-se mais provável, uma vez que a propagação de trincas nesse material parece seguir esse “relevo” (ver seção 5.3.3).

Pode-se também notar, nas amostras atacadas quimicamente, a presença de partículas dispersas na matriz, uma delas observada com aumento maior na figura 5.13(e). Aparentemente, a quantidade e o tamanho das partículas presentes na matriz são menores no fio A-5 do que no fio A0, o que poderia ser explicado pelo teor ligeiramente mais baixo de Ni no fio A-5, ou por tratamentos térmicos diferentes.

A composição química dessas partículas, verificada por EDS no fio A0, está apresentada na tabela V.5(a) e sugere Ti_4Ni_2O , óxido de presença comum nesse material, segundo SABURI (1998), tendo sido, também, reportado por McNANEY *et al.* (2003), SCHMAHL *et al.* (2004) e NISHIDA *et al.* (1986). A partícula da figura 5.13(e) está identificada naquela tabela como Am.3.

Tabela V.5 – Composição química de partículas, possivelmente Ti_4Ni_2O , encontradas nos três fios (a) A0, (b) A25, (c) A45

Elem.	Am.1	Am.2	Am.3*	Média (D.P.) (% atômica)
Ti	62,44	63,11	55,88	60,5 (0,5)
Ni	32,99	32,65	28,97	31,5 (0,2)
O	4,57	4,24	15,15	8,0 (0,2)
Total	100,0	100,0	100,0	100,0

(a) fio A0

Elem.	Am.1	Am.2	Am.3*	Média (D.P.) (% atômica)
Ti	57,95	58,05	59,24	58,41 (0,07)
Ni	30,35	34,41	31,28	32 (3)
O	11,70	7,54	9,48	10 (3)
Total	100,0	100,0	100,0	100,0

(b) fio A25

Elem.	Am.1	Am.2	Am.3	Média (D.P.) (% atômica)
Ti	64,57	58,87	56,34	60 (4)
Ni	32,89	36,11	28,01	32 (4)
O	2,54	5,02	15,65	8 (7)
Total	100,0	100,0	100,0	100,0

(c) fio A45

*EDS realizado em equipamento acoplado ao MEV *JSM 6360, Jeol (Tokyo, Japão)*

As cavidades de dimensões menores que as das partículas mencionadas anteriormente, observadas com mais detalhe na figura 5.12(e), parecem indicar a presença de precipitados globulares alinhados, possivelmente arrancados no procedimento de preparo da amostra, uma vez que os resultados de EDS dessas regiões não mostraram alterações significativas em relação aos da matriz. No fio A-5, os resultados de EDS das partículas dispersas na matriz foram menos conclusivos que no fio A0. Registra-se, da mesma forma, a ocorrência das cavidades sugestivas dos precipitados globulares alinhados, citados anteriormente.

As figuras 5.14 e 5.15 mostram imagens da microestrutura dos fios A25 e A45, respectivamente, obtidas no MEV com as amostras atacadas quimicamente.

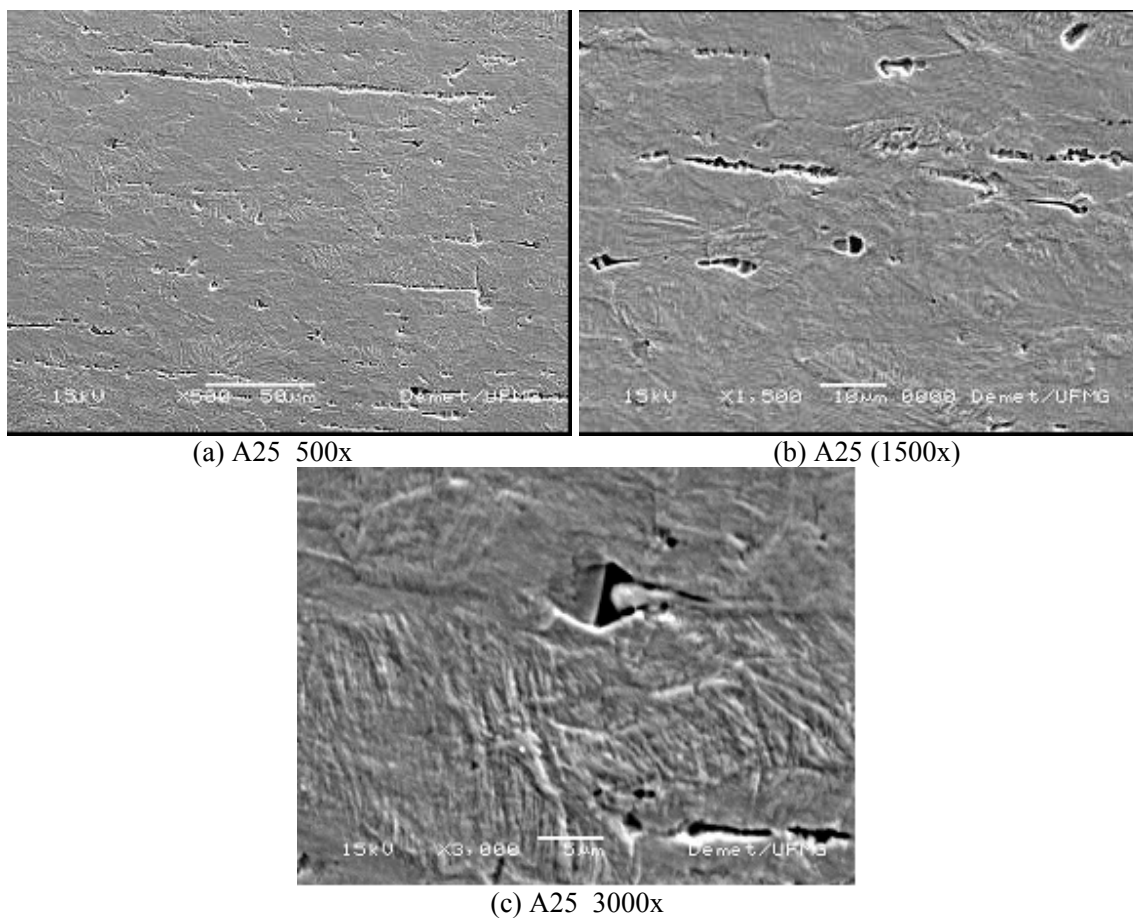
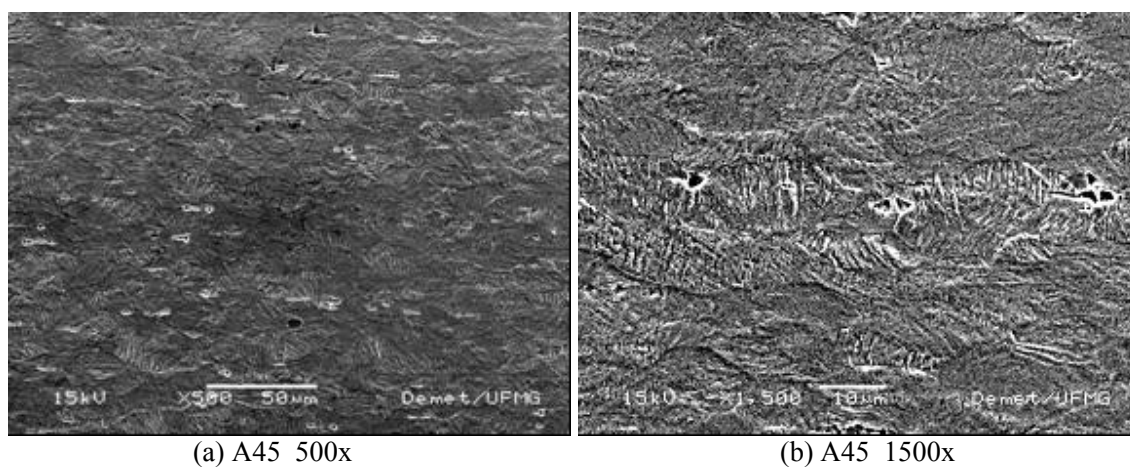
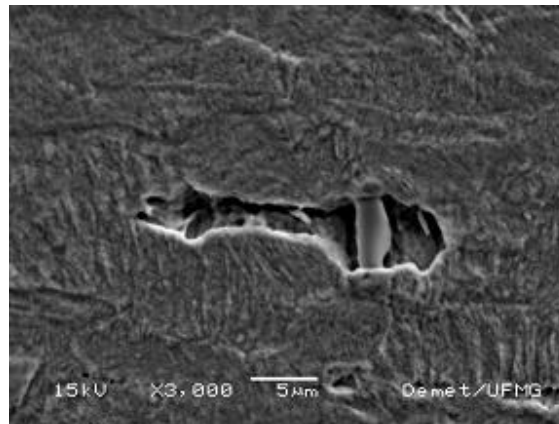


Figura 5.14 – Imagens obtidas no MEV, de microestrutura do fio A25 com (a) aumento de 500x; (b) aumento de 1500x; (c) aumento de 3000x.





(c)A45 3000x

Figura 5.15 – Imagens obtidas no MEV, de microestrutura do fio A45 com (a) aumento de 500x; (b) aumento de 1500x; (c) aumento de 3000x.

Estruturas semelhantes às dos fios A0 e A-5 estão presentes nas imagens dos fios A25 e A45, com tamanho de grão aparentemente intermediário entre os dos fios A0 e A-5. No fio A45 o relevo martensítico é mais acentuado, mas no A25 não parece haver diferença significativa em relação aos fios superelásticos. Tanto na figura 5.14(c), quanto na 5.15(c), estão mostradas, com aumentos maiores, as partículas de composição semelhante a Ti_4Ni_2O , cuja composição química, estimada por EDS, encontra-se na tabela V.5(b) e (c). A partícula mostrada na figura 5.14(c) está identificada como Am.3 na tabela V-5(b).

Também nestas amostras, são facilmente observáveis cavidades sugestivas da presença de precipitados globulares alinhados, que teriam sido arrancados no procedimento de preparo da amostra, semelhantemente às imagens dos fios A0 e A-5. Na amostra dos fios A25 foram encontradas partículas no interior de duas dessas cavidades, cuja composição está apresentada na tabela V.6, sugerindo um precipitado com maior teor de Ni do que de Ti, tal como a fase de equilíbrio $TiNi_3$ (SABURI, 98). Entretanto, a composição deste material não pôde ser confirmada, pois os teores fornecidos pelo equipamento são valores médios, obtidos em uma região maior que as dimensões das partículas, apresentando-se, neste caso, mascarados pelos teores da matriz. Da mesma forma que para o fio A0, não foram conseguidos registros deste material no fio A45.

Tabela V.6 – Composição química de partícula encontrada no fio A25.

Elem.	Am.1	Am.2	Média (D.P.) (% atômica)
Ti	40,86	40,62	40,7 (0,2)
Ni	56,48	57,20	56,8 (0,5)
O	2,66	2,18	2,4 (0,3)
Total	100,0	100,0	100,0

Em resumo, os fios A0 e A-5 possuem microestruturas bastante semelhantes, revelando presença de supostas variantes de martensita, com tamanho de grão austenítico do A0 aproximadamente o dobro do A-5. Estruturas semelhantes às desses fios estão presentes nos fios A25 e A45, com tamanho de grão intermediário, e apenas neste último com relevo martensítico mais acentuado. Observa-se, também, a presença de partículas, possivelmente Ti_4Ni_2O , dispersas na matriz em menor quantidade e tamanho no fio A-5 do que nos demais, além de cavidades menores sugestivas de precipitados $TiNi_3$, que teriam sido arrancados no preparo.

5.1.5 Propriedades mecânicas

5.1.5.1 Ensaio de tração

As curvas tensão-deformação convencionais, resultantes de três ensaios de tração do fio A0 e três do fio A-5, como recebidos, realizados à temperatura ambiente, estão mostradas na figura 5.16.

A tabela V-7 apresenta os valores das propriedades mecânicas, obtidos a partir das curvas da figura 5.16, juntamente com os fornecidos pelo fabricante.

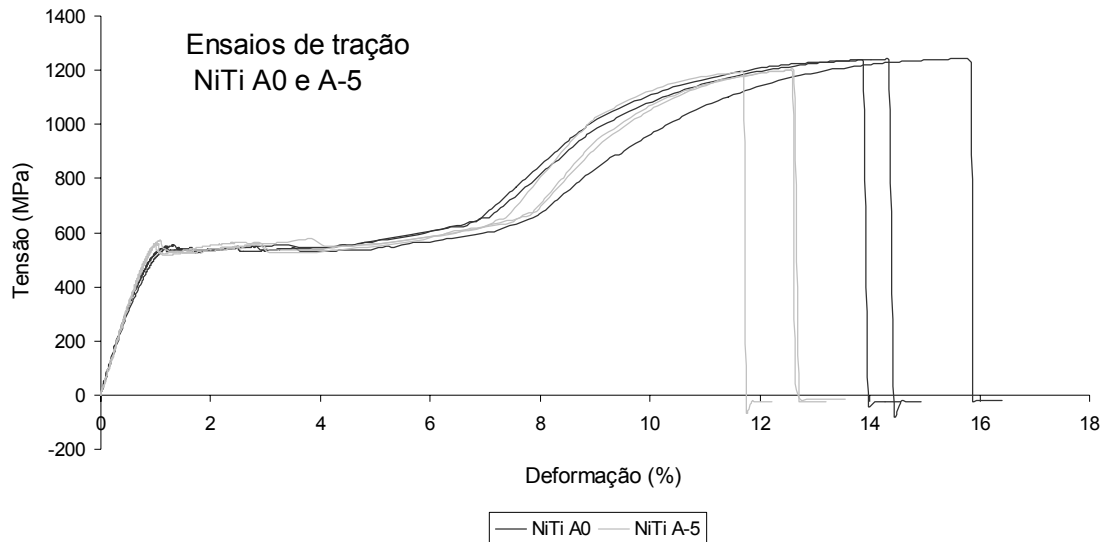


Figura 5.16 – Curvas tensão-deformação convencional para os fio A0 e A-5.

Tabela V.7 – Propriedades mecânicas dos fios A0 e A-5.

Propriedade	A0	A-5		Referência ^(*)
	Média (D.P.)	Média (D.P.)	(% em relação a A0)	
Tensão crítica de transformação martensítica (MPa)	552 (2)	565 (7)	2,4% maior	450 ($\varepsilon = 3\%$)
Tensão de propagação da transformação martensítica (patamar) (MPa)	533 (2)	522 (5)	2,1% menor	
Limite de resistência (MPa)	1240 (0)	1200 (0)	3,2% menor	1100 a 1150
Deformação máxima no patamar de transformação (%)	7,2 (0,4)	7,7 (0,3)	6,9% maior	max. 8%
Deformação na ruptura (%)	13 (1)	10,0 (0,5)	23,1% menor	min. 10%
Módulo de elasticidade da austenita (MPa)	70622 (1969)	68098 (1728)	3,6% menor	41000 a 75000
Módulo de elasticidade da martensita (MPa)	17856 (1401)	26133 (3443)	46,4% maior	

(*) valores de referência, fornecidos pelo fabricante, NDC – Nitinol Devices & Components

Os valores obtidos nos ensaios são compatíveis com os do fabricante, o qual faz a ressalva de que estes são apenas uma referência, uma vez que algumas das propriedades são altamente dependentes de tratamentos térmicos e da temperatura de ensaio.

Os valores das propriedades para os dois materiais mostraram-se muito próximos, com exceção da deformação na ruptura (plástica) – indicativa de ductilidade – (23,1% menor em A-5) e do módulo de elasticidade da martensita (46,4% maior em A-5). Entretanto, as curvas da figura 5.16 mostram que, dentro da faixa em que foram realizados os ensaios de fadiga, sob deformações de até 12%, as propriedades mecânicas dos dois fios são relativamente equivalentes.

A figura 5.17 apresenta duas das curvas obtidas por DIAS & BUONO (2004) para os fios A25 e A45, a partir das quais foram calculadas suas propriedades mecânicas.

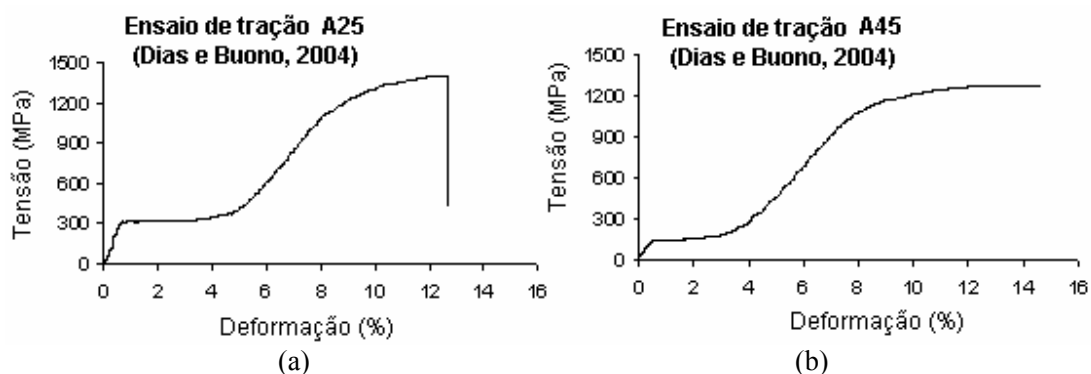


Figura 5.17 – Curvas tensão-deformação convencional para os fios (a) A25 e (b) A45.

Não foram observados patamares de transformação de fase R nestas curvas, o que parece coerente com o fato desta transformação ter sido observada nos resultados de DRX (seção 5.1.4.1), já estando, portanto, presente no material como recebido. Além disso, o patamar de reorientação de variantes desta fase pode ser pequeno o suficiente para não ser percebido nas curvas dos ensaios de tração (SABURI, 1998).

Na tabela V-8 estão listadas as propriedades mecânicas correspondentes.

Tabela V.8 – Propriedades mecânicas dos fios A25 e A45.

Propriedade	Média (D.P.)	
	A25	A45
Tensão crítica / escoamento (MPa)	310 (11)	100 (26)
Limite de resistência (MPa)	1.380 (35)	1.260 (27)
Deformação máxima no patamar (%)	4,4 (0,4)	3,0 (0,2)
Deformação máxima (%)	11 (2)	17 (2)
Módulo de elasticidade 1 (MPa)	60.000 (2.000)	26.800 (844)
Módulo de elasticidade 2 (MPa)	30.000 (4.024)	21.700 (587)

O valor da deformação máxima no patamar da curva do fio A25 situa-se entre os valores correspondentes aos fios A0/A-5 e A45 (tabelas V.7 e V.8), sugerindo que, no caso do fio A25, o patamar refere-se simultaneamente a reorientação de variantes de martensita e transformação de austenita retida.

O valor do módulo de elasticidade do primeiro trecho da curva do fio A25 (60GPa) está situado entre os valores atribuídos aos módulos da austenita (83GPa) e da martensita (de 28GPa a 41GPa) – tabela III.1. Já o módulo do segundo trecho ($E_2 = 30\text{GPa}$) situa-se dentro da faixa relativa à martensita.

No caso do fio A45, o valor dos módulos E_1 (27GPa) e E_2 (22GPa) não são incompatíveis com o valor atribuído à martensita (de 28GPa a 41GPa). Entretanto, estas constatações não parecem compatíveis com os resultados dos ensaios de DRX, que apontam a existência de austenita não apenas no fio A25, mas também no A45 (seção 5.1.4.1), reforçando a indicação de que as análises realizadas neste trabalho não são precisas o suficiente para tornar estes resultados conclusivos, principalmente no que concerne aos valores dos módulos de elasticidade.

Em síntese, as curvas tensão-deformação dos quatro fios analisados, apresentadas conjuntamente na figura 5.18, mostram consistência tanto entre si, quanto com as curvas encontradas na literatura (McKELVEY & RITCHIE, 2001). Assim, as curvas dos fios A0 e A-5 são muito semelhantes, com patamar de TM se estendendo até deformações entre 7% e 8%; a curva do fio martensítico (A45) apresenta um platô de demacção que acomoda metade da deformação acomodada pelos platôs de TM dos fios superelásticos; e a curva do fio bifásico (A25) posiciona-se entre as anteriores. As tensões críticas de TM e/ou de demacção, conforme o caso, são semelhantes nos fios A0 e A-5 e decrescem nos fios A25 e A45, nesta ordem. Com relação aos módulos de elasticidade, pode-se verificar que, também coerentemente, a inclinação da curva do fio A0 é maior que a do fio A25 que, por sua vez é maior que a do fio A45.

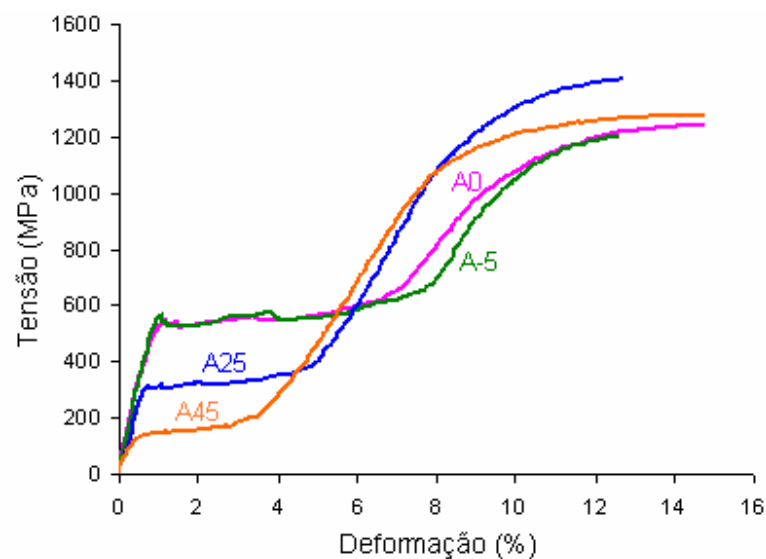


Figura 5.18 – Síntese: curvas tensão-deformação, em tração, dos fios A0, A-5, A25 e A45.

Tais conclusões ficam mais evidentes nos diagramas de barra da figura 5.19, que apresentam uma síntese das propriedades mecânicas, obtidas das curvas de tração dos quatro fios.

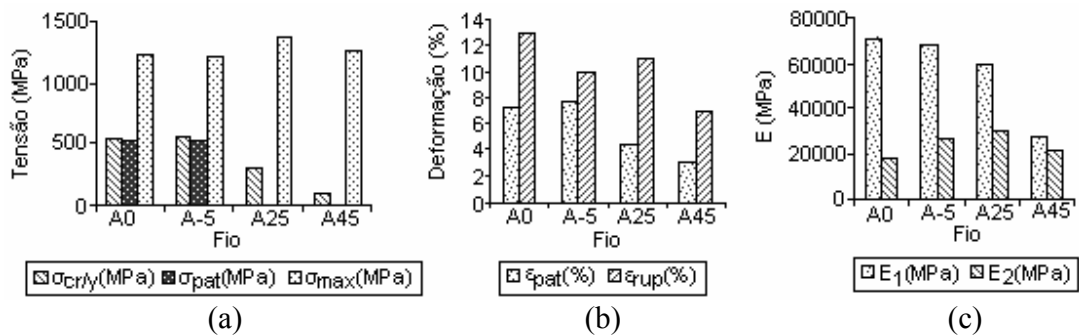


Figura 5.19 – Diagramas-síntese das propriedades mecânicas, em tração, dos fios A0, A-5, A25 e A45.

Na figura 5.19(a), $\sigma_{cr/y}$ é a tensão crítica de TM (fios A0 e A-5), tensão de escoamento da martensita (fio A45), ou uma mistura dos dois (fio A25), σ_{pat} é a tensão de propagação da TM (tensão no patamar) e σ_{max} , o limite de resistência. Na figura 5.19(b), ϵ_{pat} é a deformação máxima no patamar e ϵ_{rup} , a deformação na ruptura. Na figura 5.19(c), para os fios A0 e A-5, E_1 e E_2 representam o módulo de elasticidade da austenita e da martensita, respectivamente; para o fio A25, E_1 seria uma mistura dos dois e E_2 , uma mistura do módulo da martensita térmica e demaçada; para o fio A45, E_1 seria o módulo da martensita térmica e E_2 , o da martensita demaçada, conforme argumentação anterior.

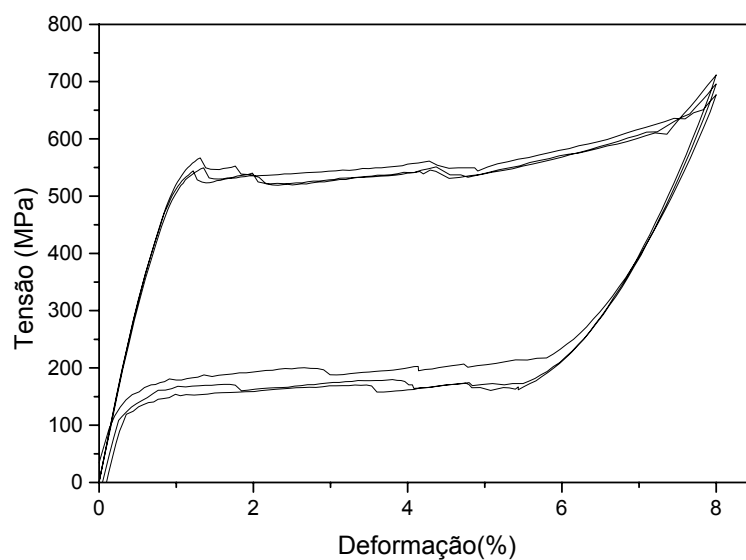
5.1.5.2 Ensaios de recuperação de forma

A capacidade do fio A0 recuperar a forma foi, como projetado, medida através de ensaios de dobramento, até deformação de 8% na fibra mais externa, e também em ensaios de carga e descarga sob tração até deformação de 8%. Já a recuperação de forma dos fios A25 e A45 foi medida através de ensaio de dobramento e aquecimento (efeito memória de forma). Estes foram dobrados até 5%, à temperatura de 20°C o fio A25 (em água) e 27°C o fio A45 (ao ar), e posteriormente aquecidos a 100°C. Os resultados (média de valores obtidos em três ensaios por tipo de fio) dos ensaios de dobramento estão apresentados na tabela V.9.

Tabela V.9 – Recuperação de forma dos fios A0, A25 e A45 em ensaios de dobramento.

Fio	Deformação máxima (%)	Recuperação da deformação (%)
A0	8	98,8
A25	5	95,3
A45	5	93,8

As curvas obtidas nos ensaios de carga e descarga sob tração do fio A0 estão mostradas na figura 5.20.

**Figura 5.20** - Curvas tensão-deformação do fio A0 - recuperação de forma após descarga.

Verifica-se, nessas curvas, deformações residuais menores que 0,125%, o que corresponde a uma recuperação de forma superior a 99%, confirmando o resultado obtido nos ensaios de dobramento.

5.2 Comportamento sob fadiga

5.2.1 Modelagem numérica

Alguns dos resultados obtidos com o modelamento da flexão do fio de aço no programa ANSYS®, descrito na seção 4.3.2, estão apresentados graficamente na figura 5.21, na qual a deformação do fio é vista a partir de quatro ângulos diferentes.

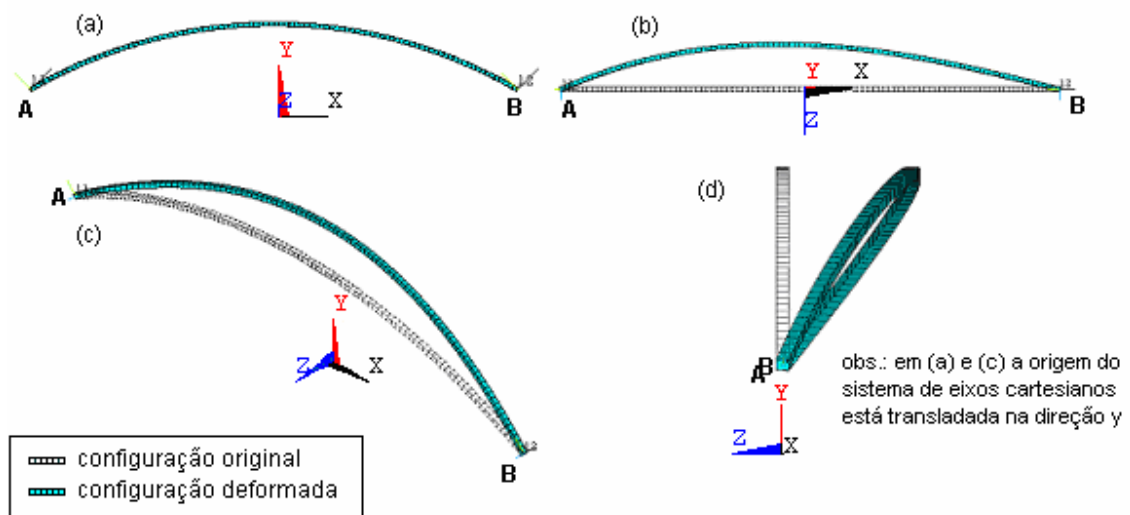


Figura 5.21 – Deformação do fio, quando sob efeito do momento de torção, mostrada junto à sua forma original, a partir de quatro ângulos diferentes.

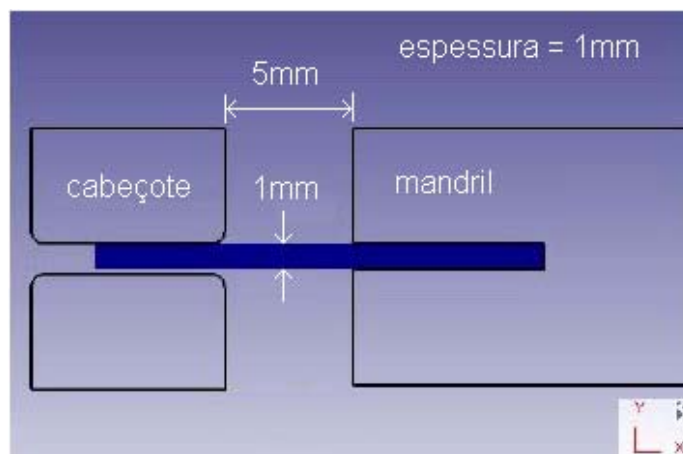
Na figura 5.21(b),(c),(d), fica clara a tendência do fio sair do plano em que originalmente se encontrava (plano x-y), em direção ao sentido negativo de z, sofrendo flexão no plano x-z (em torno de y). Estes deslocamentos, que no fio real ocorrem em grande parte com a deformação plástica do material, combinados com outros decorrentes de deformações produzidas durante o processo de rotação contínua sob flexão e não considerados no modelo, possivelmente são responsáveis pela “espiralização” do fio, tal como visto na figura 4.4. Além disso, em que pese a precariedade do modelo adotado em relação à complexidade das solicitações reais, é possível constatar no fio deformado uma assimetria

em relação ao eixo z (figura 5.21(b)), com maiores deslocamentos na metade mais próxima ao cabeçote (A). Tal efeito é consistente com o fato deste apoio possuir um grau de liberdade a mais (deslocamento linear) do que o mandril (extremidade B).

Não foi processado o modelo com as propriedades da liga de NiTi, devido a uma combinação de limitações do programa com limitações de tempo disponível, tendo em vista o escopo deste trabalho. Entretanto, a partir das imagens mostradas na figura 4.5, pode-se inferir que as propriedades de superelasticidade e/ou demacção desse material tornam os deslocamentos fora do plano (x-y) suficientemente pequenos para não induzir efeitos de 2ª ordem, quando sob sollicitações equivalentes às que os induzem no aço, produzindo espiralização.

Os resultados do processamento do segundo modelo numérico, no programa DEFORM®, conforme descrito na seção 4.3.2, estão apresentados nas figuras 5.22 a 5.29.

A figura 5.22(b),(c),(d),(e),(f) mostra as etapas de número 10, 40, 70, 90 e 100, respectivamente, de uma seqüência de flexão do material superelástico, com $\varepsilon_a = 11\%$. O esquema de cores representa os níveis de tensão efetiva (ou tensão equivalente) ao longo do comprimento e da altura do fio, isto é, $\bar{\sigma} = \frac{1}{\sqrt{2}} \left[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 \right]^{\frac{1}{2}}$, onde $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ são as tensões principais (critério de von Mises).



(a)

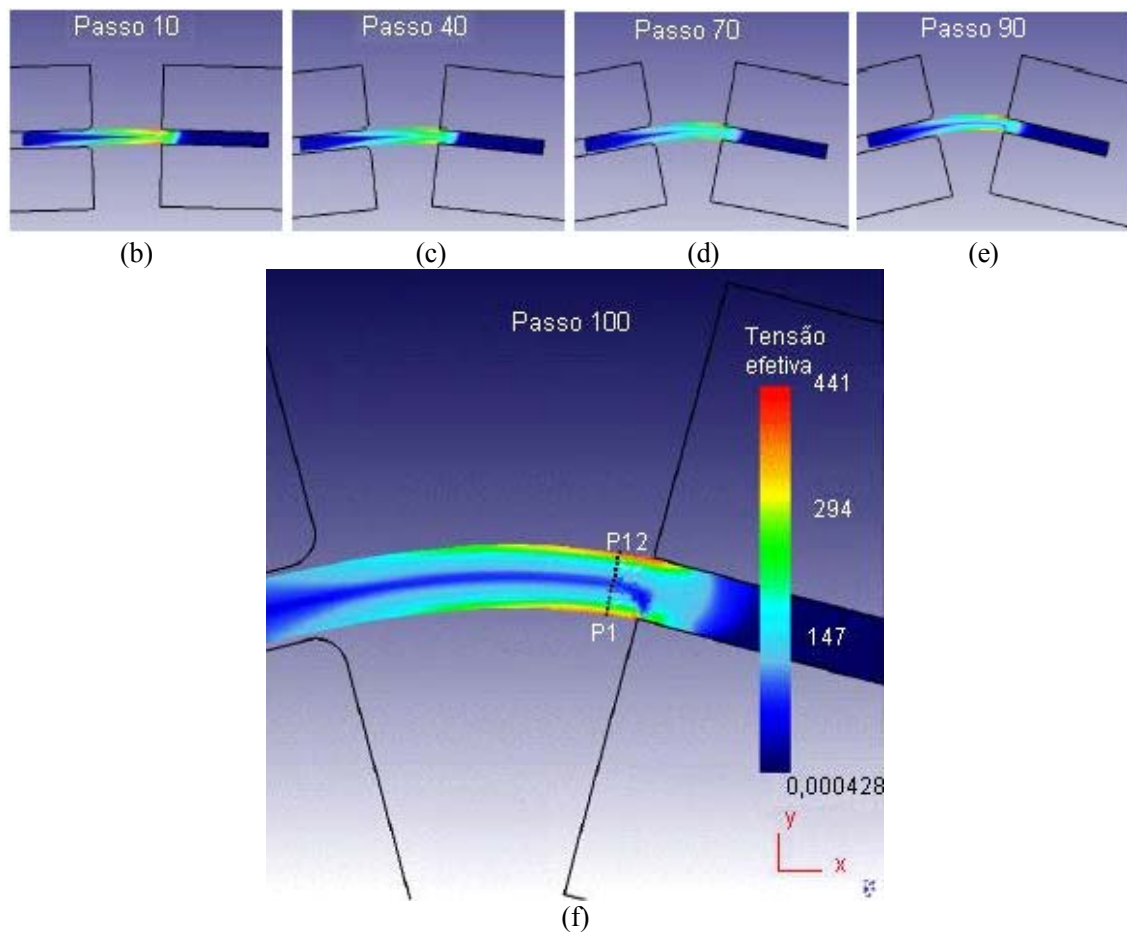


Figura 5.22 – Modelagem pelo **DEFORM**© do fio superelástico, com (a) configuração inicial, seguida de seqüência de configurações assumidas pelo fio nas etapas de número (b) 10, (c) 40, (d) 70, (e) 90 e (f) 100. Está representada a distribuição de tensões efetivas ao longo do fio.

A figura 5.22(f) não indica a ocorrência de deformações localizadas que produzam descontinuidade nos deslocamentos ao longo do comprimento do fio como consequência de mudanças de fase. O nível de tensão, conforme esperado, é mais alto nas fibras externas (no caso, compressão nas inferiores e tração nas superiores), e relativamente simétrico em relação ao eixo da barra (no caso, linha neutra). Também conforme esperado, as tensões são mais altas na extremidade próxima ao mandril, sendo este o apoio com menor número de graus de liberdade.

As tensões e deformações não-elásticas efetivas, ao longo de uma seção transversal próxima ao mandril (pontos P1-P12 mostrados figura 5.22(f)), estão apresentadas na figura 5.23(a),(b) para o caso de $\varepsilon_a = 11\%$ e, na figura 5.22(d,e), para o caso de $\varepsilon_a = 5,5\%$. A coordenada 0,0mm na seção transversal corresponde à fibra mais tracionada (superior) e a coordenada 1,0mm, à fibra mais comprimida (inferior).

Vale lembrar que as deformações estão subestimadas porque, além das deformações elásticas não terem sido consideradas na análise (figura 4.8), o modelo utilizado é geometricamente mais rígido que o fio real. Sob esse aspecto, visando corrigir as curvas de deformação efetiva, ainda de forma grosseira, foi somada às deformações não-elásticas de cada material sua deformação elástica (figura 4.8), esta corrigida pela relação entre momentos de inércia, isto é, para cada um dos três materiais, $\varepsilon_{\text{efetiva}} = \varepsilon_{\text{efetiva não-elástica}} + (\varepsilon_{\text{elástica}} \times 1,698)$. As curvas assim obtidas são mostradas na figura 5.23(c) e (f), nas quais as interrupções referem-se à região de deformações puramente elásticas de cada uma.

Ademais, a deformação não-elástica deveria ser acrescida de uma parcela referente ao efeito da diferença entre os momentos de inércia também no comportamento plástico e/ou superelástico, aproximando ainda mais os valores das deformações dos seus valores nominais (11% e 5,5%). Entretanto esse efeito não foi incorporado, uma vez que não é linear como na região elástica e um estudo menos simplificado do problema demandaria um esforço desproporcional ao objetivo da análise em si.

Cabe, ainda, observar que não foi considerada a assimetria da resposta do material a esforços de tração e compressão (LIU *et al.*, 1998 e 1999; XIE *et al.*, 1998; HU *et al.*, 2002), por não haver resultados experimentais disponíveis para o material. Acresce-se a isso a possível ocorrência de erros numéricos não desprezíveis (SORIANO, 2003).

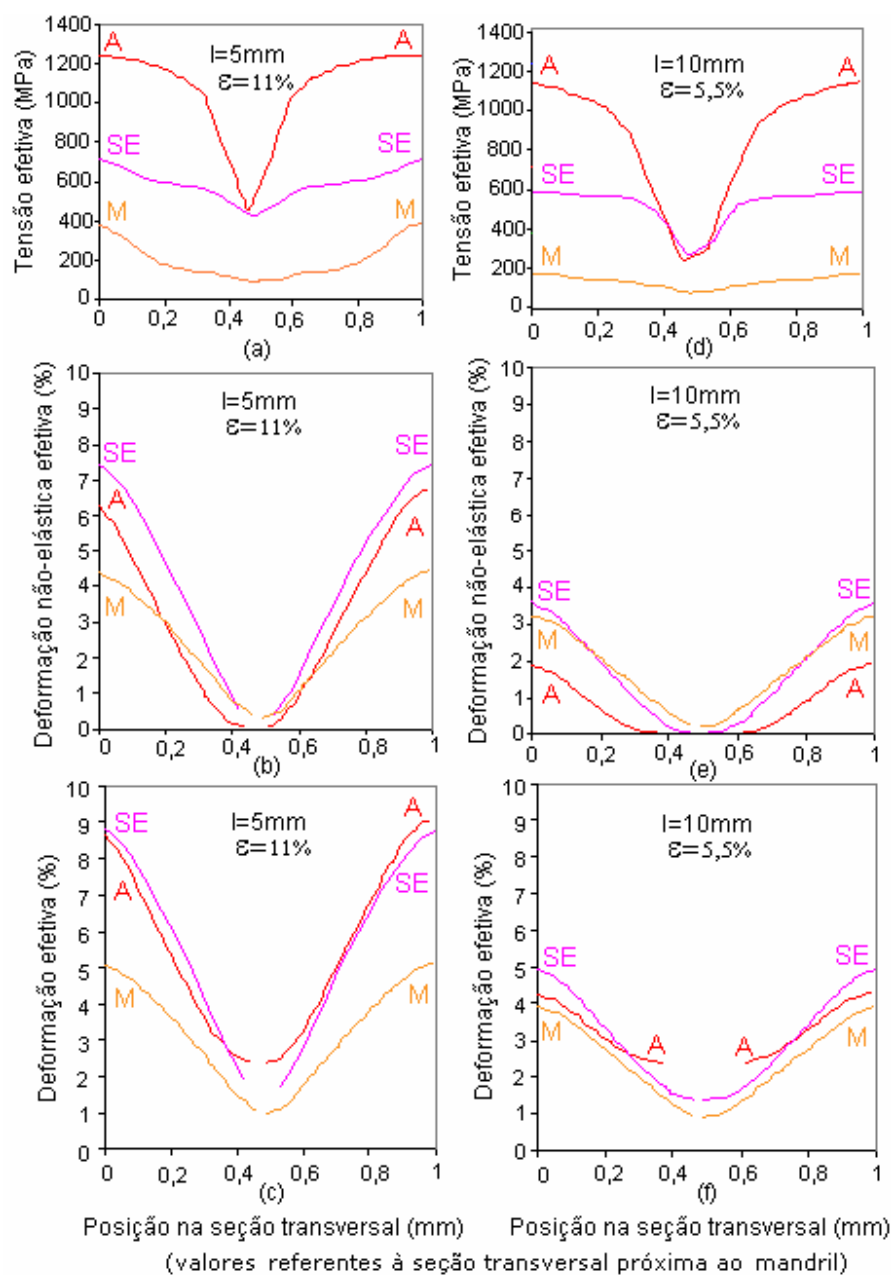


Figura 5.23 – Gráficos de (a), (d) tensão efetiva e (b), (c), (e), (f) deformação efetiva em uma seção transversal do fio, próxima ao mandril. Os gráficos (a), (b), (d), (e) foram construídos a partir de resultados obtidos diretamente do programa DEFORM®; (c), (f) incorporam o efeito das deformações elásticas, corrigidas pela relação entre os momentos de inércia.

Dessa maneira, as curvas de deformação efetiva, apresentadas na figura 5.23, devem ser consideradas apenas indicativas do comportamento, principalmente o relativo, dos três materiais. Verifica-se que, no caso de $\varepsilon_a=11\%$, as deformações da austenita e SE são bem semelhantes entre si e, nos extremos, aproximam-se do valor nominal, enquanto as deformações da martensita são bem menores. Já no caso de $\varepsilon_a=5,5\%$, as três curvas estão bastante próximas umas das outras.

Um aspecto relevante, quando se compara o comportamento dos três materiais, é a diferença na tensão desenvolvida durante a flexão do fio, tendência esta que fica clara nas curvas da figura 5.23(a),(d). No modelo analisado, a imposição de uma deformação nominal de $\varepsilon_a=11\%$ nas fibras externas (calculada por geometria, considerando comportamento linear) produz na austenita estável uma tensão de aproximadamente 1240MPa nestas fibras, enquanto no fio SE é desenvolvida uma tensão de cerca de 720MPa. Cotejando as curvas da figura 5.23(a) e 4.8(b), verifica-se que a seção transversal da austenita, no modelo analisado, encontra-se deformada plasticamente em toda a região a partir de uma distância de $\sim 0,12\text{mm}$ da linha neutra. No material superelástico, ao contrário, a tensão máxima de 720MPa corresponde, na curva constitutiva, a uma região de reorientação de variantes e/ou deformação elástica da martensita recém-transformada. Desse modo, o material ainda não sofre deformação plástica volumetricamente relevante, isto é, a seção transversal encontra-se sob deformação elástica da austenita e/ou por transformação fase e/ou por reorientação de variantes da martensita e/ou sob deformação elástica da martensita.

Já no material martensítico, toda a seção encontra-se na região de reorientação de variantes e/ou deformação elástica, e a deformação efetiva é significativamente menor que a verificada nos outros dois materiais. Essas características estão representadas na figura 5.24(a), através da correspondência entre as curvas de tensão efetiva da figura 5.23(a) com um modelo de seção transversal dos três fios, apresentando com tons diferentes as regiões sob regimes diferentes em cada material.

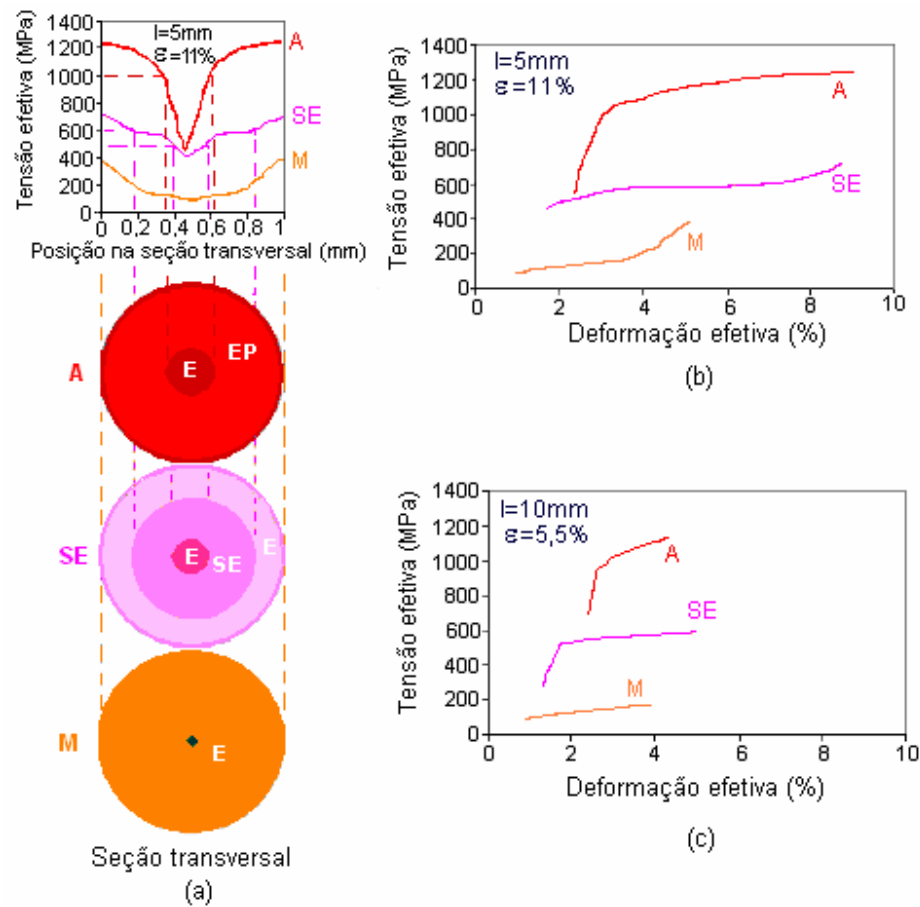


Figura 5.24 – (a) Correspondência entre curvas de distribuição de tensão efetiva e regime de deformação na seção transversal de cada um dos materiais (deformações correspondentes à máxima tensão desenvolvida caso se impusesse ao fio, na configuração fletida, uma rotação completa em torno do eixo da barra); (b) (c) curvas tensão efetiva-deformação efetiva ao longo da seção transversal dos três materiais, para $\epsilon_a=11\%$ e $\epsilon_a=5,5\%$, respectivamente, obtidas a partir dos resultados da análise numérica.

Nessa representação, em cada ponto da seção tomou-se a deformação correspondente à máxima tensão desenvolvida caso se impusesse uma rotação completa em torno do eixo da barra, na configuração fletida. Dessa forma, na figura 5.24(a), na austenita a zona I refere-se à região que na sua pior situação estaria sob regime elástico, enquanto a zona II, à região sob regime elasto-plástico. No material superelástico, a zona 1 corresponde à região de comportamento elástico da austenita parente, a zona 2, à de transformação de fase e a zona 3, à de reorientação de variantes e/ou regime elástico da martensita recém-transformada.

No fio martensítico, toda a seção encontra-se sob regime elástico e/ou reorientação de variantes.

As curvas da figura 5.24(b),(c), construídas a partir dos resultados da análise numérica para $\epsilon_a=11\%$ e $\epsilon_a=5,5\%$, respectivamente, mostram este comportamento através da relação tensão efetiva-deformação efetiva ao longo da seção transversal dos três materiais. Verifica-se que para deformações semelhantes são desenvolvidas tensões significativamente diferentes, decrescendo na ordem austenita-SE-martensita. Porém, no caso de deformações nominais maiores (11%), não apenas as tensões são diferentes, mas a deformação efetiva máxima na martensita é ~50% menor que a dos outros dois materiais.

Diferentemente do caso das tensões, a discrepância nos valores da deformação indica, possivelmente, tanto a incapacidade de o modelo empregado representar satisfatoriamente o fenômeno, quanto a importância de alguns efeitos não considerados na análise do comportamento sob fadiga, dentre eles a alteração da configuração do fio, de um material para outro. Para analisar mais detalhadamente esses efeitos, as configurações deformadas dos três tipos de fio ($\epsilon_a=11\%$) estão mostradas na figura 5.25. Representadas separadamente na figura 5.25(a), em que o esquema de cores mostra a distribuição de deslocamentos lineares na direção y (vertical na figura), as três configurações estão justapostas na figura 5.25(b), onde, para maior clareza, estão representadas apenas as fibras superior e inferior de cada fio.

Percebe-se, na figura 5.25, que a curvatura do fio martensítico na região do mandril é menor que a do fio austenítico, esta seguida de perto pela do fio SE. Em outras palavras, o fio martensítico, nesse modelo, responde às solicitações com uma parcela maior de seu comprimento, distribuindo-as mais uniformemente ao longo de seu eixo, deslocando para a esquerda o ponto de maior deslocamento na direção y e reduzindo seu valor. Isso parece indicar que, nos ensaios de fadiga realizados, estão sendo comparados valores de vida em fadiga de fios com deformações nominais iguais, porém, na verdade, diferentes (figuras 5.23 e 5.24).

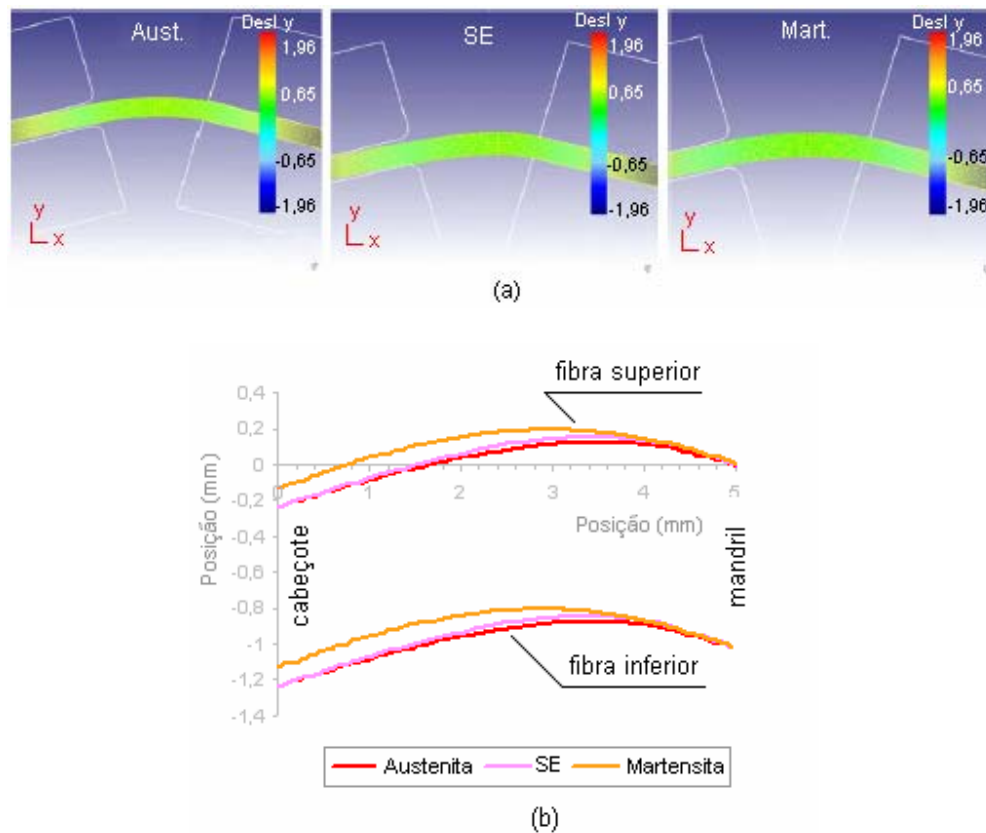


Figura 5.25 – Configurações deformadas dos fios austenítico, superelástico e martensítico representadas (a) separadamente; (b) justapostas.

Entretanto, não se pode perder de vista as já mencionadas simplificações adotadas no modelo - impedimento de deformações fora do plano, não consideração da menor rigidez da seção real nas deformações não-elásticas, acrescidas de outras, tais como alguma inadequação do modelo à considerável não-linearidade física do problema, em certa medida diferente da não-linearidade apresentada na região de deformações plásticas de materiais convencionais. Essas simplificações, aparentemente, não apenas tornam o modelo mais rígido do que o fio real, como a diferença entre a rigidez do modelo e a real pode não ser a mesma para os três materiais. Além disso, as deformações nominais foram calculadas a partir de considerações puramente geométricas, adotando comportamento linear e geometria perfeitamente simétrica. Porém, sob esse ponto de vista, no caso de austenita e SE, a concentração de deformações na região do mandril, obtida na análise

numérica, justificaria uma deformação local maior que a nominal (raio de curvatura menor), enquanto, no caso da martensita, seria esperada uma configuração deformada mais próxima à nominal.

O comportamento desses materiais na presença de concentradores de tensão, no que diz respeito às diferentes tendências de distribuição de tensões e deformações, foi analisado, também, no programa DEFORM©. Para tanto, modelou-se uma barra simétrica com entalhe (figura 5.26(a)), sob estado plano de deformação (espessura 1mm), submetida a ensaio de dobramento (flexão de três pontos), impondo-se uma flecha de 2mm (figura 5.26(c)). Foi processada a metade direita da barra, com a malha mostrada na figura 5.26(b).

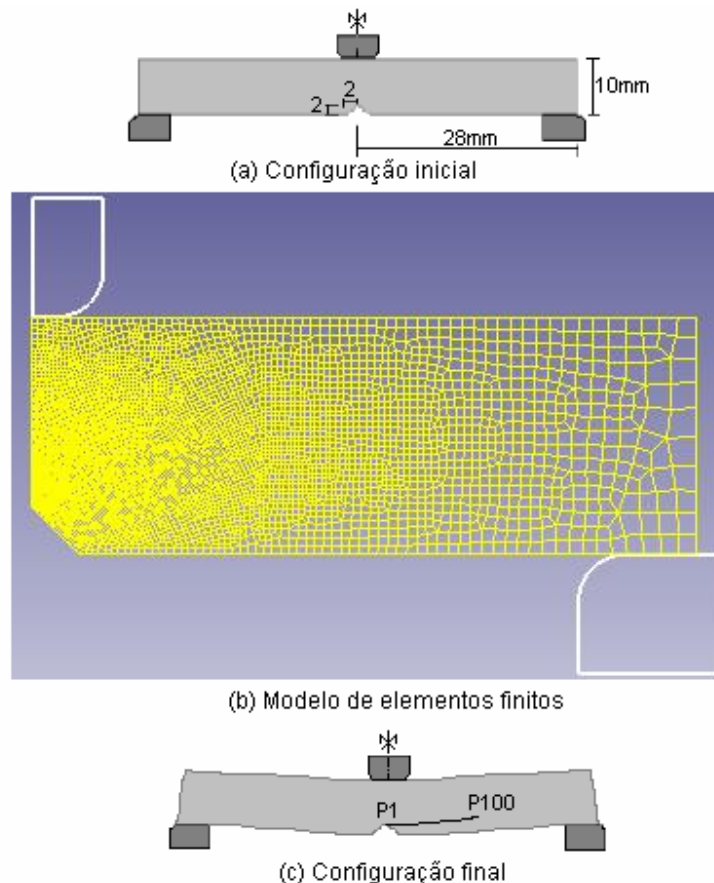


Figura 5.26 – Modelo processado no programa DEFORM© (a) configuração inicial; (b) malha de elementos finitos para a metade direita do modelo; (c) configuração após a deformação.

A figura 5.27 mostra a distribuição de deformações efetivas (a),(c),(e) e de tensões efetivas (b),(d),(f) (vista geral e detalhe da região do entalhe), obtidas para os três materiais, e a figura 5.28(a),(b) e (c) apresenta as curvas deformação efetiva-posição e tensão efetiva-posição ao longo da linha P1-P100 mostrada na figura 5.26(c).

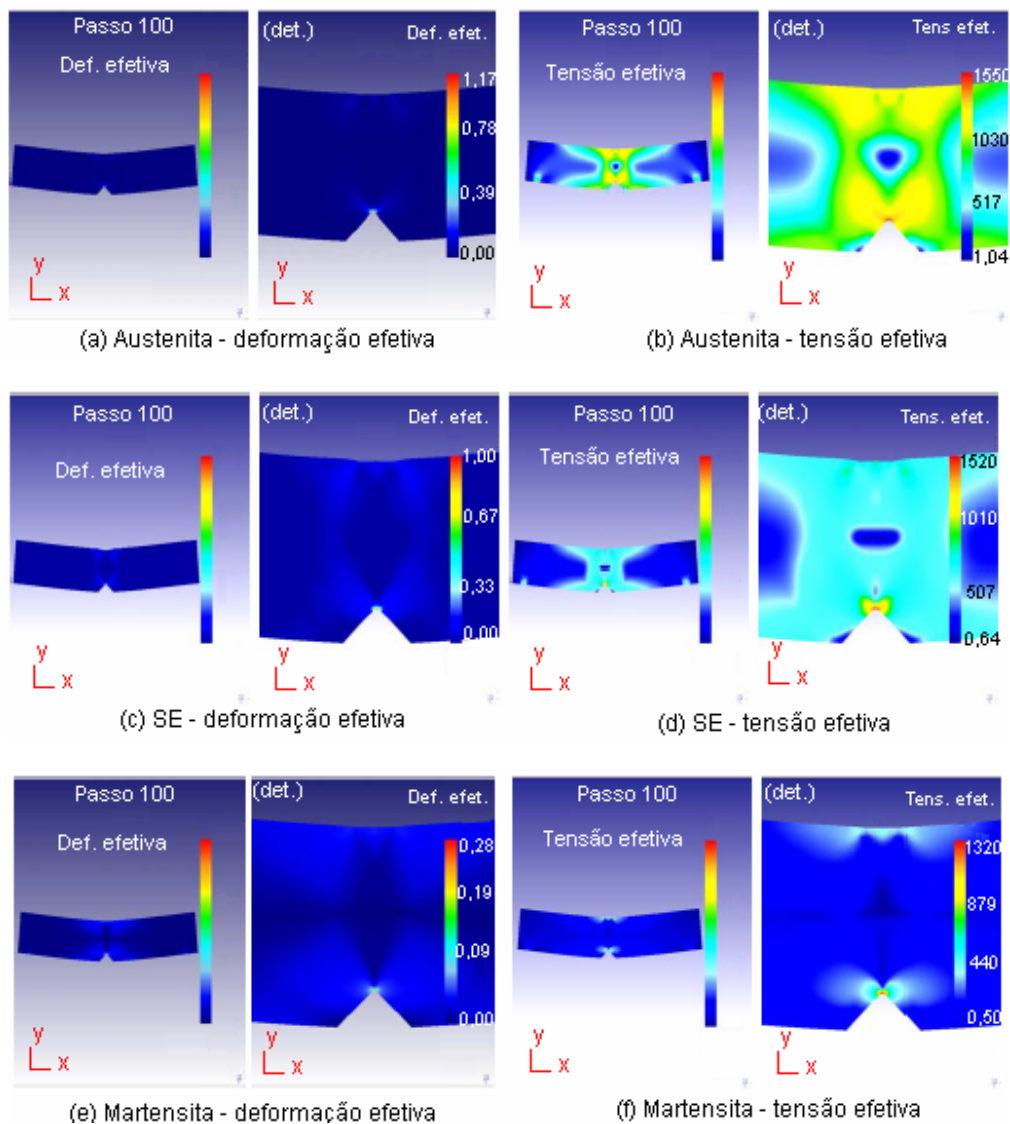


Figura 5.27 – Distribuição de deformações e tensões efetivas nos fios (a), (b) austenítico, (c), (d) superelástico e (e), (f) martensítico, obtida pelo programa **DEFORM**®, mostrada também em detalhe na região do entalhe.

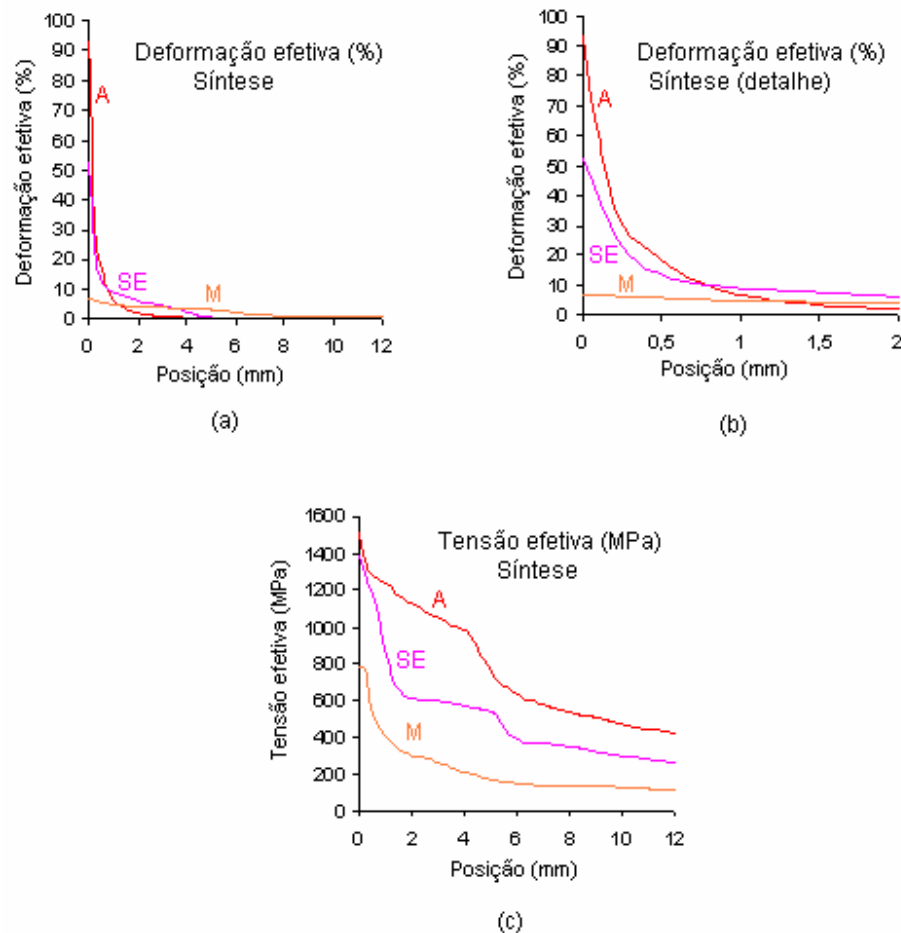


Figura 5.28 – Distribuição de (a), (b) deformação efetiva e (c) tensão efetiva ao longo da linha P1-P100 mostrada na figura 5.26(c). As curvas referem-se à metade direita da barra.

Esses resultados indicam que, também neste problema, verificam-se diferenças importantes na distribuição tanto da deformação efetiva quanto da tensão efetiva ao longo do comprimento da barra, comparando-se os três materiais. No caso da deformação, a austenita apresenta os maiores valores e a deformação decresce rapidamente à medida que se afasta do entalhe; a martensita assume valores bem menores, porém o efeito é amortecido mais lentamente, fazendo com que um comprimento maior do fio esteja sujeito a deformações importantes; o material superelástico assume valores intermediários na maior parte da região. Já as curvas de tensão (figura 5.28(c)) mostram pouca diferença nos

valores máximos para austenita e SE, e valores bem mais baixos na martensita. Mas, neste caso, a distribuição das deformações parece ser semelhante nos três materiais.

Entretanto, ao representar a configuração deformada dos três materiais (figura 5.29) a partir dos resultados da análise numérica, verifica-se que elas praticamente se superpõem.

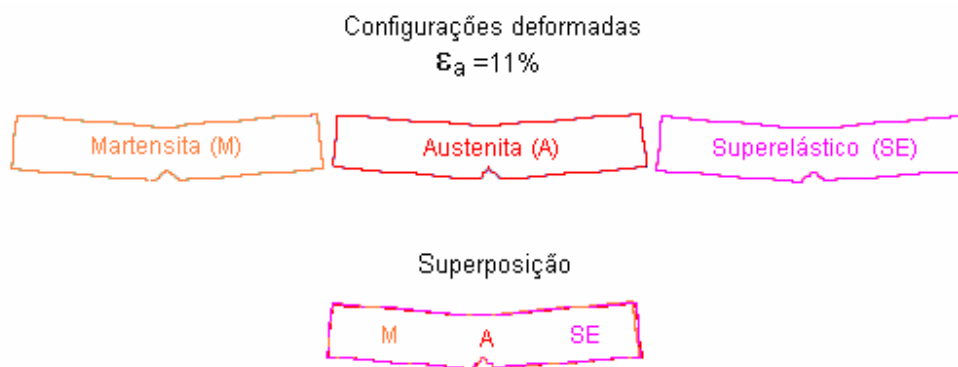


Figura 5.29 – Configuração deformada de barras dos três materiais (separadas e superpostas).

Essas considerações reforçam a tese de que a distribuição de tensões e deformações, obtida com esse modelo numérico, deve ser tomada apenas como indicativa do comportamento real, isto é, os resultados representam apenas as tendências gerais, principalmente tendências relativas entre os três materiais. A construção de um modelo numérico que represente mais fielmente o comportamento real, assim como a adoção de parâmetros (obtidos experimental ou numericamente) que constituam referências para a representação, demanda esforços que vão além do escopo do presente trabalho.

De qualquer forma, a despeito das deficiências dos modelos numéricos adotados, os resultados aqui obtidos parecem indicar tendências importantes para a compreensão do comportamento sob fadiga desses materiais. Dentre elas, podem ser destacadas:

a) Os estados de tensão atuantes no fio durante o ensaio de fadiga por flexão-rotativa envolvem efeitos de acoplamento de tensões (flexo-torção). Além disso, as solicitações não

são simétricas, produzindo deformações mais acentuadas na extremidade próxima ao mandril. Entretanto, as ligas de NiTi parecem responder bem a tais solicitações, sendo capazes de suportar grandes amplitudes de deformação, sem que a tendência a espiralização do fio inviabilize seu emprego, como no caso do aço inoxidável.

b) Quando submetidos a deformações semelhantes, os fios modelados desenvolvem tensões diferentes decrescendo na ordem austenita-SE-martensita, com ênfase para o valor significativamente reduzido que assumem no fio martensítico.

c) As deformações sofridas pelo fio martensítico são mais uniformes ao longo de seu eixo do que nos outros dois, fazendo com que as deformações máximas sejam menores.

Cabe ressaltar que as características apresentadas pelo fio martensítico nos modelos analisados, se de fato representam características reais, podem influir favoravelmente no seu comportamento em fadiga.

5.2.2 Resultados dos ensaios de fadiga (curvas ϵ_a-N_f)

Na grande maioria dos ensaios, a ruptura ocorreu na região próxima ao mandril, possivelmente porque, além de ser a região já com maior tensão devida à flexão inicial para posicionamento do fio no equipamento (de acordo a modelagem numérica), é a região onde se dá a transmissão de esforço do motor ao fio. Os fios de NiTi, nas cinco formas ensaiadas, apresentaram maior vida em fadiga do que o aço para todos os valores de deformação impostos. Os resultados obtidos nos ensaios de fadiga por flexão rotativa, tanto para os fios de NiTi quanto para os de aço, estão mostrados na figura 5.30, através dos gráficos ϵ_a-N_f . Estão traçadas, também, as curvas de tendência, para cada caso, com as respectivas equações e coeficientes de correlação (R^2).

As curvas de tendência, na maioria dos casos, parecem representar satisfatoriamente o comportamento, notadamente na região de alto-ciclo, uma vez que os coeficientes de correlação são maiores que 0,94.

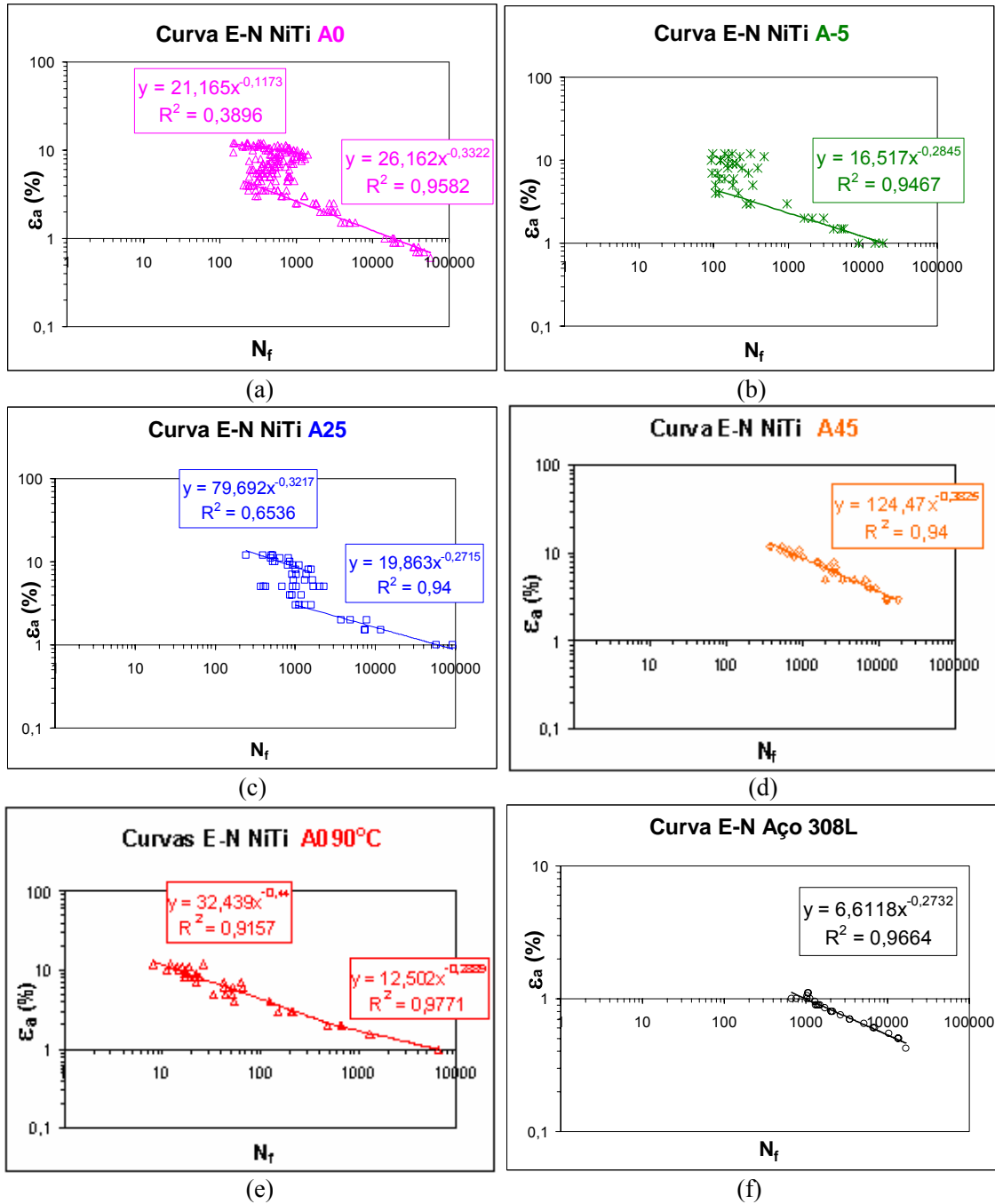


Figura 5.30 – Resultados dos ensaios (curvas ϵ_a - N_f) com os fios (a) NiTi A0; (b) NiTi A-5; (c) NiTi A25; (d) NiTi A45; (e) NiTi A0 à 90°C; (f) aço 308L.

Estas curvas sugerem a ocorrência de dois comportamentos distintos:

1. Os fios A45, A0 90°C e aço (figura 5.30(d), (e), (f), respectivamente) apresentam comportamento semelhante ao de materiais metálicos convencionais. No caso do A0 90°C, configuram-se duas curvas de inclinações diferentes, cujas equações são consistentes com a de Coffin-Manson, $\Delta\varepsilon = C(2N_f)^\beta$, com valor de β próximo a $-0,5$ na região correspondente às grandes deformações e a $-0,2$ na região correspondente às pequenas deformações (SURESH, 2003; TOBUSHI *et al.*, 1997; TOBUSHI *et al.*, 2000; YANG, 1997; MIYAZAKI *et al.*, 1999; SAWAGUCHI *et al.*, 2003; EGGELER *et al.*, 2004; WAGNER *et al.*, 2004). Ademais, a mudança de inclinação ocorreu com N_f próximo de 10^3 , valor este igual ao convencional para o limite entre baixo e alto-ciclos. Já a curva do aço apresenta, no trecho ensaiado, apenas uma inclinação (β próximo a $-0,2$), assim como a curva de A45, esta com β próximo a $-0,4$. Com base nos valores convencionais de β para alto e baixo ciclos, pode-se inferir que a curva do aço refere-se à sua região de alto ciclo, coerentemente com o valor convencional de $N_f \geq 10^3$. No caso do fio A45, o valor de β corresponde a N_f entre 200 a 20.000, aproximadamente, sugerindo que os parâmetros usuais, relacionando o limite entre alto e baixo ciclos com valores de amplitude de deformação, não devem se aplicar a este material. De qualquer forma, o fio de NiTi martensítico (A45) apresentou vida em fadiga da ordem de 100x maior do que a do fio austenítico (A0 90°C), em toda a faixa de deformações estudada, coerentemente com o fato do NiTi ser mais macio na forma martensítica, de apresentar reorientação de variantes (demaclação) e de análises microfractográficas, apresentadas por BAHIA *et al.* (2006), terem revelado um possível efeito da microestrutura através de múltipla nucleação de trincas secundárias, em variantes de martensita e contornos de macla. Tal efeito foi também detectado no presente trabalho e está apresentado na seção 5.3.3.
2. Já o comportamento dos fios A0, A-5 e A25 (figura 5.30(a), (b), (c), respectivamente), os dois primeiros austeníticos superelásticos e o terceiro bifásico, mostrou-se significativamente diferente do convencional. Nos três casos, os pontos correspondentes a amplitudes de deformação relativamente baixas configuram

curvas com $\beta \approx -0,3$, correspondendo aos trechos de valor elevado de N_f , decrescendo com o aumento da deformação até $N_f \approx 1000$ para A25, $N_f \approx 400$ para A0 e $N_f \approx 100$ para A-5. Entretanto, a partir de certo valor de ϵ_a , há uma tendência de aumento de N_f com a deformação, a despeito da grande dispersão dos pontos. O aumento subsequente de ϵ_a produz, a partir de determinado ponto, um retorno à tendência usual, de decréscimo de N_f . Devido a esta alternância entre as tendências de N_f , as curvas assumem a forma aproximada de um “Z”.

3. O fato da curva do fio A0, quando ensaiado a 90°C , mostrar comportamento semelhante ao de materiais estáveis (A45 e aço), sem o “Z” que apresentaram os materiais superelásticos (inclusive o próprio A0 à temperatura ambiente), parece confirmar a hipótese de que, nesta temperatura, o material encontra-se na forma austenítica estável, isto é, 90°C é maior que M_d deste material.

Na figura 5.31 os mesmos resultados encontram-se superpostos. Na figura 5.32(a), as curvas ϵ_a-N_f foram construídas com os valores médios de N_f para cada amplitude de deformação, e estão apresentadas com os respectivos coeficientes de correlação; na figura 5.32(b) estão apresentados esquemas dessas curvas.

A tendência geral de cada curva, observada nos gráficos da figura 5.31, aparece mais bem definida nas curvas da figura 5.32(a). Com o esquema das curvas, mostrado na figura 5.32(b), pretendeu-se apenas ressaltar as tendências observadas, sem preocupação com um tratamento rigoroso dos dados. Nas considerações que se seguem, excluiu-se a curva do aço, visto tratar-se de material distinto, incluído neste trabalho apenas para efeito de comparação com o NiTi.

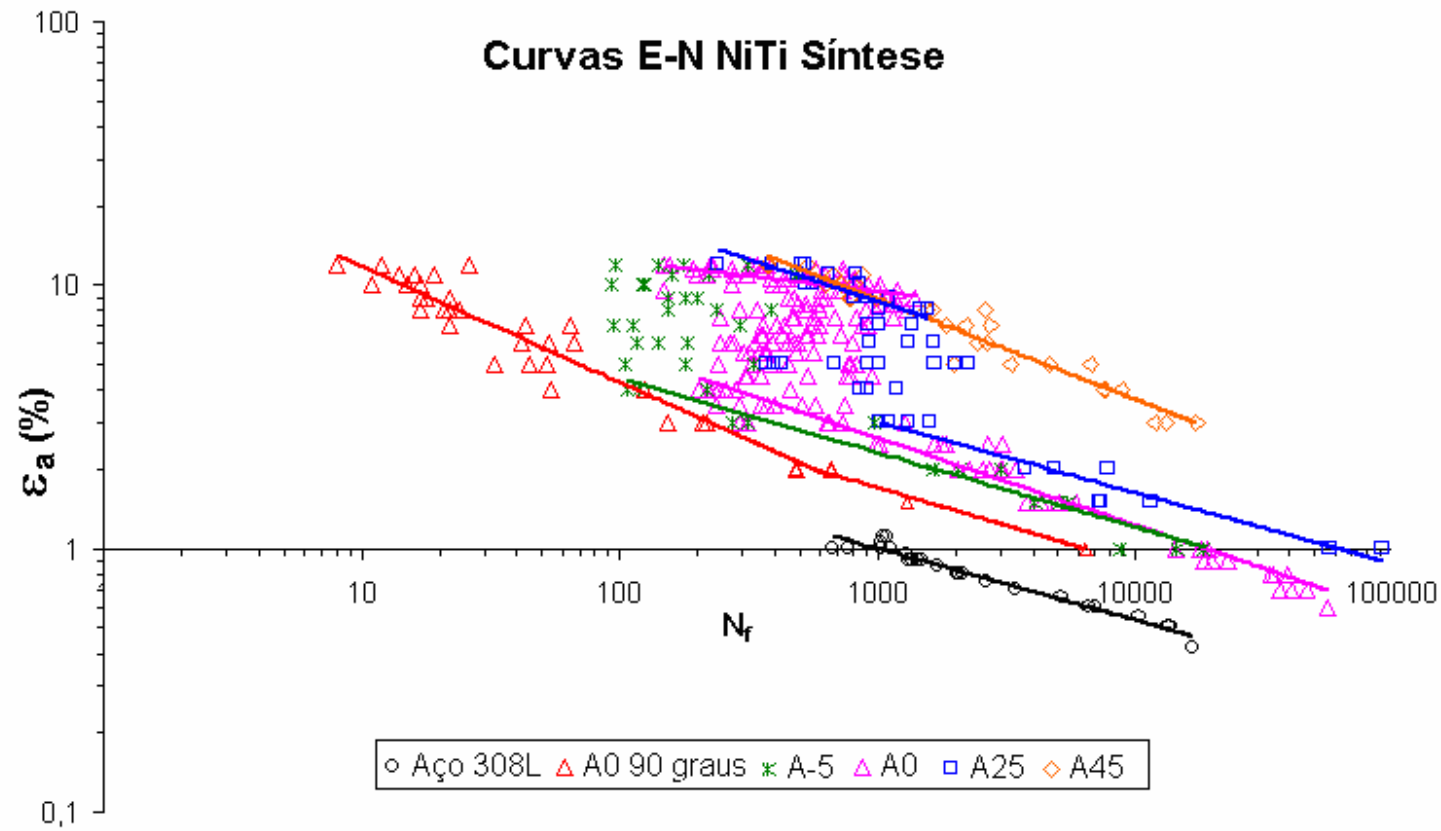
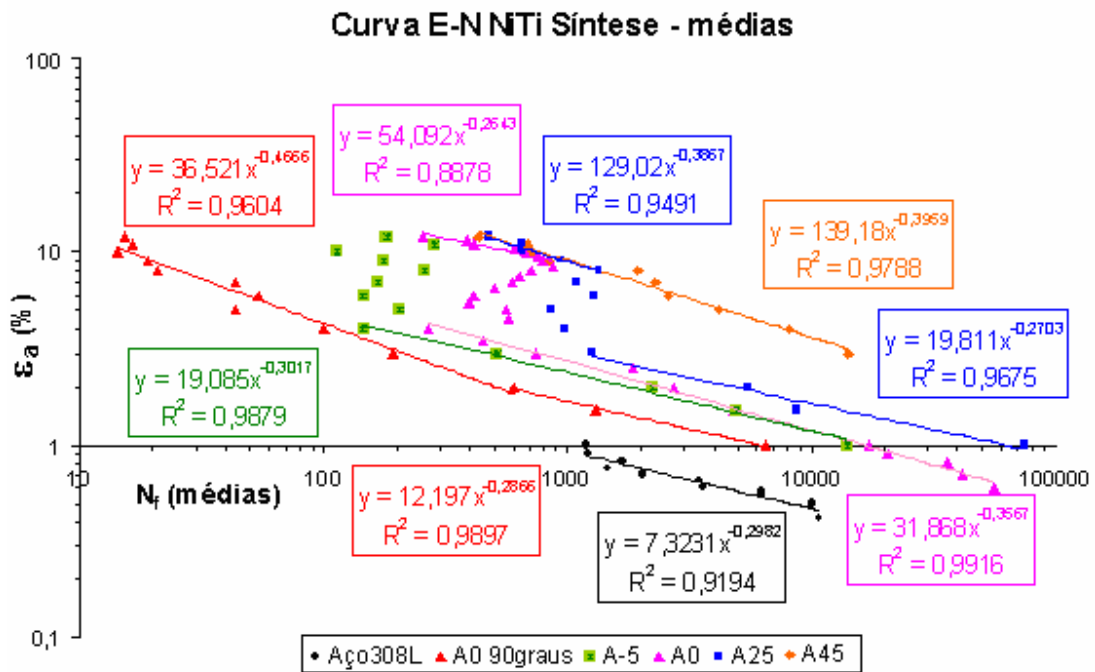
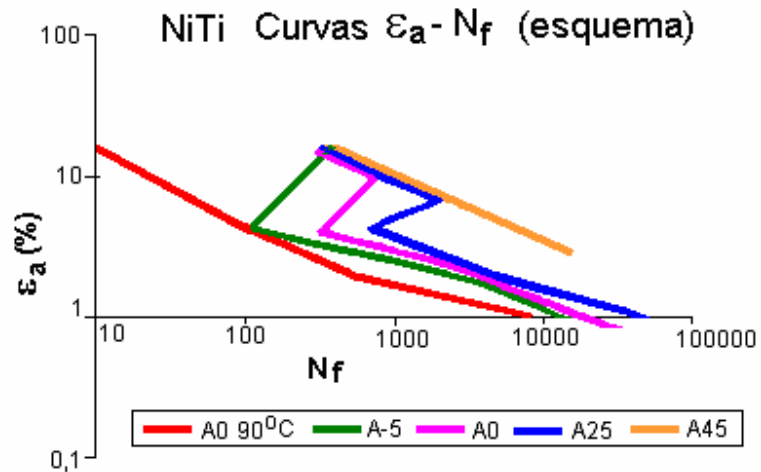


Figura 5.31 - Curvas ϵ_a - N_f dos fios de NiTi (A0, A0 90C, A-5, A25 e A45) e aço inoxidável 308L.



(a)



(b)

Figura 5.32 – Curvas ϵ_a - N_f dos fios de NiTi (A0, A0 90C, A-5, A25 e A45) e aço inoxidável 308L para (a) valores médios de N_f ; (b) esquema dos resultados.

É possível observar na figura 5.32 que:

- 1) As três curvas referentes aos materiais superelásticos e bifásico encontram-se na região limitada pelas curvas do material nas formas estáveis, tendo como limite inferior a do fio austenítico estável (A0 90°C) e limite superior a do fio martensítico estável (A45).
- 2) A curva do material bifásico (A25) encontra-se mais próxima à do martensítico estável, seguida pelas curvas dos fios superelásticos A0 e A-5, nesta ordem.
- 3) Na região de maiores valores de N_f , as três curvas (A0, A-5, A25) encontram-se próximas umas das outras e mais próximas da curva do fio austenítico do que do martensítico.
- 4) Na região de menores N_f , as três curvas aproximam-se da curva do material martensítico, com as de A0 e A25 praticamente superpostas àquela. A curva do A-5 parece seguir tendência semelhante, porém a confirmação dessa hipótese só seria possível com resultados de ensaios sob deformações maiores que 12%.
- 5) As três curvas, A25, A0 e A-5, nesta ordem, iniciam seu afastamento da região da curva austenítica sob valores semelhantes de amplitude de deformação, porém com valores decrescentes de N_f , e atingem a região da curva martensítica sob valores decrescentes de N_f e, em menor medida, crescentes de ϵ_a .
- 6) O “Z” descrito pelas curvas superelásticas e bifásica deve-se ao seu afastamento da região da curva austenítica, em direção à região da curva martensítica, com o aumento da deformação.

Estas constatações, à luz da hipótese apresentada na seção 5.1.2, de que o fio A-5 teria comportamento semelhante ao do A0 a uma temperatura mais alta (mas ainda inferior a M_d); o fio A25, ao do A0 a uma temperatura mais baixa (já bifásico); o fio A45, ao do A0 a uma temperatura baixa o suficiente para que seja martensítico estável; e que o fio A0 a 90°C encontra-se na forma austenítica estável, permitem inferir que:

- 1) NiTi martensítico apresenta, sob as mesmas condições, vida em fadiga substancialmente maior (~100x) que o NiTi austenítico e as curvas ϵ_a - N_f desses materiais, no caso estudado, são praticamente paralelas.

- 2) NiTi superelástico e bifásico comportam-se de maneira híbrida: como o austenítico para valores relativamente baixos de ϵ_a , e como o martensítico para valores elevados de ϵ_a , sugerindo que, a partir de determinado valor de deformações, ocorre mudança de fase em volume suficiente para mudar o padrão de comportamento do material, desviando a resposta em direção à curva do material martensítico, o que se traduz em aumento da vida em fadiga com o aumento de ϵ_a , até que seja atingida a curva do material martensítico.
- 3) O início da transição de um comportamento para o outro se dá sob deformações semelhantes nos três fios, cerca de 4% (figura 5.32), porém as curvas atingem a região martensítica tão mais rapidamente (menores ϵ_a) quanto menos estável for a austenita parente, isto é, quanto menor A_f .
- 4) Como está bem estabelecido na literatura, tanto para materiais de comportamento convencional (SURESH, 2003) quanto para NiTi (TOBUSHI *et al.*, 2000; SAWAGUCHI *et al.*, 2003; WAGNER *et al.*, 2004; EGgeler *et al.*, 2004), o aumento da temperatura do ensaio em geral diminui a vida em fadiga, tão mais fortemente quanto maior for esse aumento. Tal efeito pode ser identificado no conjunto das duas curvas de A0, à temperatura ambiente e a 90°C, na região de pequenos ϵ_a , faixa de comportamento austenítico do material superelástico, em que a vida em fadiga a 90°C é significativamente menor que à temperatura ambiente.
- 5) No caso de aumento relativamente pequeno na temperatura do ensaio, (como parece ser o caso do conjunto das curvas de A0 e A-5 na região de pequenos ϵ_a , uma vez que A-5 comporta-se como A0 a uma temperatura de ensaio mais alta), este aumento pode não ser suficiente para afetar negativamente a vida em fadiga, o que é consistente com a superposição das curvas dos dois fios, até $\epsilon_a \approx 2\%$. A partir desse valor de amplitude de deformação, até $\epsilon_a \approx 4\%$, o fio A0 apresenta valores maiores de vida em fadiga que o A-5, parecendo indicar que o aumento de temperatura produzido durante a ciclagem torna-se parcela importante da temperatura total, atingindo, no conjunto, um nível capaz de alterar o comportamento do material, reduzindo a vida em fadiga do A-5 em uma proporção maior que a do A0. Tal interpretação parece consistente com a literatura, uma vez que, na faixa de grandes deformações, o aumento da temperatura

gerado com a ciclagem pode, por si só, produzir calor suficiente para reduzir a vida em fadiga de materiais convencionais (SURESH, 2003). A diferença na posição das duas curvas ainda permanece na região em que ocorre mudança de fase. Além disso, outros fatores podem ter contribuído para a menor vida em fadiga do fio A-5 em relação ao A0, dentre eles o pior acabamento superficial daquele (seção 5.1.3). O coeficiente β da curva do A-5, na região de deformações baixas e intermediárias (até ~4%), é menor em valor absoluto, indicando que a variação de N_f com a deformação, no fio A-5, é mais acentuada que no A0. Esse resultado parece coerente, também, com SAWAGUCHI *et al.* (2003), para quem o mecanismo de iniciação de trincas em fios de NiTi, no caso de fadiga sob pequenas deformações, depende principalmente da existência de riscos profundos, irregularidades tais como extrusões, ou grandes inclusões na superfície do fio, que é o caso do fio A-5, em relação ao A0.

- 6) O fato da curva do fio A25 situar-se entre as curvas de A0/A-5 e a de A45 é coerente com o fato do material encontrar-se, inicialmente, parte na fase austenítica e parte na martensítica. Tal característica parece afetar principalmente a região de pequenos ϵ_a , quando parte do material tenderia a seguir a curva austenítica e parte a martensítica, resultando numa curva situada entre as destes dois materiais.
- 7) Sob valores altos de ϵ_a (acima de ~8% na figura 5.32), todos os fios transformáveis estariam, em volume suficiente, na fase martensítica, não justificando grandes diferenças de comportamento entre eles, como pode ser observado na figura 5.32, quando as três curvas (de A0, A-5 e A25) se superpõem à curva do fio martensítico. Quanto à influência do acabamento superficial dos fios, nessa faixa de deformações, apesar de SAWAGUCHI *et al.* (2003) sugerirem que sob grandes deformações as trincas podem iniciar-se em pequenos riscos ou depressões superficiais, o que tenderia a aproximar a vida em fadiga dos fios A0 e A-5, a mudança de fase do material introduz outra variável no processo (nucleação generalizada de trincas secundárias), prejudicando a análise independente do efeito de acabamento superficial.

As características descritas ainda permanecem evidenciadas quando os resultados são representados por regiões de incidência dos pontos (faixas de N_f), como está mostrado

esquemáticamente na figura 5.33, esquema este construído a partir da suavização das curvas de valores extremos de N_f em cada amplitude de deformação, em que a posição de cada ponto foi estimada, sem muito rigor, pelo valor médio dos dois pontos a ele adjacentes.

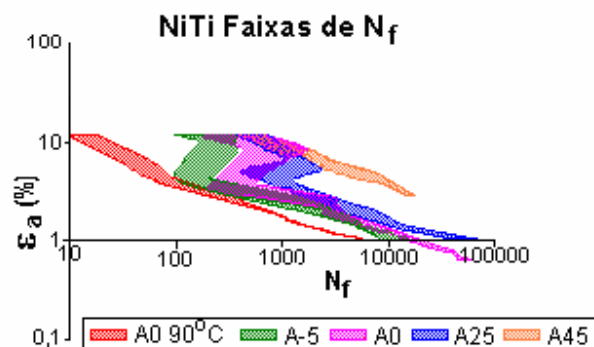


Figura 5.33 – Faixas de N_f para A0, A0 90°C, A25 e A45.

Na figura 5.34, os valores médios de N_f para as 5 formas de NiTi em estudo são comparados com curvas obtidas nos trabalhos de TOBUSHI *et al.* (1997 e 2000); YANG (1997), MIYAZAKI *et al.* (1999); SAWAGUCHI *et al.* (2003); EGgeler *et al.* (2004) e WAGNER *et al.* (2004); todas elas para deformações menores que 4%. Na tabela V.10 encontram-se as condições de ensaio adotadas pelos autores, para obtenção das curvas mostradas na figura 5.34 e 5.35.

Pode-se verificar, na figura 5.34 que os resultados dos fios superelásticos (A0 à temperatura ambiente e A-5), para deformações de até ~4%, encontram-se dentro da faixa limitada pelas curvas dos outros autores.

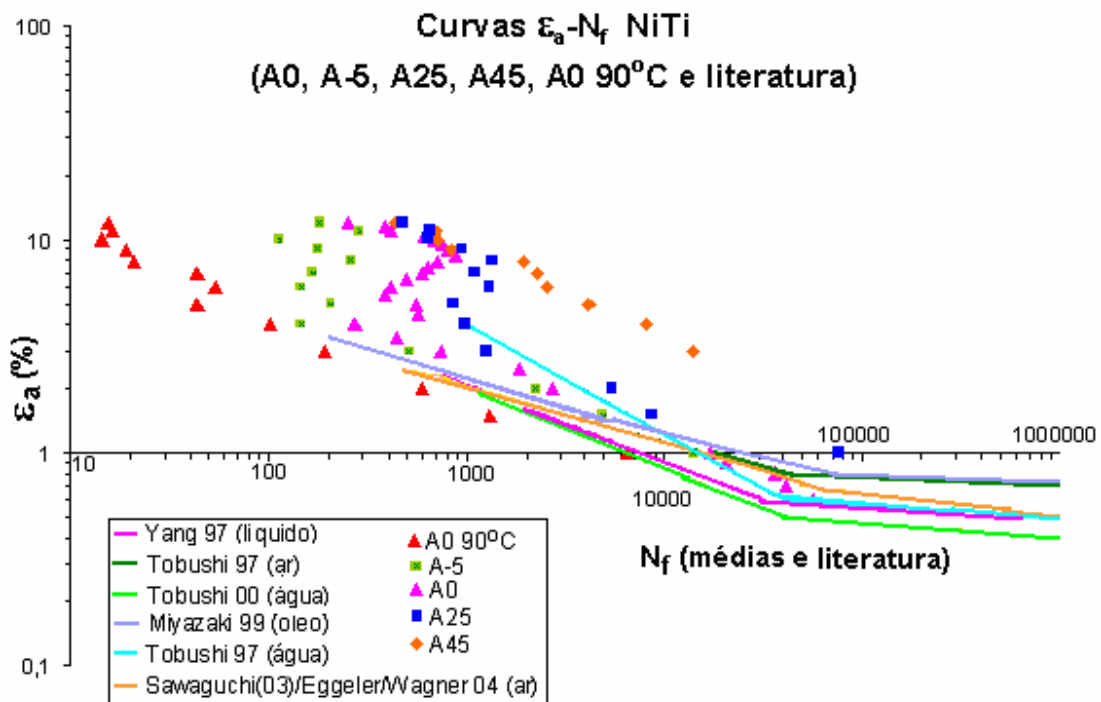


Figura 5.34 – Resultados deste trabalho (N_f médios) superpostos às curvas obtidas por TOBUSHI *et al.* (1999) e (2000); YANG (1997), MIYAZAKI *et al.* (1999); SAWAGUCHI *et al.* (2003); EGGELER *et al.* (2004); WAGNER *et al.* (2004).

O comportamento destes dois fios na faixa de $\epsilon_a < 2\%$ é bastante semelhante às curvas de TOBUSHI *et al.* (1997) ao ar, MIYAZAKI *et al.* (1999) e SAWAGUCHI *et al.* (2003) referentes à mesma faixa de deformações. A semelhança com as curvas obtidas sem controle de temperatura (TOBUSHI *et al.*, 1997, e SAWAGUCHI *et al.*, 2003) deve-se provavelmente ao fato de que, segundo SAWAGUCHI *et al.* (2003), sob pequenas deformações (abaixo de 1%, em fios de 1mm de diâmetro, sob condições de ensaio semelhantes), o efeito da temperatura não é importante (produção de calor insuficiente). Além disso, no caso de TOBUSHI *et al.* (1997), o diâmetro do fio é 25% menor que o de A0, o que facilita a dissipação de calor.

As curvas de TOBUSHI *et al.*, (1997) em água, TOBUSHI *et al.* (2000) e YANG (1997) mostram maiores discrepâncias em relação aos resultados de A0 e A-5 do que as demais.

Ressalta-se que, além do menor diâmetro do fio usado por TOBUSHI *et al.* (1997 e 2000), as três curvas referem-se a ensaios sob controle rigoroso de temperatura. As curvas de TOBUSHI *et al.* (1997 e 2000) diferem mais fortemente de A0/A-5 na região de deformações intermediárias, sendo que a de TOBUSHI *et al.* (1997) mostra valores maiores de vida em fadiga em grande parte desse trecho, como esperado. Porém, as duas outras curvas mostram valores menores de vida em fadiga que os de A0, e são muito semelhantes entre si nesta região, apesar da diferença no diâmetro do fio.

Os trechos sob deformações muito pequenas (abaixo de 0,8%) de todas as curvas são substancialmente diferentes da curva de A0. Porém, os resultados de A0 não são conclusivos, considerando-se que a dispersão nessa região, em valores absolutos, é muito grande e que o ponto da curva que causa maior distorção é o correspondente a $\varepsilon = 0,6\%$, o qual refere-se ao resultado de apenas um ensaio.

Tabela V.10 – Propriedades do material e condições de ensaio dos casos apresentados nas figuras 5.35 e 5.36.

REFERÊNCIA		Diâmetro do fio (mm)	Temperatura de ensaio (°C)	Velocidade de rotação (rpm)	Teor de Ni (%at.)	Amb.	
TOBUSHI <i>et al.</i> (1997)		0,75	A _f +10	500	50,2	ar	
TOBUSHI <i>et al.</i> (1997)		0,75	A _f +10	500	50,2	água	
TOBUSHI <i>et al.</i> (2000)		0,75	A _f +10	500	50,3	água	
YANG (1997)		0,89	A _f +17	1000	50,7	líquido	
MIYAZAKI <i>et al.</i> (1999)		1,00	A _f +17	400	50	óleo	
SAWAGUCHI <i>et al.</i> (2003)							
EGGELER <i>et al.</i> (2004)		1,00	T > A _f	200	50,9	ar	
WAGNER <i>et al.</i> (2004)							
YOUNG e VAN VLIET (2004)		(****)	4 (**)	(****)	50,7	ar	
Presente trabalho	A0	T _{amb}	1,00	A _f +4 a A _f +13 (*)	55 a 480(**)	50,8	ar
		90°C	1,00	A _f +72(*)	55 a 480(**)	50,8	ar
	A-5	1,00	A _f +21 a A _f +25 (*)	55 a 480(**)	50,9	ar	
	A25	1,00	A _s +4 a A _f -18 (*)	55 a 480(**)	50,4	ar	
	A45	1,00	A _s -23 a A _s -16 (*)	55 a 480(**)	50,4	ar	

(*) temperatura do fio (**) para que $T \approx cte$ (***) temperaturas de transformação não informadas

(****) não foi informada a velocidade para o gráfico em questão (200 ou 950 ou 2000 rpm)

(*****) não foi informado o diâmetro do fio em questão (0,20/0,32/0,45)

Na figura 5.35 estão os resultados apresentados por YOUNG & VAN VLIET (2004), referentes a ensaios realizados sem controle de temperatura e sob deformações entre 2,5% e 18,2%, superpostos às faixas de N_f do presente trabalho. Pode-se verificar que, para deformações de até 12%, os resultados desses autores também estão situados na região limitada por A0 90°C e A45, com poucas exceções (apenas um ponto, aparentemente). É possível, inclusive, vislumbrar um efeito (“Z”) semelhante ao observado na curvas de A0, A-5 e A25, principalmente se consideradas as faixas de maior incidência dos pontos de YOUNG & VAN VLIET (2004). Entretanto, não cabem conclusões mais afirmativas, uma vez que os autores não deixaram claro a qual das situações estudadas (diâmetro do fio, volume deformado e velocidade de rotação) aqueles resultados se referem.

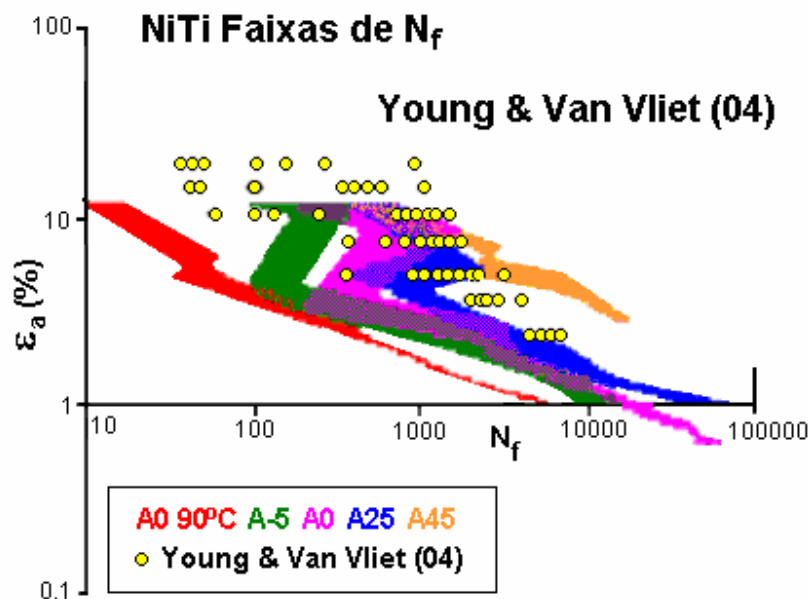


Figura 5.35 – Resultados deste trabalho (faixas de N_f) superpostos aos resultados obtidos por YOUNG & VAN VLIET (2004), estes para $2,5\% < \varepsilon_a < 18,2\%$.

O erro padrão ($\frac{\text{DesvioPadrão}}{N_f \text{ médio}} \times 100$) dos resultados em função da amplitude de deformação foi calculado e, está mostrado na figura 5.36, onde os pontos foram ligados por

retas. Apesar da grande dispersão dos resultados, pode-se verificar que o erro padrão médio foi, de maneira geral, mais alto nos fios superelásticos (A0 e A-5) do que nos fios estáveis (A45 e A0 90°C), como pode ser constatado na Tabela V.11. Isso se dá possivelmente porque a grande dispersão inerente ao fenômeno da fadiga estaria, nesse caso, acrescida da dispersão devida aos efeitos de mudança de fase.

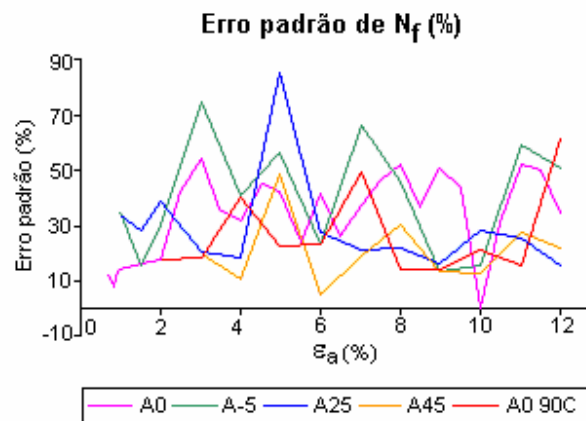


Figura 5.36 – Erro padrão de N_f ($\frac{D.P.}{N_f \text{ médio}} \times 100$) em função da amplitude de deformação.

Tabela V.11 – Erro padrão médio.

Fio	A45	A0 90°C	A25	A0	A-5
Erro padrão médio (%)	20,76	27,00	29,16	33,06	40,51

Como os fios A0 e A-5 são semelhantes, o maior erro do fio A-5 em relação ao A0 pode ser atribuído, além do menor tamanho da amostra estatística, ao pior acabamento superficial do A-5 (figura 5.6). Apesar da falta de rigor estatístico (tamanho diferente das amostras e, em alguns casos, número reduzido de ensaios), como a amostra do fio A0 é bem maior que as demais, o erro padrão destas tende a estar superestimado relativamente

ao do A0. Entretanto, a correção deste problema tenderia a acentuar a diferença entre os erros dos fios estáveis e o do A0, reforçando a hipótese de que a capacidade de sofrer TM aumenta a dispersão da vida em fadiga do material. Nesse sentido, um aspecto importante, sugerido por esses resultados, é que, como o material superelástico parece ter comportamento menos previsível que os estáveis, seria recomendável a adoção de uma margem de segurança maior na sua aplicação.

Em síntese, para explicar o comportamento sob fadiga das diferentes formas dos fios de NiTi, propõe-se a seguinte racionalização, baseada em aspectos microestruturais e das transformações de fase destes materiais (figuras 5.30 a 5.33):

O material **martensítico estável** (A45 neste trabalho) apresenta vida em fadiga consideravelmente maior (~100x) que a do **austenítico estável** (A0 90°C neste trabalho) porque:

- (1) No material sem trincas, solicitações que produzem deformações plásticas localizadas na austenita, na martensita produzem, antes de deformações plásticas, reorientação localizada de variantes (demaclação) seguida, ainda, de deformação elástica da martensita demaçada. Como esses mecanismos de deformação (demaclação e deformação elástica) não foram, até o presente, associados ao desenvolvimento de extrusões e intrusões, é possível que a etapa de **iniciação da trinca** seja mais extensa no caso destes materiais.
- (2) O mesmo ocorre na fase de **propagação da trinca**, isto é, enquanto na austenita a região da ponta sofre deformação plástica, associada classicamente com a propagação de trincas de fadiga, na martensita esta sofre antes reorientação de variantes, seguida de deformação elástica da martensita reorientada e, só a partir de então, deformação plástica, aumentando assim a parcela correspondente da vida em fadiga.

Ademais, a reorientação de variantes na martensita se dá numa região mais extensa do que a região plastificada na austenita (seção 5.2.1), reduzindo a concentração das solicitações,

e, portanto, seus valores máximos, contribuindo, também dessa maneira, para o aumento da vida em fadiga correspondente tanto à fase de iniciação, quanto à de propagação da trinca.

Enfim, seria a deformação por reorientação de variantes uma das principais responsáveis pela maior vida em fadiga da martensita em relação à da austenita, e o aumento se daria tanto na fase de iniciação, quanto na de propagação das trincas.

Ao efeito de reorientação das variantes de martensita, acresce-se o efeito microestrutural da nucleação generalizada de trincas secundárias (ver seção 5.3.3).

O material **superelástico** (A0 e A-5 neste trabalho), com relação à

(1) **propagação de trincas,**

- (a) sob pequenas amplitudes de deformação, comporta-se como austenítico estável, no regime de predomínio das deformações elásticas (fadiga de alto ciclo).
- (b) Com o aumento das deformações, segue-se um regime em que a concentração de tensões na ponta da trinca alcança valores altos o suficiente para induzir mudança de fase no caso de sollicitação uniaxial. No entanto, como esta transformação se daria com redução de volume e o material está confinado numa pequena região dentro da matriz austenítica (bem menos sollicitada), o estado triaxial de tensões desenvolvido tende a inibir a transformação (McKELVEY & RITCHIE, 2001; YI & GAO, 2000; YI et al., 2001). Com isso, o material permanece austenítico e continua se comportando como o austenítico estável no regime dominado por deformação elástica (“alto-ciclo”). Cabe ressaltar que, nesse ponto, o processo depende da estabilidade da austenita, isto é, caso a tensão crítica local de transformação (elevada pelo efeito da triaxialidade) seja mais alta que a tensão de escoamento, o material assumiria agora o comportamento de “baixo-ciclo” da austenita, com o aumento do volume deformado plasticamente logo à frente da ponta da trinca, ou seja, a

curva do material seguiria uma curva paralela à da austenita estável. Em outras palavras, a austenita seria estável, naquelas condições, e não superelástica.

- (c) Sendo a tensão de escoamento mais alta que a de transformação de fase (austenita não-estável), isto é, se o processo continua dominado por deformações elásticas da austenita, ao aumentar-se mais a amplitude de deformação a tensão intensificada na ponta da trinca torna-se elevada o suficiente para vencer a barreira da triaxialidade e o material começa a sofrer mudança de fase nessa região. A partir desse ponto, a vida em fadiga passa a aumentar com o aumento da deformação, desviando os pontos (na curva ϵ_a-N_f) em direção à curva do material martensítico estável, ou seja, o desempenho do material se afasta do padrão austenítico, aproximando-se do padrão martensítico incorporando, aos poucos, a maior vida em fadiga da martensita. À medida que a deformação cresce, um volume cada vez maior de material à frente da trinca sofre mudança de fase, conseqüentemente distanciando da ponta da trinca a interface entre os dois materiais, reduzindo assim paulatinamente a importância do efeito da triaxialidade de tensões, até torná-lo desprezível para o processo de propagação. A região de transição do comportamento austenítico para o martensítico na curva de vida em fadiga seria, portanto, correspondente ao estágio em que o volume de martensita transformada à frente da trinca assume valores crescentes, passando da situação em que a transformação é inibida pela triaxialidade de tensões até a transformação generalizada do material.
- (d) Quando o material martensítico à frente da trinca, sujeito à intensificação de tensões, está suficientemente envolvido em martensita (transformação generalizada), o comportamento assume as características da martensita estável. Esse momento corresponde, na curva ϵ_a-N_f , ao encontro da curva do material superelástico com a do material martensítico estável, passando a segui-la a partir de então. Ou seja, a vida em fadiga volta a decrescer com o aumento subsequente da amplitude de deformação, e o faz seguindo o padrão do material martensítico estável.

- (2) Comportamento semelhante pode ser atribuído ao material superelástico na fase de **iniciação de trincas**, isto é, o mecanismo em ação seria o correspondente à fase em que se encontra o material deformado. Assim, se o material já se encontra na fase martensítica, a iniciação se daria nos padrões deste material; caso contrário, seria assumido o padrão da austenita estável.

Enfim, também no material superelástico, além da nucleação de trincas secundárias, a deformação por reorientação de variantes da martensita recém-transformada tem um papel fundamental no aumento da vida em fadiga e esse efeito se manifesta tanto na fase de nucleação quanto na de propagação das trincas.

Essas conclusões corroboram a hipótese de que pode ocorrer inibição da mudança de fase devida à variação negativa de volume desse material com a transformação martensítica, apresentada por MELTON & MERCIER, 1979; MYIAZAKI *et al.*, 1989; DAUSKARDT *et al.*, 1989; McKELVEY & RITCHIE, 2001.

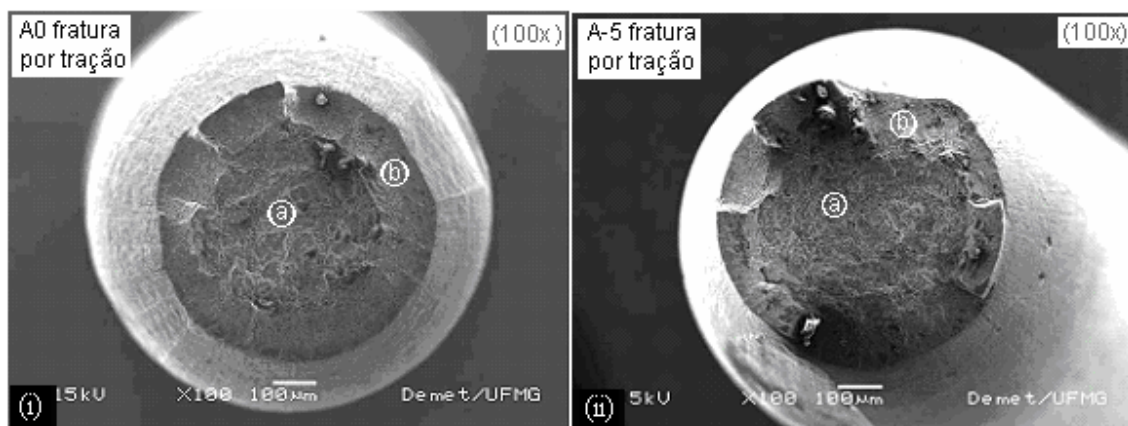
Parece importante observar que, na maioria dos trabalhos que tratam dos efeitos de transformação martensítica no comportamento de trincas (MELTON & MERCIER, 1979; DAUSKARDT *et al.*, 1989; McKELVEY & RITCHIE, 2001; YI & GAO, 2000; YI *et al.*, 2001; SAWAGUCHI *et al.*, 2003; EGGELER *et al.*, 2004 e WAGNER *et al.*, 2004), foram analisados os efeitos da transformação de fase no fator de intensidade de tensão e na tenacidade à fratura do material. Entretanto, a abordagem de mecânica de fratura elástica-linear pode não ser a mais adequada, uma vez que o material sofre grandes deformações, o que vale não somente para o caso de ligas superelásticas, mas para materiais martensíticos de maneira geral, desde que passíveis de sofrer reorientação de variantes. O problema não parece ser, portanto, K-dominado. Não foram encontradas, na literatura, tentativas para o desenvolvimento de um parâmetro que descreva as sollicitações na ponta da trinca nessas condições.

5.3 Caracterização dos fios após ensaio

As observações, ao MEV, das superfícies de fratura, seções longitudinais e superfícies dos fios rompidos geraram aproximadamente 500 registros de imagens, das quais estão apresentadas, neste trabalho, as que melhor representam as características identificadas. Todos os aumentos citados a seguir referem-se aos correspondentes valores originais.

5.3.1 Superfícies de fratura por tração - aspectos macro e microscópicos

As superfícies de fratura obtidas nos ensaios de tração dos fios A0 e A-5 podem ser vistas nas fractografias da figura 5.37. Mostram padrão de fratura dúctil do ponto de vista “macroscópico” (aumento de 100x), com região fibrosa central (regiões **a**, na figura 5.37(i),(ii)) e região de cisalhamento (*shear lips*) (regiões **b** na figura 5.37(i),(ii)), características da chamada fratura “taça-cone”.



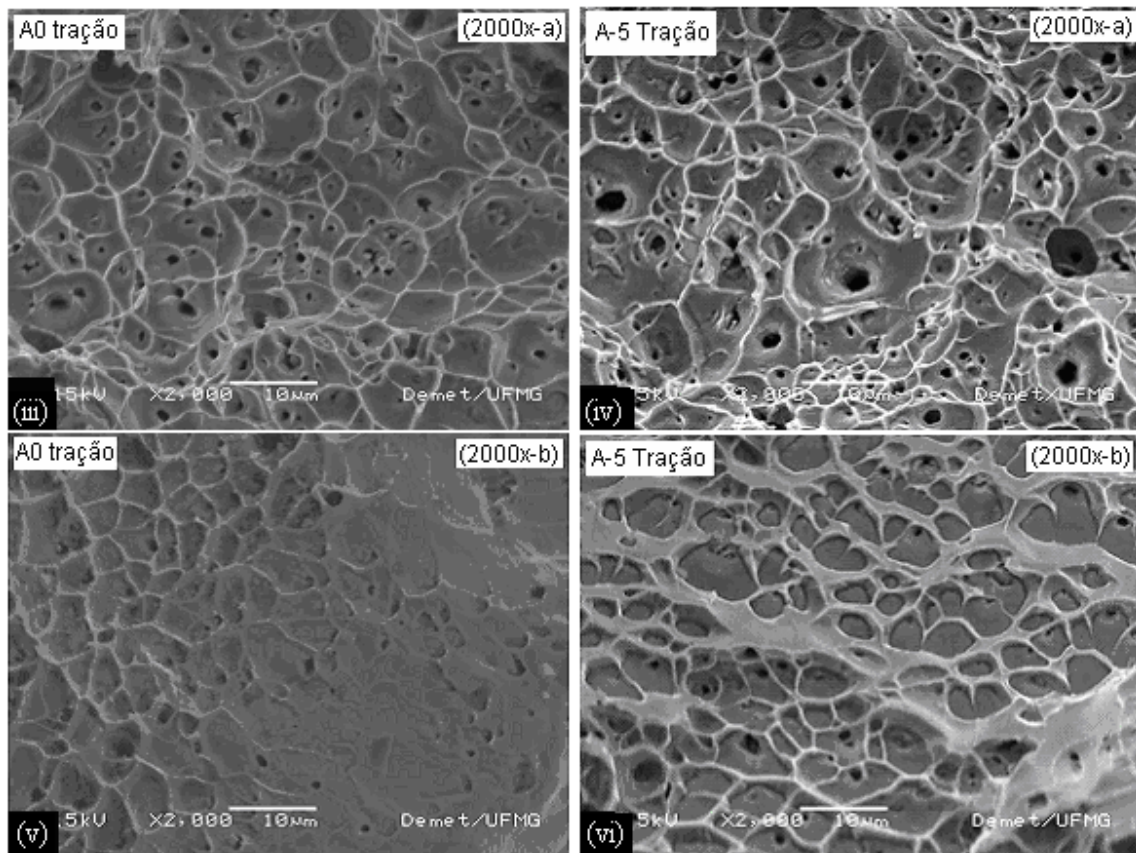


Figura 5.37 - Superfícies de fratura de ensaios de tração A0 e A-5 com aumento de (i) e (ii) 100x ; (iii) e (iv) 2000x na região a – zona fibrosa; (v) e (vi) 2000x na região b - zona de cisalhamento (*shear lips*).

As imagens com maior aumento (2000x) confirmam microscopicamente a fratura dúctil com a presença de *dimples* (microcavidades) normais (forma equiaxial) nas regiões fibrosas (figura 5.37(iii) e (iv)) e *dimples* de cisalhamento (forma alongada) nas respectivas regiões (figura 5.37(v) e (vi)) (BROEK, 1986; HERTZBERG, 1989).

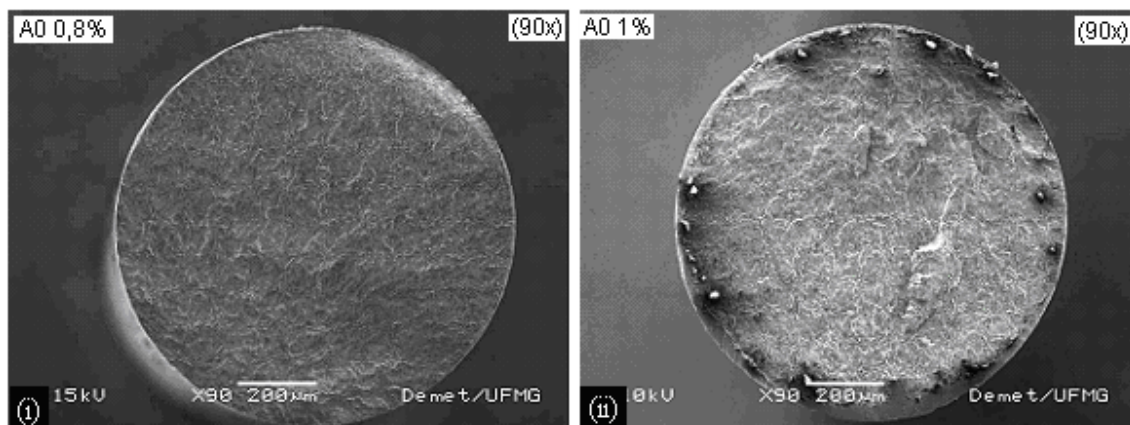
Não se notam diferenças importantes entre as imagens do fio A0 e as do fio A-5, cujos *dimples* apresentam diâmetro e profundidade semelhantes. As microcavidades visíveis no fundo dos *dimples*, sítios onde possivelmente teve início o processo de fratura, também parecem indicar a presença de partículas de dimensões equivalentes.

A diferença na redução de área das superfícies de fratura dos fios A0 e A-5, isto é, 45% e 40% respectivamente (tabela V.12), não parece significativa, principalmente tendo em vista o pequeno número de amostras estudadas.

5.3.2 Superfícies de fratura por fadiga

5.3.2.1 Aspectos macroscópicos

As superfícies de fratura dos fios submetidos a flexão rotativa, com aumento de 90x, encontram-se nas figuras 5.38 a 5.42. Cada uma dessas figuras mostra imagens referentes à seqüência de amplitudes de deformação sob as quais um dos fios foi ensaiado, juntamente com esquemas onde estão delimitadas as regiões de fratura por fadiga e de fratura final. Estes limites foram estabelecidos e/ou confirmados com o auxílio das imagens obtidas com aumentos maiores. Em cada um destes esquemas estão indicadas, ainda, as regiões (a, b, c, etc.) onde foram registradas imagens com aumentos maiores, apresentadas na seção 5.3.2.2. Nestas figuras, as setas apontam regiões de iniciação das trincas dominantes.



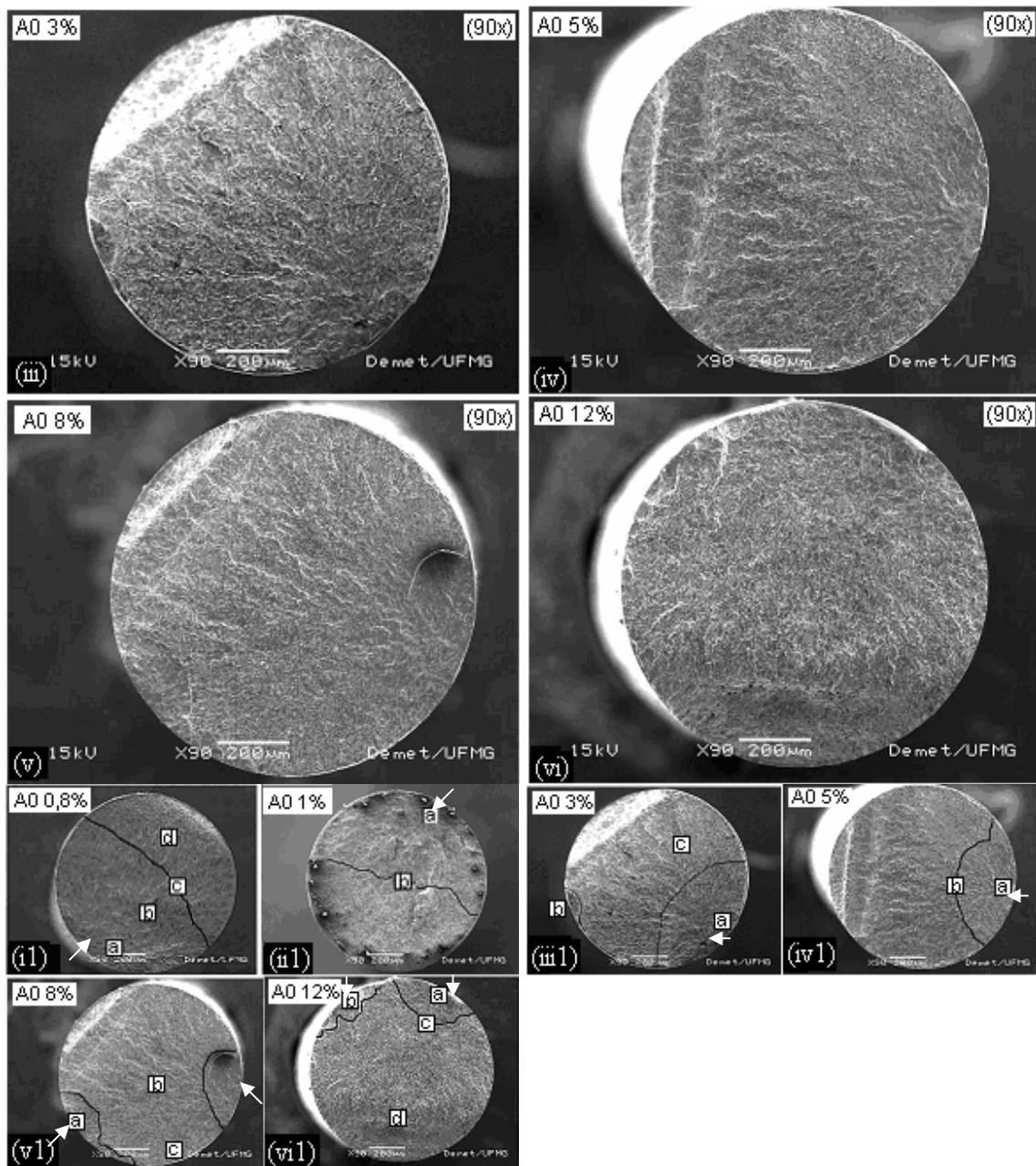


Figura 5.38 – Superfícies de fratura por fadiga do fio A0, rompido em ensaios sob (i) $\epsilon_a = 0,8\%$, (ii) $\epsilon_a = 1\%$, (iii) $\epsilon_a = 3\%$, (iv) $\epsilon_a = 5\%$, (v) $\epsilon_a = 8\%$ e (vi) $\epsilon_a = 12\%$ e (i1), (ii1), (iii1), (iv1), (v1), (vi1) esquemas com separação entre as regiões de fratura por fadiga e fratura final.

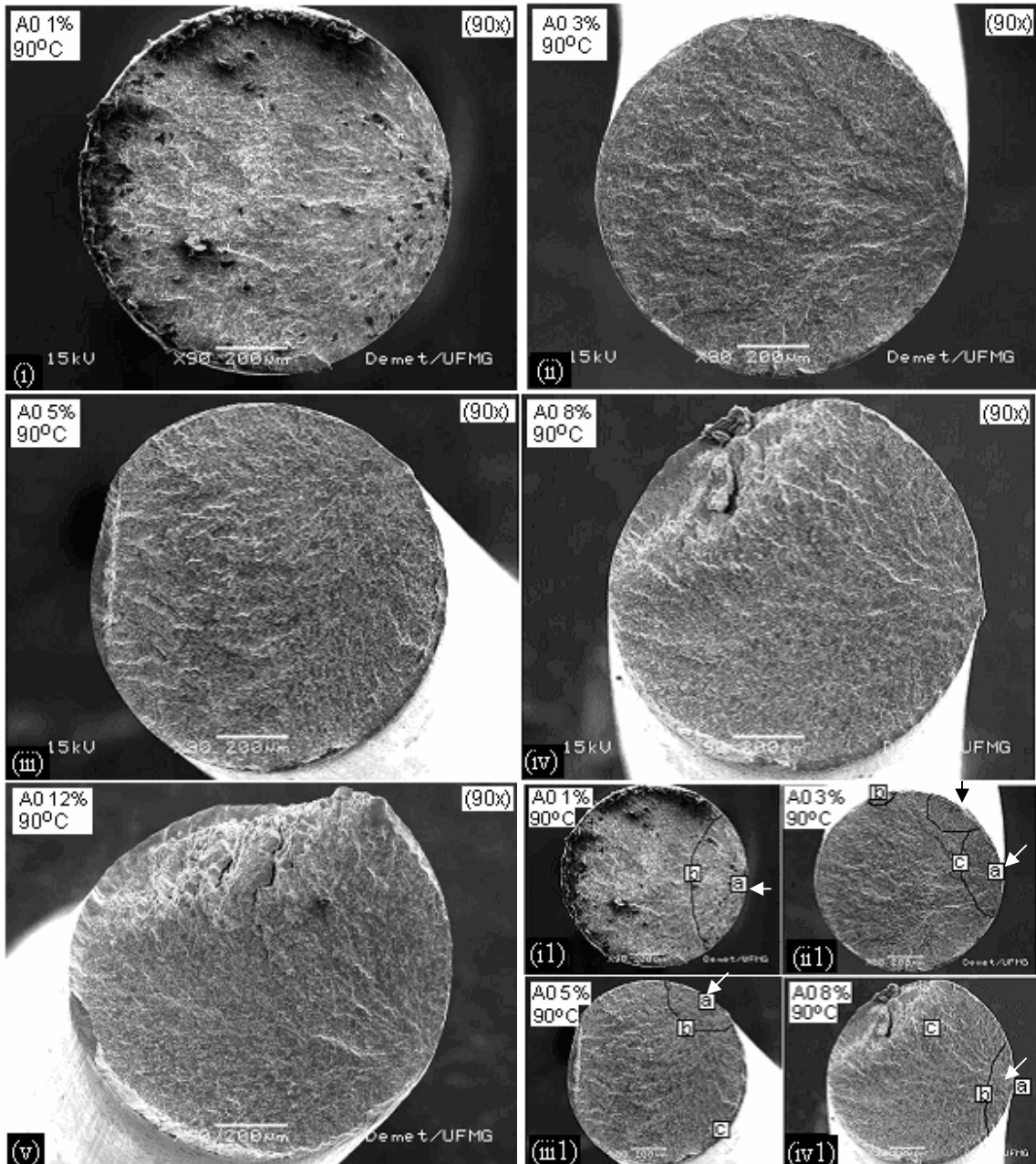
A seqüência de superfícies de fratura do fio A0 de $\epsilon_a = 0,8\%$ a $\epsilon_a = 12\%$ (figura 5.38(i) a (vi)) revela uma grande superfície de fratura por fadiga (superfície de fadiga) que, como esperado (BROEK, 1986; LANGE, 1986; HERTZBERG, 1989; SURESH, 2003; EWALDS & WANHILL, 1993), diminui, proporcionalmente à área total da superfície, com o aumento da amplitude de deformação sob a qual se deu o ensaio (figura 5.38(i1) a (iv1)).

Com este aumento (90x), já é possível identificar razoavelmente a transição da região de fadiga para a de fratura final, e verificar que o padrão de cada uma das regiões (de fadiga e final) não parece ser muito diferente para os seis casos de amplitude de deformação. Pode-se notar, ainda, que o aspecto dessas superfícies parece próximo do padrão dos materiais dúcteis convencionais, ou seja, é macroscopicamente frágil (superfície plana, normal à direção da tensão de tração e sem deformação plástica aparente), com transição visível entre as zonas de crescimento por fadiga e final instável (BROEK, 1986; LANGE, 1986; HERTZBERG, 1989; SURESH, 2003; EWALDS & WANHILL, 1993), inclusive com a presença de degraus paralelos à direção de propagação da trinca na região de fadiga (LANGE, 1986), dentre outros.

Verifica-se, ademais, que as fractografias mostram-se bastante semelhantes à apresentada por SAWAGUCHI *et al.* (2003) e EGGELER *et al.*, (2004), com aumento equivalente, para fio superelástico de diâmetro 1,4mm, rompido por fadiga em ensaio de flexão rotativa, com amplitude de deformação 1,8%.

As tendências gerais observadas nas seqüências referentes aos demais fios (A0 90°C, A-5, A25 e A45 – figuras 5.39 a 5.42, respectivamente) não diferem muito das observadas para o fio A0. Não obstante, algumas particularidades podem ser apontadas, como, no caso do fio A0 90°C, uma aparente maior irregularidade das superfícies na região de fratura final, quando comparadas com as do fio A0 ensaiado à temperatura ambiente, sobretudo quando a solicitação é mais alta ($\epsilon_a = 8\%$ e $\epsilon_a = 12\%$, figuras 5.39(iv) e (v), respectivamente), onde se verifica, ainda, a presença de trincas secundárias mais importantes que as encontradas

nos outros fios. Cabe ainda observar que esse fio (A0 90°C) apresentou, após o rompimento, uma substantiva deformação plástica de flexo-torção, ao longo de seu eixo, diferentemente dos demais fios.



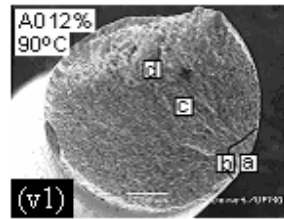
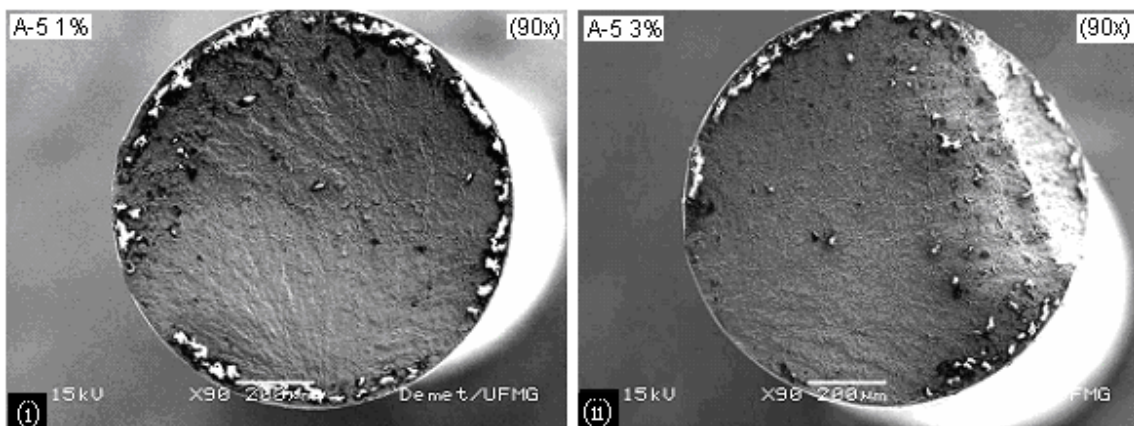


Figura 5.39 – Superfícies de fratura por fadiga do fio A0 90°C, rompido em ensaios sob (i) $\epsilon_a = 1\%$, (ii) $\epsilon_a = 3\%$, (iii) $\epsilon_a = 5\%$, (iv) $\epsilon_a = 8\%$ e (v) $\epsilon_a = 12\%$ e (i1), (ii1), (iii1), (iv1), (v1) esquemas com separação entre as regiões de fratura por fadiga e fratura final.

Apesar das imagens do fio A-5 (figura 5.40) estarem prejudicadas devido à ineficácia da limpeza ultrasônica, pode-se verificar que as superfícies são semelhantes, morfologicamente, às do fio A0, apenas aparentemente um pouco mais lisas na região de fadiga.



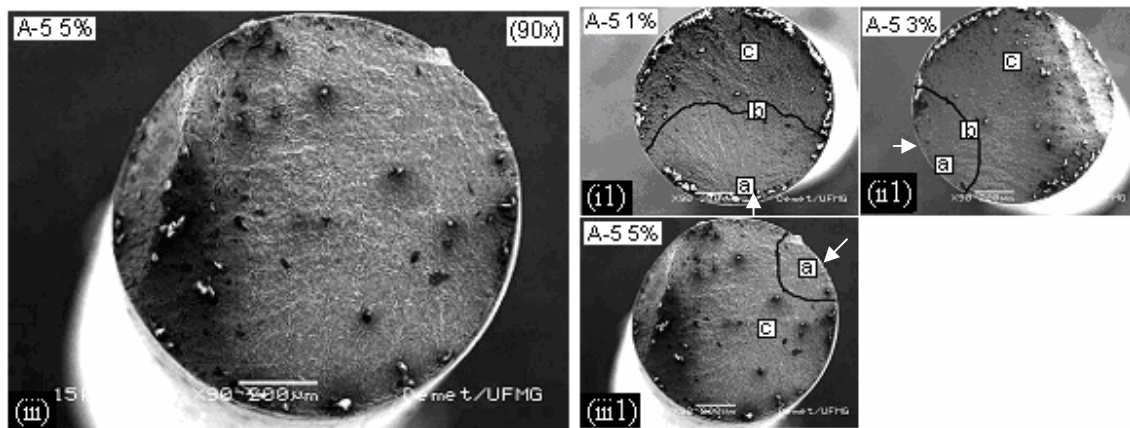
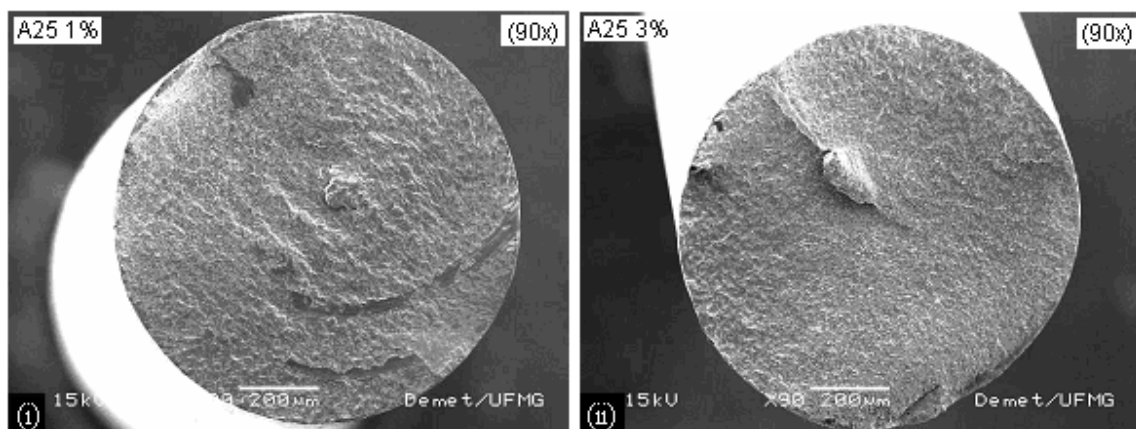


Figura 5.40 – Superfícies de fratura por fadiga do fio A-5, rompidos em ensaios sob (i) $\varepsilon_a = 1\%$, (ii) $\varepsilon_a = 3\%$, (iii) $\varepsilon_a = 5\%$ e (i1), (ii1), (iii1) esquemas com separação entre as regiões de fratura por fadiga e fratura final.

Da mesma forma, as superfícies de fratura dos fios A25 e A45 (figuras 5.41 e 5.42), com este aumento, não apresentam características diferentes tanto entre si, quanto em relação às do fio A0, que não possam ser imputadas a eventuais irregularidades preexistentes no material.



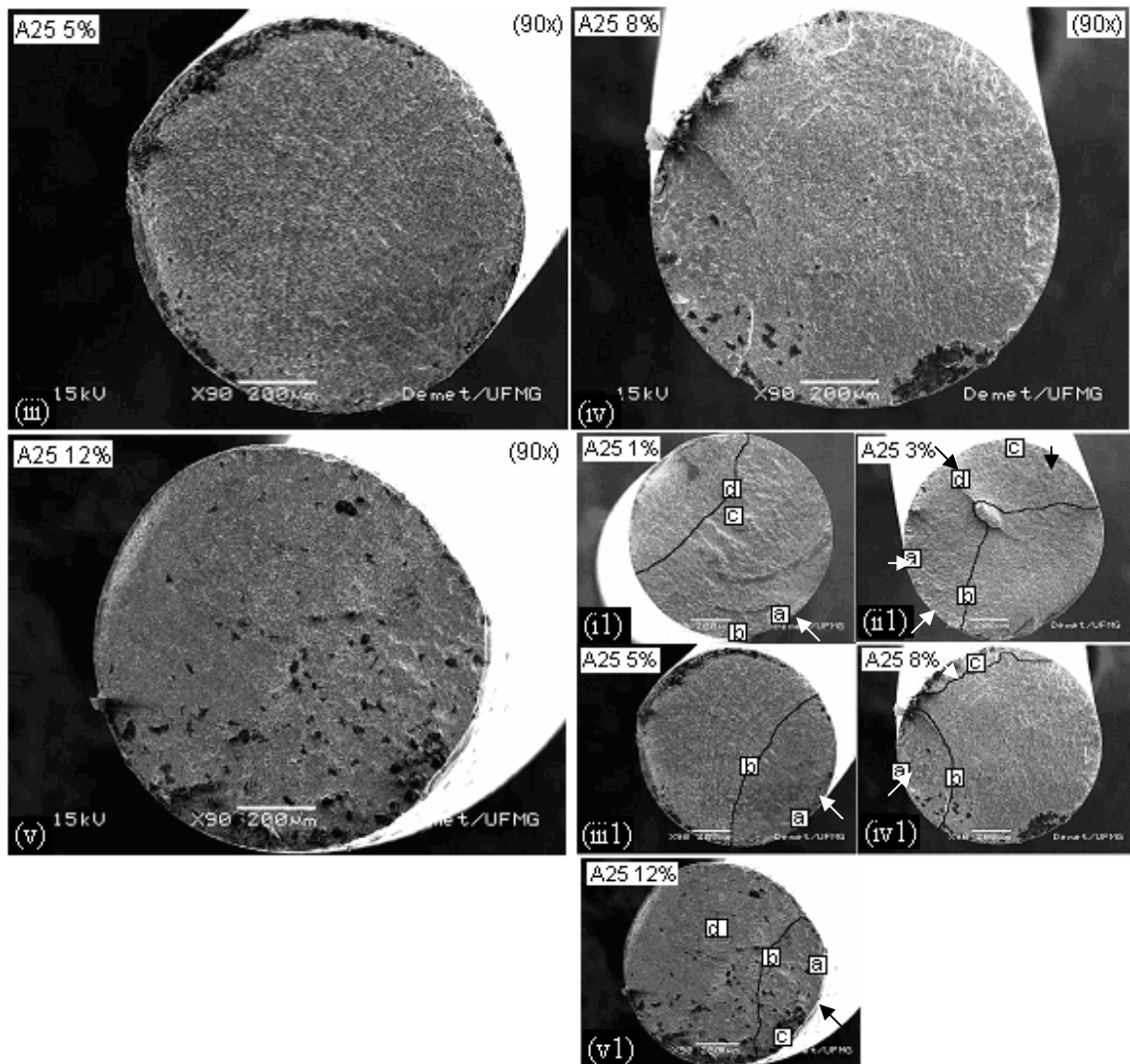


Figura 5.41 – Superfícies de fratura por fadiga do fio A25, rompidos em ensaios sob (i) $\epsilon_a = 1\%$, (ii) $\epsilon_a = 3\%$, (iii) $\epsilon_a = 5\%$, (iv) $\epsilon_a = 8\%$ e (v) $\epsilon_a = 12\%$ e (i1), (ii1), (iii1), (iv1), (v1) esquemas com separação entre as regiões de fratura por fadiga e fratura final.

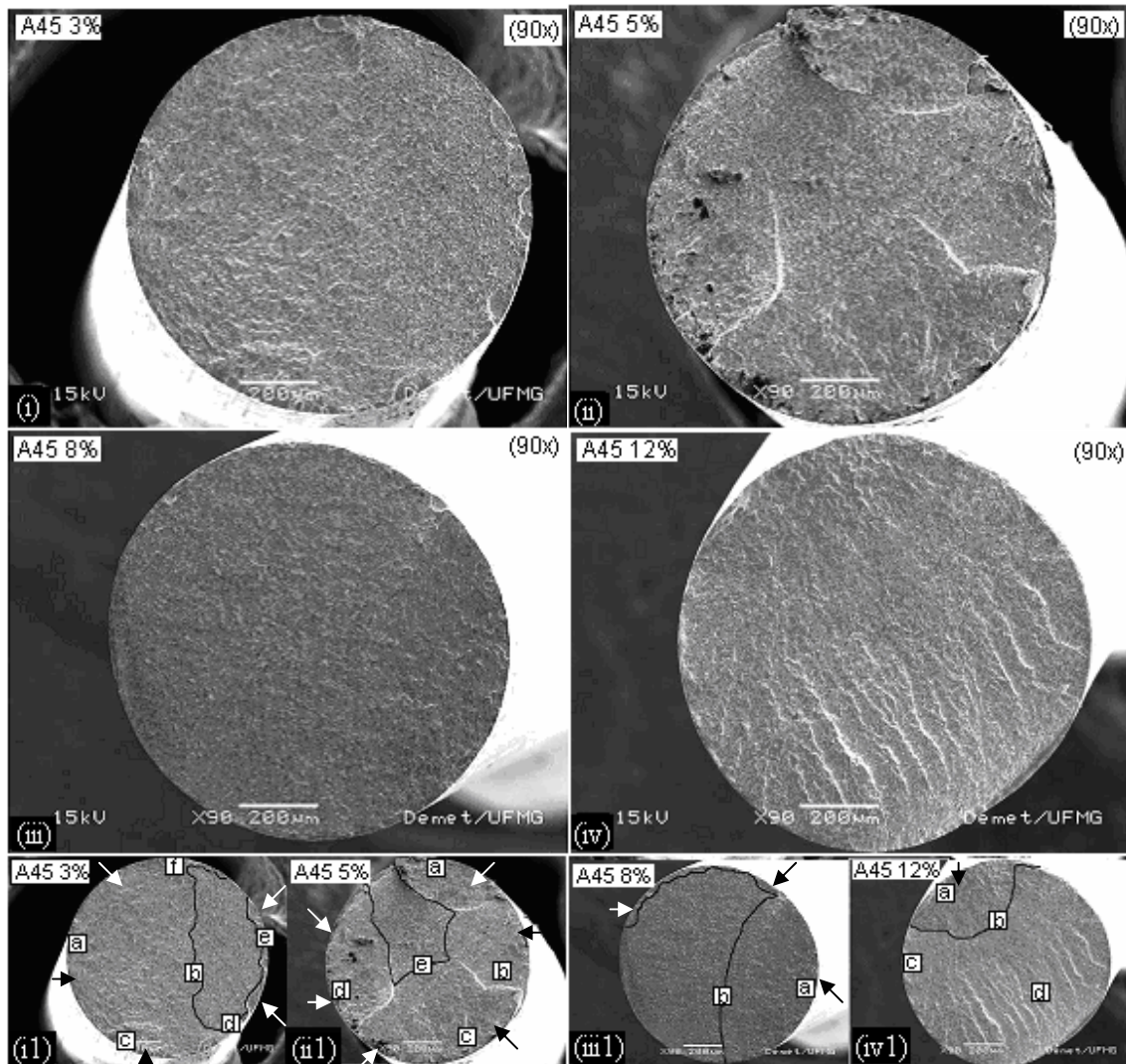


Figura 5.42 – Superfícies de fratura por fadiga do fio A45, rompidos em ensaios sob (i) $\varepsilon_a = 3\%$, (ii) $\varepsilon_a = 5\%$, (iii) $\varepsilon_a = 8\%$ e (iv) $\varepsilon_a = 12\%$ e (i1), (ii1), (iii1) e (iv1) esquemas com separação entre as regiões de fratura por fadiga e fratura final.

A tabela V.12 apresenta a proporção da região de fadiga em relação à respectiva superfície de fratura total, por amplitude de deformação, por tipo de fio, assim como a redução de área nas superfícies de fratura por tração nos fios A0 e A-5. Na construção dessa tabela, a área total da seção transversal, adotada nos cálculos em cada caso, corresponde à obtida nas fractografias apresentadas nas figura 5.37 a 5.42, e não ao seu valor nominal.

Tabela V.12 – Percentagem de área correspondente à fadiga, nas superfícies de fratura obtidas nos ensaios de flexão rotativa, por material, por amplitude de deformação; redução de área nas superfícies de fratura obtidas nos ensaios de tração, por material.

Mat. \ ϵ_a (%)	% de área da superfície de fadiga *						Tração RA **
	0,80%	1%	3%	5%	8%	12%	
A0 90°C		19,90%	15,40%	7,02%	5,60%	2,02%	
A-5		41,02%	13,84%	10,13%			40,30%
A0	64%	47,95%	33,68%	20,36%	13,80%	11,80%	45%
A25		71%	51%	31%	21%	20%	
A45			74%	72%	41%	16%	

(*) $[\text{área de fadiga}/\text{área total}] \times 100$ (ambas obtidas da imagem)

(**) $[(\text{área inicial}-\text{área final})/\text{área final}] \times 100$ (ambas obtidas da imagem)

Como esperado, tanto para materiais convencionais (BROEK, 1986; LANGE, 1986; HERTZBERG, 1989; SURESH, 2003; EWALDS & WANHILL, 1993), quanto para ligas de NiTi (SAWAGUCHI *et al*, 2003; EGGELER *et al*, 2004), a área da superfície de fadiga, para um mesmo fio, diminui em relação à área da superfície total com o aumento da amplitude de deformação (figura 5.43).

Percebe-se também que, de maneira geral, a diferença entre as superfícies de fadiga dos cinco fios sob uma mesma amplitude de deformação, decresce com o aumento desta. Tal constatação fica mais evidente na figura 5.43. Assim, para $\epsilon = 12\%$, as superfícies de fadiga dos fios A0, A25 e A45 assumem valores semelhantes entre si, especialmente se comparados com os obtidos em ensaios sob deformações menores (5%, 3% e 1%). No caso de $\epsilon_a = 8\%$, a diferença entre os fios assume, coerentemente, um valor intermediário.

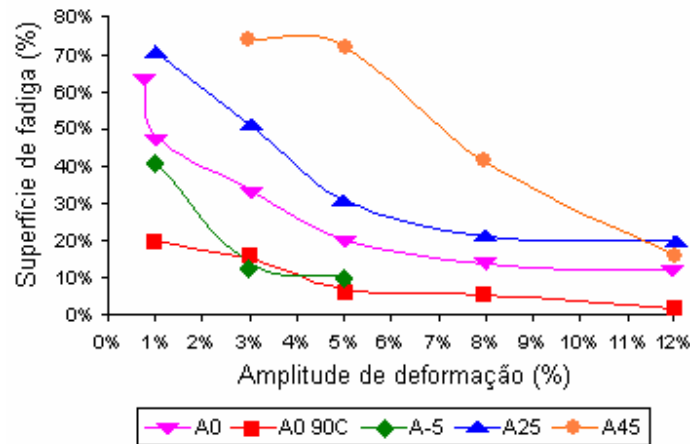


Figura 5.43 – Curvas Superfície de fadiga (%) - Amplitude de deformação (%), para os fios A0, A0 90°C, A-5, A25 e A45.

Tendo em vista que, à temperatura ambiente e sem deformações impostas, estes fios são superelástico, bifásico e martensítico, respectivamente, a convergência dos valores das superfícies de fadiga com o aumento da deformação parece corroborar a tese de que, sob esta deformação, os três materiais encontram-se na fase martensítica.

Por outro lado, o fio A0 90°C foge do padrão de comportamento verificado para os outros três, uma vez que, para $\varepsilon_a = 12\%$, sua superfície de fadiga é 83% menor que a do fio A0 (curva mais próxima). O comportamento diferente desse fio pode, em tese, se justificar pelo fato de ser austenítico estável, não sofrendo, portanto, mudança de fase com o aumento da deformação aplicada. Ademais, sua menor superfície de fratura é coerente com a menor vida em fadiga dos materiais austeníticos, particularmente neste caso em que a temperatura de ensaio é mais alta que a do fio superelástico (seção 5.2.2).

Acerca do fio A-5, parece pouco prudente levantar alguma hipótese para explicar o comportamento, tendo em vista o número pequeno de amplitudes de deformação analisadas (1%, 3% e 5%). Contudo, pode-se observar que a curva encontra-se na mesma posição relativa que sua curva ε_a-N_f , isto é, entre as curvas dos fios A0 90°C e A0. Cabe lembrar que, para efeito de comportamento mecânico sob fadiga, o fio A-5 pode ser

considerado como um fio A0 ensaiado a uma temperatura mais alta que a ambiente (seção 5.1.2), contando, por essa razão, com maior estabilidade de sua fase austenítica que o fio A0.

Outra característica que pode ser verificada na tabela V.12 é a tendência de crescimento da área de fadiga, sob uma mesma amplitude de deformação, na ordem A0 90°C, A-5, A0, A25 e A45. Este efeito está mostrado no gráfico da figura 5.44, para o caso de $\epsilon_a=5\%$, corroborando a hipótese de que a tensão atuante é mais baixa no material martensítico (menor área correspondente à fratura final).

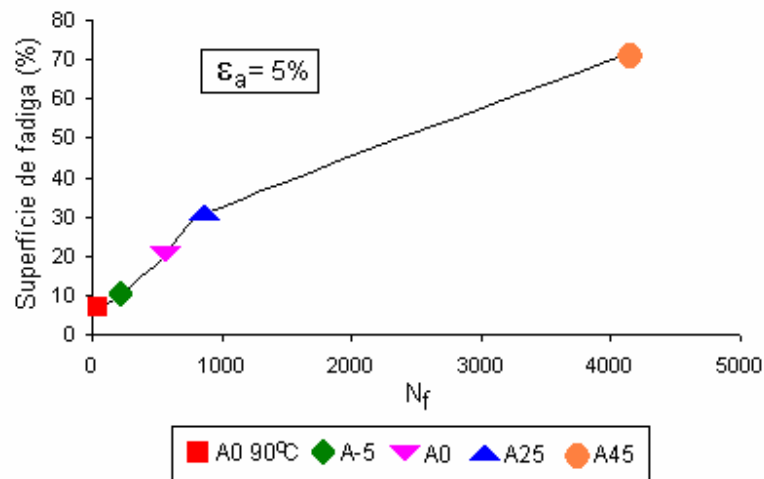


Figura 5.44 – Curva Superfície de fadiga (%) - N_f , para os fios A0 90°C, A-5, A0, A25 e A45, sob $\epsilon_a=5\%$.

Tal constatação parece consistente com as curvas ϵ_a-N_f apresentadas na seção 5.5.5, isto é, a vida em fadiga do fio martensítico é maior que a do austenítico, o que parece advir tanto das tensões mais baixas que sob uma mesma deformação solicitam aquele fio, previstas pela análise numérica (seção 5.2.1), quanto da grande ocorrência de ramificação e nucleação de trincas secundárias naquele material, descrita por BAHIA *et al.* (2006), e verificado, também, no presente trabalho (ver seção 5.3.3).

Entretanto, é importante ressaltar que, certamente, há mais fatores determinando o comportamento das curvas das figuras 5.43 e 5.44 além de mudança/não-mudança de fase. Tal fato, juntamente com o pequeno número de superfícies analisadas, indica que os resultados aqui observados devem ser considerados apenas como uma possível tendência, a ser posteriormente comprovada através de investigação mais sistemática.

5.3.2.2 Aspectos microscópicos

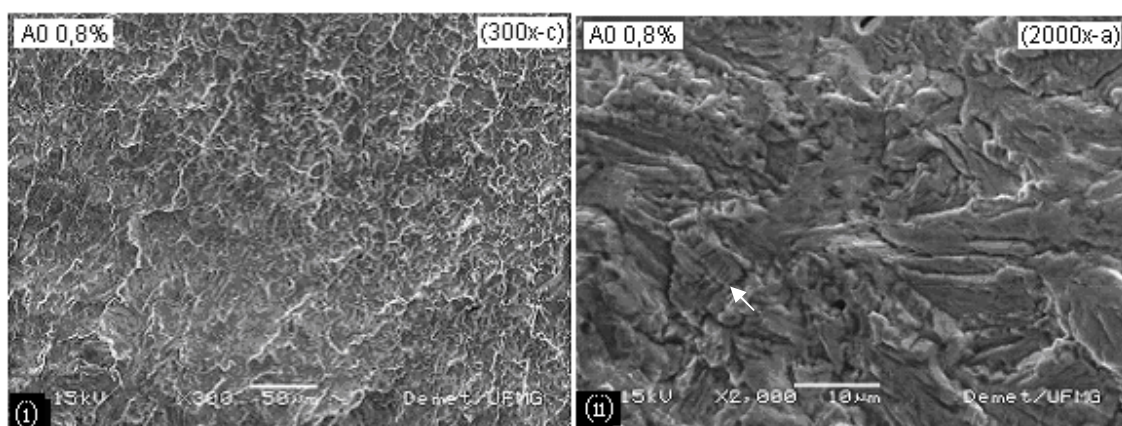
Algumas superfícies de fratura dos fios A0, A45, A0 90°C, A25 e A-5 estão apresentadas a seguir, com padrão de aumentos de 300x e 2000x e, em alguns casos, também com aumentos de 1000x e 4000x.

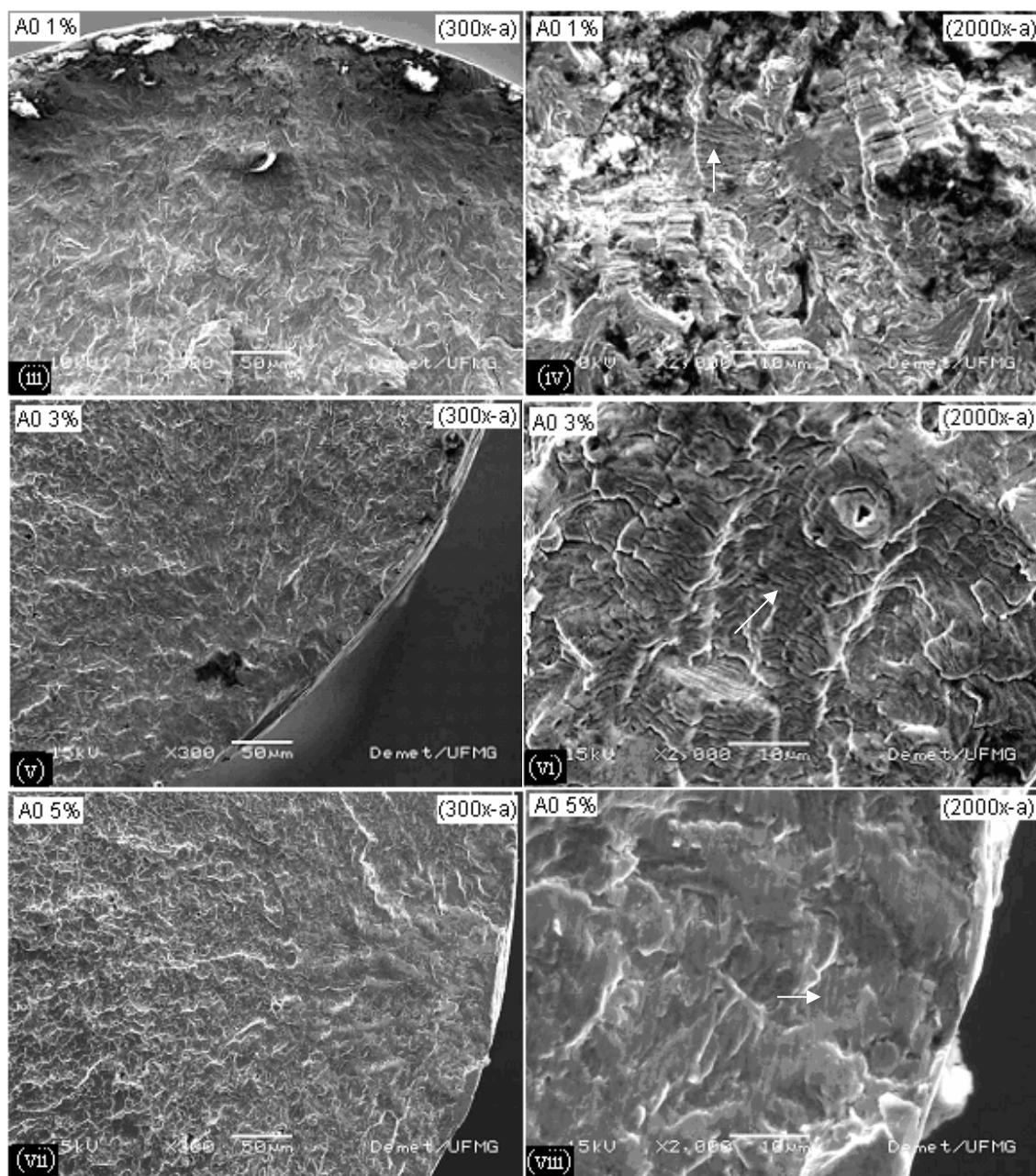
a) Fio A0

As imagens do fio A0 estão agrupadas por tipo de região (fratura por fadiga – figura 5.45 e fratura final – figura 5.46) e apresentadas por nível crescente de deformação.

a.1) Região de fratura por fadiga

Em todas as superfícies de fratura mostradas na figura 5.45, podem ser constatadas estrias de fadiga (apontadas por setas brancas), mesmo nos casos em que grande parte da região sofreu amassamento no processo de propagação da trinca (figura 5.45(viii) e (x)).





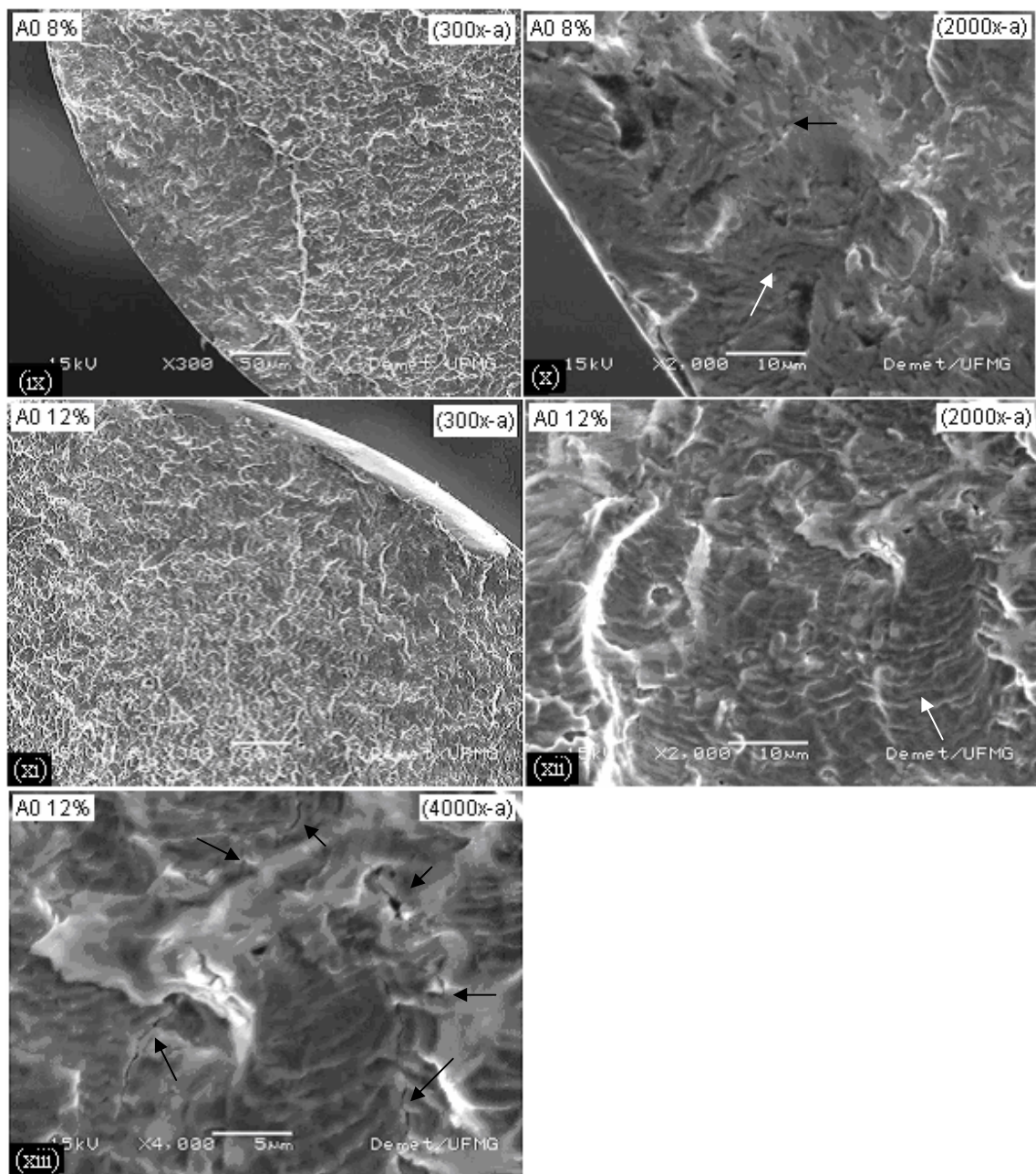


Figura 5.45 – Superfícies de fratura do fio A0 – regiões correspondentes a fratura por fadiga, sob amplitudes de deformação (i) e (ii) 0,8%; (iii) e (vi) 1%; (v) e (vi) 3%; (vii) e (viii) 5%; (ix)(x) 8% e (xi), (xii) e (xiii) 12%.

No entanto, as características das estrias parecem variar com o nível de amplitude de deformação com que as amostras foram ensaiadas.

Assim, a superfície rompida sob $\varepsilon_a = 0,8\%$ (figura 5.45 (ii)) apresenta estrias pouco definidas, indicando dependência da orientação cristalográfica sob baixas solicitações. Essas características ainda estão presentes, de forma menos marcante, no caso de $\varepsilon_a = 1\%$ (figura 5.45(iv)). Em geral, para todas as condições observadas, à medida que ε_a cresce (3%, 5% e 12%), as estrias se tornam mais definidas, assumindo um padrão mais próximo do convencional (figura 5.45(vi), (viii) e (xii), respectivamente). Tal constatação está de acordo com LANG (1986) e HERTZBERG (1989), segundo os quais, para materiais convencionais, a formação de estrias sob níveis baixos de ΔK depende de uma orientação cristalográfica favorável, enquanto que, sob altos níveis de ΔK , o embotamento da ponta da trinca por deformação plástica determina os eventos independentemente da orientação cristalográfica, produzindo estrias mais bem definidas. Ressalva deve ser feita para o caso de $\varepsilon_a = 8\%$, uma vez que na região fotografada o padrão não está bem claro devido aparentemente ao amassamento da região (figura 5.45(ix)).

Além disso, como esperado, podem ser encontradas trincas secundárias mais importantes nos casos de maior solicitação, apontadas por setas pretas na figura 5.45(x) e (xiii) ($\varepsilon_a = 8\%$ e $\varepsilon_a = 12\%$, respectivamente).

a.2) Região de fratura final

As regiões correspondentes à fratura final, para quatro níveis diferentes de ε_a , são apresentadas na figura 5.46. Essas regiões estão bem caracterizadas por *dimples* de rasgamento grandes e rasos, muito semelhantes entre si, não indicando dependência do nível de amplitude de deformação adotado no ensaio.

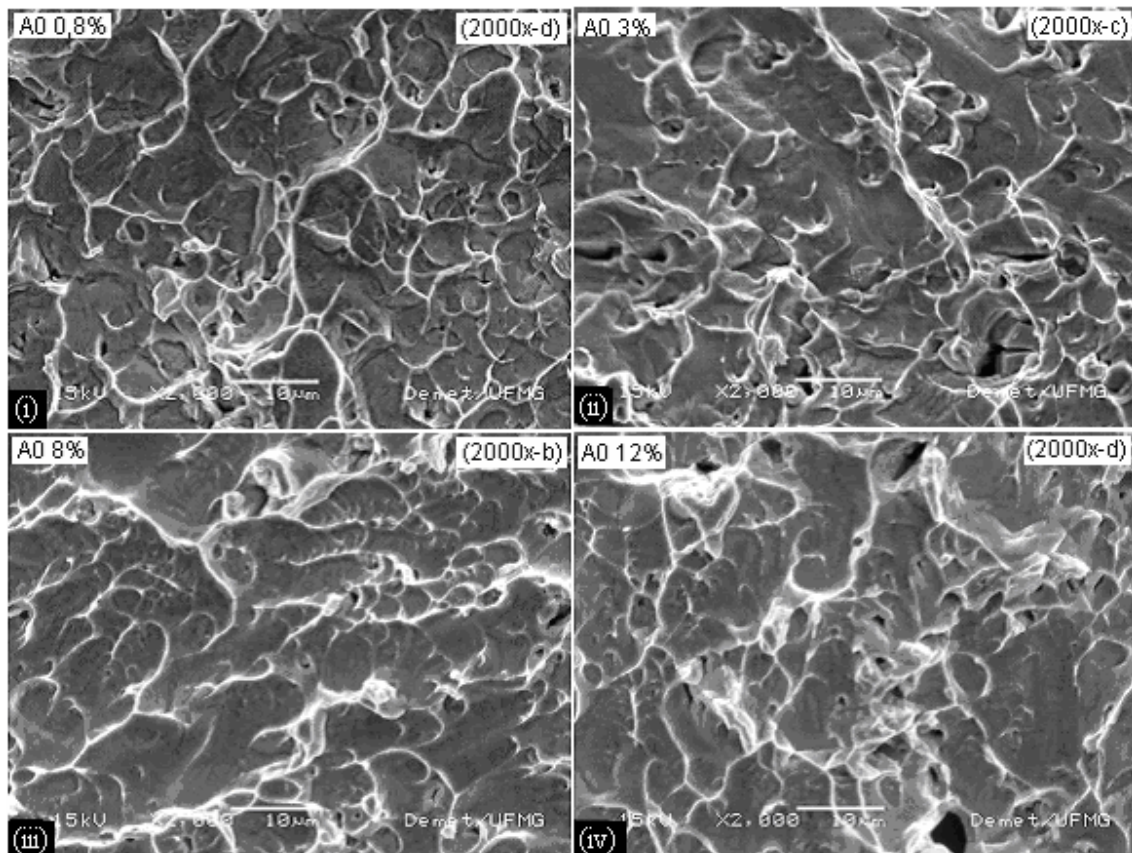


Figura 5.46 – Superfícies de fratura do fio A0 – regiões correspondentes a fratura final, sob amplitudes de deformação (i) 0,8%, (ii) 3%, (iii) 8% e (iv) 12%.

b) Fios A45, A0 90°C, A25, A-5

As imagens dos fios A45, A0 90°C, A25 e A-5 estão apresentadas conjuntamente, agrupadas por tipo de região (fratura por fadiga: figuras 5.47, 5.48, 5.49 e 5.50; fratura final: figura 5.51) e nível crescente de amplitude de deformação.

b.1) Região de fratura por fadiga

As imagens da figura 5.47(i), (ii) e (iii), referem-se aos fios A0 90°C, A25 e A-5, respectivamente, ensaiados sob $\epsilon_a = 1\%$.

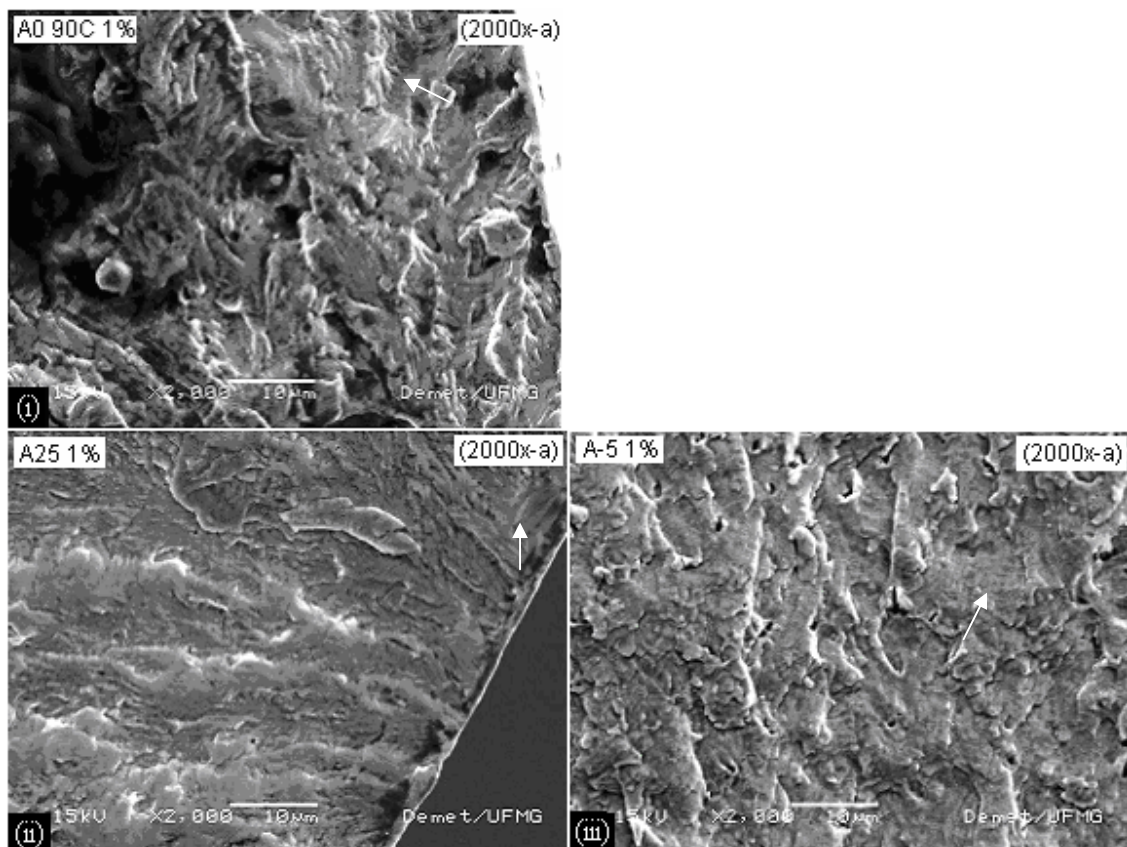


Figura 5.47 – Superfícies de fratura dos fios (i)A0 90°C, (ii)A25 e (iii) A-5 - regiões correspondentes a fratura por fadiga, sob amplitude de deformação $\epsilon_a=1\%$.

As três superfícies apresentadas na figura 5.47 apresentam estrias semelhantes às do fio A0 sob $\epsilon_a = 0,8\%$ e $\epsilon_a = 1\%$ (figura 5.45(ii) e (iv), respectivamente), o que parece consistente com o fato de que, sob esse nível de amplitude de deformação, os fios A0 90°C e A-5 supostamente apresentam comportamento austenítico e o A25, comportamento híbrido (bifásico).

Nas superfícies rompidas sob $\epsilon_a = 3\%$ (figura 5.48), apesar do amassamento sofrido durante o processo de propagação das trincas, pode-se constatar que as estrias dos fios A0 90°C e A-5 (figura 5.48(ii) e (iv), respectivamente) são mais definidas do que as dos fios rompidos sob $\epsilon_a = 1\%$ (figura 5.47), coerentemente com o nível mais alto de sollicitação.

Sobre as características das estrias dos fios A45 e A25 (figura 5.48(i) e (iii), respectivamente), não parece prudente tecer considerações, devido ao grande amassamento sofrido pelas superfícies.

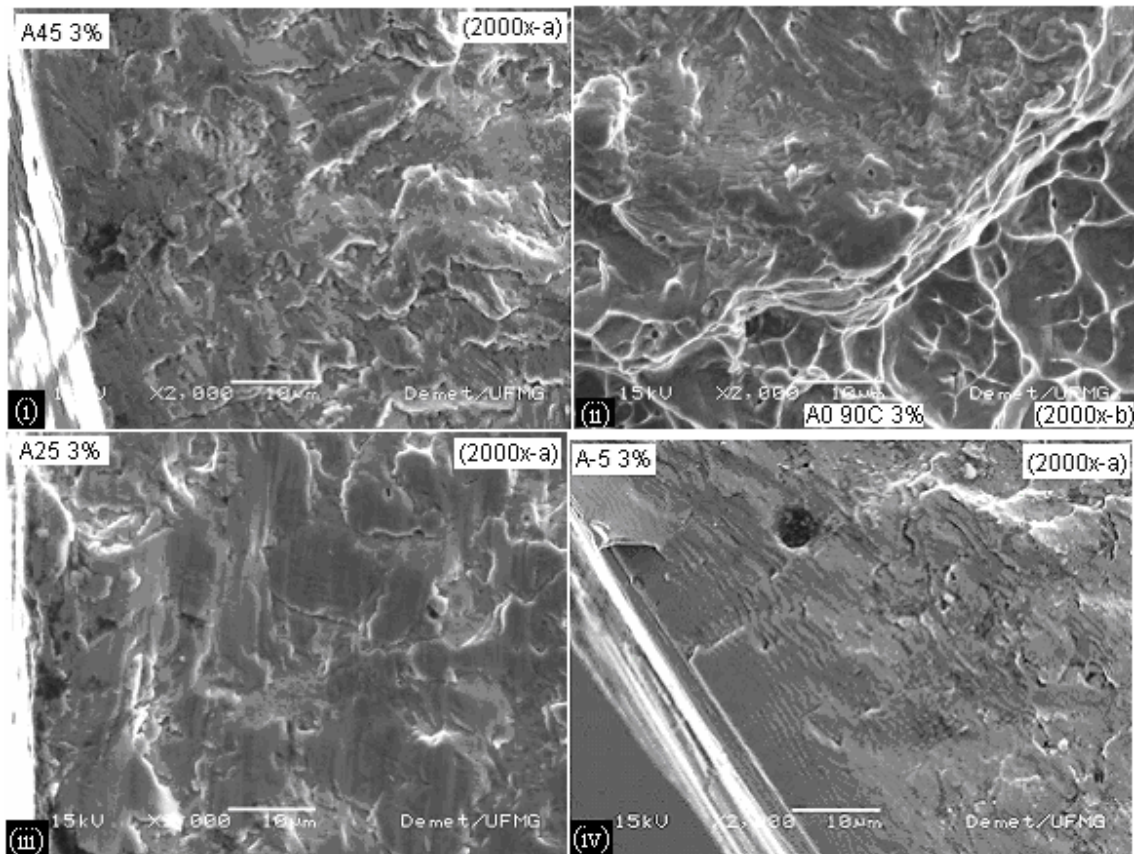


Figura 5.48 – Superfícies de fratura dos fios (i)A45, (ii)A0 90°C, (iii)A25 e (iv) A-5 - regiões correspondentes a fratura por fadiga, sob amplitude de deformação $\epsilon_a = 3\%$.

Também sob amplitude de deformação de 12% (figura 5.49), nas superfícies dos fios A45 e A25 (figura 5.49(i) e (iii), respectivamente) as estrias mostram-se mais bem definidas que no caso de $\epsilon_a = 3\%$, coerentemente com a sollicitação mais alta. Entretanto, no fio A0 90°C (figura 5.49(ii)), elas parecem inesperadamente menos definidas. Porém, é possível que esta imagem reflita apenas uma característica local.

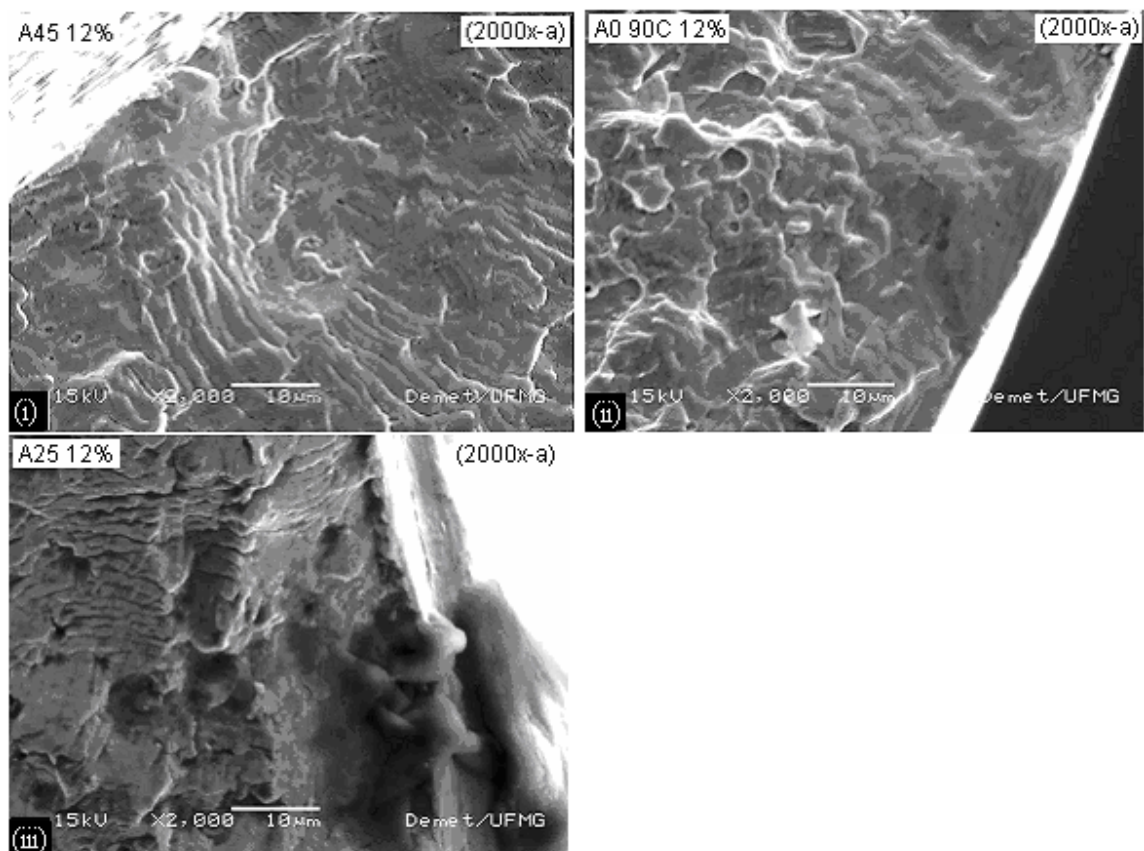


Figura 5.49 – Superfícies de fratura dos fios (i)A45, (ii)A0 90°C, (iii)A25 - regiões correspondentes a fratura por fadiga, sob amplitude de deformação $\epsilon_a=12\%$.

A figura 5.50 compara o padrão de estriamento do material martensítico estável (fio A45 – figura 5.51(i,iii)) e do austenítico estável (fio A0 90°C – figura 5.50(ii), (iv)), rompidos sob dois valores de ϵ_a (alto e baixo). Segundo HOLTZ *et al.* (1999) e McKELVEY & RITCHIE (2001), o padrão de estriamento das ligas de NiTi na forma austenítica é mais suave e uniforme que o da forma martensítica, este se apresentando mais grosseiro e acidentado. Entretanto, diferentemente do verificado por aqueles autores, as imagens deste trabalho mostram estriamento com características muito semelhantes.

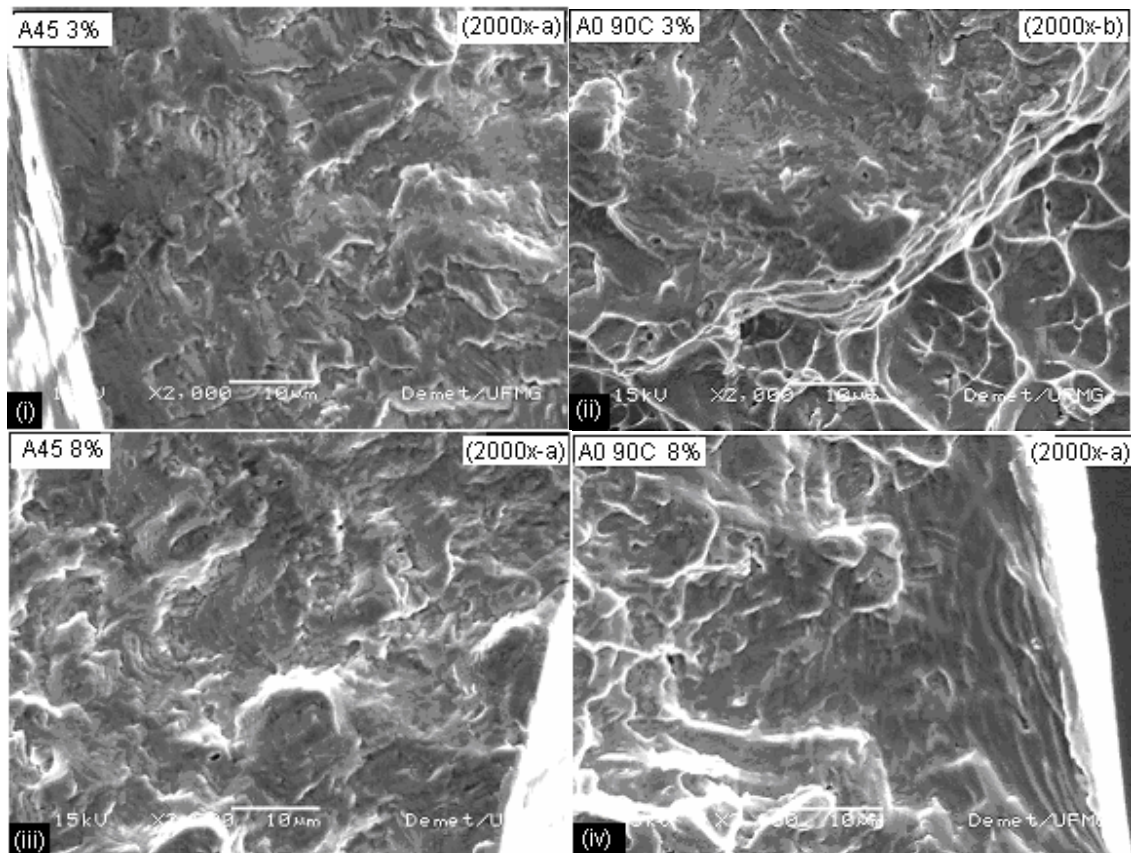


Figura 5.50 – Comparação entre o padrão de estriamento nos fios A45 para (i) $\varepsilon_a = 3\%$, (iii) $\varepsilon_a = 8\%$, e A0 90°C (ii) $\varepsilon_a = 3\%$, (iv) $\varepsilon_a = 8\%$.

b.2) Região da fratura final

A região de fratura final (figura 5.51) não indica diferenças importantes entre os quatro fios, com exceção de uma estrutura de *dimples* um pouco mais fina no caso do fio A-5. Entretanto, essa diferença não foi observada na superfície de fratura do ensaio de tração (figura 5.37) e, também, há que se lembrar que a superfície do fio A-5, na figura 5.51, refere-se a um ensaio sob $\varepsilon_a = 5\%$, tornando pouco significativa sua comparação com as demais, que são referentes a $\varepsilon_a = 12\%$.

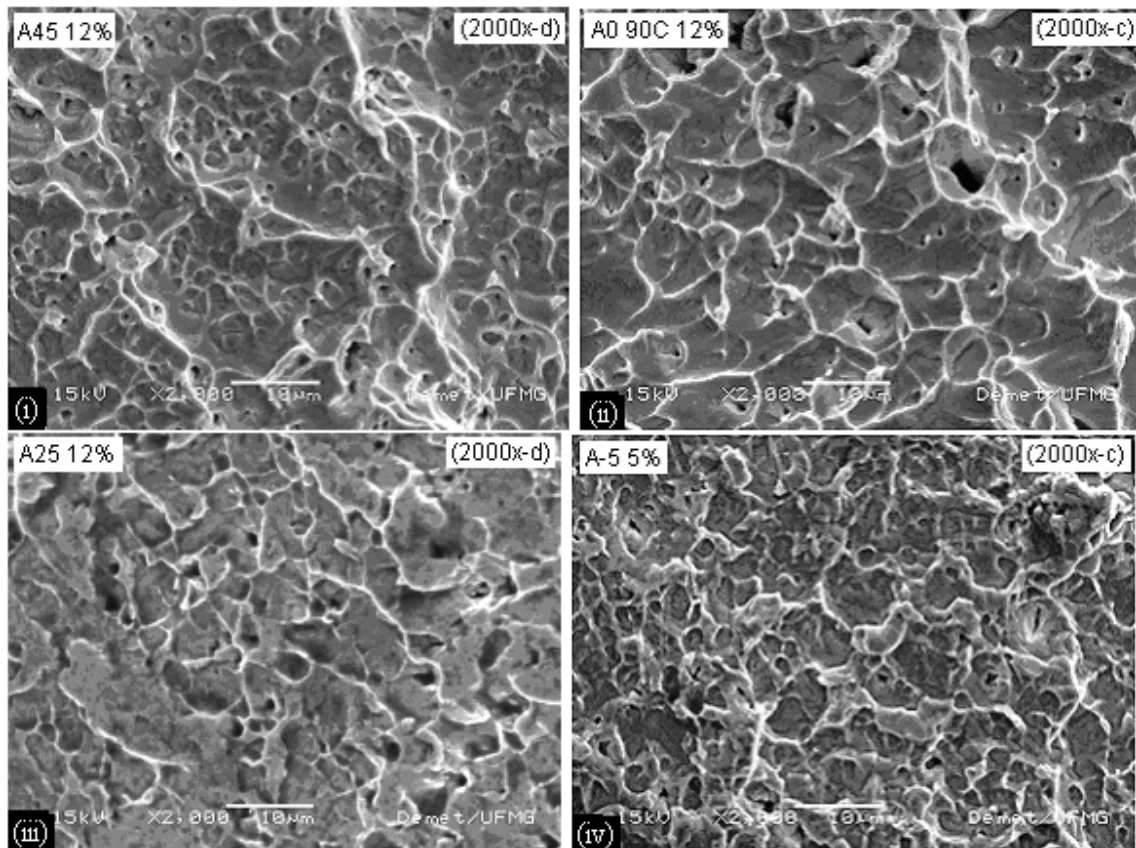


Figura 5.51 – Superfícies de fratura dos fios (i)A45, (ii)A0 90°C e (iii)A25, sob amplitude de deformação $\epsilon_a=12\%$, e (iv)A-5 sob $\epsilon_a=5\%$ - regiões correspondentes a fratura final.

Em síntese, a análise das superfícies de fratura por fadiga dos fios de NiTi revelou:

1. grandes áreas de fadiga que diminuem com o aumento da amplitude de deformação, em todos os fios, com aspecto semelhante entre si e próximo do padrão dos materiais dúcteis convencionais;
2. decréscimo da diferença entre as áreas de fadiga dos quatro fios, sob mesma ϵ_a , com o aumento desta, coerente com a hipótese de que sob grandes ϵ_a , os fios transformáveis encontram-se na fase martensítica;
3. crescimento da superfície de fadiga na ordem A0 90°C, A-5, A0, A25 e A45, sob mesmo ϵ_a , coerente com a maior vida em fadiga do material martensítico, advinda

tanto das tensões mais baixas que o solicitam, previstas pela análise numérica (seção 5.2.1), quanto da morfologia das trincas neste material (seção 5.3.3).

4. presença de estrias de fadiga em todos os casos, tão melhor definidas quanto maior ϵ_a (menor dependência da microestrutura);
5. trincas secundárias mais numerosas e importantes sob grandes ϵ_a , no fio A0;
6. padrão de estriamento semelhante nos materiais martensítico estável e austenítico estável, sob mesmos valores de ϵ_a ;
7. padrão de fratura final semelhante em todos os fios, com *dimples* de rasgamento grandes e rasos.

5.3.3 Morfologia e propagação das trincas

Algumas características da propagação das trincas de fadiga, em particular sua morfologia, foram analisadas em seções longitudinais de fios ensaiados (método descrito na seção 4.4.2), como ilustrado, na figura 5.52, por uma amostra do fio A0 rompido sob $\epsilon_a = 3\%$, observada ao MEV com aumento de 100x.



Figura 5.52 – Imagem de seção longitudinal de fio rompido, preparado para metalografia, ao MEV. Fio A0, $\epsilon_a = 3\%$, aumento de 100x, posições a,b,c do esquema na figura 5.56.

Com este aumento já é possível visualizar várias trincas secundárias, iniciadas ao longo das duas regiões laterais (superfície do fio), que se encontram em diferentes estágios de propagação em direção ao eixo do fio. A região fraturada corresponde à seção transversal rompida, ou seja, ao perfil da superfície de fratura (borda) da trinca principal, a qual se propagou por fadiga até a ruptura da seção por sobrecarga (fratura final).

Imagens das trincas obtidas com aumentos maiores, assim como os esquemas para sua localização, estão apresentados a seguir, organizados por tipo de fio e amplitude de deformação (A0 - figuras 5.54, 5.55, 5.56, 5.57, 5.58, 5.59; A0 90°C - figuras 5.61 e 5.62; A-5 - figuras 5.63 e 5.64). Imagens da superfície dos fios na região próxima à da ruptura (método descrito na seção 4.4.3), também organizadas por tipo de fio e amplitude de deformação, encontram-se nas figuras 5.60, 5.65, 5.66 e 5.67.

a) Fio A0

A figura 5.53 mostra um detalhe de seção longitudinal do fio A0 virgem, em uma região próxima à região lateral (superfície do fio), para comparação com imagens correspondentes do fio rompido.

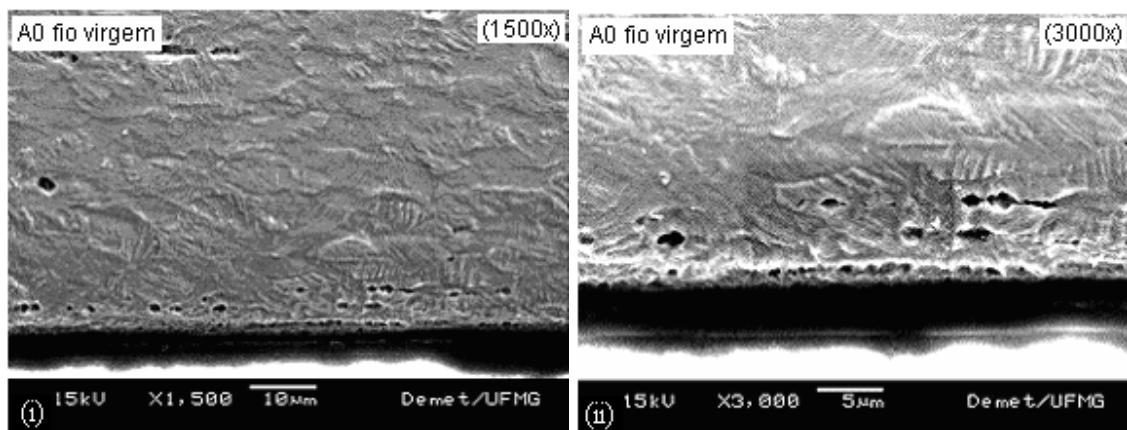


Figura 5.53 – Fio A0: seção longitudinal do fio virgem; detalhe de região próxima à superfície observada, com aumentos de (i) 1500x; (ii) (3000x).

Verifica-se uma maior densidade de cavidades globulares nas proximidades da superfície do fio, relativamente à região mais interna, inclusive à microestrutura apresentada na figura 5.11. Porém, essa pode ser apenas uma característica localizada, desta amostra.

Na figura 5.54(i), (ii), (iii), (iv) e (v), estão os esquemas das amostras do fio A0 rompido sob amplitudes de deformação $\varepsilon_a = 1\%$, $\varepsilon_a = 3\%$, $\varepsilon_a = 5\%$, $\varepsilon_a = 8\%$ e $\varepsilon_a = 12\%$, respectivamente, onde são indicadas todas as regiões (a, b, c, etc.) observadas ao MEV, das quais foram feitos registros. As imagens mais representativas das características encontradas são mostradas nas figuras 5.55 a 5.59.

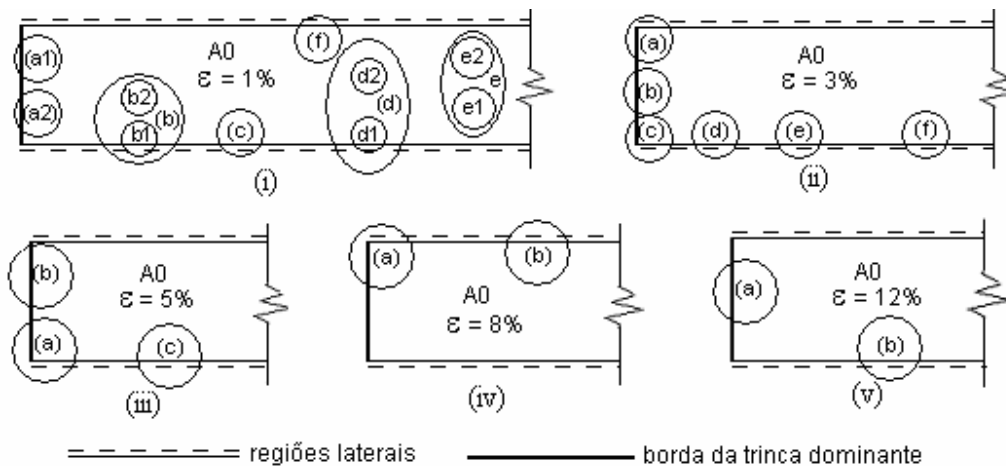


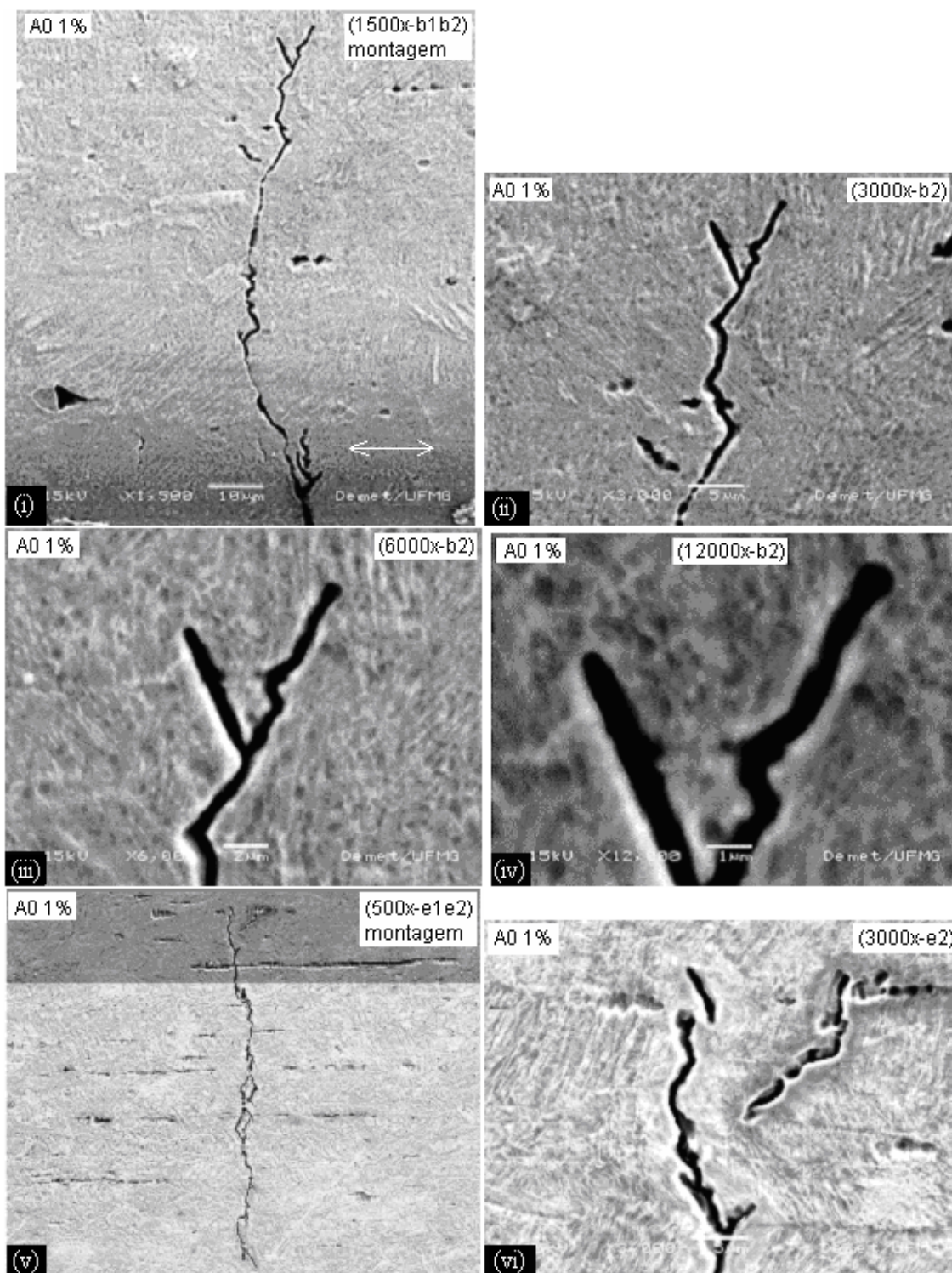
Figura 5.54 – Fio A0: esquema das regiões observadas ao MEV, relativas a (i) $\varepsilon_a = 1\%$, (ii) $\varepsilon_a = 3\%$, (iii) $\varepsilon_a = 5\%$, (iv) $\varepsilon_a = 8\%$ e (v) $\varepsilon_a = 12\%$.

A análise das regiões fraturadas (bordas da trinca dominante) não foi conclusiva, devido à dificuldade de identificação das regiões observadas (fadiga ou fratura final).

As regiões laterais do fio A0 rompido sob $\varepsilon_a = 1\%$ mostraram uma densidade pequena de trincas profundas (muito propagadas). A figura 5.55(i), (ii), (iii) e (iv) apresenta uma delas, encontrada na região b1-b2. Observa-se que a região próxima à superfície do fio (da margem inferior da figura 5.55(i) até a posição indicada pela seta) parece não ter sido

alcançada pelo preparo da amostra (lixamento), estando retratada a superfície curva do fio, abaixo do nível da resina, e não sua seção longitudinal. Nesta região, pode-se verificar que ocorreu nucleação de poucas trincas, além da trinca dominante, e que as poucas trincas nucleadas se propagaram muito. A figura 5.55(v), (vi), (vii) e (viii) apresenta imagens de outra trinca, esta encontrada na parte central da seção longitudinal (e1-e2), sugerindo que a região de seu início foi removida pelo preparo, ou encontra-se em uma posição abaixo desta seção longitudinal.

As características das trincas sugerem um padrão “semicristalográfico” de propagação, seguindo em certa medida a direção do “relevo” da microestrutura, conjugado com desvios na direção de inclusões e precipitados presentes na matriz logo à sua frente. Essa constatação corrobora a hipótese de que o aparente relevo trata-se de subestruturas da austenita, compostas de precipitados de Ti_3Ni_4 e subestruturas de deslocação, advindas da fase final do processo de fabricação (seção 5.1.4.2). As pontas das trincas apresentam-se relativamente rombudas (largura comparável à abertura da trinca na sua região anterior) e são registradas poucas ramificações. Na figura 5.55(v),(vi),(vii),(viii), as imagens sugerem a ocorrência de propagação “descontínua”, isto é, uma nova microtrinca se forma na região à frente da ponta da trinca, seguindo-se a ligação das duas, em processo largamente referido na literatura clássica.



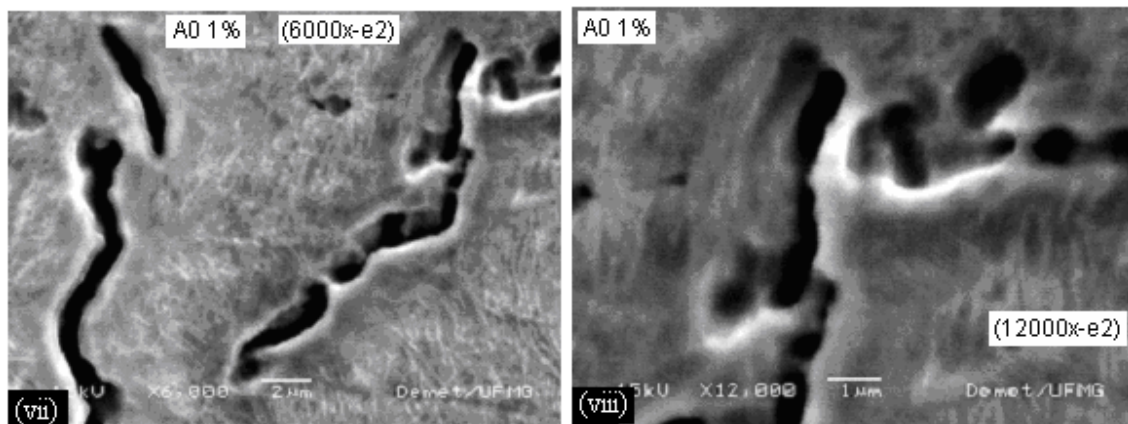
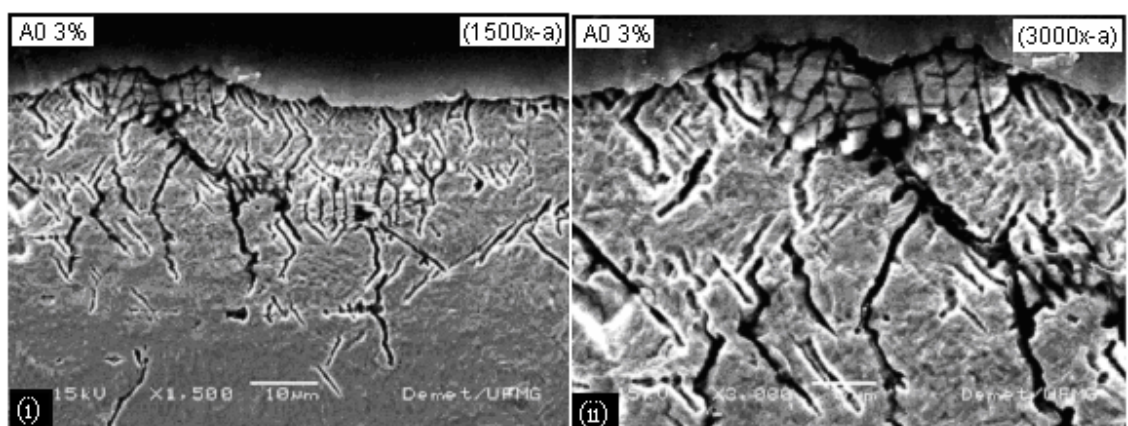


Figura 5.55 – Fio A0, $\epsilon_a=1\%$: seção longitudinal do fio rompido.

As trincas encontradas nas regiões laterais do fio A0 rompido sob $\epsilon = 3\%$ estão ilustradas na figura 5.56. Estas imagens revelam um padrão substantivamente diferente do caso anterior ($\epsilon_a=1\%$), com uma grande nucleação de trincas secundárias e ocorrência substantiva de ramificação, com propagação menor e padrão mais cristalográfico, mas ainda com desvios na direção de inclusões e precipitados. Por outro lado, aparentemente a largura das trincas é semelhante nos dois casos, assim como as características das pontas das trincas (figuras 5.56(iv),(v) e 5.55(vi),(vii),(viii)).



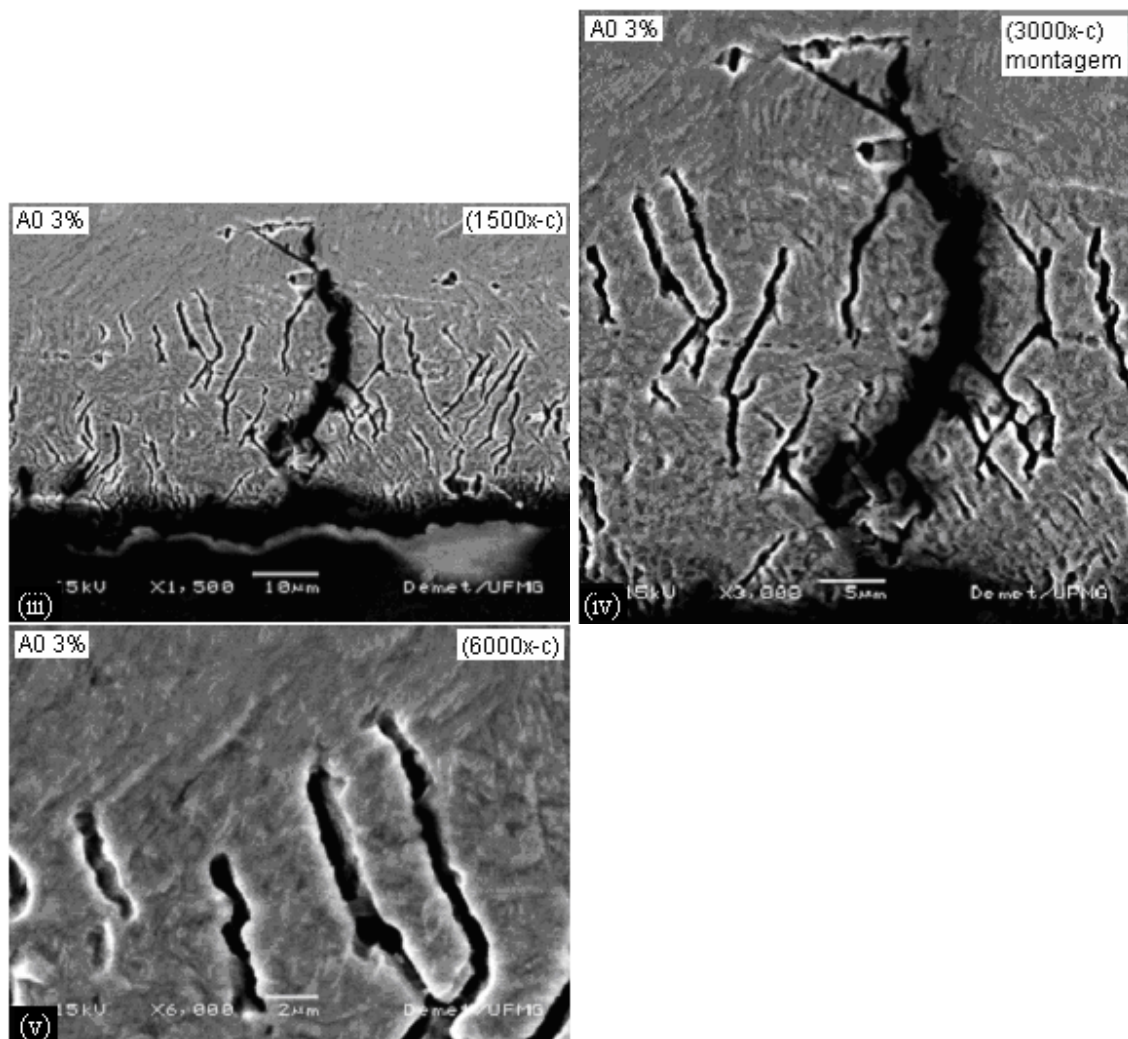


Figura 5.56 – Fio A0, $\epsilon_a=3\%$: seção longitudinal do fio rompido.

Sob $\epsilon_a=5\%$, a propagação das trincas diminui ainda mais, o padrão cristalográfico permanece, assim como a densidade e a largura das trincas parecem não ter se alterado (figura 5.57). Estas tendências se mantêm com o aumento da amplitude de deformação, com exceção da propagação, que passa a diminuir significativamente, como pode ser visto nas figuras 5.58 e 5.59, para $\epsilon_a = 8\%$ e $\epsilon_a = 12\%$, respectivamente.

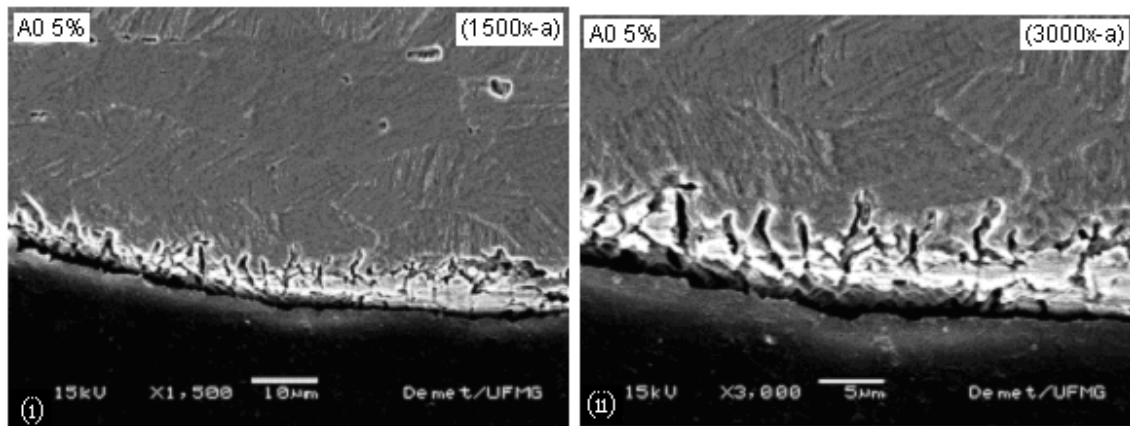


Figura 5.57 – Fio A0, $\epsilon_a=5\%$: seção longitudinal do fio rompido.

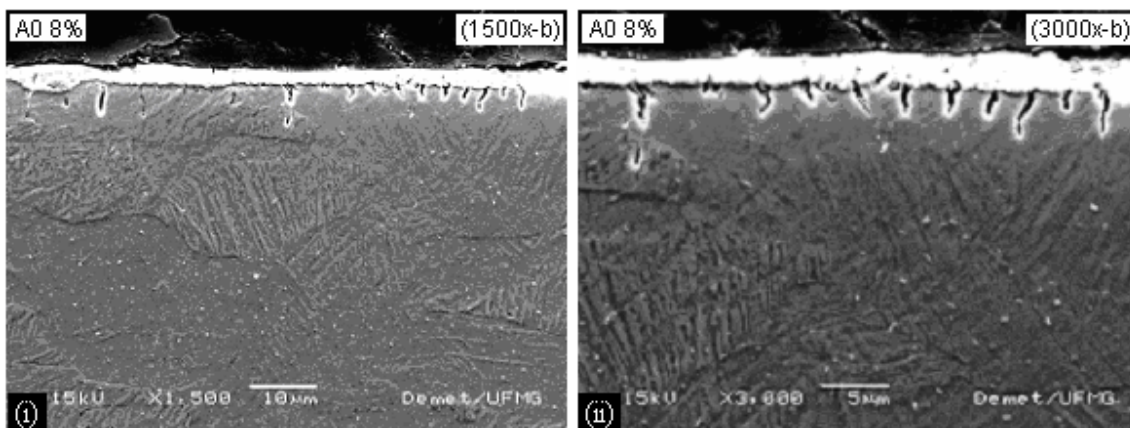


Figura 5.58 – Fio A0, $\epsilon_a=8\%$: seção longitudinal do fio rompido.

Nas imagens da figura 5.59 ($\epsilon_a=12\%$), da mesma forma que no caso da figura 5.55(i), a região entre a posição apontada pela seta e a extremidade inferior da imagem, retrata a superfície do fio não atingida pelo preparo. Dessa forma, as trincas nessa seção longitudinal parecem ser muito incipientes, iniciadas acima da linha da seta, e a superfície não lixada do fio, abaixo da linha da seta, sugere que essas trincas incipientes formam uma rede com grande quantidade delas.

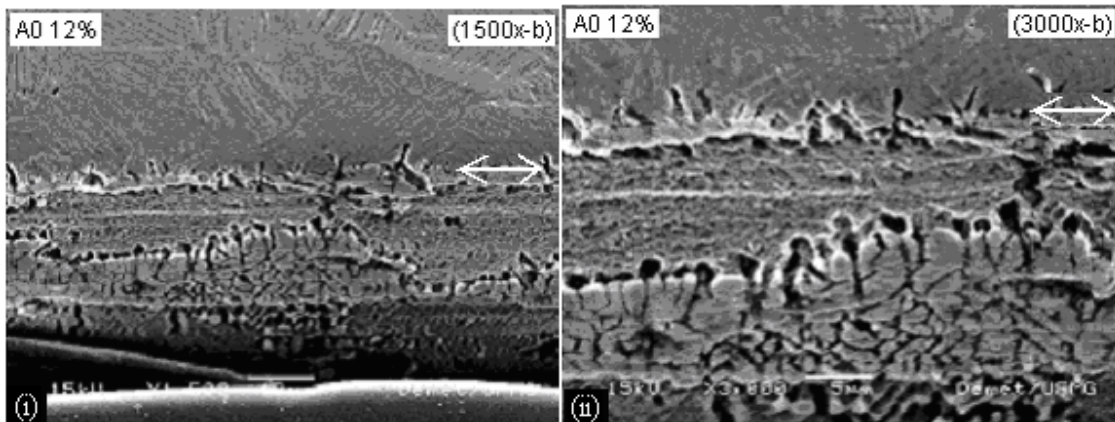


Figura 5.59 – Fio A0, $\epsilon_a=12\%$: seção longitudinal do fio rompido.

Cabe observar que não foi possível comparar as imagens apresentadas nesta seção com imagens obtidas na literatura, pois não foram encontrados registros de observação de trincas, em ligas de NiTi, usando técnica semelhante. Apesar disso, e a despeito da tridimensionalidade da propagação dificultar a determinação da posição das regiões capturadas pelas imagens em relação à totalidade das trincas, parece cabível fazer algumas considerações e levantar algumas hipóteses acerca das características verificadas. Nesse sentido, e lembrando que todas as trincas visualizadas são trincas secundárias (a trinca dominante foi a que produziu a ruptura), as imagens sugerem que:

- 1) Via de regra, sob todas as amplitudes de deformação analisadas exceto $\epsilon_a = 1\%$, em que não foi possível observar a região de iniciação, as trincas nuclearam-se preferencialmente em micro-defeitos presentes na superfície do fio, tais como os visualizados na figura 5.53.
- 2) No caso de amplitude de deformação pequena, $\epsilon_a = 1\%$, nuclearam-se poucas trincas secundárias, observando-se pouca ramificação e grande propagação dessas trincas, até quase a ruptura da seção. A propagação se deu de maneira semicristalográfica, isto é, perpendicularmente ao eixo do fio, porém buscando com frequência se acomodar localmente às subestruturas da austenita, além de eventualmente se desviar na direção de inclusões e precipitados presentes à sua frente.

- 3) Sob $\varepsilon_a = 3\%$, valor de amplitude de deformação próximo àquele que produz mudança de fase em volume suficiente para vencer a barreira da triaxialidade, isto é, região de início do “Z” na curva $\varepsilon_a - N_f$ (seção 5.2.2 - $\varepsilon_a \approx 4\%$ nas figuras 5.31 e 5.32), é verificado um aumento importante tanto na densidade de nucleação das trincas, quanto na sua ramificação, ao mesmo tempo em que, coerentemente, a propagação mostra-se significativamente diminuída e mais cristalográfica.
- 4) Sob $\varepsilon_a = 5\%$, valor que na curva $\varepsilon_a - N_f$ do fio A0 corresponde aproximadamente ao meio do caminho entre as curvas da austenita e da martensita (figuras 5.31 e 5.32), as características encontradas sob $\varepsilon_a = 3\%$ aparecem intensificadas, porém as trincas secundárias apresentam, em geral, comprimento menor (propagação diminuída) e menos ramificações, apesar da densidade de nucleação semelhante (figura 5.57).
- 5) Sob $\varepsilon_a = 8\%$ e $\varepsilon_a = 12\%$, a propagação das trincas secundárias segue diminuindo ainda mais fortemente, não são mais observadas ramificações, porém a quantidade de nucleação parece não sofrer alteração importante. Vale ressaltar que, sob essas amplitudes de deformação, a curva $\varepsilon_a - N_f$ do fio A0 encontra-se a região da curva do fio martensítico (figuras 5.31 e 5.32).
- 6) Aparentemente, portanto, quando se aumentou o nível de amplitude de deformação de 1% para 3%, houve mudança no mecanismo de dissipação de energia. Parece procedente, nesse caso, levantar a hipótese de que o padrão de trincamento, assumido com $\varepsilon_a = 1\%$, seria semelhante ao padrão de trincamento da austenita estável, enquanto que para $\varepsilon_a \geq 3\%$, seja mais próximo do padrão da martensita estável.

As imagens da superfície dos fios A0, nas regiões próximas à seção onde se deu a ruptura estão mostradas na figura 5.60. Registra-se que, nas regiões mais distantes da seção fraturada, foi observado muito pouco, senão nenhum, trincamento importante nas cinco amostras, coerentemente com os resultados da análise numérica, que previu queda

acentuada das tensões atuantes, da região de sua aplicação (próxima ao mandril) em direção ao cabeçote do equipamento utilizado (seção 5.2.1).

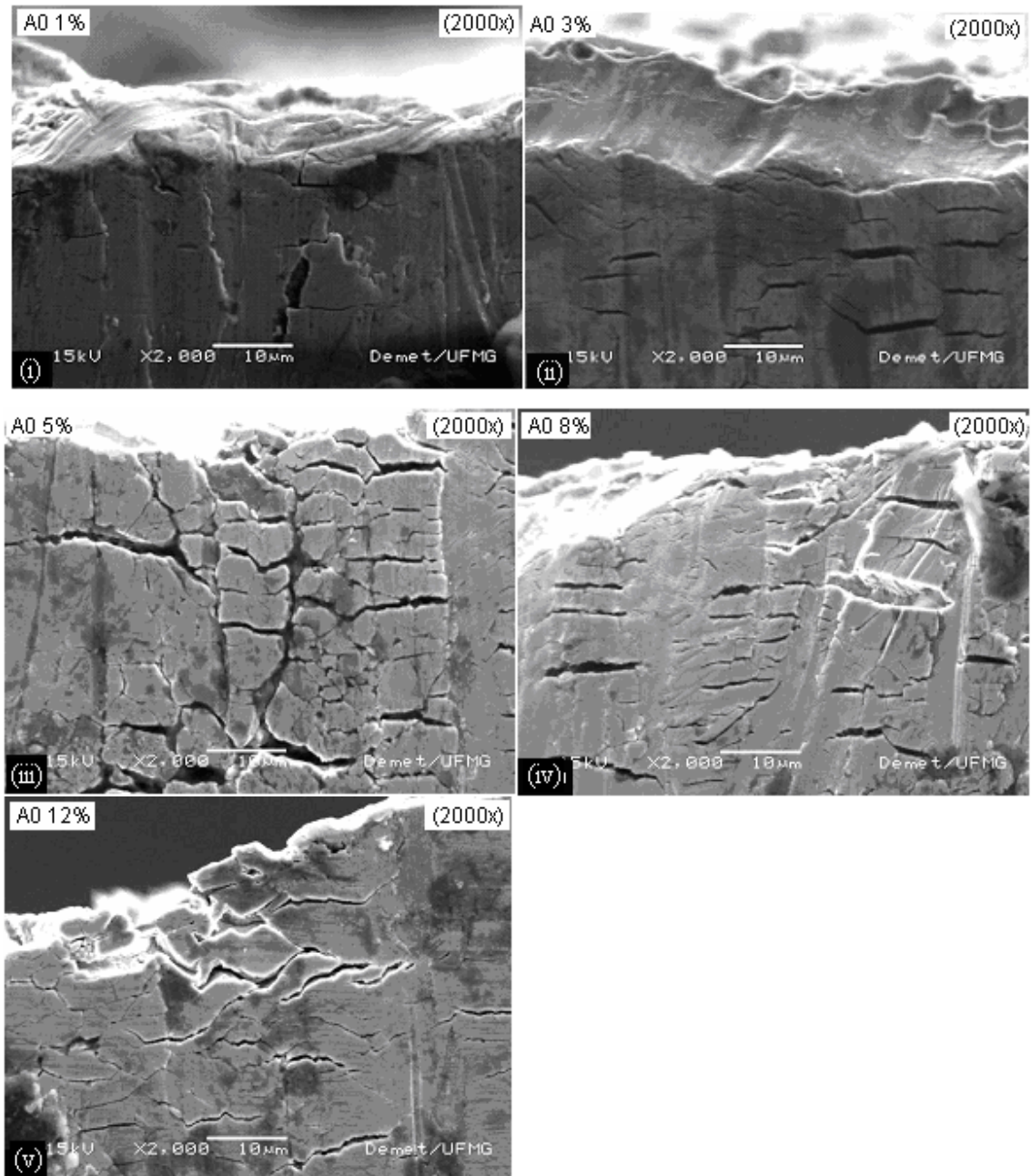


Figura 5.60 – Fio A0: superfície do fio rompido sob (i) $\epsilon_a=1\%$, (ii) $\epsilon_a=3\%$; (iii) $\epsilon_a=5\%$; (iv) $\epsilon_a=8\%$; (v) $\epsilon_a=12\%$.

O padrão de trincamento observado nas superfícies dos fios (figura 5.60) parece consistente com o padrão verificado nas seções longitudinais (figuras 5.55 a 5.59). Assim, para $\epsilon_a=1\%$ (figura 5.60(i)) há poucas trincas secundárias, relativamente à quantidade nucleada nos casos de maiores amplitudes de deformação (figura 5.60(ii) a (v)). Nestes, podem ser constatadas as redes de trincas, visíveis nas figuras 5.57 e 5.59, que aparentemente se tornam mais finas com o aumento de ϵ_a .

b) Fios A45, A0 90°C, A25, A-5

b.1) Seção longitudinal do fio rompido.

Não foi possível analisar as seções longitudinais do material martensítico estável (A45), uma vez que todos os fios sofreram deformação dentro da resina, durante o preparo das amostras, possivelmente devido à transformação reversa do material (efeito memória de forma), induzida por aquecimento.

As imagens das seções longitudinais do fio austenítico estável (A0 90°C) rompidos sob $\epsilon_a = 1\%$, $\epsilon_a = 3\%$, $\epsilon_a = 5\%$ e $\epsilon_a = 12\%$, estão apresentadas na figura 5.62(i), (ii), (iii) e (iv), respectivamente, e referem-se a algumas das regiões apontadas na figura 5.61.

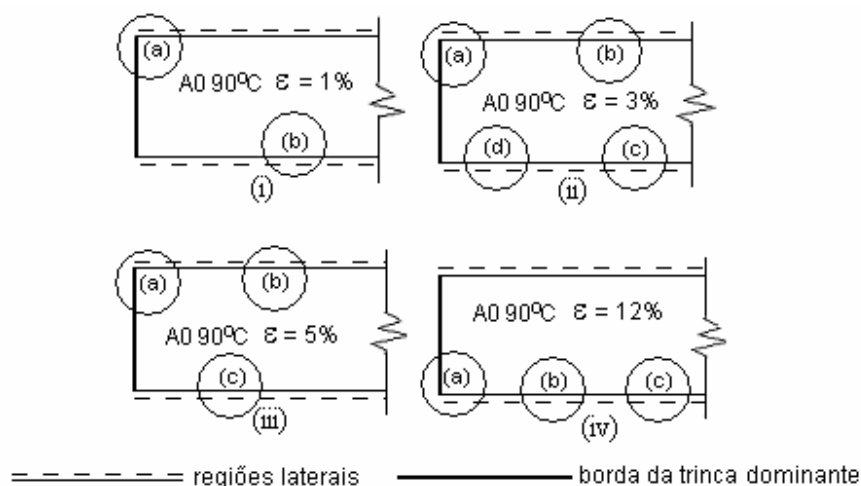


Figura 5.61 – Fio A0 90°C: seção longitudinal do fio rompido – esquema.

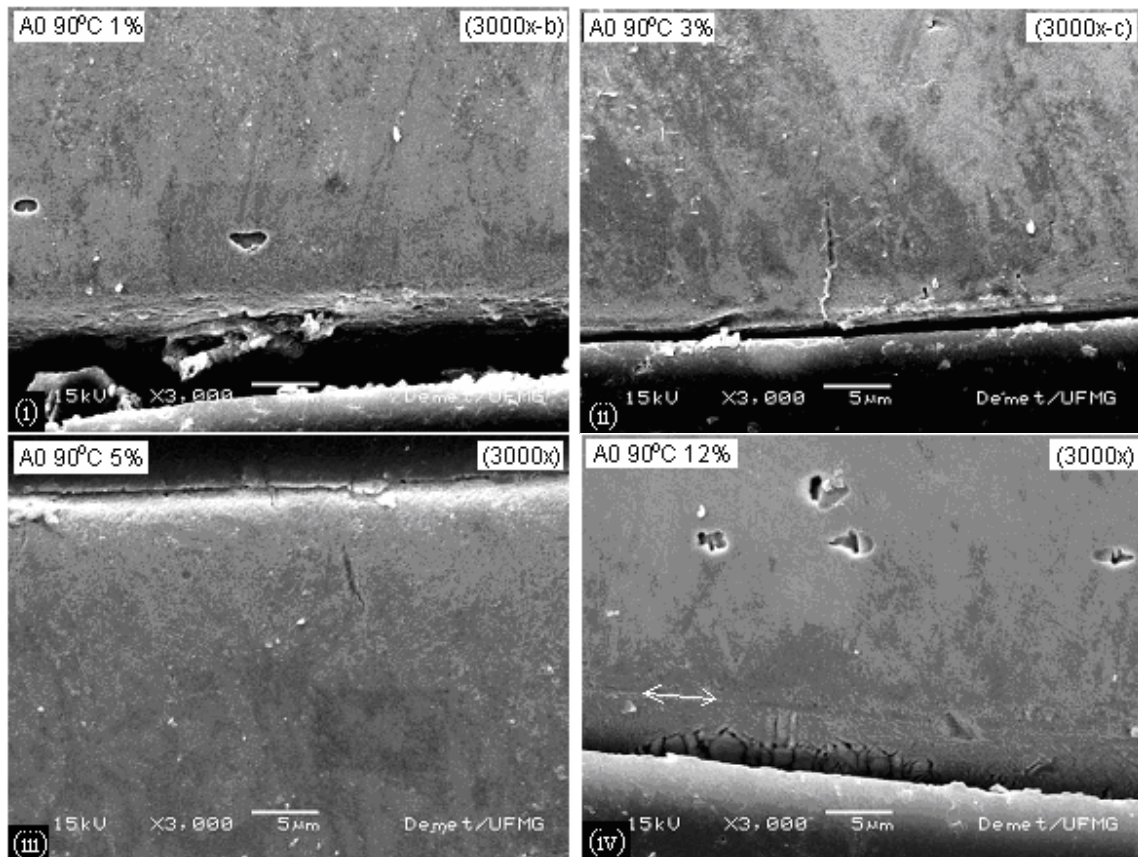


Figura 5.62 – Fio A0 90°C: seção longitudinal do fio rompido sob (i) $\epsilon_a=1\%$; (ii) $\epsilon_a=3\%$; (iii) $\epsilon_a=5\%$; (iv) $\epsilon_a=12\%$, com aumento de 3000x.

Como pode ser verificado na figura 5.62, poucas trincas secundárias são visualizadas nas amostras do fio A0 90°C. As imagens sugerem que o trincamento pode ter se dado com características semelhantes às do fio A0 sob $\epsilon_a=1\%$ (figura 5.55), isto é, baixa quantidade de nucleação secundária, pouca ramificação e grande propagação das poucas trincas nucleadas, o que, no caso do fio A0 90°C, parece ter ocorrido de forma importante apenas na trinca dominante, em todos os casos de amplitude de deformação analisados. No caso de $\epsilon_a = 12\%$ (figura 5.62(iv)), as poucas trincas aparecem localizadas na superfície curva do fio, não alcançada pelo lixamento (abaixo da linha da seta).

Como a curva $\epsilon_a - N_f$ do fio A0 se aproxima da do fio A0 90°C até por volta de $\epsilon_a = 4\%$, a partir de onde se desvia em direção à curva do material martensítico (figuras 5.31 e 5.32 da seção 5.2.2), a semelhança do padrão de trincamento desses dois fios, quando o A0 é submetido a $\epsilon_a=1\%$, corrobora a hipótese de que este material, sob esta amplitude de deformação, se encontra na forma austenítica.

O trincamento observado nas amostras do fio A-5 pode ser observado nas imagens da figura 5.64, que têm os esquemas de localização mostrados na figura 5.63.

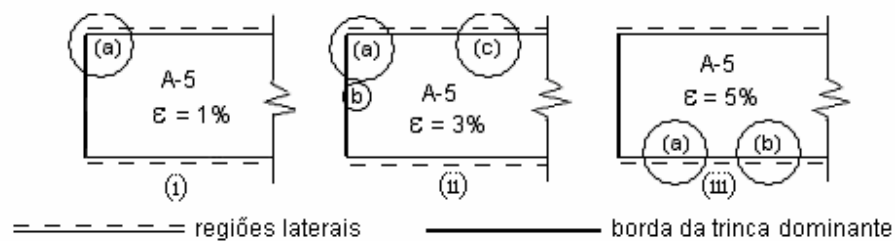
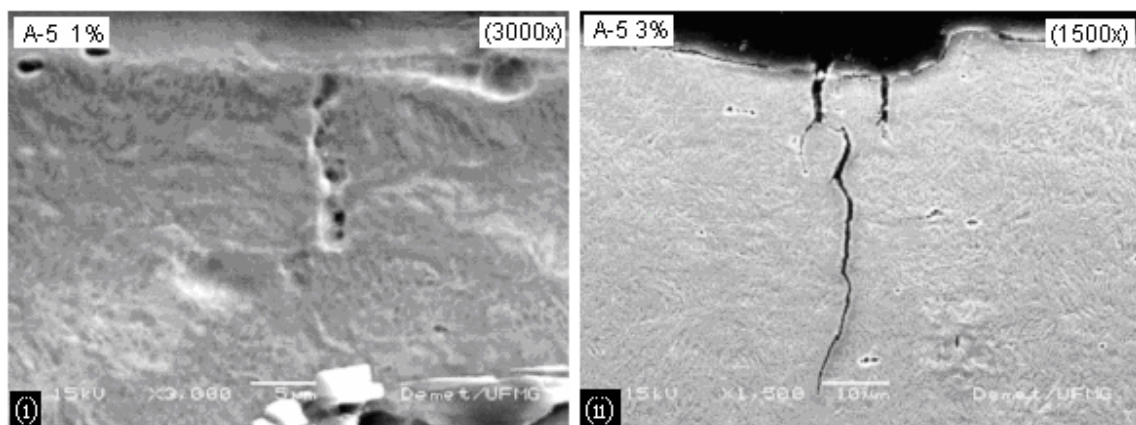


Figura 5.63 – Fio A-5: seção longitudinal do fio rompido – esquema.



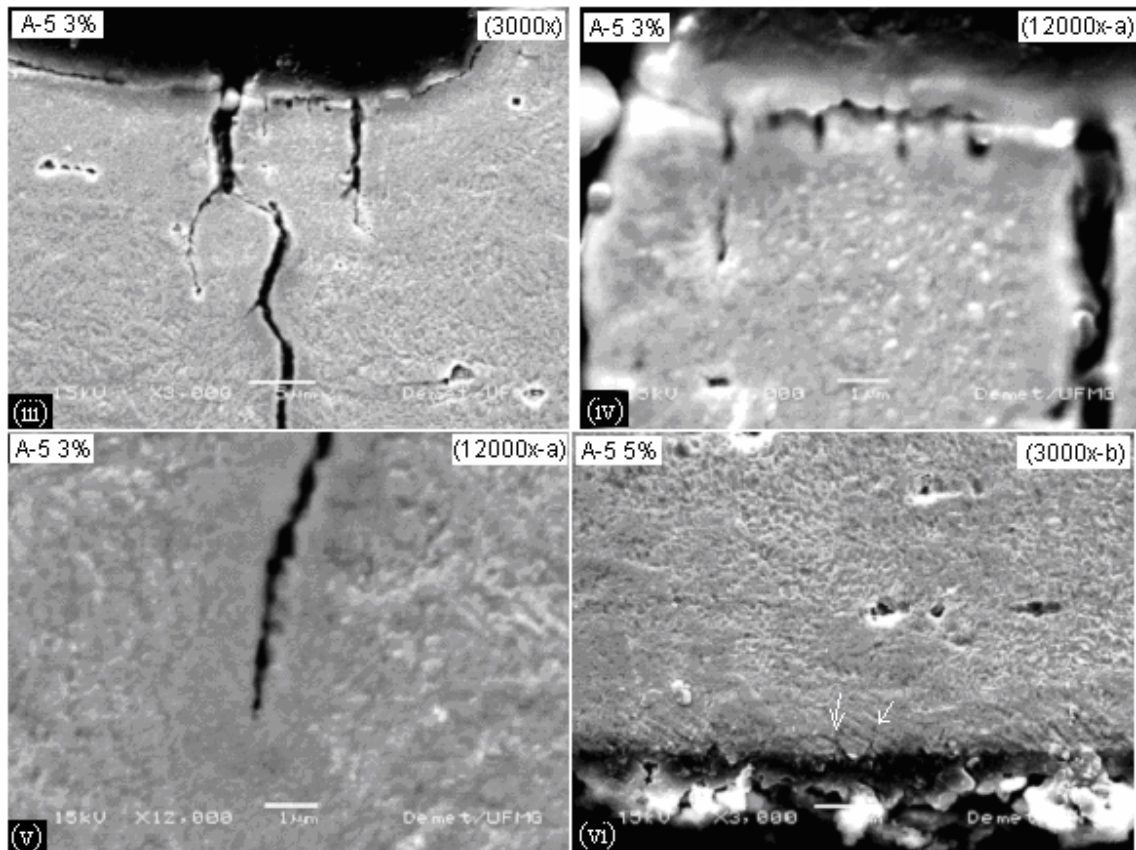


Figura 5.64 – Fio A-5: seção longitudinal do fio rompido sob (i) $\epsilon_a = 1\%$; (ii), (iii),(iv),(v) $\epsilon_a=3\%$; (vi) $\epsilon_a=5\%$.

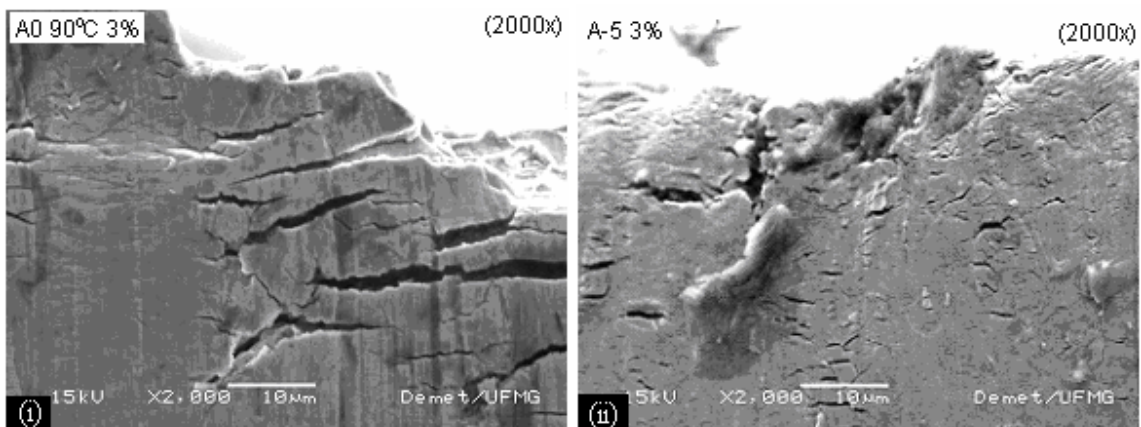
Para $\epsilon_a = 1\%$ foram encontradas apenas trincas secundárias muito incipientes, como visto na figura 5.64(i), sugerindo que a propagação se deu apenas na trinca dominante, tal como no fio austenítico A0 90°C (figura 5.63). Sob $\epsilon_a = 3\%$, observa-se trincas com padrão semelhante ao do fio A0 sob $\epsilon_a = 1\%$ (figura 5.59), isto é, padrão austenítico. As imagens da figura 5.64(iv) e (v) mostram detalhes, com maior aumento (12000x), de características de iniciação e da ponta das trincas, respectivamente. A análise da trinca na região próxima à sua ponta sugere um padrão de propagação menos cristalográfico que a do fio A0. O detalhe do início das trincas parece indicar que estas são nucleadas principalmente em regiões da superfície do fio onde há presença de discontinuidades. Sob $\epsilon_a = 5\%$, as trincas secundárias aparecem extremamente incipientes, nucleadas nas regiões onde há formações

semelhantes às retratadas na figura 5.64(iv). Duas dessas possíveis trincas estão indicadas por setas na figura 5.64(vi). Em síntese, no fio A-5 parece ocorrer menos nucleação de trincas secundárias cuja propagação, tal como no fio A0, diminui com o aumento de ϵ_a .

Da mesma forma que no fio A0 90°C, o trincamento observado no fio A-5 sugere coerência com as curvas $\epsilon_a - N_f$, isto é, as características são semelhantes às observadas no fio A0, para $\epsilon_a = 1\%$. Essa constatação parece consistente com a maior estabilidade da austenita do fio A-5 do que a do fio A0 (seção 5.1.2). Assim, o padrão de trincamento, que poderia em tese ser atribuído à martensita, encontrado nas amostras do fio A0 quando $\epsilon_a \geq 3\%$, não é encontrado nas amostras do fio A-5, até valores de ϵ_a tão altos quanto 5%. De fato, a curva $\epsilon_a - N_f$ do fio A-5 segue o padrão da do fio A0 90°C ao longo de uma região maior que o fio A0 (figuras 5.31 e 5.32 da seção 5.2.2).

b.2) Superfície lateral do fio rompido

As figuras 5.65, 5.66 e 5.67 mostram a superfície lateral dos fios rompidos, na região próxima à borda da trinca dominante (seção fraturada), para os fios A0 90°C, A-5, A25 e A45, sob amplitudes de deformação de 3%, 5% e 8%, neste último caso com exceção do fio A-5.



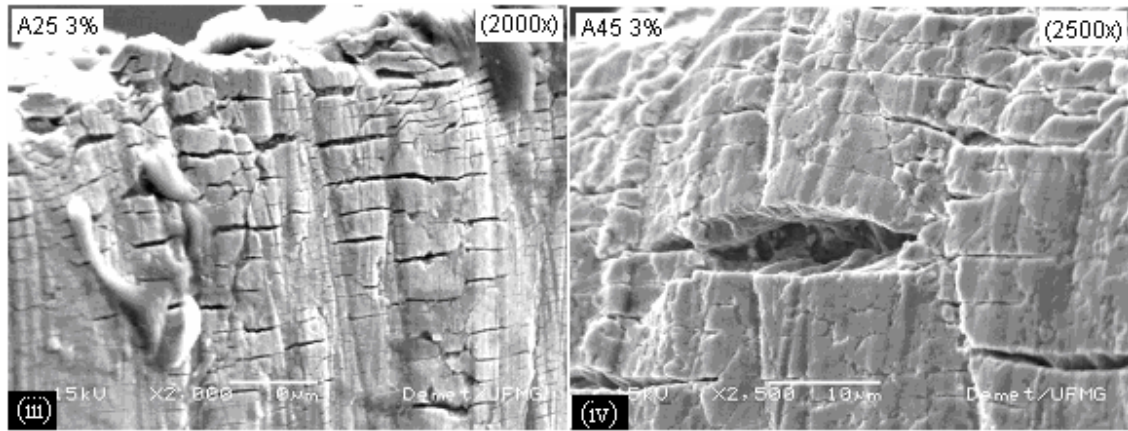


Figura 5.65 – Superfície dos fios (i)A0 90°C, (ii)A-5, (iii)A25, (iv)A45 ($\epsilon_a = 3\%$).

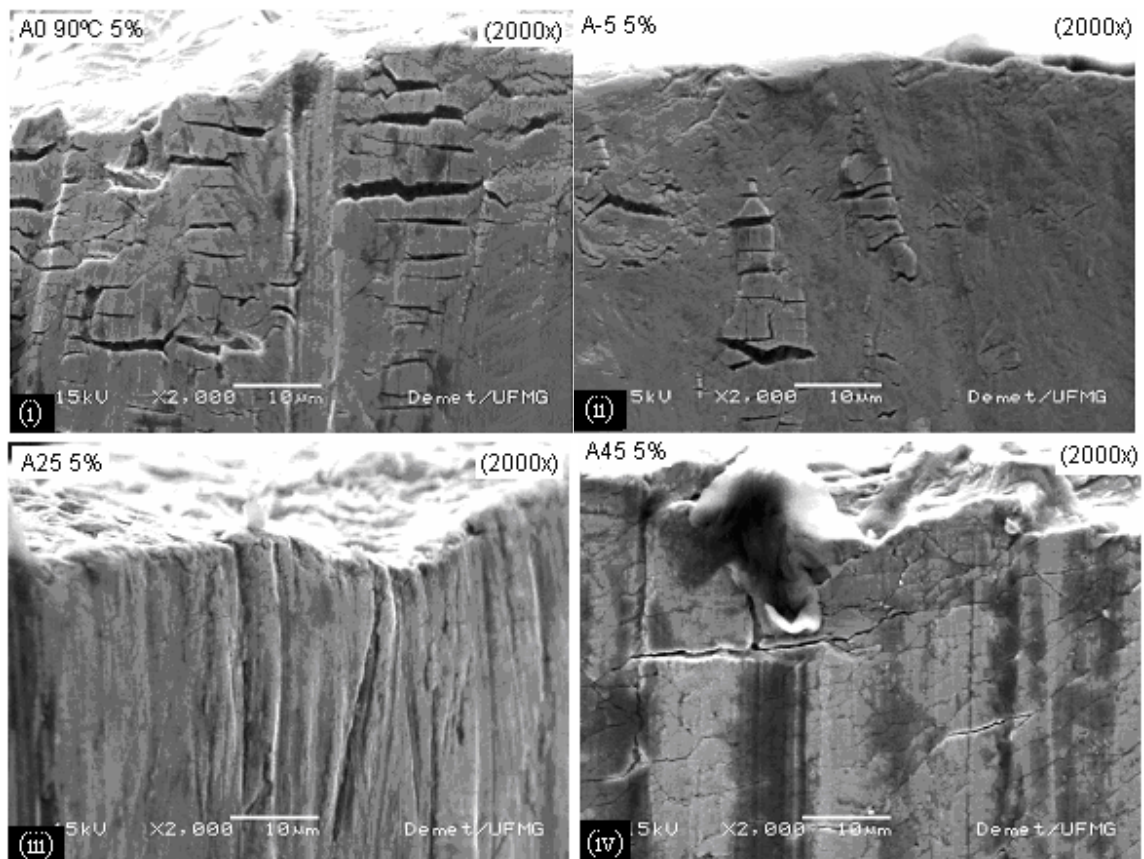


Figura 5.66 – Superfície dos fios (i)A0 90°C, (ii)A-5, (iii)A25, (iv)A45 ($\epsilon_a = 5\%$).

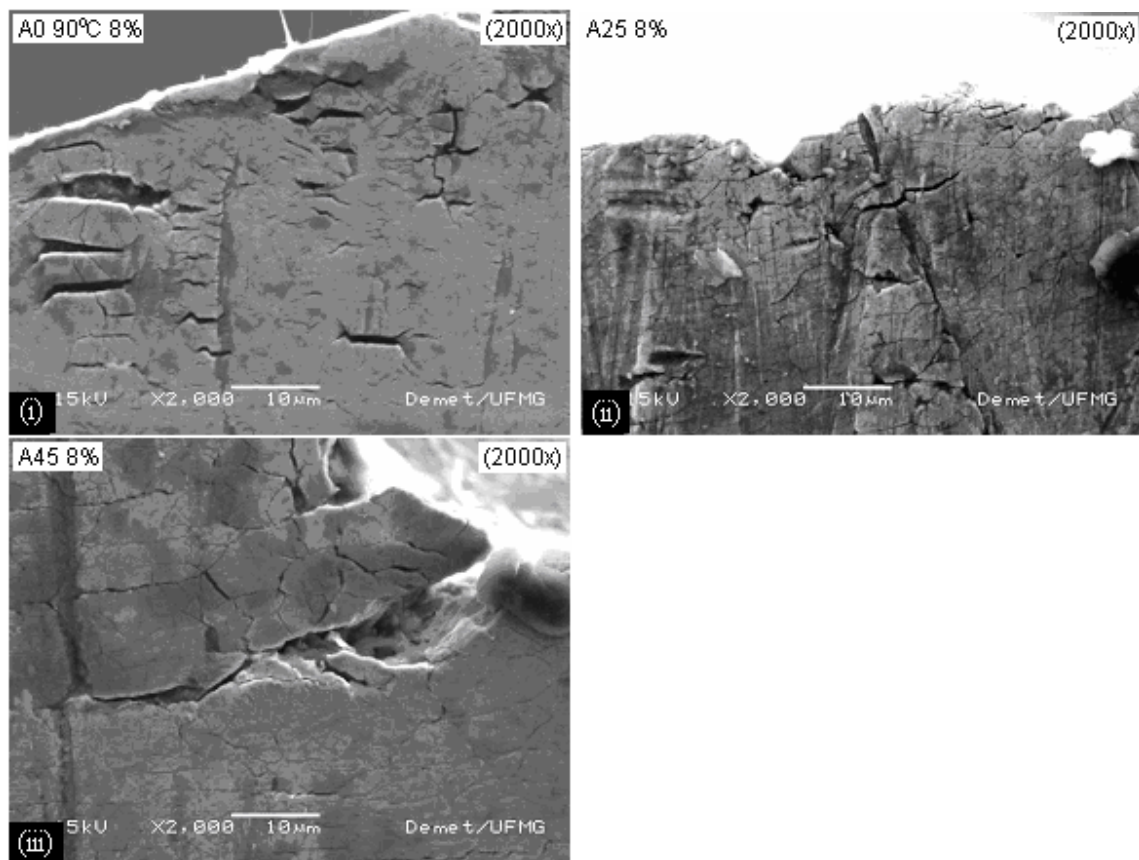


Figura 5.67 – Superfície dos fios (i)A0 90°C, (ii)A25, (iii)A45 ($\epsilon_a = 8\%$).

De maneira geral, a tendência, verificada no fio A0 (aumento da densidade de trincas com o aumento de ϵ_a , formando redes superficiais cada vez mais finas) pode ser observada para cada um dos demais fios, nas imagens das figuras 5.65, 5.66 e 5.67. Para uma dada amplitude de deformação, essa tendência também pode ser observada, segundo a ordem A0 90°C, A-5, A25 e A45, coerentemente com a posição relativa das respectivas curvas ϵ_a-N_f (figuras 5.31 e 5.32). Exceção é feita para as imagens de A0 90°C $\epsilon_a=3\%$, A0 90°C $\epsilon_a=5\%$ e A25 $\epsilon_a=5\%$ (figuras 5.65(i), 5.66(i) e (iii), respectivamente), que fogem do padrão esperado. Entretanto, há que ser considerada a dificuldade de identificação da região a que se referem as imagens (fadiga ou fratura final), o que pode explicar tal discrepância.

Cabe nesse ponto a ressalva de que a avaliação das características de trincamento, com o emprego da metodologia usada nessa seção, apresenta dificuldades importantes devidas, dentre outras razões, ao efeito conjugado do aumento da solitação na seção transversal, devido à propagação da trinca dominante (seção remanescente diminui), com a mudança de fase do material. Outra limitação importante, no caso particular deste trabalho, foi introduzida por não ter sido possível obter imagens de trincas nas seções longitudinais do material martensítico estável (fio A45). Tal fato prejudicou, em certa medida, a verificação das hipóteses de comportamento, sugeridas indiretamente pelas curvas de vida em fadiga ($\epsilon_a - N_f$) obtidas na seção 5.2.2, uma vez que, do material martensítico, obteve-se o registro apenas do padrão de trincamento do material superelástico sob nível alto de amplitude de deformação, que se supõe estar na forma martensítica. Acresce-se a isso, a possibilidade de que, de maneira geral, as características observadas podem estar presentes não de forma generalizada nas amostras, mas apenas em algumas regiões, representando fenômenos localizados.

Em resumo, acerca da morfologia de propagação das trincas, podem ser levantadas algumas hipóteses:

- 1) Sob pequenos valores de ϵ_a , o padrão de trincamento dos fios superelásticos assemelha-se ao padrão do fio austenítico estável, isto é, ocorre pouca nucleação de trincas secundárias, que se propagam muito. Tal comportamento sugere que a maior parte de sua vida em fadiga é consumida durante a fase de nucleação, ou seja, ocorre nucleação lenta de poucas trincas que, uma vez nucleadas, se propagam rapidamente.
- 2) Sob valores mais altos de ϵ_a , o padrão muda, passando a ocorrer nucleação generalizada de trincas na superfície do fio, que se propagam pouco e de forma mais cristalográfica que a anterior, aparentemente acompanhando mudanças de direção de variantes de martensita. Ao contrário do padrão anterior, esse comportamento sugere que a maior parte de vida em fadiga é consumida na fase de propagação da trinca dominante, isto é, há nucleação rápida de grande

quantidade de trincas e propagação lenta da trinca dominante. Este padrão parece corresponder ao do material na sua forma martensítica.

- 3) Quanto mais estável a fase austenítica (na ordem: A25, A0 e A-5), maiores são os valores de ε_a em que ocorre a transição no padrão de trincamento.

A figura 5.68 mostra um esquema ilustrativo do comportamento descrito.

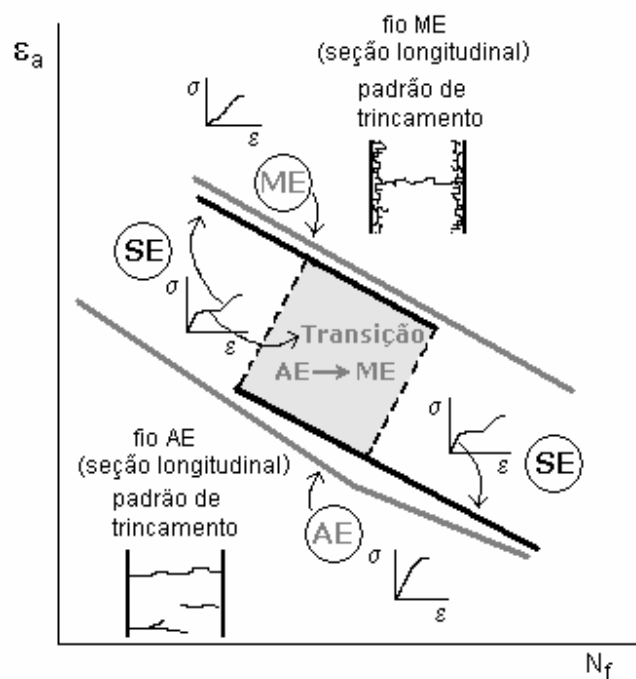


Figura 5.68 – Esquema de correspondência entre padrão de trincamento do fio superelástico (SE) e sua curva $\varepsilon_a - N_f$, referenciada às curvas dos fios austenítico estável (AE) e martensítico estável (ME).

Segundo as evidências, a mudança do padrão de trincamento pode ser atribuída à transformação de fase (austenita \rightarrow martensita) que ocorre no material superelástico, quando submetido a determinado nível de deformação. O aumento da vida em fadiga advindo dessa transformação parece dever-se a uma conjugação de vários fatores, sendo os principais:

- 1) menor concentração de tensões no fio martensítico, devida à distribuição mais uniforme da deformação, reduzindo o valor das tensões máximas;
- 2) menor quantidade de deformação plástica, como consequência das menores tensões desenvolvidas sob um mesmo nível de deformação;
- 3) ocorrência de reorientação de variantes da martensita, associada a uma quantidade significativa de deformação, anterior à ocorrência de deformação plástica;
- 4) maior dificuldade na propagação das trincas, em razão tanto da martensita ser mais macia, o que eleva o nível de deformação plástica na ponta das trincas (embotamento), quanto da presença de múltiplas variantes, que forçam um padrão mais cristalográfico e promovem aumento de ramificação das trincas.

Tomando como referência os mecanismos de nucleação de trincas em materiais de comportamento convencional, pode-se inferir que a maior vida em fadiga da martensita, no caso de ligas de NiTi, acontece a despeito do possível efeito contrário que a maior ductilidade impõe à nucleação, facilitando-a. Lembrando que a vida em fadiga total é a soma da vida em fadiga nas duas etapas (nucleação e propagação), os resultados deste trabalho indicam que, no material martensítico, a melhora das condições devida à maior dificuldade de propagação suplanta a piora devida à maior facilidade de nucleação. Entretanto, essa hipótese deve ser verificada posteriormente com mais cuidado, tendo em vista a possibilidade da nucleação de trincas no material em estudo se dar por mecanismos diferentes dos convencionais.

6

CONCLUSÕES

As curvas de vida em fadiga (ϵ_a - N_f) obtidas nos ensaios de flexão rotativa dos quatro tipos de fios de NiTi, analisadas à luz das características dos materiais, dos resultados da modelagem numérica e das evidências observadas na análise fractográfica, permitem concluir que:

No caso dos **materiais estáveis**, as curvas de vida em fadiga são aproximadamente paralelas, com vida em fadiga consideravelmente maior ($\sim 100x$) do fio **martensítico estável** em relação ao **austenítico estável**, em todos os níveis de amplitude de deformação (ϵ_a) estudados. Tal comportamento parece ser devido aos seguintes fatores:

- As solicitações que produzem deformações plásticas na austenita, na martensita produzem, antes, reorientação localizada de variantes seguida, ainda, de deformação elástica da martensita reorientada.
- Para dado valor de ϵ_a aplicado ao fio, assim como nas regiões onde há intensificação de tensões (pontas de entalhes e trincas), a reorientação de

variantes na martensita se dá numa região mais extensa do que a região deformada plasticamente na austenita, reduzindo a concentração das tensões, e, portanto, seus valores máximos, contribuindo para o aumento da vida em fadiga nas fases de iniciação e de propagação da trinca.

- A morfologia de trincamento do fio austenítico estável revela nucleação de poucas trincas secundárias que se propagam muito e com pouca ramificação, sugerindo que a maior parte de sua vida em fadiga é consumida durante a fase de nucleação.
- A morfologia de trincamento do fio martensítico estável mostra nucleação de grande quantidade de trincas secundárias que se propagam pouco e com muita ramificação, aparentemente acompanhando mudanças de direção de variantes de martensita, sugerindo que a maior parte de vida em fadiga é consumida na fase de propagação da trinca dominante.
- A maior dificuldade na propagação das trincas na martensita parece advir principalmente de três fatores - redução na concentração das deformações e tensões; maior ductilidade da martensita, que eleva o nível de deformação plástica na ponta das trincas (embotamento); presença de múltiplas variantes, que forçam um padrão cristalográfico, assim como promovem aumento de ramificação das trincas.

O **material superelástico** comporta-se de maneira híbrida, com a curva de vida em fadiga próxima à curva do fio austenítico para valores baixos de ϵ_a , desviando-se, com o seu aumento, em direção à curva do fio martensítico, assumindo o padrão desta curva para valores elevados de ϵ_a . A curva adquire, com isso, a forma aproximada de um “Z”. Tal comportamento, sob o ponto de vista de **propagação de trincas**, parece ser devido à seguinte seqüência de eventos:

-
- Sob pequenos valores de ϵ_a , o material comporta-se como austenítico estável, no regime de predomínio das deformações elásticas (fadiga de alto ciclo), com a morfologia de trincamento correspondente.
 - Sob valores crescentes de ϵ_a , inicialmente a transformação martensítica na ponta da trinca é inibida pelo estado triaxial de tensões advindo da redução de volume que a caracteriza. Assim, o material permanece austenítico, com os padrões correspondentes de curva de vida em fadiga e morfologia de propagação.
 - Quando o aumento subsequente de ϵ_a intensifica a tensão na ponta da trinca o suficiente para vencer a barreira da triaxialidade, o material passa a sofrer mudança de fase nessa região, em volume crescente. A vida em fadiga passa a crescer com o aumento de ϵ_a , desviando a curva em direção à do material martensítico estável com a correspondente mudança na morfologia de trincamento, caracterizando a região de transição do comportamento austenítico para o martensítico na curva de vida em fadiga.
 - Quando a transformação se torna generalizada no material, a curva de vida em fadiga passa a seguir a da martensita estável.

Comportamento semelhante pode ser atribuído ao material superelástico na fase de **iniciação de trincas**, isto é, o mecanismo em ação seria o correspondente à fase em que se encontra o material deformado.

7

CONTRIBUIÇÕES ORIGINAIS

Neste trabalho, podem ser apontadas como **contribuições originais**:

- Caracterização da curva de vida em fadiga com controle de deformação ($\epsilon_a - N_f$), para fios de NiTi superelásticos, com evidências de um efeito ainda não documentado na literatura, causado pelo aumento de N_f com o aumento de ϵ_a , para deformações acima de 4%. Esta curva assume a forma aproximada de um “Z”, resultante da composição das curvas dos fios de NiTi austenítico estável e martensítico estável.
- Observação das diferenças entre a morfologia de propagação de trincas dos fios austenítico e martensítico a partir de análise fractográfica de seções longitudinais dos fios ensaiados.
- Estabelecimento de correspondência entre os diferentes trechos da curva de vida em fadiga do fio superelástico com o padrão de trincamento observado nas análises fractográficas.

- Verificação, a partir de correlação da modelagem numérica com evidências experimentais, de que uma das razões da maior vida em fadiga da martensita em relação à austenita são as menores tensões desenvolvidas naquele material para uma dada deformação, resultantes da distribuição da deformação em uma região maior do material (menor concentração das solicitações).

- Obtenção de novas evidências de inibição da transformação martensítica na ponta de trincas em material superelástico, corroborando hipótese reportada na literatura.

8

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados obtidos, cabe fazer as seguintes sugestões para continuidade e complementação deste trabalho:

- Obter a ductilidade do fio martensítico para, conjuntamente com a do fio austenítico, investigar sua influência no padrão de estriamento nas superfícies de fadiga.
- Simular o comportamento dos fios durante o ensaio através de um modelo numérico mais sofisticado, capaz de comportar as condições complexas de carregamento e descarregamento a que o fio está submetido.
- Ensaiar os fios superelásticos sob diferentes temperaturas, ou fios com outras temperaturas de transformação, visando confirmar os padrões de mudança de comportamento observados na curva de vida em fadiga.
- Adequar o equipamento de flexão rotativa para que permita a realização de ensaios sob maiores amplitudes de deformação, visando obter mais pontos da curva de vida em fadiga na região de comportamento martensítico, importantes principalmente no caso dos fios superelásticos com temperaturas de transformação mais baixas.

-
- Completar, para o fio superelástico A-5, a observação ao MEV da série de superfícies de fratura e seções longitudinais trincadas (fios rompidos sob amplitudes de deformação de 8% e 12%), para comparação com os demais.
 - Adequar o procedimento de preparo da seção longitudinal trincada do fio martensítico, para observação ao MEV, para que não seja induzida transformação reversa, tornando possível comparar a morfologia de propagação das trincas com a dos fios superelástico e austenítico estável.
 - Investigar, a intervalos menores de amplitude de deformação, o padrão de trincamento dos fios superelásticos, na região da curva de vida em fadiga correspondente à mudança da morfologia de propagação, visando caracterizar com mais segurança o comportamento.
 - Obter as curvas de vida em fadiga para os mesmos materiais a partir de ensaios de fadiga por flexão alternada, visando reduzir os efeitos dos estados complexos de tensão que ocorrem na flexão rotativa.

PUBLICAÇÕES RELACIONADAS COM O TRABALHO

Até o presente, a partir dos resultados deste trabalho foi gerada a seguinte publicação:

FIGUEIREDO, A.M.G., MODENESI, P.J.; BUONO, V.T.L. Caracterização da fadiga de ligas superelásticas de NiTi em ensaios de flexão rotativa. In: *61º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais Internacional*, Rio de Janeiro, - RJ, 24 a 27 de julho de 2006, anais com trabalhos completos. publicados em CD-ROM, 2006, Cap.14, p.2863-2872.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABEL, E.; LUO, H; PRIDHAM, M.; SLADE, A.. Issues concerning the measurement of transformation temperatures of NiTi alloys, *Smart Materials and Structures*, v.13, p.1110-1117, 2004.

ANSYS© , Manual do usuário, versão 9, ANSYS Inc., 2005

AURICCHIO, F.; LUBLINER, J. A uniaxial model for shape-memory alloys, *J. Solids Structures*, v.34, n.27, p.3601-3618, 1997.

BAHIA, M.G.A. *Resistência à fadiga e comportamento em torção de instrumentos endodônticos de NiTi Profile*, Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2004. 212p. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas – CPGEM).

BAHIA, M.G.A.; DIAS, R.F; BUONO, V.T.L. The influence of high amplitude cyclic straining on the behaviour of superelastic NiTi, *International Journal of Fatigue*, v.28, p.1087-1091, 2006.

BRINSON, L.C.; SCHIMIDT, I.; LAMMERING, R. Stress-induced transformation behavior of a polycrystalline NiTi shape memory alloy: micro and macromechanical investigations via in situ optical microscopy, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v.52, p.1549-1571, 2004.

BROEK, D. *Elementary Engineering Fracture Mechanics*, 4. ed. Dordrecht: Martinus Nijhoff Publishers 1986, 501p.

COURTNEY, T.H. *Mechanical behavior of materials*, McGraw-Hill 1990, 620p.

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; 1989, p.243-249.

DAVIDSON, D.L; LANKFORD, J. Fatigue crack growth in metals and alloys: mechanisms and micromechanics, *International Materials Reviews*, v.37, No.2, p45-76, 1992.

DEFORM©, Design Environment for Forming, Manual do usuário, versão 8_0, Scientific Forming Technologies Corporation.

DIETER, G.E. *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill Book Company (UK) Limited, 1988, 751p.

- DIAS, R.F., BUONO, V.T.L. Comunicação pessoal, 2004.
- DOWLING, N.E. *Mechanical Behavior of Materials*, 2. ed., Prentice-Hall, 1999, 830p.
- DUERIG, T.; PELTON, A.; STOCKEL, D., An overview of nitinol medical applications, *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.149-160, 1999.
- EGGELER, G.; HORNBOGEN, E.; YAWNY, A.; HECKMANN, A.; WAGNER, M., Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys, *Materials Science and Engineering*, v.378, p.24-33, 2004.
- EWALDS, H.L.; WANHILL, R.J.H. *Fracture Mechanics*, Arnold DUM Edition, 1993, 304p.
- GALL, K.; MAIER, H.J., Cyclic deformation mechanisms in precipitated NiTi shape memory alloys, *Acta Materialia*, v.50, p.4643-4657, 2002.
- GALL, K.; SEHITOGLU, H.; ANDERSON, R.; KARAMAN, I.; CHUMLYAKOV, Y.I.; KIRIEVA, 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.
- GALL, K.; SEHITOGLU, H.; CHUMLYAKOV, Y.I.; KIRIEVA, I.V. Tensio-compression asymmetry of the stress-strain response in aged single crystal and polycrystalline NiTi, *Acta Materialia*, v.47, n.4, p.1203-1217, 1999.
- HECKMANN, A.; HORNBOGEN, E., Microstructure and pseudo-elastic low-cycle high amplitude fatigue on NiTi, *Journal of Physics IV*, v. 112, p.831-834, 2003.
- HERTZBERG, R.W. *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, 3. ed., John Wiley & Sons, 1989, 680p.
- HODGSON, D.E.; Wu, M.H.; BIERMANN, R.J. *Shape memory alloys*, 1999.
- HOLTZ, R.L.; SADANANDA, K.; IMAN, M.A., Fatigue thresholds of Ni-Ti alloy near the shape memory transition temperature, *International Journal of Fatigue*, v.21, p.S137-S145, 1999.
- HORNBOGEN, E., Some effects of martensitic transformation on fatigue resistance. *Fatigue Fracture of Engineering Materials and Structures*, v. 25, p.785-790, 2002.
- HORNBOGEN, E., Review: Thermo-mechanical fatigue of shape memory alloys, *Journal of Materials Science*, v. 39, p.385-399, 2004.

HU, Q.; JIN, W.; LIU, X.P.; CAO, M.Z.; LI, S.X. The transformation behavior and the shape memory effect due to cyclic stress/strain for Ti-49.6Ni alloy, *Materials Letters*, v. 54, p.114-119, 2002.

HUMBEECK, J.V. Non-medical applications of shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.134-148, 1999.

HUMBEECK, J.V.; STALMANS, R. Characteristics of shape memory alloys, In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*, 1. ed. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998, 284p., Cap. 7, p.149-183.

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.

KRISHNAN, R.V.; DELAEY, L.; TAS, H.; WARLIMONT, H. Review: Thermoplasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations. Part 2: The macroscopic mechanical behaviour, *Journal of Materials Science* v.9, p.1536-1544, 1974.

LANG, G.A. *Systematic Analysis of Technical Failures*, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde e.V, 1986, 404p.

LIM, T.; 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.

LIM, T.; McDOWELL, D.L. Mechanical behavior of an Ni-Ti shape memory alloy under axial-torsional proportional and nonproportional loading. *Journal of Engineering Materials and Technology*, v.121, p.9-18, 1999.

LIM, T.; McDOWELL, D.L. Path dependence of shape memory alloys during cyclic loading, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v.6, p.817-830, 1995.

LIU, Y. Mechanical stabilization of martensite due to cold deformation, *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.668-672, 1999.

LIU, Y.; XIE, Z.; HUMBEECK, J.V. Cyclic deformation of NiTi shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.673-678, 1999.

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, n.12, p.4325-4338, 1998.

LIU, Y.; XIE, Z.; HUMBEECK, J.V.; DELAEY, L. Deformation of shape memory alloys associated with twinned domain re-configurations, *Materials Science and Engineering A* v.273-275, p.679-684, 1999.

LIU, Y.; XIE, Z.; HUMBEECK, J.V.; DELAEY, L. (1) Effect of texture orientation on the martensite deformation of NiTi shape memory alloy sheet, *Acta Materialia*, v.47, n.2, p.645-660, 1999.

McKELVEY, A.L.; RITCHIE, R.O., Fatigue-crack growth behavior in the superelastic and shape-memory alloy nitinol, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 32A, p.731-743, 2001.

McKELVEY, A.L.; RITCHIE, R.O., Fatigue-crack growth propagation in Nitinol, a shape memory and superelastic endovascular stent material, *Journal of Biomedical Materials Research*, v.47, n.3, p.301-308, 1999.

McNANEY, J.M.; IMBENI, V.; JUNG, Y.; PAPADOPOULOS, P.; RITCHIE, R.O. An experimental study of the superelastic effect in a shape-memory Nitinol alloy under biaxial loading, *Mechanics of Materials*, v.35, p.969-986, 2003.

McNICHOLS Jr, J.L.; BROOKES, P.C. NiTi fatigue behavior, *Journal of Applied Physics*, v.52, n.12, p.7442-7444, 1981.

MELTON, K.N. General applications of SMA's smart materials, In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*, 1. ed. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998, 284p., Cap. 10, p.220-239.

MELTON, K.N.; MERCIER, O., Fatigue of NiTi thermoelastic martensites, *Acta Metallurgica*, v.27, p.137-144, 1979.

MELTON, K.N.; MERCIER, O., The effect of the martensitic phase transformation on the low cycle fatigue behavior of polycrystalline Ni-Ti and Cu-Zn-Al alloys, *Materials Science and Engineering*, v.40, n.1, p.81-87, 1979.

MELTON, K.N.; MERCIER, O., The mechanical properties of NiTi-based shape memory alloys, *Acta Metallurgica*, v.29, p.393-398, 1981.

MICHUTTA, J.; CARROLL, M.C.; YAWNY, A.; SOMSEN, C.; NEUKING, K.; EGGELER, G. Martensitic phase transformation in Ni-rich NiTi single crystals with one family of Ni₄Ti₃ precipitates, *Materials Science and Engineering A*, v.378, p. 152-156, 2004.

MIYAZAKI, S.; IGO, Y.; OTSUKA, K., Effect of thermal cycling on the transformation temperatures of Ti-Ni alloys, *Acta Metallurgica*, v. 34, No.10, p.2045-2051, 1986.

MIYAZAKI, S.; IMAI, T.; IGO, Y.; OTSUKA, K., Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of Ti-Ni alloys, *Metallurgical Transactions A*, v. 17A, p.115-120, 1986.

MIYAZAKI, S.; MIZUKOSHI, K.; UEKI, T.; SAKUMA, T.; LIU, Y., Fatigue life of Ti-50at.%Ni and Ti-40Ni-10Cu(at%) shape memory alloys wires, *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.658-663, 1999.

MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K.; SUZUKI Y., Transformation pseudoelasticity and deformation behavior in a Ti-50.6at%Ni alloy, *Scripta Metallurgica*, v. 15, p.287-292, 1981.

MIYAZAKI, S.; SUIZU, M.; OTSUKA, K.; TAKASHIMA, T. Effect of various factors on fatigue crack propagation rate in Ti-Ni alloys. In: OTSUKA, K.; SHIMIZU, K., editors. *Proc. MRS International Meeting on Advanced Materials*. v.9, Pittsburgh: Materials Research Society; p.263-268, 1989.

MORGAN, N.B. Medical shape memory alloy applications – the market and its products, *Materials Science and Engineering A*, v.378, p.16-23, 2004.

NISHIDA, M.; WAYMAN, C.M.; HONMA, T., Precipitation processes in near-equiatomic TiNi shape memory alloys, *Metallurgical Transactions A*, v.17A, p.1505-1515, 1986.

OTSUKA, K. & REN, X., Recent developments in the research of shape memory alloys, *Intermetallics* 7, p.511-528, 1999.

OTSUKA, K. & REN, X., Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys, *Progress in Materials Science* 50, p.511-678, 2005.

OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*, 1. ed. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998, 284p.

PERKINS, J. Ti-Ni and Ti-Ni-X shape memory alloys, *Metals Forum*, v.4, n.3, p.153-163, 1981.

REED-HILL, R.E.; ABBASCHIAN, R. *Physical Metallurgy Principles*, 3. ed., PWS Publishing Company, 1994, 926p.

SABURI, T. Ti-Ni shape-memory alloys, In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*, 1. ed., United Kingdom: Cambridge University Press, 1998, 284p., Cap. 3, p.49-96.

SANTOS, L.C.; ARRUDA, G.J.; BUONO, V.T.L.; ANDRADE, M.S. Medida do efeito memória de forma em uma liga Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co, *Anais do 56º Congresso Anual da*

Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Belo Horizonte – MG, 16 a 20 de julho de 2001.

SAWAGUSHI, T.; KAUSTRATER, G.; YAWNY, A.; WAGNER, M. EGGELER, G. Crack initiation and propagation in 50.9 at. pct Ni-Ti pseudoelastic shape memory wires in bending-rotation fatigue, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.34A, p.2847-2860, 2003.

Shape Memory Applications, Inc., 1070 Commercial Street, Suite 110, San Jose, CA 95112 (<http://www.sma-inc.com/>)

SCHIJVE, J. Fatigue of structures and materials in the 20th century and the state of the art, *International Journal of Fatigue*, 25, p.679-702, 2003.

SCHMAHL, W.W.; KHALIL-ALLAFI, J.; HASSE, B.; WAGNER, M.; HECKMANN, A.; SOMSEN, Ch., Investigation of the phase evolution in a super-elastic NiTi shape memory alloy (50.7at.%Ni) under extensional load with synchrotron radiation, *Materials Science and Engineering A*, v.378, p.81-85, 2004.

SHAW, J.A.; KYRIAKIDES, S. Thermomechanical aspects of NiTi, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v.43, n.8, p.1243-1281, 1995.

SHEWMON, P.G. *Transformations in Metals*, McGraw-Hill, 1969, 394p.

SORIANO, H.L. *Método dos Elementos Finitos em Análise de Estruturas*, Editora USP, 2003, 578p.

STRANADEL, B.; OHASSHI, S.; OHTSUKA, H.; ISHIHARA, T.; MIYASAKI, S. Cyclic stress-strain characteristics of Ti-Ni and Ti-Ni-Cu shape memory alloys, *Materials Science & Engineering A*, v. 202, p.148-156, 1995.

STRANADEL, B.; OHASSHI, S.; OHTSUKA, H.; MIYASAKI, S.; ISHIHARA, T., Effect of mechanical cycling on the pseudoelasticity characteristics of Ti-Ni and Ti-Ni-Cu alloys, *Materials Science & Engineering A*, v. 203, p.187-196, 1995.

SURESH, S. *Fatigue of Materials*, 2. ed., Cambridge University Press, 2003, 679p.

SUZUKI, Y. Fabrication of shape memory alloys, In: OHTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*, 1. ed. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998, 284p., Cap. 6, p.133-148.

SWALLOWE, G.; LUKAS, P.; SITTNER, P. In situ neutron diffraction investigation of thermomechanically driven martensitic transitions in NiTi shape memory alloys, *ISIS Experimental Report*, RB Number 13051, Rutherford Appleton Laboratory, 1p., 2002.

TABANLI, R.M.; SIMHA, N.K., BERG, B.T., Mean stress effects on fatigue of NiTi, *Materials Science and Engineering A*, v.273-275, p.644-648, 1999.

TABANLI, R.M.; SIMHA, N.K.; BERG, B.T. Mean strain effects on the fatigue properties of superelastic NiTi, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.32A, p.1866-1869, 2001.

TOBUSHI, H.; HACHISUKA, T.; YAMADA, S.; LIN, P., Rotating-bending fatigue of a TiNi shape memory alloy wire, *Mechanics of Materials*, v.26, p.35-42, 1997.

TOBUSHI, H.; NAKAHARA, T.; SHIMENO, Y.; HASHIMOTO, T., Low-cycle fatigue of NiTi shape memory alloy and formulation of fatigue life, *Trans. ASME Journal of Engineering Materials and Technology*, v.112, p.186-191, 2000.

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.

VAIDYANATHAN, R.; DUNAND, D.C.; RAMAMURTY, U., Fatigue crack-growth in shape memory NiTi and NiTi-TiC composites, *Materials Science and Engineering A*, v.289, p.208-216, 2000.

WAGNER, M., SAWAGUCCHI, T.; KAUSTRATER, G.; HOFFKEN, D.; EGGELER, G., Structural fatigue of pseudoelastic NiTi shape memory wires, *Materials Science and Engineering*, v.378, p.105-109, 2004.

WAYMAN, C.M. Some applications of shape-memory alloys, *Journal of Metals*, p.129-1137, June, 1980.

WILKES, K.E.; LIAW, P.K. The fatigue behavior of shape-memory alloys, *JOM*, v.52, n.10, p.45-51, 2000.

XIE, Z.; LIU, Y.; HUMBEECK, J.V. Microstructure of NiTi shape memory alloy due to tension-compression cyclic deformation, *Acta Materialia*, v.46, n.6, p. 1989-2000, 1998.

YAN, W.; WANG, C.H.; ZHANG, X.P.; MAI, Y.W. Effect of transformation volume contraction on the toughness of superelastic shape memory alloys, *Smart Materials and Structures*, vol.11, p. 947-955, 2002.

YANG, J., Fatigue characterization of superelastic Nitinol, *SMST97: Proceedings of the Second International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA, p.479-484, 1997.

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.

YI, S.; GAO, S.; SHEN, L., Fracture toughening mechanism of shape memory alloys under mixed-mode loading due to martensite transformation *International Journal of Solids and Structures*, v.38, p.4463-4476, 2001.

YOUNG, J.M.; VAN VLIET, K.J. Predicting *in vivo* failure of pseudoelastic NiTi devices under low cycle, high amplitude fatigue, *Journal of Biomedical Materials Research*, v.72B, 1, p.17-26, 2004 .