

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

Dissertação de Mestrado

**“Características Estruturais e Propriedades Mecânicas
de Fios Ortodônticos de Níquel-Titânio”**

Autor: Ana Cristina Rodrigues Antunes de Souza
Orientador: Professor Vicente Tadeu Lopes Buono

Março 2006

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

Ana Cristina Rodrigues Antunes de Souza

**“Características Estruturais e Propriedades Mecânicas
de Fios Ortodônticos de Níquel-Titânio”**

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

Área de concentração: Ciência e Engenharia de Materiais

Orientador: Professor Vicente Tadeu Lopes Buono

Belo Horizonte
Escola de Engenharia da UFMG

2006

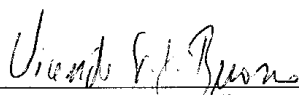
**CARACTERÍSTICAS ESTRUTURAIS E PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE FIOS ORTODÔNTICOS DE NIQUEL-TITÂNIO**

Ana Cristina Rodrigues Antunes de Souza

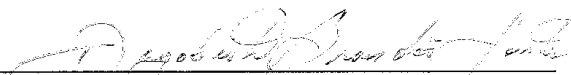
Dissertação submetida à Comissão Examinadora designada pelo Colegiado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Minas.

Aprovada em 29 de março de 2006.

Por:



Prof. Vicente Tadeu Lopes Buono, Dr. (UFMG)
Orientador



Prof. Dagoberto Brandão Santos, Dr. (UFMG)



Profª Maria Guiomar de Azevedo Bahia, Drª (UFMG)

Aprovada pelo Colegiado do CPGEM

Versão final Aprovada por:

Prof. Ronaldo Antônio N. M. Barbosa
Coordenador do CPGEM/UFMG

Professor(a)/Orientador(a)

Para Leandro, meus pais e minhas irmãs

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Vicente Tadeu Lopes Bueno, que sempre me orientou estimulando a busca dos conhecimentos, dosando a criatividade e o método, de forma muito agradável. Agradeço a paciência, a preciosa orientação e a amizade.

Ao meu marido Leandro Napier de Souza, meu grande companheiro, que sempre me incentivou e colaborou com muito carinho e compreensão durante todo o curso. Agradeço a valiosa ajuda na elaboração desse trabalho.

Aos meus pais e irmãs, grandes incentivadores da minha jornada, sempre atentos e entusiasmados a cada passo meu.

À Professora Maria Guiomar de Azevedo Bahia, pelo carinho e incentivo. As suas idéias me inspiraram na elaboração deste trabalho.

À Professora Berenice Mendonça Gonzáles e ao Professor Dagoberto Brandão Santos sempre presentes nestes anos de mestrado, agradeço pela disponibilidade e conhecimentos transmitidos.

Ao Rogério pelo auxílio, paciência e disponibilidade para me ensinar a trabalhar com o DSC.

À Renata e ao Luís Felipe pela amizade e companheirismo.

À Andréia Bicalho Henriques e Patrícia Mara Trigueiro Azevedo agradeço a amizade, carinho e ajuda em todas as fases pela qual passei nessa Escola.

À Dona Efigênia, Maria Aparecida, Nelson, Vicente de Paulo agradeço a colaboração, disponibilidade e carinho.

Aos Professores da Escola de Engenharia da UFMG.

A todos aqueles que contribuíram para a realização deste trabalho.

SUMÁRIO

Lista de Figuras	ix
Lista de Tabelas	xxi
Lista de Notações	xxii
Resumo	xxiv
Abstract	xxv
Capítulo 1: Introdução	01
Capítulo 2: Objetivos	03
2.1. Objetivos gerais	03
2.2. Objetivos específicos	03
Capítulo 3: Revisão bibliográfica	05
3.1. As ligas NiTi	05
3.1.1. Principais fases	05
3.1.2. Transformação martensítica	08
3.1.3. Comportamento termomecânico	15
3.1.4. Fabricação dos fios de NiTi	18
3.2. Comportamento das ligas NiTi em torção e tração	35
3.2.1. Curva tensão-deformação	35
3.2.2. Comportamento em torção e tração	38
3.2.3. Deformação cíclica	46
3.3. As ligas NiTiCu	48
3.4. As ligas NiTi em ortodontia	50
3.4.1. Classificação das ligas NiTi	50
3.4.2. Utilização das ligas NiTi	51
Capítulo 4: Metodologia	63
4.1. Material	63
4.2. Caracterização dos fios ortodônticos	64
4.2.1. Difração de raios-X (DRX)	64
4.2.2. Espectroscopia por dispersão em energia (EDS)	66
4.2.3. Aspectos morfológicos da superfície	67

4.2.4. Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	68
4.3. Ensaio de torção	73
4.4. Ensaio de tração	75
Capítulo 5: Resultados e discussão	77
5.1. Caracterização do material	77
5.1.1. Composição química	77
5.1.2. Fases presentes	80
5.1.3. Aspectos morfológicos da superfície	83
5.1.4. Temperaturas de transformação	91
5.2. Avaliação do comportamento mecânico em torção	97
5.3. Avaliação do comportamento dos fios em torção cíclica	102
5.3.1. Ensaio de torção cíclica	102
5.3.2. Aspectos morfológicos da superfície	104
5.3.3. Temperaturas de transformação	107
5.3.4. Torção após torção cíclica	112
5.4. Avaliação do comportamento mecânico dos fios em tração	113
Capítulo 6: Conclusões	118
Referências Bibliográficas	120
Apêndice I - Fichas eletrônicas do ICDD para austenita e martensita de NiTi.	133

LISTA DE FIGURAS

- Figura 3.1 - A) Quatro variantes martensíticas podem crescer de cada plano passando através de uma face diagonal. B) Seis planos equivalentes passam através das faces diagonais. Assim um total de $6 \times 2 \times 2 = 24$ diferentes variantes podem crescer a partir dos planos. 06
- Figura 3.2 - Ilustração simplificada bi-dimensional da transformação martensítica. A e B representam a fase martensítica com a mesma estrutura, mas com orientações diferentes. O restante corresponde a fase parente ou austenítica. 07
- Figura 3.3 - Ilustração esquemática do processo de deformação que ocorre nas ligas NiTi na transformação reversível entre austenita e martensita. a) Estrutura totalmente austenítica; b e c) Interface martensítica (estrutura mista) e d) Estrutura totalmente martensítica. 07
- Figura 3.4 - Representação esquemática da estrutura cristalina da austenita, fase R e martensita. 08
- Figura 3.5 - Temperaturas A_f , A_i , M_f , M_i em curvas de aquecimento e resfriamento obtidas por DSC. 10
- Figura 3.6 - Ilustração esquemática da deformação invariante de rede na transformação martensítica: a) mudança de forma na transformação; b) acomodação de deformações por escorregamento e c) por maclação. 12
- Figura 3.7 - Imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET) mostrando maclas. 13
- Figura 3.8 - Demaclação da liga NiTi quando deformada em uma 14

temperatura menor que M_f e recuperação de forma em temperaturas acima de A_f : a) cristal austenítico; b) variantes de auto-acomodação macladas A, B, C e D, no resfriamento e transformação martensítica; c) a variante A torna-se dominante quando a tensão de tração é aplicada.

- Figura 3.9 - Lado direito: diagrama tensão-deformação de uma liga com memória de forma à baixa temperatura. A) início da transformação da martensita maclada para a não-maclada após valor crítico de tensão; B) término da transformação iniciada em A; C) deformação residual que pode ser recuperada por aquecimento. Lado esquerdo: 1) amostra em temperatura acima de A_f , (somente a fase austenítica); 2) após a temperatura estar abaixo de M_f , (martensita maclada), houve um carregamento mecânico à temperatura constante (martensita não-maclada); 3) deformação residual; 4) forma original pôde ser recuperada por aquecimento da amostra. 17
- Figura 3.10 - Diagrama tensão-deformação de liga superelástica. À direita: A) carregamento mecânico causando uma resposta elástica até um valor crítico de tensão. Início da transformação martensítica; B) Término da transformação martensítica (martensita-maclada); C) Início da transformação reversa; D) Descarregamento elástico sem deformação residual. Figura à esquerda: 1) Carregamento mecânico à temperatura acima de A_f e formação de martensita não-maclada; 2) Transformação reversa; 3) Retorno à forma original sem deformação residual. 19
- Figura 3.11 - Diagrama de equilíbrio de fase da liga Ni-Ti, mostrando a região do composto intermetálico NiTi que é relevante para os fios ortodônticos. 20

- Figura 3.12 - Secção transversal de ligas NiTi equiatômicas conformadas a frio e totalmente recozidas: a) 10%, b) 20%, 30% e 40% do fio de diâmetro inicial de 1,14mm. 23
- Figura 3.13 - Microestrutura de liga NiTi conformada a frio a 15% com alta densidade de dislocações: a) Escorregamento de bandas; b) Placas de martensita. Liga conformada a frio e recozida a 773 K; c) durante 15min e d) durante 30 min. Ver o desenvolvimento das deslocações que crescem com o aumento no tempo de recozimento. 23
- Figura 3.14 - Picos de DSC (a) no resfriamento e (b) no aquecimento (1) de uma liga NiTi equiatômica laminada a frio a 41,6%, (2) recozida nas temperaturas de 400 e (3) 500°C e (4) antes da trefilação a frio. 24
- Figura 3.15 - Tensão de transformação em função da temperatura de recozimento. 24
- Figura 3.16 - Dissipação de energia em função da temperatura de recozimento. 25
- Figura 3.17 - Efeito da duração do recozimento no comportamento superelástico. 25
- Figura 3.18 - Fios de NiTi semi-acabados sendo bobinados. 26
- Figura 3.19 - Curvas de tensão-deformação mostrando a influência do tamanho de grão na superelasticidade. Observar que o menor o tamanho do grão melhora o comportamento superelástico. 27

- Figura 3.20 - Modificação da microestrutura da liga NiTi vista por MET conformada a frio e envelhecida por 1,5h: a) Liga conformada a frio: com grande densidade de deslocações e presença de placas de martensita estabilizadas; b) Envelhecimento a 350°C: grande densidade de deslocações; c) Envelhecimento a 450°C: martensita presente, grande quantidade de deslocações e precipitados em torno de 50nm; d) Envelhecimento a 550°C: alguns grãos são mostrados como deslocações livres, desenvolvimento de outras deslocações em rede com a redução da tensão interna e das deslocações. O tamanho dos precipitados não foi determinado; e) Envelhecimento a 600°C: precipitados de aproximadamente 1 nm entre as deslocações observadas. 29
- Figura 3.21 - Observação por microscopia eletrônica de transmissão (MET) dos efeitos do envelhecimento de ligas NiTi ricas em Ni com memória de forma após 400, 450 e 500°C de 1 a 10 h. É importante notar que de 1 a 10 h de envelhecimento ocorre precipitação de partículas nas proximidades dos contornos de grão. 30
- Figura 3.22 - Observação por MET de ligas NiTi ricas em Ni após envelhecimento a 500°C por 100h: a) A microestrutura apresentando precipitados grandes e muito distanciados; b) Martensita entre grandes e distanciados precipitados de Ni_4Ti_3 . 31
- Figura 3.23 - Curvas de DSC envelhecidas à 400°C por 2, 10, 50 e 100 horas e à 450°C por 0,5, 1, 10 e 100 horas. Em tempos intermediários de envelhecimento as curvas de DSC apresentam 3 picos e 2 picos em curtos e longos tempos de envelhecimento. 33

- Figura 3.24 - Curvas de DSC obtidas após três temperaturas de envelhecimento (400, 450 e 500°C) para três tempos de envelhecimento (1, 10 e 100 horas). Existem casos em que somente um pico pode ser observado como em 400°C por 1 hora e em 500°C por 100 horas. 34
- Figura 3.25 - Ilustração esquemática do tratamento térmico da liga NiTi: a) Obtenção do fio; b) Configuração na forma de arco; c) Enclausuramento do arco e aquecimento na temperatura escolhida; d) Resfriamento em água. 35
- Figura 3.26 - Curva tensão-deformação. 36
- Figura 3.27 - Curvas de torção com carregamento a 22°C do fio NiTi (A_f de 29°C e M_i de -35,5°C) e do aço inox (SS) com momentos variando de (1) 0 a 350gmm; (2) 0 a 750gmm; (3) 0 a 1050gmm e (4) 0 a 1400gmm. O descarregamento ocorre a 37°C. As curvas de descarregamento foram semelhantes para as duas ligas. 39
- Figura 3.28 - Curvas de torção com carregamento a 22°C do fio NiTi (A_f de 25,3°C e M_i de -20,3°C) e do aço inox (SS) com momentos variando de (1) 0 a 350gmm; (2) 0 a 750 gmm; (3) 0 a 1050gmm e (4) 0 a 1400gmm. O descarregamento ocorre a 37°C. As curvas de descarregamento foram semelhantes para as duas ligas. 40
- Figura 3.29 - Curvas de torção com carregamento a 22°C do fio NiTi (A_f de 29°C e M_i de -35,5°C) e do aço inox (SS) com momentos variando de (1) 0 a 350gmm; (2) 0 a 750 gmm; (3) 0 a 1050gmm e (4) 0 a 1400gmm. O descarregamento ocorreu a 22°C e 41

os declives das curvas de descarregamento reduziram com a diminuição da deformação.

- Figura 3.30 - Medida da rigidez nos sentidos horizontal (1ª ordem) e vertical (2ª ordem) nos fios retangulares de NiTi. 42
- Figura 3.31 - Deformação do fio retangular sob torção. 42
- Figura 3.32 - Distribuição da tensão de cisalhamento em fios retangulares submetidos à torção: (b) corresponde a base maior do fio e (c) corresponde a base menor do fio. 43
- Figura 3.33 - Curva tensão-deformação: Estágios I, II e III. 45
- Figura 3.34 - Curvas tensão-deformação de liga binária, liga NiTiCu e Nb, mostrando que o cobre reduz a diferença do nível de tensão entre o carregamento e a restauração. 49
- Figura 3.35 - Caso clínico mostrando a facilidade de encaixe dos fios nas canaletas dos braquetes e alinhamento e nivelamento dental após o fio retornar à configuração original. 51
- Figura 3.36 - Curvas típicas de tensão-deformação para quatro diferentes tipos de ligas ortodônticas em ensaios de dobramento. 54
- Figura 3.37 - Curvas típicas de força-deflexão para quatro diferentes tipos de ligas ortodônticas em ensaios de dobramento. 54
- Figura 3.38 - Comparação da rigidez de diferentes fios ortodônticos, sendo todos com mesma geometria de secção transversal a) S.S – aço-inoxidável; b) TMA; c) Nitinol; d) NiTi; e) Turbo – NiTi multifilamentar; f) Respond – aço inoxidável multifilamentar. 56

- Figura 3.39 - Curvas de tensão-deflexão comparando as ligas: aço inoxidável, TMA, NiTi martensítico (M-NiTi) e NiTi austenítico (A-NiTi). 58
- Figura 3.40 - Secção transversal redonda, quadrada e retangular de fios ortodônticos. 59
- Figura 3.41 - Fio multifilamentar de níquel-titânio de secção transversal retangular. 60
- Figura 3.42 - Fios unifilamentares e multifilamentares redondos. Fios retangulares unifilamentares e multifilamentares. 61
- Figura 4.1 - Fios utilizados no presente estudo: a) Superelástico; b) Multifilamentar e c) Memória de Forma. 64
- Figura 4.2 - Regiões de cortes do fio para cada análise: a) corte de 15mm para DRX; b) região de cortes para DSC; c) cortes de 25 mm para os ensaios de torção; d) cortes de 30 mm utilizados para MEV/EDS; e) cortes de 40mm utilizados para ensaios de tração. 65
- Figura 4.3 - Fios cortados em 10 pedaços de aproximadamente 15 mm de comprimento e colocados unidos lado a lado em uma superfície plana: a) Fio Superelástico; b) Fio Multifilamentar e c) Fio Memória de forma. 65
- Figura 4.4 - Difratômetro de raios-X DRX (*PW-1710, Philips – PANanalytical, Almelo, Holanda*). 66
- Figura 4.5 - Preparo dos fios para EDS: a) Fio Multifilamentar; b) Fio Memória de Forma; c) Fio Superelástico. 67

Figura 4.6 -	Aparelho JSM 6360 (<i>Jeol, Tokyo, Japão</i>) utilizado.	68
Figura 4.7 -	a)Aparelho <i>Shimadzu DSC 60</i> com computador acoplado; b) Preparo da amostra; c) Compartimento dos termopares; d) Termopares, panela de referência e da amostra.	70
Figura 4.8 -	Panela sem tampa com fragmentos de amostras utilizada no grupo de fios não deformados.	71
Figura 4.9 -	Fio ativado a aproximadamente 135° em panela de alumínio fechada, utilizada no grupo de fios deformados.	71
Figura 4.10 -	Ilustração esquemática da curva típica de DSC. O primeiro pico no sentido vertical crescente indica um aumento de entalpia, relacionado a um evento endotérmico. O outro pico, no sentido oposto, mostra um efeito exotérmico. A alteração da linha base mostra uma mudança de fase com o surgimento dos picos.	72
Figura 4.11 -	Máquina de torção <i>AN 8050 (Analógica Instrumentação e Controle)</i> : a) Detalhe do fio preso ao “Gurin”; b) Vista lateral do fio preso entre as garras da máquina; c) Vista superior; d) Vista frontal da máquina.	74
Figura 4.12 -	Máquina Universal de Ensaio Instron 5581 e detalhe das garras.	76
Figura 5.1 -	Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em uma área do fio Superelástico.	77
Figura 5.2 -	Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em uma área do fio Multifilamentar.	78

Figura 5.3 -	Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em uma área do fio Memória de forma.	79
Figura 5.4 -	Difratograma obtido do fio Superelástico.	81
Figura 5.5 -	Difratograma obtido do fio Multifilamentar.	81
Figura 5.6 -	Difratograma obtido do fio Memória de Forma.	82
Figura 5.7 -	Fio Superelástico: a) Sulcos longitudinais e resíduos de contaminação (pontos pretos).	83
Figura 5.8 -	Fio Superelástico: a) Sulcos longitudinais, resíduos de contaminação e precipitados (pontos brancos); b) Mesmos detalhes em maior aumento.	84
Figura 5.9 -	Fio Multifilamentar: a) Fios trançados; b) Fios trançados.	85
Figura 5.10 -	Fio Multifilamentar: a) Superfície externa dos fios com resíduos de contaminação (pontos pretos); b) Mesmos detalhes.	86
Figura 5.11 -	Fio Multifilamentar: a) Transição da superfície interna e externa dos fios trançados e resíduos de contaminação; b) Porção interna rugosa de um fio e resíduos de contaminação.	87
Figura 5.12 -	Fio Memória de Forma. Superfície rugosa com resíduos de contaminação (pontos pretos).	88
Figura 5.13 -	Fio Memória de Forma: (a) e (b) “pitches” de corrosão com	89

resíduos de contaminação.

- Figura 5.14 - Curva de DSC para o fio Superelástico não deformado. 92
Observar 1 pico no aquecimento e 1 no resfriamento e menor resolução dos picos.
- Figura 5.15 - Curva de DSC para o fio Multifilamentar não deformado. 92
Observar 2 picos no aquecimento e 1 no resfriamento.
- Figura 5.16 - Curva de DSC para o fio Memória de Forma não deformado. 93
Observar 1 pico no aquecimento e 1 no resfriamento.
- Figura 5.17 - Curva de DSC para o fio Superelástico e Multifilamentar 94
deformados. O padrão de picos permaneceu o mesmo dos fios não deformados, somente houve aumento na maioria das temperaturas de transformação.
- Figura 5.18 - Curva de DSC para o fio Memória de Forma deformado. O 95
padrão de picos permaneceu o mesmo dos fios não deformados, somente houve aumento na maioria das temperaturas de transformação.
- Figura 5.19 - Valores médios de torque para deflexão angular de 500° para 99
os fios (1) Superelástico; (2) Multifilamentar e (3) Memória de Forma.
- Figura 5.20 - Curva de torção do fio Superelástico. 99
- Figura 5.21 - Curva de torção do fio Multifilamentar. 100
- Figura 5.22 - Curva de torção do fio Memória de Forma. 100

Figura 5.23 - Média de valores de torque para deflexão angular de 45° para: (1) 1°, (2) 20° e (3) 60° ciclos de torção para o fio Superelástico.	102
Figura 5.24 - Média de valores de torque para deflexão angular de 45° para: (1) 1°, (2) 20° e (3) 60° ciclos de torção para o fio Multifilamentar.	103
Figura 5.25 - Média de valores de torque para deflexão angular de 45° para: (1) 1°, (2) 20° e (3) 60° ciclos de torção para o fio Memória de Forma.	103
Figura 5.26 - MEV do fio Superelástico, submetido a 60 ciclos de torção (a) e (b).	104
Figura 5.27 - MEV do fio Multifilamentar, submetido a 60 ciclos de torção (a) e (b).	105
Figura 5.28 - MEV do fio Memória de Forma, submetido a 60 ciclos de torção (a) e (b).	106
Figura 5.29 - Curvas obtidas por DSC do fio Superelástico (Amostra 1) e Multifilamentar (Amostra 2) submetidos a 60 ciclos de torção.	108
Figura 5.30 - Curva obtida por DSC do fio Memória de Forma (Amostra 3) submetido a 60 ciclos de torção.	109
Figura 5.31 - Média de valores de torque após 60 ciclos de torção para deflexão angular de 2.512° para os três fios: (1) Superelástico; (2) Multifilamentar e (3) Memória de Forma.	111

Figura 5.32 - Média de valores de torque após 60 ciclos de torção para deflexão angular de 2.512° para os três fios: (1) Superelástico; (2) Multifilamentar e (3) Memória de Forma.	111
Figura 5.33 - Curva de torção após torção cíclica do fio Superelástico.	112
Figura 5.34 - Curva de torção após torção cíclica do fio Multifilamentar.	112
Figura 5.35 - Curva de torção após torção cíclica do fio Memória de Forma.	113
Figura 5.36 - Média dos valores de (a) tensão de transformação (MPa); (b) limite de resistência e (c) deformação até a fratura dos fios (1) Superelástico; (2) Multifilamentar e (3) Memória de Forma.	116
Figura 5.37 - Curva tensão-deformação do fio Superelástico obtida por tração.	117
Figura 5.38 - Curva tensão-deformação do fio Multifilamentar obtida por tração.	117
Figura 5.39 - Curva tensão-deformação do fio Memória de Forma obtida por tração.	118

LISTA DE TABELAS

Tabela II.1 -	Fios de NiTi utilizados no estudo.	04
Tabela III.1 -	Valores do parâmetro α em função da razão b/c em fios retangulares.	45
Tabela IV.1 -	Especificações dos fios de NiTi utilizados no estudo.	64
Tabela IV.2 -	Grupos de fios utilizados na análise por DSC.	70
Tabela IV.3 -	Grupos de fios analisados, características das amostras e deflexões angulares utilizadas no experimento.	74
Tabela V.1 -	Resultados da análise dos fios ortodônticos de NiTi por EDS (%at).	79
Tabela V.2 -	Temperaturas de transformação martensítica e reversa de amostras de fios ortodônticos não deformados.	92
Tabela V.3 -	Temperaturas de transformação martensítica e reversa de amostras de fios ortodônticos deformados.	94
Tabela V.4 -	Diferença entre as temperaturas de transformação martensítica e reversa de amostras de fios ortodônticos não deformados e deformados.	98
Tabela V.5 -	Temperaturas de transformação martensítica e reversa de amostras de fios ortodônticos submetidos a 60 ciclos de torção.	108
Tabela V.6 -	Diferença entre as temperaturas de transformação martensítica e reversa de amostras de fios ortodônticos não deformados e submetidos a 60 ciclos.	113

LISTA DE NOTAÇÕES

ε	Deformação.
A_f	Temperatura de final de transformação austenítica.
A_i	Temperatura de início de transformação austenítica.
A-NiTi	Níquel-titânio ativo.
B19	Fase martensítica ortorrômbica.
B19'	Fase martensítica monoclínica.
B2	Fase austenítica.
DRX	Difração de raios-X.
DSC	Calorimetria exploratória diferencial.
EDS	Espectroscopia por dispersão em energia.
EMF	Efeito memória de forma.
e_o	Alongamento residual.
e_o/e_{max}	Alongamento residual relativo.
LMF	Ligas com memória de forma.
M_d	Temperatura máxima para formar a martensita induzida por tensão.
MET	Microscopia eletrônica de transmissão.
MEV	Microscopia eletrônica de varredura.
M_f	Temperatura de final de transformação martensítica.
M_i	Temperatura martensítica inicial.
MIT	Martensita induzida por tensão.
M-NiTi	Níquel-titânio estável ou martensítico.
R	Fase R.
R_f	Temperatura de final de transformação da fase R.
R_i	Temperatura de inicial de transformação da fase R.
RT	Valor de rigidez transversal
SE	Superelasticidade.
T_d	Temperatura de deformação
TM	Transformação martensítica.
TTR	Transition temperature range ou a temperatura em que o fio se

	torna totalmente austenítico.
β	Fase austenítica.
$\Delta G^{A \rightarrow M}$	Varição de energia livre por unidade de transformação martensítica
$\Delta G_{NQ}^{A \rightarrow M}$	Varição de energia não-química, que opõe à transformação martensítica
$\Delta G_Q^{A \rightarrow M}$	Varição de energia livre química por unidade de transformação martensítica
ΔH	Varição de entalpia
ΔS	Entropia da transformação por unidade de volume.
ΔT	Elevação da temperatura.
σ_A	Tensão necessária para induzir a transformação reversa.
σ_M	Tensão necessária para induzir a transformação martensítica.
$\sigma_M(T_1)$	Tensão necessária para induzir a transformação martensítica na temperatura T_1 .
σ_s	Tensão de escorregamento.

RESUMO

Neste trabalho foi avaliado e comparado alguns aspectos do comportamento termomecânico de três diferentes tipos de fios ortodônticos de NiTi retangulares, através da caracterização estrutural, avaliação das propriedades mecânicas em ensaios de torção e tração, além da comparação das temperaturas de transformação martensítica e reversa obtidas entre fios como recebidos do fabricante, fios deformados e fios submetidos a torção cíclica. Como resultados da caracterização pôde-se verificar que dois fios eram compostos por Ni e Ti em proporções equiatômicas e um por Ni, Ti e Cu. Todos os fios apresentaram, à temperatura ambiente, a fase austenítica como fase principal e uma menor proporção de fase martensítica. Todas as superfícies dos fios eram rugosas, com acabamentos superficiais distintos e possuíam resíduos de processamento e/ou impurezas de manipulação. Todas as temperaturas A_f das amostras dobradas apresentaram, em geral, um discreto aumento em relação às temperaturas A_f das amostras não deformadas. O comportamento em torção nos fios como recebidos do fabricante, juntamente com dados sobre as temperaturas de transformação dos fios não deformados informaram como é o comportamento dos fios. O fio Superelástico comportou-se como NiTi martensítico no experimento e deve se comportar como tal na prática clínica pelas altas temperaturas A_f e M_f . O fio Multifilamentar se comportou como NiTi Superelástico e o Memória de Forma mostrou características de EMF e SE, sendo classificado como NiTi com Memória de Forma. Os resultados de torção após 60 ciclos indicaram que os ciclos de torção não tiveram influência significativa sobre o comportamento mecânico dos fios. Além disso, os resultados de tração estão de acordo com os de torção, mostrando os comportamentos mecânicos distintos entre os fios estudados, como já mencionados anteriormente.

PALAVRAS-CHAVE: Ligas NiTi, superelasticidade, comportamento em torção, fios ortodônticos, propriedades elásticas, fios multifilamentares.

ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate and to compare the thermomechanical properties of three distinct rectangular orthodontic NiTi wires by means of structural characterization, torsion and tensile tests. In addition, the martensitic and reverse transformation temperatures were compared to straight, bent and cycled torsion wires. Two NiTi wires were composed by equiatomic Ni and Ti and another one wire composed by Ni, Ti and Cu. At room temperature, the austenitic was the main phase presented in all wires. Roughness surface and finishing irregularities were observed in all wires. The A_f temperatures of bending wires were increased as compared to straight ones. The torsional behavior and transformation temperatures of straight wires revealed its properties. The Superelastic wires showed NiTi martensitic behavior under torsion tests and probably in clinical use, due to the high A_f and M_f temperatures exhibited. The Shape memory wires showed superelastic and shape memory properties. The multistranded wires showed superelastic behavior. The cycling torsion test did not exhibit influence on the mechanical properties of the wires. By the way, the tensile results were in according to the torsion findings.

KEY WORDS: NiTi alloys, superelasticity, properties in torsion, orthodontic wires, elastic properties, multistranded wires.

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

Os fios ortodônticos são dispositivos utilizados em aparelhos para correções dentárias, que geram forças capazes de movimentar os dentes através do apoio adequado dos mesmos nas canaletas dos braquetes, que são os suportes colados na superfície do esmalte dental. A ativação dos fios transfere a energia potencial elástica que atua por um período de tempo, conduzindo os dentes às posições desejadas. Em todas as técnicas ortodônticas utilizadas, os fios atuam na promoção do alinhamento e nivelamento dentário. A força é determinada pela geometria da secção transversal (redonda, quadrada ou retangular), pela espessura do fio, pela conformação do arco e pelas propriedades termomecânicas da liga.

As principais ligas metálicas utilizadas na prática para a confecção de fios ortodônticos são: aço inoxidável, cromo-cobalto, beta-titânio (TMA) e níquel-titânio (NiTi). A seleção para o uso dessas ligas depende das propriedades mecânicas específicas de cada uma delas e da correção ortodôntica que se deseja promover. Algumas dessas ligas como o aço inoxidável e NiTi apresentam a forma multifilamentar para aplicação clínica, possuindo mais de três fios de espessura menor e entrelaçados de diversas maneiras. Esses fios multifilamentares oferecem excelente flexibilidade, grande limite de trabalho e uma maior resistência em relação às mesmas ligas na versão unifilamentar. Os fios NiTi multifilamentares retangulares foram introduzidos na prática ortodôntica na década de 90 de forma a facilitar o encaixe na canaleta dos braquetes desde o início do tratamento, minimizar a dor e desconforto para os pacientes ou para o realinhamento dental durante o tratamento ortodôntico.

O desenvolvimento tecnológico das ligas em ortodontia tem promovido mudanças no conceito de tratamento ortodôntico, representadas pelo uso de ligas que apresentam excelente biocompatibilidade, com maior faixa de trabalho sem deformação permanente, permitindo grandes deflexões e sendo capazes de liberar forças quase constantes no retorno à forma original. Portanto, as propriedades estão de acordo com os estudos em relação à movimentação ortodôntica, que recomendam a utilização de forças constantes e de baixa intensidade. Na prática, essas características se revertem na

redução do tempo de nivelamento e fechamento de espaços, redução na duração das consultas, além da redução de efeitos colaterais gerados durante a mecânica ortodôntica. As ligas NiTi apresentam essas características, capazes de superar as lacunas deixadas pela ortodontia realizada somente com arcos seqüenciais de ligas de alta rigidez e pouca elasticidade, como por exemplo, o aço inoxidável.

As ligas níquel-titânio apresentam duas fases principais: a austenita, que é estável a temperaturas mais altas e a martensita que é formada em baixas temperaturas ou sob tensão. Essas ligas apresentam dois comportamentos típicos: a superelasticidade (SE) e o efeito memória de forma (EMF), sendo que na SE existe a recuperação de forma, após grandes deformações, apenas retirando-se a tensão aplicada inicialmente. No EMF, o comportamento é termo-dependente, ou seja, a forma original é recuperada quando ocorre o aquecimento do fio. Existem três maneiras de se classificar essas ligas, sendo que a mais conhecida divide as ligas em não-superelásticas, superelásticas e com efeito memória de forma. Uma outra proposta de classificação também as divide em três categorias: martensita-estabilizada; martensita-ativa e austenita-ativa, além da classificação em NiTi ativo ou NiTi estável.

A variedade de novos fios ortodônticos de NiTi ampliou a escolha na prática clínica e criou a necessidade de se entender melhor os fios com composições químicas e comportamentos termomecânicos distintos, além de novas formas de apresentação, como no caso dos fios NiTi multifilamentares retangulares e fios NiTiCu, de forma a se adequar a utilização para cada situação clínica. Parte daí a necessidade de se caracterizar e avaliar comparativamente as propriedades termomecânicas de distintos fios de NiTi.

O objetivo do presente trabalho foi avaliar e comparar alguns aspectos do comportamento termomecânico de três diferentes tipos de fios de NiTi, através da caracterização estrutural, avaliação das propriedades mecânicas em ensaios de torção e tração, além da comparação das temperaturas de transformação martensítica e reversa obtidas entre fios como recebidos do fabricante, fios deformados e fios submetidos a torção cíclica.

CAPÍTULO 2: OBJETIVOS

2.1. Objetivos gerais:

Avaliar as características estruturais e as propriedades termomecânicas de três tipos de fios ortodônticos de NiTi de geometria de secção transversal retangular com espessura .017” x .025” (0,43 x 0,64 mm), de acordo com a tabela II.1:

Tabela II.1 – Fios de NiTi utilizados no estudo

Amostra	Nome Comercial	Fabricante
1	Nitinol Superelastic	3M UniteK
2	Turbo	SdsOrmco
3	Copper Ni-Ti 35°C	SdsOrmco

2.2. Objetivos específicos:

- Caracterizar os três tipos de fios ortodônticos de NiTi, como recebidos do fabricante, de forma a se conhecer a composição química elementar, as fases presentes à temperatura ambiente, as temperaturas de transformação martensítica e reversa e os aspectos morfológicos da superfície, buscando um melhor entendimento da relação estrutura-propriedade-processamento;
- Avaliar e comparar a resistência à torção dos três tipos de fios ortodônticos, verificando se todos os fios estudados apresentariam comportamento superelástico quando submetidos a ensaios de torção até a deflexão angular máxima e torque máximo estabelecidos no estudo;
- Avaliar e comparar as temperaturas de transformação martensítica e reversa em fios previamente deformados;

- Avaliar e comparar as temperaturas de transformação martensítica e reversa em fios previamente submetidos a ensaios de torção cíclica com deflexão angular de 45° e retorno à posição inicial, além de verificar possíveis alterações superficiais nestes fios;
- Avaliar e comparar a resistência à torção dos três tipos de fios ortodônticos previamente submetidos a ensaios de torção cíclica com deflexão angular de 45° e retorno à posição inicial, em ensaios de torção até a deflexão angular máxima e torque máximo estabelecidos no estudo;
- Avaliar e comparar o comportamento mecânico dos três tipos de fios ortodônticos em tração.

CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. As ligas NiTi

As ligas NiTi fazem parte do grupo de materiais metálicos denominados ligas com memória de forma (LMF), que têm capacidade de retornar a um tamanho ou forma previamente definidos quando submetidas a um tratamento termomecânico apropriado (Hodgson et al., 1992). Quando se restringe a recuperação da forma, estas ligas podem produzir elevadas forças de restituição (Machado e Savi, 2002). Elas apresentam dois importantes comportamentos: a superelasticidade (SE) e o efeito memória de forma (EMF), de acordo com Otsuka e Wayman (1998). As propriedades das LMF são conhecidas desde 1930, mas somente despertaram o interesse na década de 60, quando Buehler et al. (1962) no U.S. Naval Ordinance Laboratory, descobriram o efeito memória de forma (EMF) em uma liga equiatômica de NiTi, conhecida como Nitinol, que é um acróstico das palavras Nickel, Titanium e Naval Ordinance Laboratory. Essas ligas são amplamente utilizadas na engenharia e na área biomédica.

3.1.1. Fases principais

Segundo Saburi (1998) existem duas fases principais nas ligas NiTi. Uma delas é a austenítica, que apresenta apenas uma orientação cristalográfica com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado ordenado. Esta fase é chamada fase β , possui a estrutura B2 e somente é estável em altas temperaturas. A outra fase é a martensítica, formada em baixas temperaturas ou quando o fio está sob tensão, cuja estrutura é B19', isto é, monoclinica ordenada de simetria inferior (Otsuka e Ren, 1999). Quando a martensita é induzida por abaixamento da temperatura, ela é denominada martensita maclada e possui 24 variantes (Fig. 3.1), caracterizadas por diferentes orientações cristalográficas. Já quando a martensita é induzida por tensão, as variantes da martensita se orientam de forma a se tornar somente uma variante, de acordo com o carregamento de tensão. O processo de nucleação se inicia com o aparecimento de uma tensão de cisalhamento

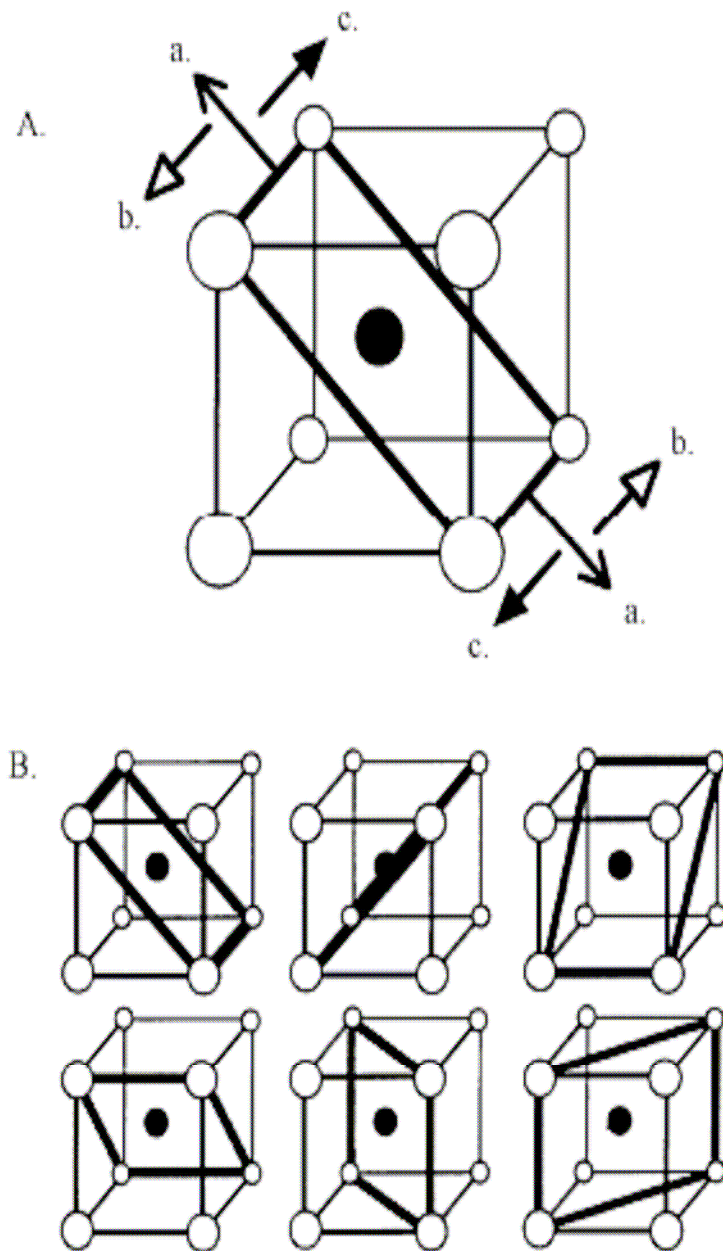


Figura 3.1 - A) Quatro variantes martensíticas podem crescer de cada plano passando através de uma face diagonal. B) Seis planos equivalentes passam através das faces diagonais. Assim um total de $6 \times 2 \times 2 = 24$ diferentes variantes podem crescer a partir dos planos (celso.telesc.net/br/arquivosIII/nitinol.pdf)

direcionada paralelamente ao plano invariante de cada cristal orientado mais favoravelmente. A martensita é facilmente deformável, atingindo grandes percentuais de deformação em tensões relativamente baixas (Fig. 3.2 e 3.3).

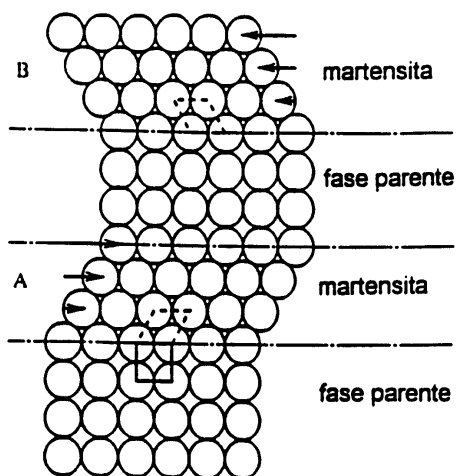


Figura 3.2 - Ilustração simplificada bi-dimensional da transformação martensítica. A e B representam a fase martensítica com a mesma estrutura, mas com orientações diferentes. O restante corresponde a fase parente ou austenítica (Otsuka e Wayman, 1998).

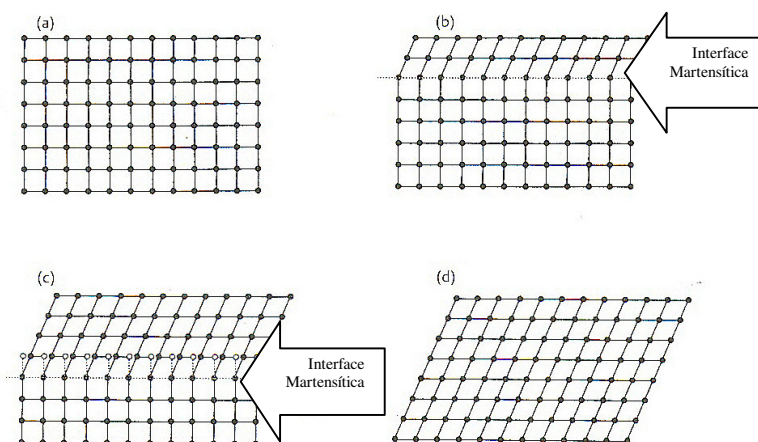


Figura 3.3 - Ilustração esquemática do processo de deformação que ocorre nas ligas NiTi na transformação reversível entre austenita e martensita. (a) Estrutura totalmente austenítica; (b) e (c) Interface martensítica (estrutura mista) e (d) Estrutura totalmente martensítica (Brantley, 2000).

Em alguns casos pode existir uma fase intermediária na transformação martensítica chamada de fase R, que apresenta estrutura cristalina romboédrica (Fig. 3.4), ocorrendo por nucleação e crescimento de forma heterogênea, a partir do resfriamento ou aplicação de tensão. Finas placas de fase R são nucleadas a partir de defeitos de rede e crescem de modo heterogêneo, até que toda a região se transforme nesta fase (Otsuka e Ren, 1999). Segundo Stroz (2003) a presença da fase R poderia estar relacionada à composição química das ligas ou aos campos de tensão gerados pela introdução de deslocações ou por precipitados coerentes nas ligas binárias. A transformação da fase austenítica para a fase R é interessante, pois apresenta histerese de aproximadamente $1,5^{\circ}\text{C}$, considerada muito pequena, além de favorecer a utilização do material em aplicações como atuadores térmicos (Otsuka, 1990). A nucleação ocorre principalmente em locais com concentração de tensões como nas deslocações e interfaces matriz-inclusão (Fukuda et al., 1992; Tamiya et al., 1998).

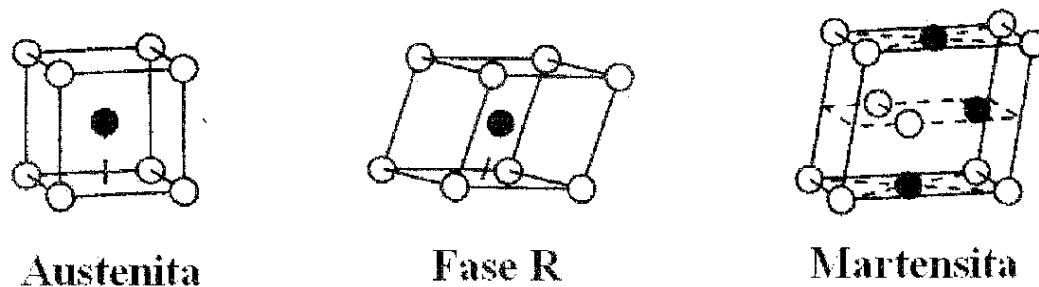


Figura 3.4 - Representação esquemática da estrutura cristalina da austenita, fase R e martensita (Shaw, 2000).

3.1.2. Transformação martensítica (TM)

Otsuka e Wayman (1998) relataram que enquanto a transformação martensítica (TM) nos aços ocorre por têmpera a partir de altas temperaturas, esse fenômeno nas LMF representa uma transformação termoelástica, sendo reversível pelo aquecimento e resfriamento em uma estreita faixa de temperatura. A TM nas LMF ocorre a velocidades muito elevadas (Wasilevski, 1975) e um movimento cooperativo entre os átomos por

mecanismo de cisalhamento, não ocorrendo alteração química da matriz e havendo um rearranjo da estrutura cristalina para uma estrutura mais estável. As TM ocorrem por deslocamento, pois como não há migração atômica, em geral estas transformações independem do tempo, sendo referidas como transformações atérmicas, pois a quantidade da nova fase, em geral, depende somente da temperatura, e não do tempo de permanência em uma determinada temperatura (Wayman e Duerig, 1990).

Atribui-se a causa dessas transformações à diferença de entropia entre as fases austenítica e martensítica. A fase austenítica apresenta entropia vibracional mais alta e está relacionada às altas temperaturas. Já a fase martensítica tem entropia vibracional mais baixa e está relacionada às baixas temperaturas (Otsuka e Ren, 1999). As TMs são consideradas transformações de primeira ordem, ocorrendo por nucleação e crescimento, havendo liberação de calor quando a martensita é formada, existindo uma histerese associada à transformação e um intervalo de temperatura no qual austenita e martensita co-existem (Wayman e Duerig, 1990). A histerese acima mencionada é geralmente definida como a diferença entre as temperaturas nas quais o material está 50% transformado em austenita no aquecimento e 50% transformado em martensita no resfriamento (Funakubo, 1987).

Geralmente a mudança de energia livre associada à transformação martensítica ($\Delta G^{A \rightarrow M}$) é dada por:

$$\Delta G^{A \rightarrow M} = \Delta G_Q^{A \rightarrow M} + \Delta G_{NQ}^{A \rightarrow M} \quad (3.1)$$

onde $\Delta G_Q^{A \rightarrow M}$ é a mudança de energia livre química (por unidade de volume) associada à transformação da austenita para a martensita e $\Delta G_{NQ}^{A \rightarrow M}$ é a energia não química que se opõe à transformação (consistindo da deformação elástica armazenada e da energia de superfície). Como a interface martensita-austenita é semi-coerente, a energia de superfície deve ser pequena e a energia elástica dominante. A energia de deformação

elástica por unidade de volume de martensita acompanha a razão comprimento/espessura. Assim, a placa de martensita continua a aumentar sua razão comprimento/espessura até que a energia química e não-química se equilibrem. Portanto, uma placa de comprimento constante pode alterar sua espessura por alteração da temperatura de transformação (Wayman e Bhadeshia, 1996).

De acordo com Otsuka e Wayman (1998) existem de forma geral, quatro temperaturas que são características da transformação martensítica: M_i (temperatura em que se inicia a transformação da martensita); M_f (temperatura em que se termina a formação da martensita); A_i (temperatura em que se inicia a transformação da austenita); A_f (temperatura em que se termina a formação da austenita) (Fig. 3.5). Existe ainda a

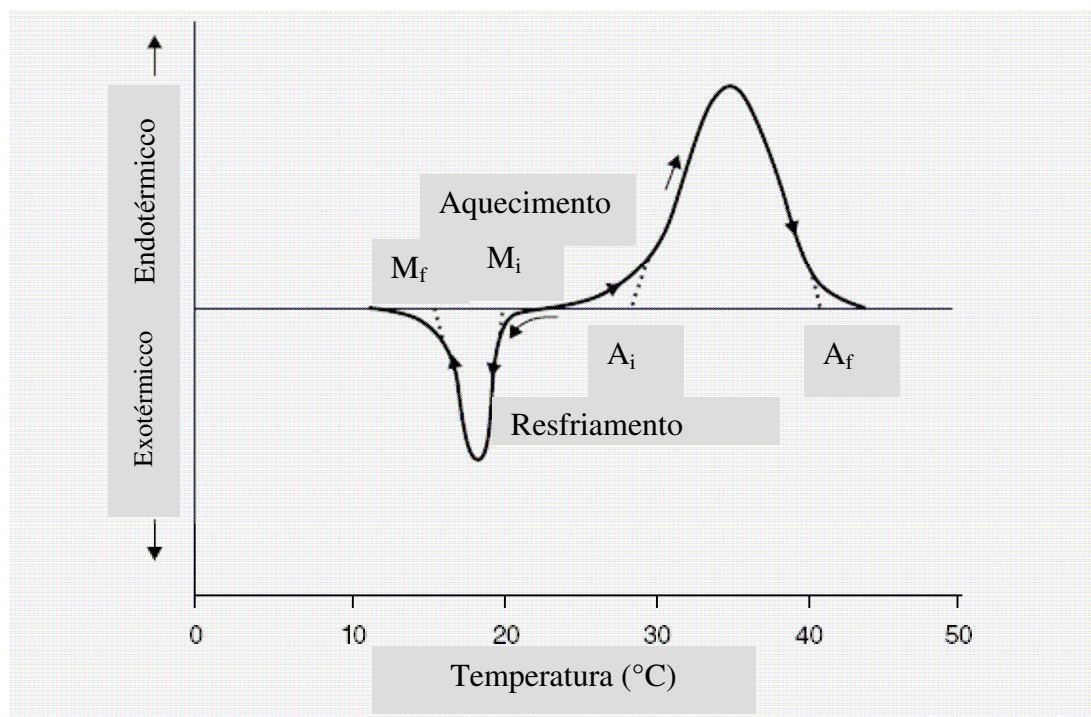


Figura 3.5 - Temperaturas A_f , A_i , M_f , M_i em curvas de aquecimento e resfriamento obtidas por DSC (Gioka e Eliades, 2002).

temperatura M_d que corresponde à temperatura máxima em que a martensita pode ser induzida por aplicação de tensão. A martensita formada desta maneira é chamada de martensita induzida por tensão (MIT) (Wayman e Duerig, 1990). As ligas que apresentam a fase R apresentam mais duas temperaturas características: a temperatura R_i (temperatura em que se inicia a transformação da fase R) e a temperatura R_f (temperatura em que termina a transformação da fase R). No intervalo de temperaturas entre R_i e R_f as fases R e austenítica coexistem (Tamiya et al., 1998; Fukuda et al., 1992).

Existem duas classificações para as TMs: termoelástica e não-termoelástica. As termoelásticas apresentam uma força motriz muito pequena para a transformação, podendo ser notada por pequena histerese de temperatura. As interfaces entre as fases austenítica e martensítica mostram grande mobilidade durante o resfriamento e aquecimento, e a martensita reverte para a fase austenítica com a mesma orientação original (Otsuka e Wayman, 1998). Na transformação termoelástica os deslocamentos que ocorrem para a mudança na estrutura cristalina são os únicos deslocamentos do evento e independem da indução por tensão ou por temperatura, sendo condição essencial é que a deformação de transformação seja acomodada elasticamente pela matriz (Shaw e Kyriakides, 1995). Já as transformações não-termoelásticas apresentam uma força motriz muito grande, vista pela grande histerese de temperatura. As interfaces entre as fases austenítica e martensítica são imóveis. A martensita cresce até um determinado tamanho crítico e a transformação reversa ocorre por renucleação da fase parente, não sendo cristalograficamente reversível (Otsuka e Wayman, 1998).

Como já mencionado anteriormente, a TM pode ocorrer por redução da temperatura ou por aplicação de tensão, sendo que a termodinâmica e a cinética da transformação dependem muito das direções das tensões aplicadas em relação à orientação da rede cristalina, não ocorrendo aparecimento ou desaparecimento repentino de grandes grupos de placas. Durante a transformação existe um equilíbrio entre a energia motriz química e a energia elástica armazenada (resistência à transformação). Caso a energia motriz exceda a energia elástica armazenada, a transformação é denominada espontânea, já que

uma vez iniciada, o crescimento e a nucleação catalítica não podem ser suprimidos por influências externas (Delaey et al., 1974).

A acomodação das deformações é fundamental na nucleação e crescimento da martensita, podendo ocorrer de duas formas: por escorregamento ou por maclação (Fig.3.6). Em qualquer mecanismo de acomodação, a estrutura martensítica é mantida, mas a forma global é a original da austenita. O escorregamento é um mecanismo de acomodação comum em muitas martensitas, de forma permanente, ocorrendo quebras de ligações atômicas. Já no processo de maclação, essas ligações permanecem intactas durante o processo, que é capaz de acomodar mudanças de forma de um modo reversível. Para que o efeito memória de forma ocorra, é necessário que a acomodação seja totalmente reversível, portanto, nas ligas com memória de forma, a maclação é o

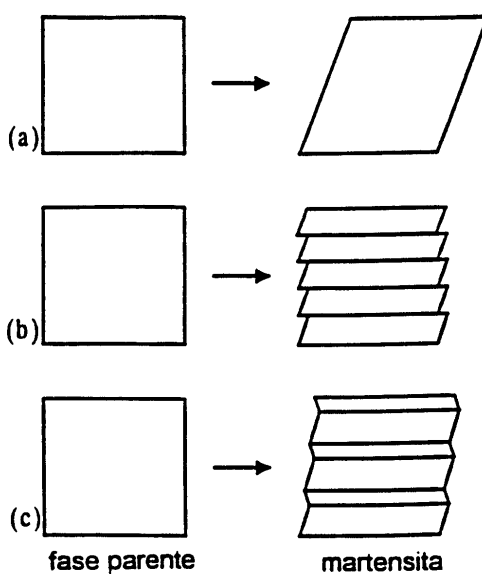


Figura 3.6 - Ilustração esquemática da deformação invariante de rede na transformação martensítica: a) mudança de forma na transformação; b) acomodação de deformações por escorregamento e c) por maclação (Otsuka e Wayman, 1998).

principal mecanismo de acomodação das deformações geradas (Otsuka e Wayman, 1998; Wayman e Duerig, 1990).

Enquanto na maioria dos metais a deformação ocorre por deslocações, nas ligas NiTi a resposta à tensão ocorre por mudança na geometria do cristal, através do movimento de variantes geminadas, porém de tal maneira que a interface entre a variante da martensita e a fase autêntica se torna um plano não distorcido e não rotacionado (plano invariante), minimizando a energia de deformação (Miyasaki *et al.*, 1989). A martensita, durante a TM, surge na forma de placas sobre os planos cristalográficos invariantes (planos de hábito). Cada placa formada gera uma pequena distorção, sendo que as contribuições somadas de todas as placas se anulam e a forma original do material é mantida, ocorrendo uma auto-acomodação das placas (Wayman e Duerig, 1990).

Vários tipos de maclas podem ser formados durante o processo de auto-acomodação das placas e variantes de martensita (Fig.3.7), sendo que em estudos sobre a microestrutura martensítica de ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica, não deformadas, foram observados cinco tipos de maclas resultantes da transformação martensítica: $\langle 011 \rangle$ tipo II, $\{11\bar{1}\}$ tipo I, $\{011\}$ tipo I, (001) e (100) compostas. Dentre estas, as mais observadas foram: $\langle 011 \rangle$ tipo II, sugerindo que este tipo de macla é a principal deformação invariante de rede da transformação martensítica nas ligas NiTi (Miyazaki *et al.*, 1989).

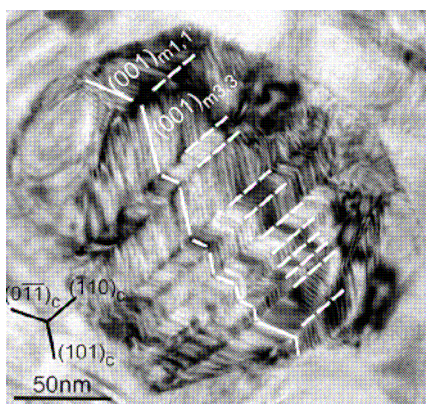


Figura 3.7 - Imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET) mostrando maclas (Waitz, 2005).

s contornos de maclas em geral se referem aos contornos entre as placas de martensita, bem como os contornos dentro das placas. Esses locais apresentam energia relativamente baixa, podendo se mover com relativa facilidade pela aplicação de tensão devido à coerência atômica. Os contornos entre placas individuais de martensita podem se comportar como contornos de maclas, ou seja, as próprias placas individuais de martensita funcionam como maclas em relação às placas adjacentes (Wayman e Duerig, 1990).

Segundo Shaw e Kyriakides (1995), a demaclação é o movimento dos contornos de macla por tensão, resultando em mudança de orientação de uma variante em outra, mais favoravelmente orientada em relação à direção de tensão aplicada. Assim, a reorientação da martensita pode seguir por migração do contorno de variante, gerando um estreitamento de algumas variantes de martensita. A figura 3.8 mostra a demaclação da liga NiTi quando deformada em uma temperatura menor que M_f e recuperação de forma em temperaturas acima de A_f . No resfriamento entre as temperaturas M_i e M_f o cristal da fase austenítica se transforma em 24 variantes de martensita em uma forma de

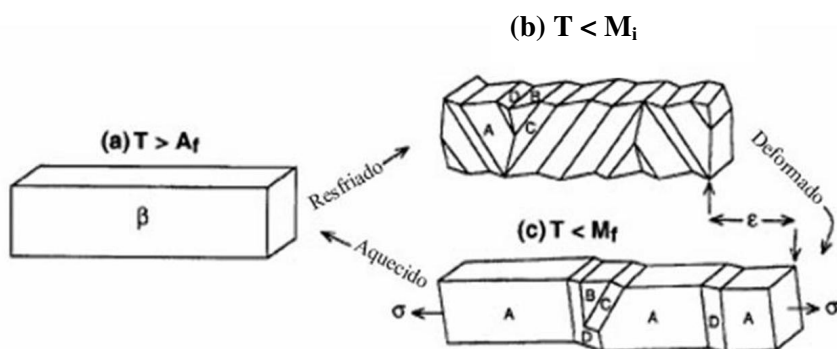


Figura 3.8 - Demaclação da liga NiTi quando deformada em uma temperatura menor que M_f e recuperação de forma em temperaturas acima de A_f : a) cristal austenítico; b) variantes de auto-acomodação macladas A, B, C e D, no resfriamento e transformação martensítica; c) a variante A torna-se dominante quando a tensão de tração é aplicada (Wayman, 1980).

auto-acomodação. Nesta fase a forma do material não se altera, porque os seis grupos de quatro variantes se formam resultando no cancelamento das mudanças de forma individuais e a mudança de forma macroscópica média de cada grupo é aproximadamente zero. Porém, quando esta martensita muti-orientada é deformada, forma-se uma única orientação de martensita. Esse fato se deve a demacção e ao movimento de certas interfaces de martensita (Wayman, 1980). Sob tração abaixo de M_f , acontece o alongamento por demacção dentro de uma variante, coalescência entre variantes, seguida por coalescência entre grupos, resultando na permanência das variantes em que a mudança de forma permite a extensão máxima da amostra na direção da tensão aplicada. A recuperação da deformação nos exemplos acima mencionados depende do movimento reversível das interfaces martensíticas por aquecimento ou por remoção da tensão aplicada.

3.1.3. Comportamento termomecânico das ligas NiTi

As formas de deformação das ligas NiTi são dependentes da relação entre a temperatura de deformação (T_d) e as temperaturas de transformação. Existem quatro regimes de temperatura básicos (Melton e Mercier, 1979; Miyasaki et al., 1981):

- a) $T_d < M_f$ – Observa-se uma estrutura martensítica maclada, composta de várias variantes com orientações diferentes. A deformação consiste no movimento dos contornos entre as placas e maclas de martensita (demacção), resultando na reorientação da martensita, com o crescimento de uma variante melhor orientada em relação à tensão aplicada, às custas de outra adjacente, orientada desfavoravelmente.
- b) $M_i < T_d < A_f$ – No carregamento ocorre formação de MIT, que, por ser estável neste intervalo de temperaturas, permanece após a retirada da carga.
- c) $A_f < T_d < M_d$ – Material está no estado austenítico. A deformação ocorre através da formação de MIT, que, com a retirada da carga, torna-se instável e retorna à fase austenítica.

- d) $T_d > M_d$ – Nesta faixa de temperaturas ocorre deformação plástica da austenita antes que haja formação de MIT. A tensão crítica para formação de martensita torna-se maior que a tensão necessária para promover a deformação plástica pelo movimento de deslocações.

O EMF, também conhecido como “one way” é obtido por deformação em temperaturas correspondendo a (a) e (b) seguida de aquecimento acima de A_f . Quando a deformação inicial está abaixo de um limite de deformação de aproximadamente 6%, uma recuperação de 100% pode ser obtida, significando que a concentração de defeitos num único teste é insignificante, ou seja, a contribuição dos processos de fluxo plástico convencional é muito baixa (Melton e Mercier, 1979).

O EMF foi descrito como um deslocamento do laço de histerese no diagrama tensão-deformação (Fig.3.9), isto pode ser visto quando uma amostra da liga é submetida a um carregamento mecânico a uma temperatura abaixo de M_f . Quando a tensão atinge um valor crítico, ocorre o início da transformação da martensita maclada para a martensita não maclada. Após o descarregamento a amostra apresenta uma deformação residual que pode ser recuperada a partir de um aquecimento, que faz com que a liga apresente transformação de fase. O EMF é um evento térmico e mecânico, ou seja, a martensita é inicialmente formada através do resfriamento e então deformada abaixo da temperatura M_f . Em seguida é aquecida acima da temperatura A_f , retornando à estrutura austenítica, e a forma é então recuperada (Machado e Savi, 2002). A magnitude da histerese depende do tipo de liga, mas valores entre 20 e 40°C são característicos nas ligas com memória de forma (Otsuka e Wayman, 1998). Segundo Kennon e Dunne (1981) é possível uma recuperação de 6 a 8% de deformação induzida por dobramento, torção, tração e compressão pelo aumento da temperatura (menos de 50°C acima da temperatura de deformação).

De acordo com Stoeckel (2001) se a tensão for aplicada em temperaturas entre A_f e M_d no EMF, a martensita pode ser induzida por tensão, necessitando de menos energia para esse processo que é chamado de superelasticidade (SE) ou pseudoelasticidade.

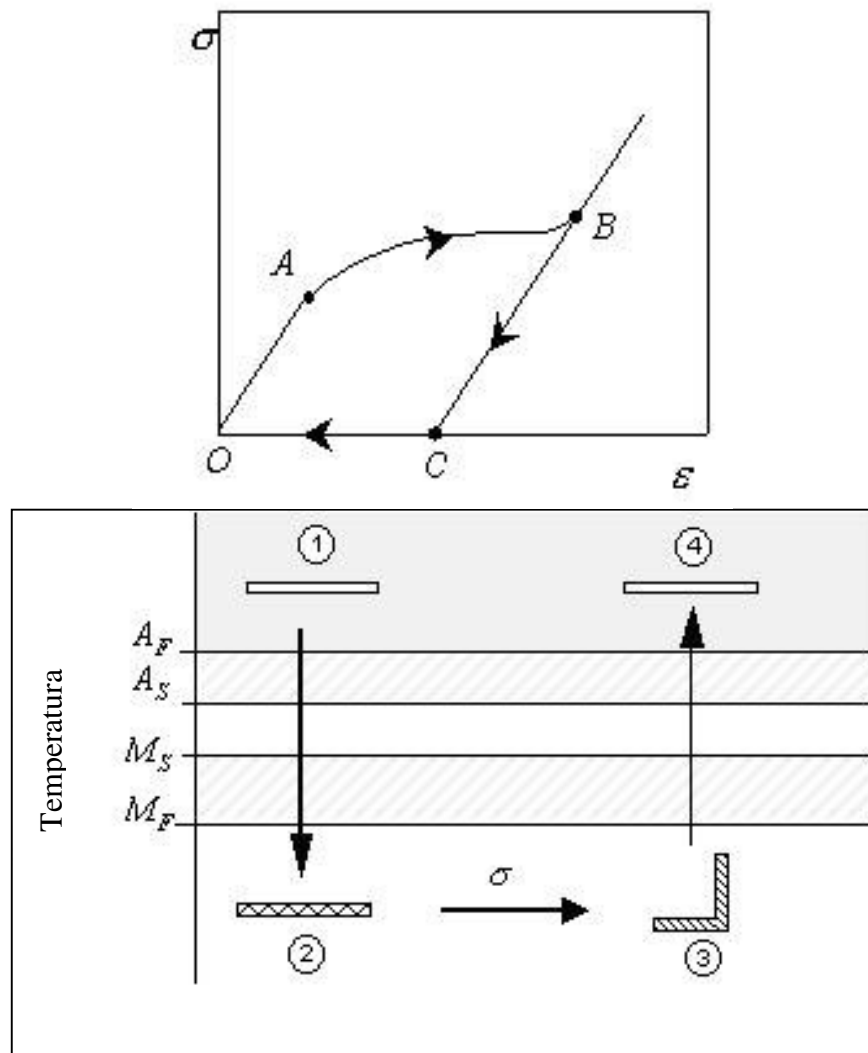


Figura 3.9 - Figura superior: diagrama tensão-deformação de uma liga com memória de forma à baixa temperatura. A) início da transformação da martensita maclada para a não-maclada após valor crítico de tensão; B) término da transformação iniciada em A; C) deformação residual que pode ser recuperada por aquecimento. Figura inferior: 1) amostra em temperatura acima de A_f , (somente a fase austenítica); 2) após a temperatura estar abaixo de M_f , (martensita maclada), houve um carregamento mecânico à temperatura constante (martensita não-maclada); 3) deformação residual; 4) forma original pôde ser recuperada por aquecimento da amostra (Machado e Savi, 2002).

A SE foi descrita como um fenômeno que ocorre quando a amostra da liga está em uma temperatura superior à A_f e é submetida a um carregamento mecânico (Fig. 3.10), nesse ponto uma resposta elástica ocorre até que o valor crítico seja atingido, quando a transformação da austenita para a martensita acontece. Nesse momento a estrutura cristalina da amostra é totalmente formada pela martensita não-maclada. Quando o descarregamento ocorre, existe uma recuperação elástica. Esse processo de carga-descarga não mostra nenhuma deformação residual (Wayman e Bhadeshia, 1996). Nesse caso a transformação martensítica também exhibe histerese, com a tensão da transformação direta, no carregamento, sendo maior que a tensão da transformação reversa, no descarregamento (Wayman e Duerig, 1990). A superelasticidade só pode ocorrer se a temperatura do material estiver abaixo de M_d e acima de A_f , caso esteja abaixo de A_f , a martensita induzida por tensão permanecerá estável durante a descarga (Duerig e Zadno, 1990). A força que impulsiona essa transformação é mecânica, e não térmica. Acima de A_f , a tensão crítica para a formação de martensita aumenta à medida que a temperatura aumenta, já que a fase austenítica é mais estável em temperaturas mais altas. Esse aumento ocorre de forma linear obedecendo a relação de Clausius-Clapeyron:

$$\frac{d\sigma}{dT} = -\frac{\Delta S}{\varepsilon} = -\frac{\Delta H}{\varepsilon T} \quad (3.2)$$

onde σ é uma tensão uniaxial, T é a temperatura, ε é a deformação de transformação, ΔS é a entropia da transformação por unidade de volume e ΔH é a entalpia da transformação por unidade de volume (Wayman e Duerig, 1990; Otsuka e Wayman, 1998).

3.1.4. Fabricação dos fios de NiTi

A fabricação de ligas NiTi é um processo complexo e em geral envolve as seguintes etapas: a) Fusão/fundição a vácuo; b) Forjamento e laminação a quente; c) Conformação a frio; d) Tratamento de memória de forma.

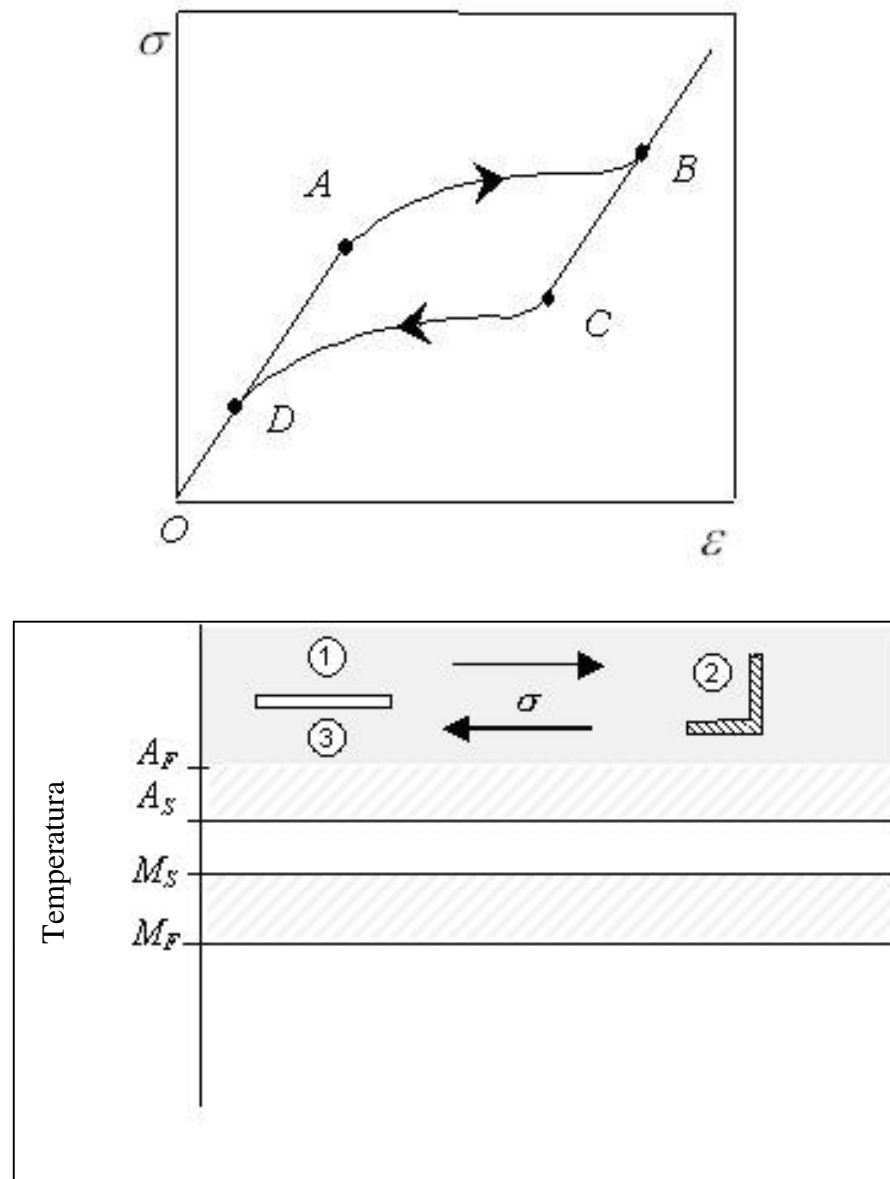


Figura 3.10 - Diagrama tensão-deformação de liga superelástica. Figura superior: A) carregamento mecânico causando uma resposta elástica até um valor crítico de tensão. Início da transformação martensítica; B) término da transformação martensítica (martensita não-maclada); C) início da transformação reversa; D) descarregamento elástico da austenita sem deformação residual. Figura inferior: 1) carregamento mecânico à temperatura acima de A_f e formação de martensita não-maclada; 2) transformação reversa; 3) Retorno à forma original sem deformação residual (Machado e Savi, 2002).

a) Fusão/fundição a vácuo: De acordo com Otsuka e Ren (1999), a transformação de fase martensítica ocorre numa faixa de temperatura que varia de acordo com a composição química de cada liga. No diagrama de fases do sistema NiTi, (Fig.3.11) existe um maior interesse na fase austenítica que está limitada pelos precipitados Ti_2Ni e $TiNi_3$, que se localiza numa estreita faixa em temperaturas abaixo de $650^{\circ}C$, em geral com composição entre 50 e 50,5%at Ni. Esses precipitados têm grande influência nas propriedades mecânicas, assim como nas temperaturas de transformação. Além disso, uma pequena mudança na composição pode alterar as temperaturas de transformação drasticamente (Suzuki, 1998). A liga Nitinol original era composta por 55% de níquel e 45% de titânio (em peso) como descrito por Buelher et al. (1963).

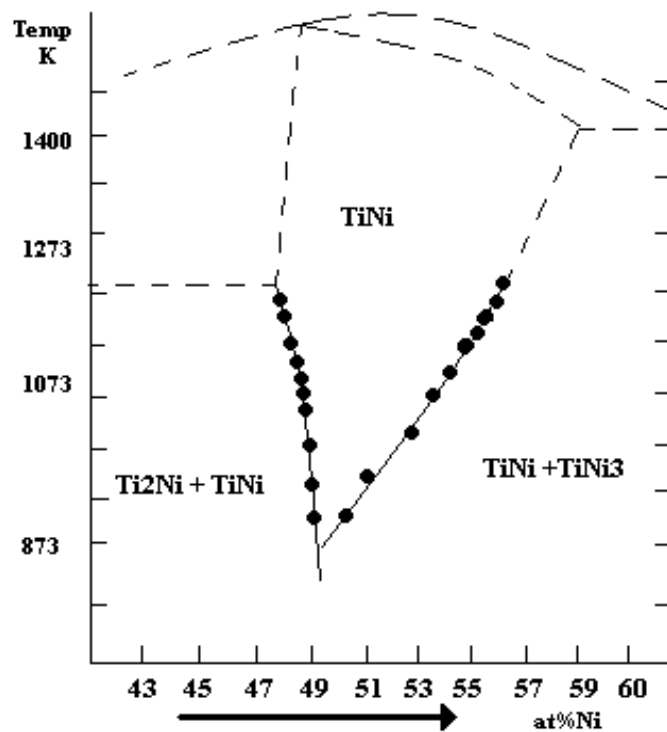


Figura 3.11 - Diagrama de equilíbrio de fase da liga Ni-Ti, mostrando a região do composto intermetálico NiTi que é relevante para os fios ortodônticos (Otsuka e Ren, 1999).

Após a seleção da proporção entre os elementos químicos, a liga é fundida em alto vácuo, por indução sob alta frequência, em cadinhos de grafite (Suzuki, 1998), sendo este o método mais utilizado para fundição das ligas NiTi (Ramaiah et al., 2005). Esse processo é vantajoso, proporcionando maior homogeneidade da composição química ao longo do lingote e um maior controle desta composição (Suzuki, 1998), pois na temperatura de fundição a liga equiatômica é altamente reativa, principalmente com oxigênio, nitrogênio e carbono, formando óxidos e outros compostos. Também para se reduzir a contaminação por carbono e oxigênio, pode-se utilizar cadinhos de CaO, devendo-se evitar cadinhos de alumina e magnésio (Ramaiah et al., 2005).

b) Forjamento e laminação a quente: Após a solidificação, o material se apresenta pouco dúctil e não mostra superelasticidade ou efeito memória de forma. Neste ponto a estrutura precisa ser refinada pelo forjamento e laminação a quente, objetivando a melhoria das propriedades mecânicas e a redução da secção transversal para facilitar outros processos (Ramaiah et al., 2005), sendo que nessa etapa o material é forjado e laminado a quente em barras ou placas do tamanho desejado. A liga é facilmente trabalhada em temperaturas acima de 527°C, mas para se evitar a maior oxidação da superfície, não se utiliza temperaturas muito altas, sendo a temperatura ótima para o trabalho a quente de aproximadamente 800°C (Suzuki, 1998). Ao término da laminação a quente, pode-se notar a primeira mudança na microestrutura em função do aumento da temperatura, representada pelo crescimento de precipitados de Ti_3Ni_4 . O tamanho e a coerência dos precipitados influenciam diretamente as temperaturas de transformação e o comportamento mecânico dos fios. A tensão interna causada pelos precipitados coerentes diminui a tensão de transformação da martensita, vista pela redução da temperatura M_i (Frick et al., 2005).

c) Conformação a frio: Nesta etapa as ligas são laminadas a frio para redução da secção transversal e para facilitar a conformação final do fio. Essa etapa é bastante difícil nas ligas NiTi, pois estas apresentam endurecimento rápido, necessitando de múltiplas reduções de secção transversal associadas aos freqüentes tratamentos de recozimento (Suzuki, 1998). A liga conformada a frio apresenta martensita residual e grande densidade de dislocações. Quando a microestrutura recebe tratamento térmico

procura-se remover as dislocações e promover o crescimento de precipitados. Entretanto, esses tratamentos térmicos demonstram uma influência nas propriedades de tensão-deformação similar ao do material laminado à quente, produzindo precipitados que tem uma grande influência no comportamento mecânico, apesar ainda da presença de martensita e da alta densidade de deslocações. A conformação a frio sem a etapa de recozimento destrói o patamar martensítico na curva tensão-deformação. Assim, um material com 20% de trabalho a frio, na fase martensítica, apresenta alto limite de escoamento e restritas propriedades de memória de forma, pois somente deformações muito baixas podem ser recuperadas. Já quando se faz o recozimento, ocorre a restauração do EMF e redução da tensão de escoamento (Melton, 1990). De acordo com Ramaiah et al. (2005), usualmente a quantidade de deformação está restrita a 30 a 40% de forma a evitar trincas nos fios (Fig. 3.12). De acordo com Russel (2000), a conformação a frio não deve ultrapassar 30 a 50% em cada estágio, antes do material ser recozido, pois as ligas NiTi apresentam um encruamento muito rápido. Geralmente as temperaturas de recozimento são menores que as temperaturas da laminação à quente e estão entre 600 e 800°C (Russel, 2001; Wu, 2002). Essa combinação de conformação a frio e recozimento é importante para as características da microestrutura (Fig.3.13) da liga (Russel, 2001; Wu, 2001) e os efeitos foram avaliados por DSC por Kurita et al. (2004) que verificaram (Fig.3.14):

- Que picos largos e baixos ocorreram em ligas conformadas a frio;
- Que a redução da porcentagem de trabalho a frio aumentou da largura dos picos;
- Que o aumento do número de ciclos térmicos de recozimento aumentou o tamanho dos picos;
- Que a fase R apareceu após a conformação a frio e subsequente recozimento. Esta fase formou-se claramente na temperatura de recozimento de 500°C. Isso fez com que os autores concluíssem que essa fase seria estabilizada pelos defeitos da conformação a frio e subsequente recozimento.

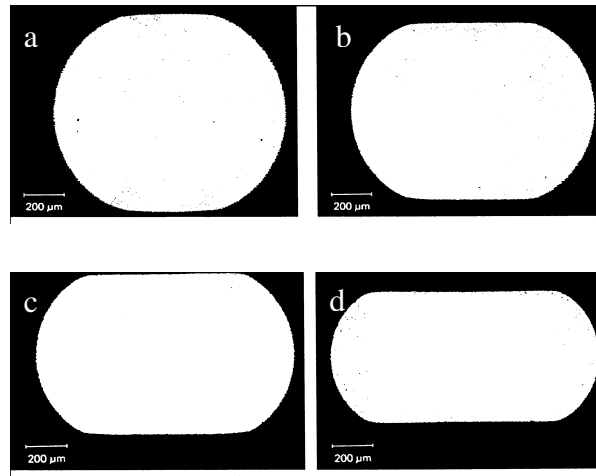


Figura 3.12 - Secção transversal de ligas NiTi equiatômicas conformadas a frio e totalmente recozidas: a) 10%, b) 20%, 30% e 40% do fio de diâmetro inicial de 1,14mm (Miller e Lagoudas, 2001).

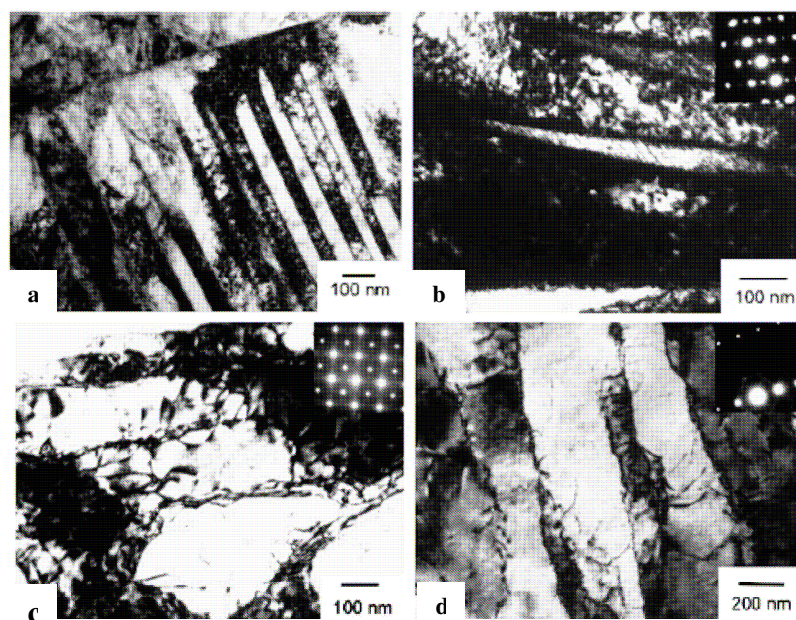


Figura 3.13 - Microestrutura de liga NiTi conformada a frio a 15% com alta densidade de dislocações: a) escorregamento de bandas; b) placas de martensita. Liga conformada a frio e recozida a 773 K: c) durante 15min e d) durante 30min. Ver o desenvolvimento das deslocações que crescem com o aumento no tempo de recozimento (Chrobak e Stroz, 2005).

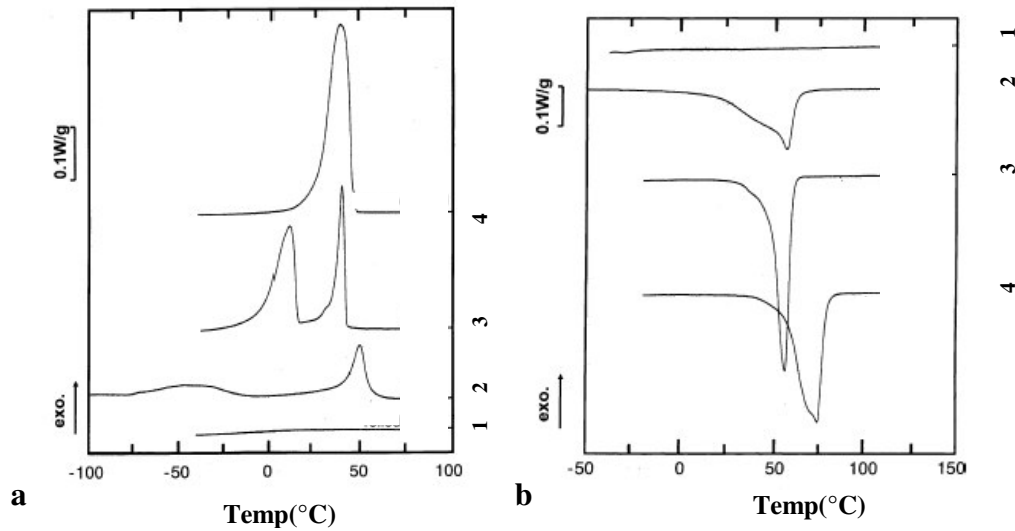


Figura 3.14 - Picos de DSC (a) no resfriamento e (b) no aquecimento (1) de uma liga NiTi equiatômica laminada a frio a 41,6%, (2) recozida nas temperaturas de 400 e (3) 500°C e (4) antes da laminação a frio (Kurita et al., 2004).

Baseado em observações experimentais da tensão de transformação e dissipação de energia das ligas NiTi em relação à temperatura de recozimento, Nemat-Nasser e Guo (2005) fizeram as seguintes observações:

- As temperaturas de recozimento tiveram um efeito significativo no comportamento superelástico das ligas NiTi. A tensão de transformação e a dissipação de energia mudaram com a temperatura de recozimento (Fig. 3.14);

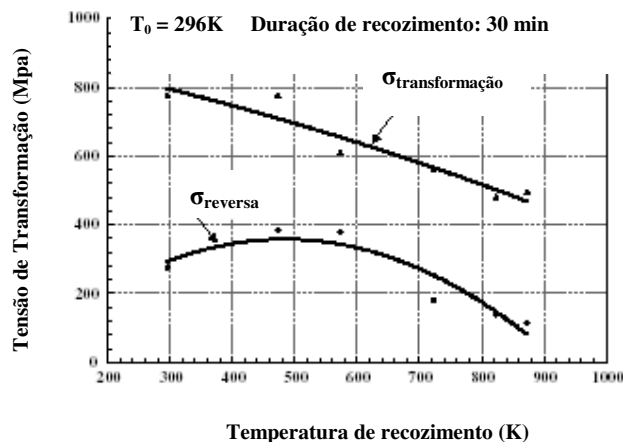


Figura 3.15 - Tensão de transformação em função da temperatura de recozimento (Nemat-Nasser e Guo, 2005).

- A dissipação de energia chegou ao mínimo quando a temperatura de recozimento se aproximou de 600K (Fig 3.16);

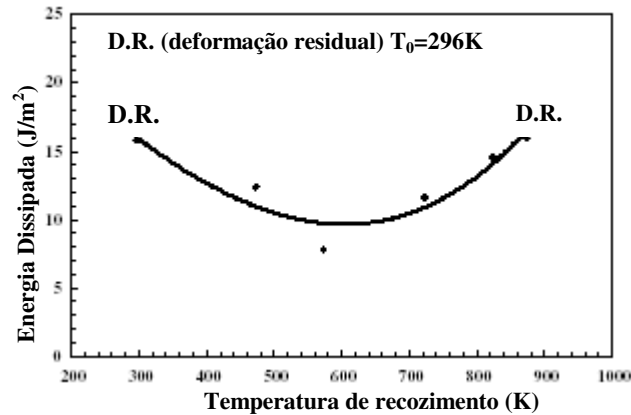


Figura 3.16 - Dissipação de energia em função da temperatura de recozimento (Nemat-Nasser e Guo, 2005).

- Embora a tensão de transformação das ligas NiTi aumentasse com a redução das temperaturas de recozimento, foi também induzida uma grande deformação residual;
- Quando a temperatura de recozimento estava em torno de 923K, o material não era mais superelástico;
- A duração do recozimento (473K) teve pouco efeito no comportamento superelástico se comparado à temperatura de recozimento (Fig. 3.17).

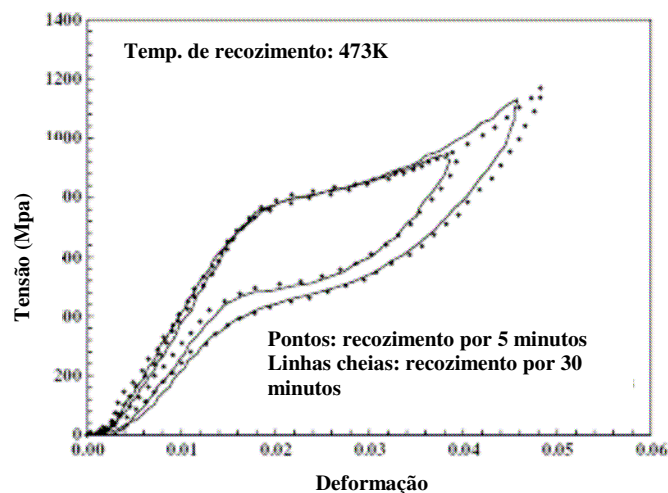


Figura 3.17 - Efeito da duração do recozimento no comportamento superelástico (Nemat-Nasser e Guo, 2005).

A figura 3.18 mostra os fios sendo bobinados após conformação a frio.



Figura 3.18 - Fios de NiTi semi-acabados sendo bobinados (<http://www.memry.com/productsservices/semifinished.html>).

d) Tratamento de memória de forma: o material então, é submetido a tratamentos térmicos para adquirir as propriedades desejadas, sendo que os tratamentos térmicos de superelasticidade e memória de forma são muito parecidos, diferindo apenas quanto às temperaturas de transformação (Suzuki, 1998). Normalmente o tratamento térmico é feito abaixo da temperatura de recristalização (Ramaiah et al., 2005). As temperaturas

médias de recozimento de 350 a 450°C de 10 a 100 minutos são as mais utilizadas para que o efeito superelástico se manifeste, sendo que para se obter esse efeito pode-se utilizar também o tratamento de envelhecimento (Suzuki, 1998). Saburi (1998) relatou que a redução do tamanho de grão, obtida através de tratamentos térmicos, é muito efetiva na melhoria das propriedades superelásticas do material como pode ser visto na Figura 3.19.

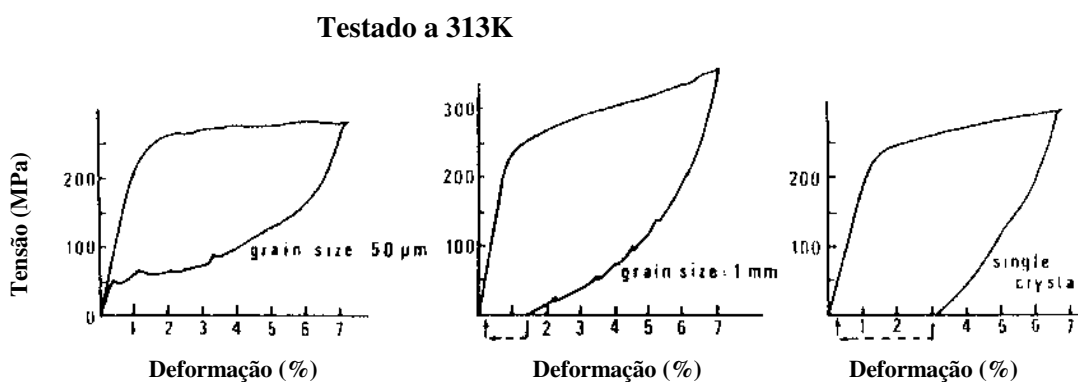


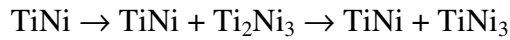
Figura 3.19 - Curvas de tensão-deformação mostrando a influência do tamanho de grão na superelasticidade. Observar que o menor tamanho do grão melhora o comportamento superelástico (Saburi, 1998).

Uma outra forma para obtenção de superelasticidade e efeito memória de forma é através de utilização de ligas ricas em Ni submetidas a tratamento térmico de 600 a 900°C, seguidos por uma baixa temperatura de envelhecimento em torno de 400°C (Wu, 2002). Em uma condição de resfriamento lento a partir de altas temperaturas, as ligas NiTi com mais de 50,5 % de Ni em porcentagem atômica se decompõem formando $TiNi_3$ em coexistência com a matriz. A formação de $TiNi_3$, que é uma fase de equilíbrio, é comumente precedida pela formação de fases metaestáveis Ti_3Ni_4 e Ti_2Ni_3 . O processo de decomposição segue o esquema abaixo (Otsuka e Wayman, 1998):

a) envelhecimento em temperaturas abaixo de 680°C



b) envelhecimento em temperaturas entre 680 e 750°C



c) envelhecimento em temperaturas entre 750 e 800°C



Em qualquer dos intervalos de temperatura, o produto final da decomposição é uma mistura de TiNi e TiNi₃ (Saburi, 1998). Em temperaturas acima de 627°C há decomposição dos precipitados Ti₃Ni₄ em Ti₂Ni₃ e TiNi₃, que podem ser encontrados juntamente com a matriz de fase β (Nishida et al., 1986).

Os precipitados Ti₃Ni₄ apresentam estrutura romboédrica e promovem melhorias nas características de memória de forma e superelasticidade das ligas NiTi. Eles também afetam as características da transformação martensítica, podendo atuar como centros de nucleação para formação da fase R, devido à pequena histerese de temperatura desta transformação. Este comportamento é explicado pelo fato dos precipitados coerentes induzirem o aparecimento de campos de tensões/deformações na matriz circundante (Otsuka e Ren, 1999). A formação de precipitados e evolução da microestrutura com o envelhecimento podem ser vistos na figuras 3.20, 3.21 e 3.22.

As ligas NiTi ricas em Ni apresentam temperaturas de transição controladas pelo teor de Ni, formando nos estágios iniciais de envelhecimento, em baixas temperaturas, precipitados de Ti₃Ni₄ finamente dispersos (fig. 3.21), melhorando as características de SE e EMF (Otsuka e Wayman, 1998). Estes precipitados que possuem forma lenticular são coerentes com a matriz e originam campos de tensão ao redor deles (Allafi et al., 2002). Dois fatores regem a nucleação e crescimento difusionais dos precipitados. Em altas temperaturas a energia térmica é suficiente para ocorrer uma rápida difusão dos átomos de Ni e Ti na matriz, mas é difícil a formação de um núcleo de precipitado quando a temperatura aumenta. Já em temperaturas mais baixas ocorrem altas taxas de nucleação e baixas taxas de difusão. Os processos de difusão e nucleação são otimizados em temperaturas intermediárias (350-450°C), resultando em taxas de precipitação máximas e maior impacto sobre as temperaturas de transformação. Após tratamentos térmicos a 425°C ocorre o máximo de precipitação e o A_f aumenta mais

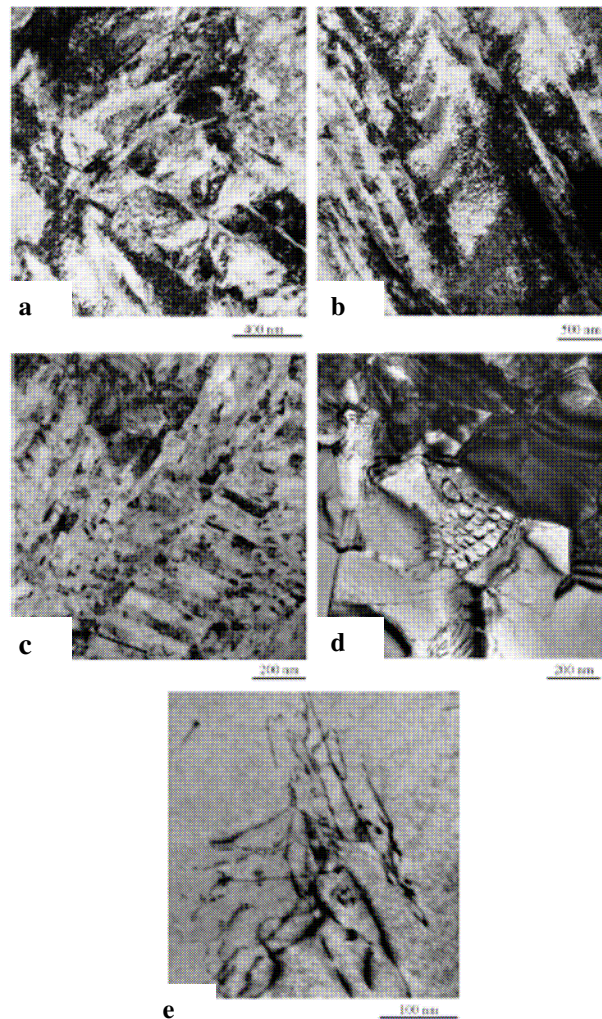


Figura 3.20 - Modificação da microestrutura vista por MET de liga NiTi conformada a frio e envelhecida por 1,5h: a) Liga conformada a frio: com grande densidade de deslocações e presença de placas de martensita estabilizadas; b) envelhecimento a 350°C: grande densidade de deslocações; c) envelhecimento a 450°C: martensita presente, grande quantidade de dislocações e precipitados em torno de 50nm; d) envelhecimento a 550°C: alguns grãos são mostrados como dislocações livres, desenvolvimento de outras dislocações em rede com a redução da tensão interna e das dislocações. O tamanho dos precipitados não foi determinado; e) envelhecimento a 600°C: precipitados de aproximadamente 1 nm entre as dislocações observadas (Frick et al., 2005).

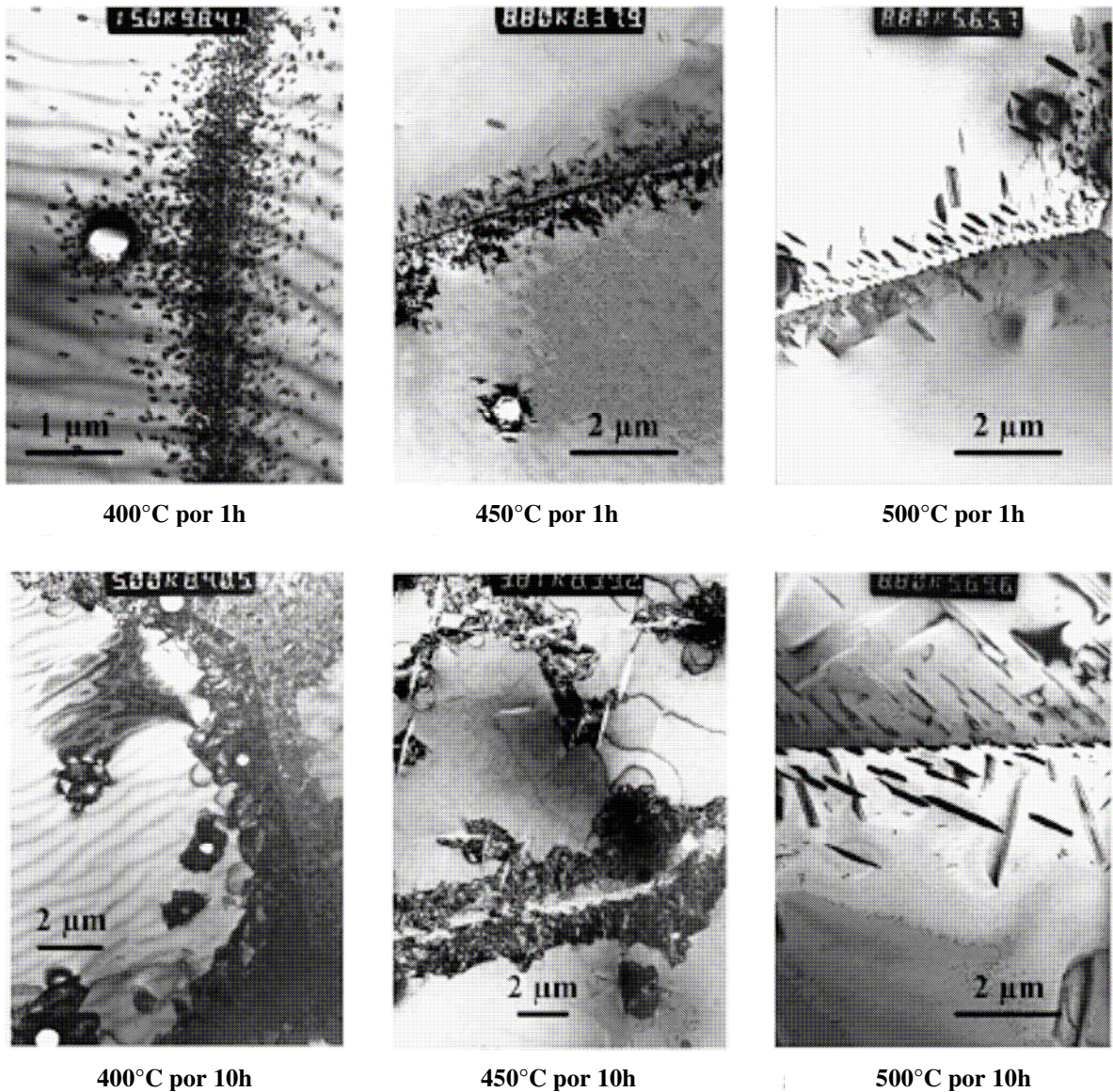


Figura 3.21 - Observação por microscopia eletrônica de transmissão (MET) dos efeitos do envelhecimento de ligas NiTi ricas em Ni com memória de forma após 400, 450 e 500°C de 1 a 10 h. É importante notar que de 1 a 10 h de envelhecimento ocorre precipitação de partículas nas proximidades dos contornos de grão (Khalil-Allafi et al., 2004).

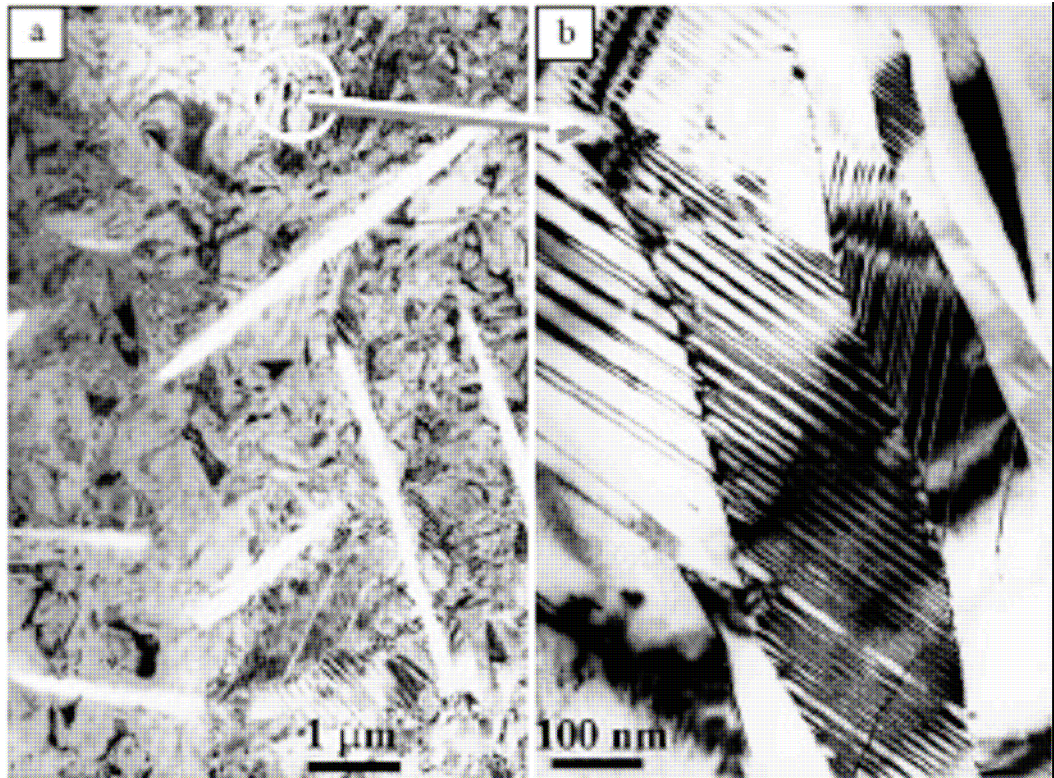


Figura 3.22 - Observação por MET de ligas NiTi ricas em Ni após envelhecimento a 500°C por 100h: a) A microestrutura apresentando precipitados grandes e muito distanciados; b) Martensita entre grandes e distanciados precipitados de Ni_4Ti_3 (Khalil-Allafi et al., 2004)

rapidamente, devido à difusão dos átomos de Ni e Ti, que se congregam nos precipitados e os átomos de Ti se movem para a matriz. Com o enriquecimento da matriz em Ti, a temperatura aumenta, de acordo com a relação entre composição e temperatura de transformação (Melton, 1990).

Embora a composição do material não se altere, mudanças localizadas de composição podem influenciar as temperaturas de transformação. As ligas ricas em níquel, como já foi dito, apresentam um valor baixo de A_i na condição temperada e um aumento

significativo nesta temperatura após o envelhecimento. Já as ligas ricas em Ti apresentam uma diferença muito pequena para as mesmas condições de tratamento térmico (Suzuki, 1998).

As martensitas R e B19' se nucleiam próximo aos precipitados de Ti_3Ni_4 e em seguida crescem na matriz com comportamentos de crescimento distintos. A fase R cresce sem interrupções aparentes, enquanto a B19' se nucleia em explosões abruptas e cresce rapidamente, necessitando de um superesfriamento adicional antes de consumir o restante da matriz. Estas duas regiões formam dois passos em uma temperatura mais alta próxima aos precipitados e em uma temperatura inferior distante deles. Dependendo do tempo e da temperatura de envelhecimento são desenvolvidas distribuições não homogêneas de Ni, que podem afetar as temperaturas de transformação. No início do envelhecimento a concentração de Ni da matriz altera-se somente em regiões próximas às partículas e a maior parte da matriz não é afetada. Após tempos intermediários de envelhecimento, a concentração de Ni varia fortemente em relação à localização entre as partículas e após longos tempos, todo o excesso de Ni é consumido e a estrutura de duas fases alcança equilíbrio termodinâmico. Após tempos de envelhecimento, pode observar-se através de curvas por DSC, o comportamento de transformação 2-3-2: dois picos distintos de transformação, três picos após tempos intermediários de envelhecimento e dois picos após longos tempos de envelhecimento (Baitaillard e Bidaux, 2002; Allafi et al., 2002). A Figura 3.23 mostra o comportamento 2-3-2.

Um estudo realizado por Khalil-Allafi et al. (2004) mostrou que o comportamento de transformação observado em curvas de DSC em relação aos tempos de envelhecimento era bem mais complexo que o 2-3-2, podendo ter comportamento 1-2-3-2-1 (Fig. 3.24). Os autores relataram que existem casos em que somente um pico pode ser observado como em 400°C por 1 hora e em 500°C por 100 horas. As transformações de um passo que ocorreram após longos tempos de envelhecimento são caracterizadas por grandes espaçamentos entre os precipitados. Essas partículas não interferem na TM e somente afetam o comportamento de transformação através da diminuição na concentração de Ni na matriz.

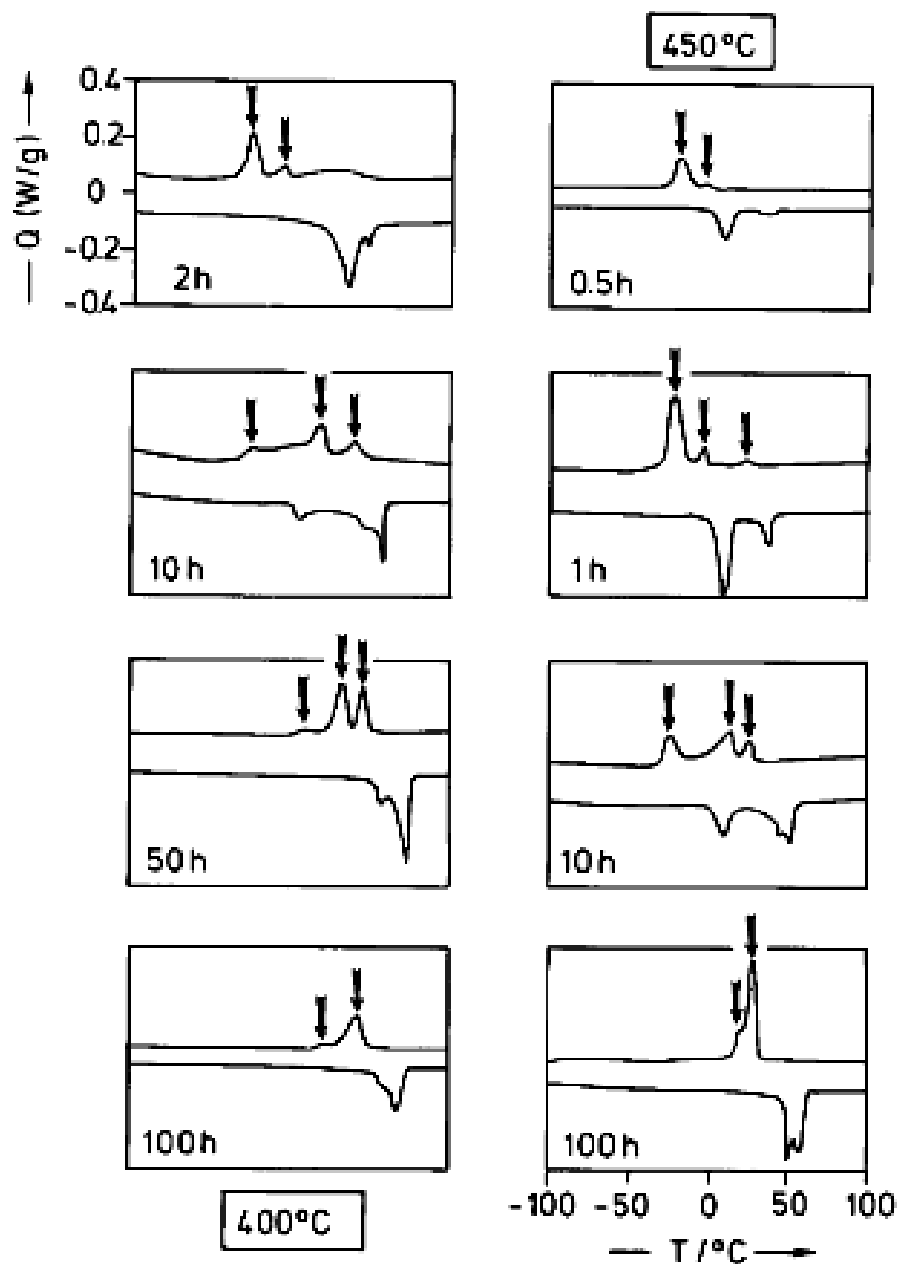


Figura 3.23 - Curvas de DSC envelhecidas a 400°C por 2, 10, 50 e 100 horas e à 450°C por 0,5, 1, 10 e 100 horas. Em tempos intermediários de envelhecimento as curvas de DSC apresentam 3 picos e 2 picos em curtos e longos tempos de envelhecimento (Allafi et al.,2002).

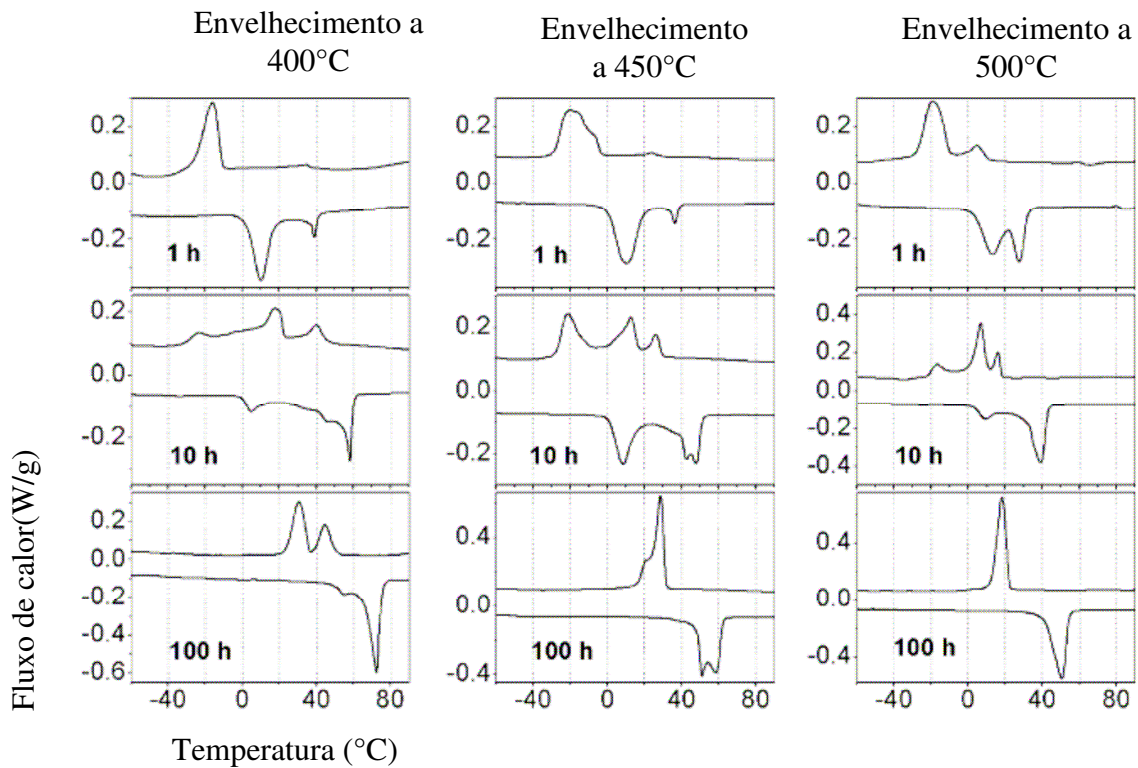


Figura 3.24 - Curvas de DSC obtidas após três temperaturas de envelhecimento (400, 450 e 500°C) para três tempos de envelhecimento (1, 10 e 100 horas). Existem casos em que somente um pico pode ser observado como em 400°C por 1 hora e em 500°C por 100 horas (Khalil-Allafi et al., 2004).

De forma resumida Jacson et al. (1972) descrevem os passos do tratamento térmico para as ligas NiTi, particularmente para o Nitinol (Fig. 3.25):

1. Obtenção da liga na forma desejada;
2. Forma da configuração de memória desejada;
3. Enclausuramento da configuração de memória. Escolha da temperatura de aquecimento e resfriamento feito em água.

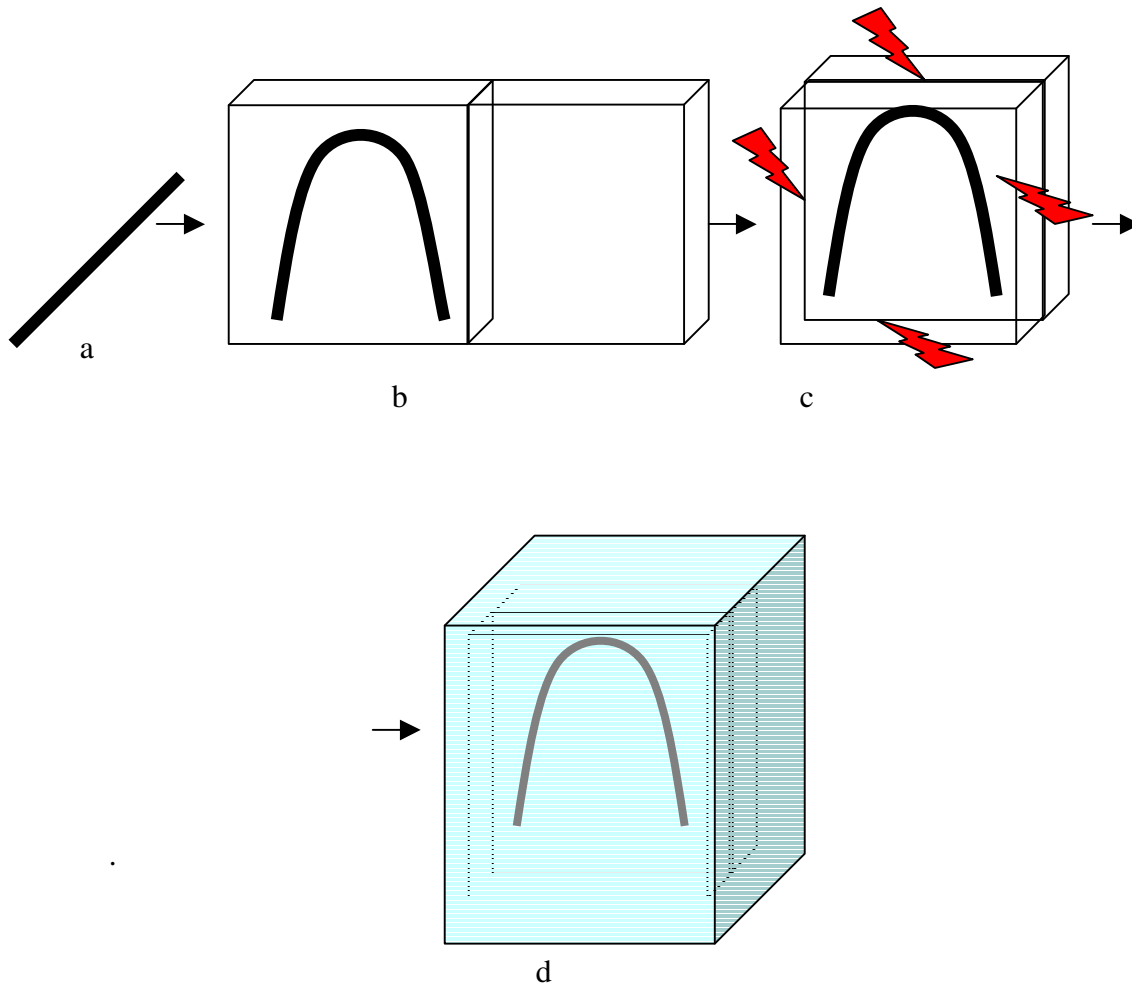


Figura 3.25 - Ilustração esquemática do tratamento térmico da liga NiTi: a) Obtenção do fio; b) Configuração na forma de arco; c) Enclausuramento do arco e aquecimento na temperatura escolhida; d) Resfriamento em água.

3.2. Comportamento das ligas NiTi em torção e tração

3.2.1. Gráfico tensão-deformação para as ligas NiTi

A aplicação de tensão sobre uma liga metaestável susceptível à transformação martensítica em uma temperatura constante T_1 , é representada pela curva tensão-deformação da Figura 3.26, caso T_1 seja maior que A_f .

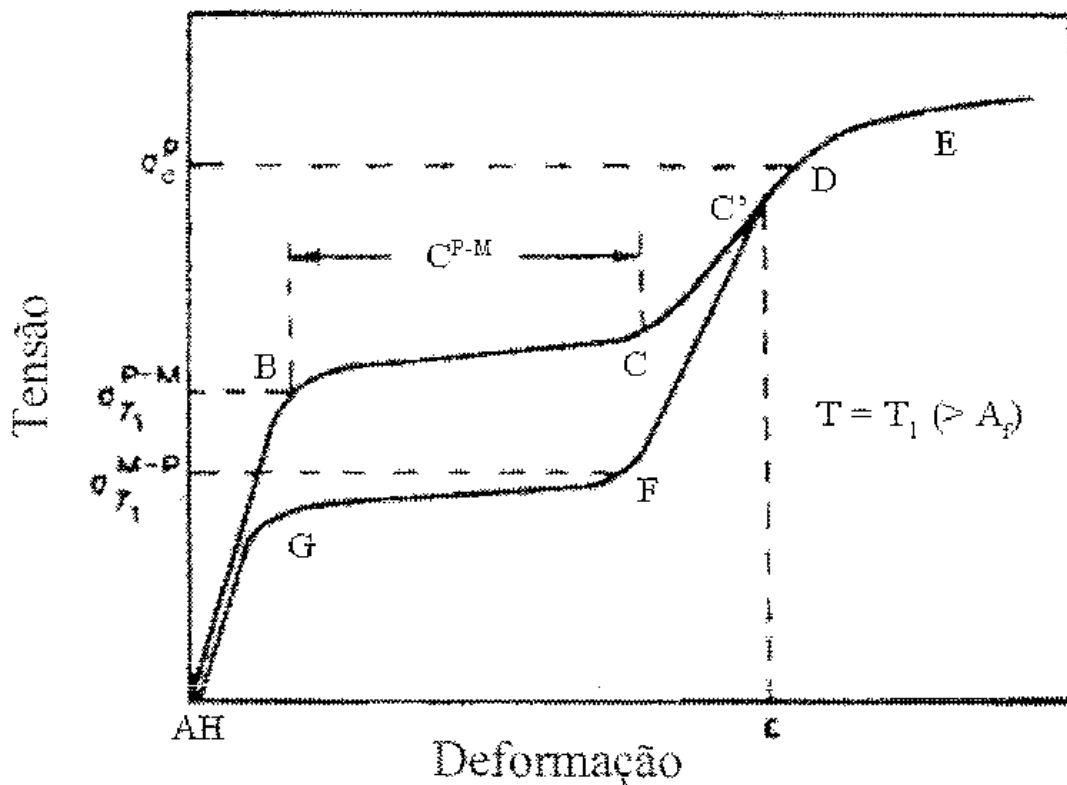


Figura 3.26 - Curva tensão-deformação (Krishnan et al., 1974)

O segmento AB mostra a deformação elástica da fase austenítica. No ponto B, correspondendo a um nível de tensão $\sigma_M(T_1)$ ocorre a formação das primeiras placas de martensita. A transformação se completa quando o ponto C é alcançado, sendo que a inclinação do segmento BC mostra a facilidade do prosseguimento da transformação até o final. Espera-se que ao final do patamar de tensão (BC) a maior parte do material tenha se transformado em martensita, porém como o material é policristalino, podem ocorrer áreas de austenita residual, que necessitam de uma tensão mais alta para que ocorra a transformação (Miyazaki et al., 1981). Após o ponto C, para que se aumente a deformação, é necessário um aumento na tensão. No início, o principal mecanismo de deformação é a distorção elástica da martensita monoclinica acompanhada pela transformação gradual das áreas de austenita residual. Quando a deformação está próxima de 7,5% (próximo ao ponto C'), a tensão chega a um nível suficientemente alto

para que ocorra o escorregamento da martensita (deformação permanente). Então nesse ponto a inclinação da curva começa a decair (Shaw e Kyriakides, 1995).

Caso a tensão aumente continuamente, o material que está na condição de completamente transformado se deforma elasticamente, como representado na seção CD da curva. O ponto de escoamento plástico, σ_e^P da martensita ocorre em D e o material se deforma plasticamente até a fratura. Caso a tensão seja liberada no ponto C', a deformação é recuperada em vários estágios. O segmento C'F da curva mostra o descarregamento elástico da martensita e quando se alcança uma tensão $\sigma_A(T_1)$ em F, a transformação reversa se inicia e a fração de martensita decresce até que a fase austenítica seja totalmente restaurada (G). O descarregamento elástico da austenita está representado pelo segmento GH e a deformação total pode ou não ser completamente recuperada. A quantidade de energia dissipada, associada à superelasticidade, é fornecida pela área englobada pelas curvas de carga e descarga, devido à seqüência de formação das interfaces entre as fases (Lim e McDowell, 1995) e a histerese de tensão é determinada pela diferença entre $\sigma_M(T_1)$ e $\sigma_A(T_1)$ (Krishnan et al., 1974).

Como já mencionado anteriormente, a tensão necessária para induzir a transformação $\sigma_M(T_1)$ é uma função linear da temperatura, com uma relação semelhante para $\sigma_A(T_1)$. As tensões $\sigma_M(T_1)$ e $\sigma_A(T_1)$ aumentam com o aumento da temperatura, enquanto a tensão de escoamento da fase β , σ_e^P , decresce com o aumento da temperatura. As variações adicionais do comportamento tensão-temperatura são devidas às variações dos componentes da tensão aplicada em relação à orientação cristalina (Krishnan et al., 1974).

Em temperaturas abaixo de A_f , as curvas tensão-deformação revelam uma grande quantidade de alongamento residual (e_o) após a descarga, enquanto aquelas obtidas em temperaturas acima de A_f revelam um comportamento superelástico, que é caracterizado por uma recuperação, quase perfeita, da forma de descarga. Quanto à relação entre o alongamento residual relativo (e_o/e_{max}) e a temperatura, verifica-se que abaixo de A_i , e_o/e_{max} é cerca de 0,8 e quase constante, independente da temperatura. Isso se deve à recuperação da deformação na descarga, que em temperatura abaixo de A_i , mostra principalmente de uma deformação elástica e uma deformação induzida por demacção na martensita, que independe da temperatura. Acima de A_i , o alongamento residual

relativo inicia uma redução abrupta, chegando a um valor mínimo em A_f . A recuperação da deformação na descarga nestas temperaturas engloba a recuperação da deformação reversa da martensita e as deformações elástica e induzida pela demacção (Strnadel et al., 1995).

Quanto à dependência da tensão crítica para indução de martensita (σ_M) e a temperatura, pode-se notar que:

- À medida que a temperatura aumenta, σ_M diminui inicialmente, alcançando um mínimo aproximadamente no ponto M_i . Nesta faixa de temperatura, σ_M representa a tensão para o movimento dos contornos e interfaces de macla entre as variantes de martensita, já que a amostra se encontra na fase martensítica antes do carregamento;
- Acima de M_i , σ_M aumenta com a temperatura, uma vez que ela representa a tensão para induzir a formação de martensita;
- Próximo ao ponto A_f , os resultados se desviam desta linearidade, pois σ_M se torna maior que a tensão crítica para o escorregamento (σ_s). A redução relativa em σ_s , comparada com σ_M , quando a temperatura sobe, leva ao aumento da deformação plástica residual e por isso ao aumento do alongamento relativo, e_o/e_{max} .

Deve-se notar que no sistema NiTi a tensão crítica para o escorregamento (σ_s) eleva-se com o teor de níquel, pelo endurecimento por solução sólida somado à alta densidade de deslocamentos termicamente rearranjadas, e nas ligas ricas em níquel, em alguma extensão, à precipitados finos de Ti_3Ni_4 (Strnadel et al., 1995).

3.2.2. Comportamento em torção e tração

Filleul e Constant (1999) estudaram o comportamento mecânico de fios ortodônticos de aço inoxidável (SS) e dois tipos de fios de NiTi com temperatura A_f de 25,3 e 29°C, M_i de -20,3 e 35,5°C e espessura de 0.435 x 0.64mm em ensaios de torção com carregamento nas temperaturas de 22°C e descarregamento em 22 e 37°C, utilizando

variações de momento de 0 a 350; 0 a 700; 0 a 1050 e 0 a 1400gmm. Os autores verificaram que uma menor temperatura M_i indica um maior momento para indução da formação da martensita para um dado ângulo de torção, podendo explicar os diferentes comportamentos dos dois fios de NiTi estudados (Fig. 3.27 e 3.28).

Momento (g.mm)

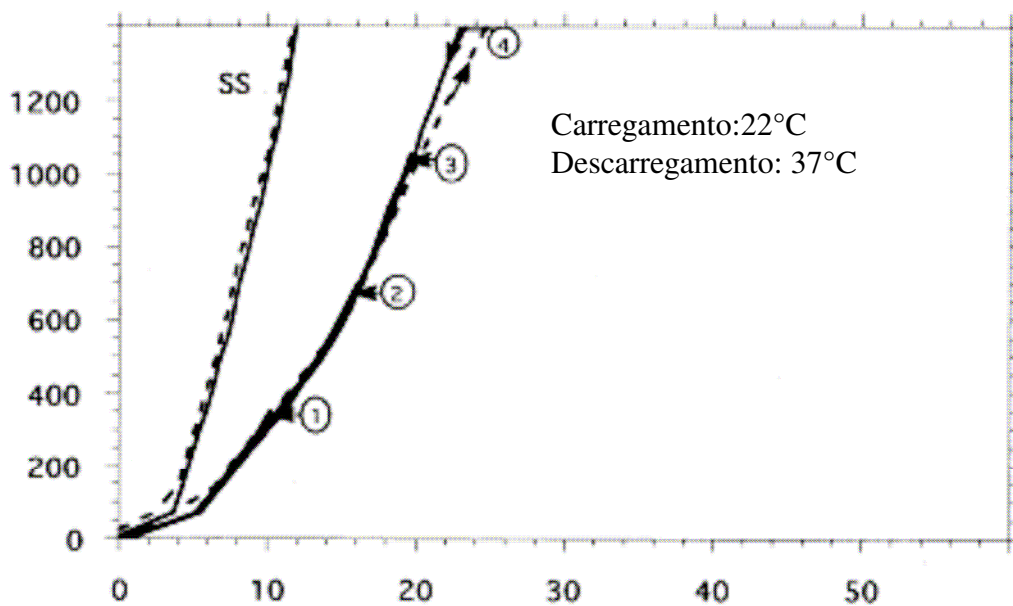


Figura 3.27 - Curvas de torção com carregamento a 22°C do fio NiTi (A_f de 29°C e M_i de -35,5°C) e do aço inox (SS) com momentos variando de (1) 0 a 350gmm; (2) 0 a 750 gmm; (3) 0 a 1050 gmm e (4) 0 a 1400 gmm. O descarregamento ocorre a 37°C. As curvas de descarregamento foram semelhantes para as duas ligas (Filleul e Constant, 1999).

Outra observação feita foi a diferença de comportamento após o descarregamento a 22 e 37°C do fio NiTi com A_f de 25,3°C e M_i de -20,3°C. Essa diferença foi relatada levando em consideração que a 22°C a martensita foi induzida por tensão, mas no

descarregamento a 22°C (entre A_f e A_i) o processo de restauração ocorreu aproximadamente entre M_i e A_f . Já quando o descarregamento ocorreu a 37°C, a curva foi desviada para cima (Fig. 3.29). Os autores ainda afirmaram que se houver necessidade de utilizar um fio superelástico durante o tratamento ortodôntico, a liga escolhida deverá ter um M_i mais alto.

Meling e Odegard (1996) estudaram o comportamento em torção de oito fios ortodônticos de NiTi, utilizando ativação de 20° e temperaturas de 10°C e 80°C por aplicação de água fria e quente. Os autores observaram que a resistência em torção de

Momento (g.mm)

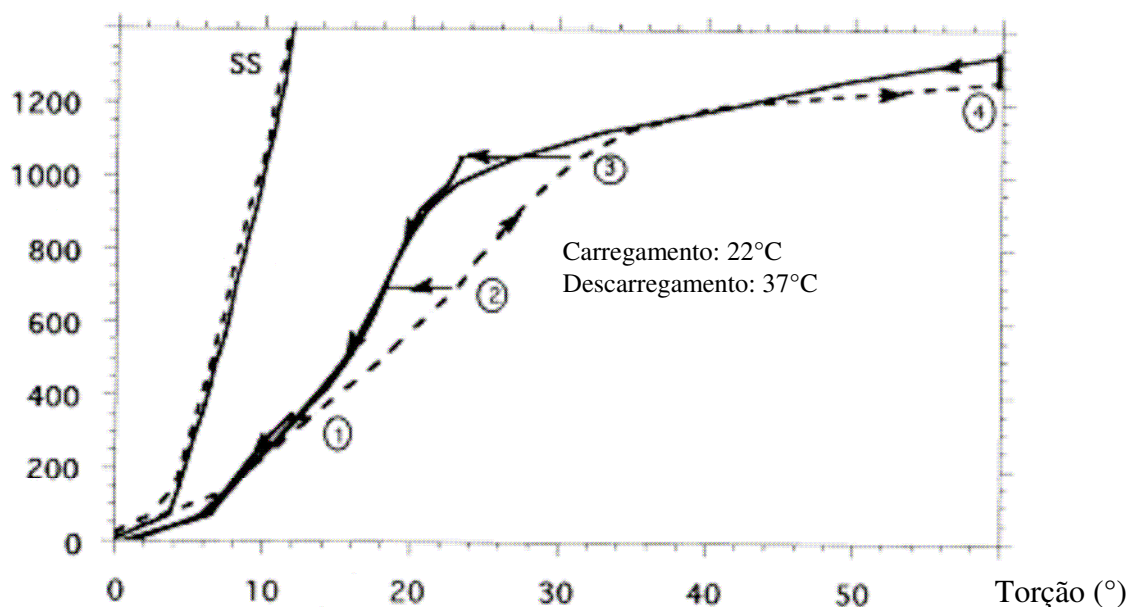


Figura 3.28 - Curvas de torção com carregamento a 22°C do fio NiTi (A_f de 25,3°C e M_i de -20,3°C) e do aço inox (SS) com momentos variando de (1) 0 a 350gmm; (2) 0 a 750 gmm; (3) 0 a 1050 gmm e (4) 0 a 1400 gmm. O descarregamento ocorre a 37°C. As curvas de descarregamento foram semelhantes para as duas ligas (Filleul e Constant, 1999).

Momento (g.mm)

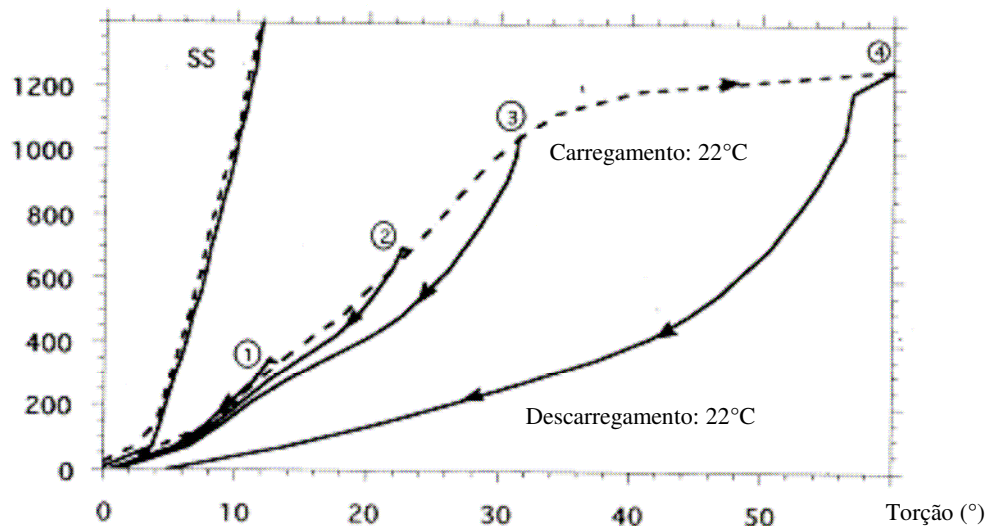


Figura 3.29 - Curvas de torção com carregamento a 22°C do fio NiTi (A_f de 29°C e M_i de -35,5°C) e do aço inox (SS) com momentos variando de (1) 0 a 350gmm; (2) 0 a 750gmm; (3) 0 a 1050gmm e (4) 0 a 1400gmm. O descarregamento ocorreu a 22°C e declive da curvas de descarregamento reduziu com a diminuição da deformação (Filleul e Constant, 1999).

alguns fios foi muito afetada. Em geral, o efeito da água quente desaparece rapidamente, mas os fios permanecem até o nível de redução de resistência em torção após rápidas aplicações de água fria. Os arcos com memória de forma mostraram reduções na resistência em torção quando a água fria foi aplicada repetidamente, além da resistência permanecer baixa e não haver uma tendência de aumento até mais de duas horas após a exposição ao frio. Os resultados levaram os autores a pensar que alguns fios poderiam gerar forças inadequadas para a movimentação dentária após a ingestão de líquidos frios.

Um fator que interfere na aplicação de forças pelo aparelho ortodôntico é a secção transversal do fio, ocorrendo aumento da resistência e da força aplicada aos dentes à

medida que há um aumento da secção transversal do fio. Para traduzir o efeito da secção transversal em conceitos físicos, Burstone (1981) criou um sistema numérico chamado de Valor de Rigidez Transversal (RT), considerando como unidade de rigidez o fio redondo de aço inoxidável com espessura de 0.004 polegada (0,1mm). A partir dessa referência, o RT do fio significa quantas vezes mais rígido ele é em relação ao fio de aço inox 0.004 polegadas. A rigidez nos fios retangulares pode ser medida em dois sentidos: base maior (1ª ordem) e base menor (2ª ordem), sendo que o horizontal apresenta maior rigidez que o vertical por possuir maior diâmetro (Fig.3.30).

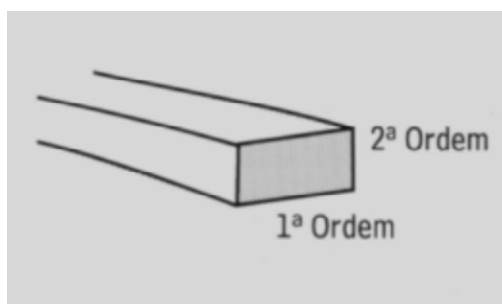


Figura 3.30 - Medida da rigidez nos sentidos horizontal (1ª ordem) e vertical (2ª ordem) nos fios retangulares de NiTi (Oliveira, 2000).

A análise da torção de fios retangulares é matematicamente complexa (Popov, 1968), pois o eixo do fio se deforma durante o ensaio (Fig. 3.31) e a distribuição da tensão de cisalhamento no fio retangular torcido (figura 3.32) é zero nos ângulos e máxima nos

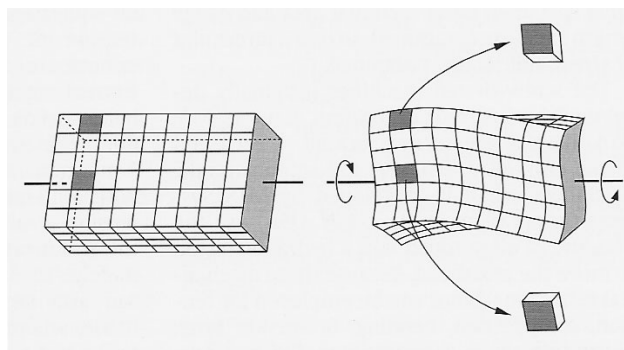


Figura 3.31 - Deformação do fio retangular sob torção (Popov, 1968).

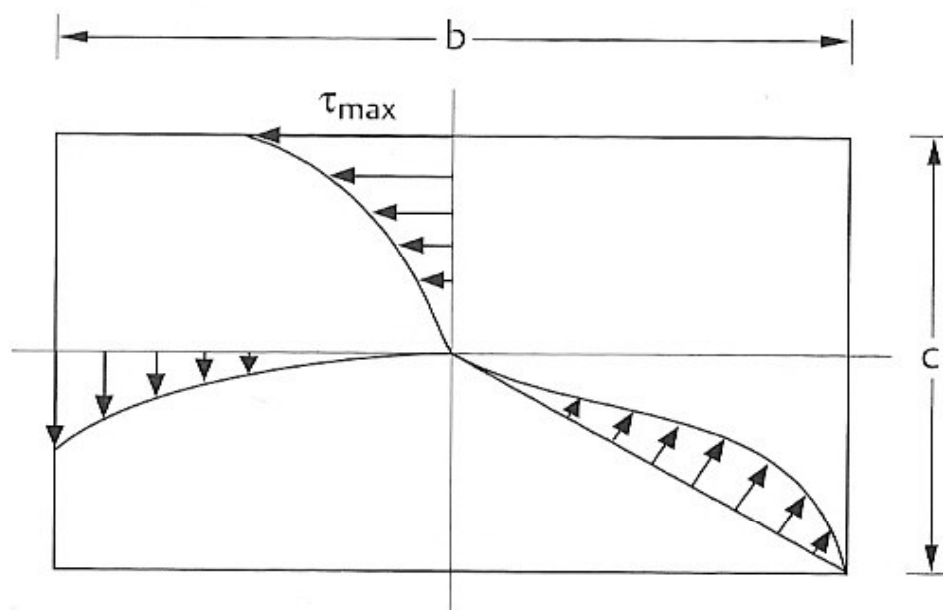


Figura 3.32 - Distribuição da tensão de cisalhamento em fios retangulares submetidos à torção: b corresponde a base maior do fio e c corresponde a base menor do fio (Popov, 1968).

pontos médios das bases maiores dos fios. A tensão de cisalhamento máxima no fio retangular submetido ao torque T pode ser escrita como:

$$\sigma_{\max} = \frac{T}{\alpha bc^2} \quad (3.3)$$

onde b é a base maior, c é a base menor, α é o parâmetro que depende da razão b/c . Existem três valores de α dependendo da razão b/c para o cálculo da tensão de cisalhamento máximo em fios retangulares (Tab. III-1).

Tabela III-1 - Valores do parâmetro α em função da razão b/c em fios retangulares.

α	b/c
0,208	1,00
0,231	1.50
0,246	2,00

As transformações martensíticas em torção e tração foram estudadas por McNaney et al. (2003) e foram verificadas vias bastante diferentes para as duas condições:

- A tensão de transformação em torção foi significativamente mais alta que em tração, ao contrário do escoamento inicial em metais;
- Quando se aplicou um carregamento em tração seguido por torção, observou-se a formação de bandas de Lüders logo que a tensão alcançou o valor de aproximadamente 400MPa em 1% de deformação em tração;
- As bandas permaneceram visíveis durante todo o ciclo de torção, onde a tensão de tração mínima foi mantida fixa;
- As bandas de Lüders não foram encontradas durante a tração-torção.

As bandas de Lüders são formadas durante o escoamento do material em que a deformação é heterogênea, isto é, existem bandas de material deformado ao lado de bandas de material ainda não deformado. Em geral, várias bandas se formam em diversos pontos de concentração de tensões, sempre alinhadas a 45° com a direção de tração e são conhecidas também como linhas de distensão. Cada oscilação da carga durante o escoamento corresponde à formação de uma banda. Assim, a transformação da martensita no escoamento ocorre pela propagação de bandas de Lüders, que varrem regiões que ainda não escoaram, até que ocorra o escoamento de todo o material (CIMM, 2006).

Segundo Liu et al. (1998) a reorientação da martensita ocorre em três estágios do gráfico tensão-deformação em ligas NiTi policristalinas durante a deformação uniaxial. O início e o final do platô estão somente associados com o início e a completa propagação da reorientação localizada das bandas. O processo de reorientação continua após o estágio de “bandas de Lüders” com o aumento da tensão, como pode ser visto na Figura 3.33. Durante o estágio de “bandas de Lüders” (II) somente duas deformações são possíveis: uma deformação até ativação do platô de tensão e a outra corresponde à deformação até o final do platô de tensão.

Tem-se como hipótese que a formação das bandas de Lüders durante a tração facilitaria a deformação. Já em torção ocorrem tensões mais altas que em tração e as bandas de Lüders não se formam até 2% de deformação por cisalhamento (McNaney et al., 2003).

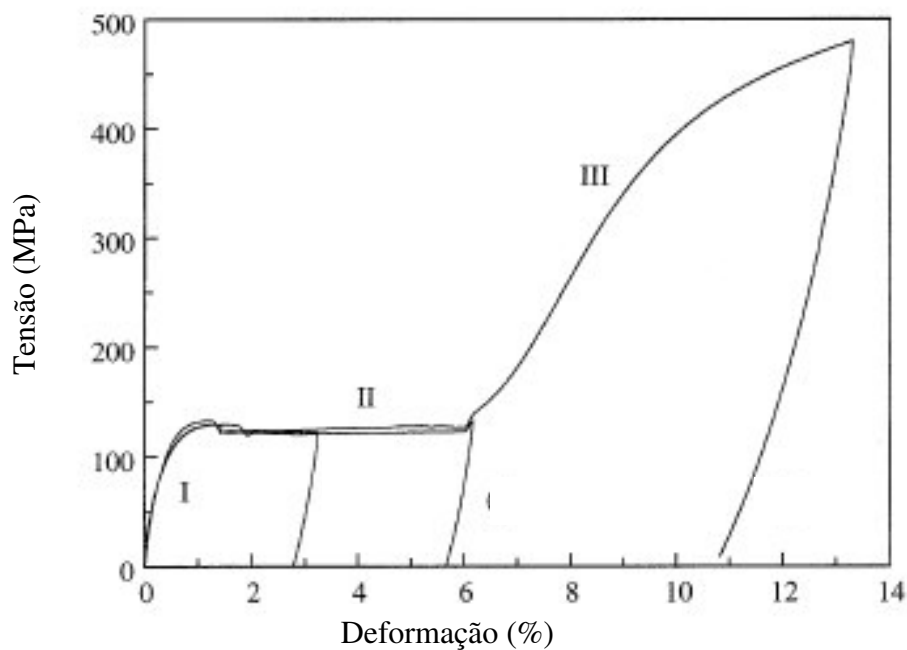


Figura 3.33 - Curva tensão-deformação: Estágios I, II e III (Liu et al., 1998).

3.2.3. Deformação cíclica

Geralmente quando as ligas NiTi sofrem deformação cíclica, podem ocorrer deformações permanentes por introdução de deslocamentos e outros defeitos formados em níveis altos de tensão nos ciclos de tração (Melton e Mercier, 1979). Assim, a estabilidade do comportamento tensão-deformação pode ser melhorada pela elevação da tensão crítica de escorregamento, existindo dois mecanismos disponíveis para isso nas ligas NiTi (Miyazaki et al., 1982):

- a) Endurecimento por precipitação, mais efetivamente realizado pelo envelhecimento a 400°C por 1 hora, após a solubilização a 1000°C (Melton e Mercier, 1979). Nesse tratamento há uma mudança gradual e crescente da inclinação do patamar de tensão pela deformação cíclica (Miyazaki et al., 1982);
- b) Endurecimento devido à alta densidade de deslocamentos rearranjados termicamente, obtido pelo recozimento a 400°C por 1 hora, após trabalho a frio (Melton e Mercier, 1979). Nesse tratamento o patamar de tensão é conservado mesmo após 100 ciclos (Miyazaki et al., 1982).

É importante a elevação da tensão crítica para o escorregamento, pois desta forma se estabilizam as características de superelasticidade e evitam a deformação cíclica, sendo que a tensão crítica depende do tratamento termomecânico e teor de Ni da liga (Miyazaki et al., 1986).

De acordo com Strnadel et al. (1995) nas ligas com menores teores de Ni ocorre uma maior deformação de transformação que em ligas ricas em Ni, devido à natureza das deslocamentos que oferecem pequena resistência ao crescimento de variantes de martensita preferencialmente orientadas. Já nas ligas ricas em Ni, ocorrem valores mais altos de tensão crítica de escorregamento e menor grau de deformação residual, menor quantidade de endurecimento cíclico por deslocamento, menor tensão de indução interna e a tensão para a formação de martensita não decresce tão rapidamente quando o número de ciclos aumenta, como no caso das ligas com baixo teor de Ni.

As propriedades das ligas NiTi submetidas à ciclagem termomecânica foram relatadas por Miyazaki et al.(1986) e por Tobushi et al. (1996) de uma forma geral como:

- Com o aumento do número de ciclos as tensões críticas para o início e final das transformações martensítica e reversa decrescem;
- Com o aumento do número de ciclos as temperaturas de início e final das transformações martensítica e reversa se elevam;
- Com o progresso da deformação cíclica a deformação residual não recuperável aumenta;
- Com o aumento do número de ciclos a histerese de tensão torna-se menor;
- Com o aumento do número de ciclos a extensão da deformação de transformação decresce devido ao aparecimento da deformação não recuperável;
- Os fenômenos acima relatados variam significativamente nos ciclos iniciais, mas a quantidade de variação em cada propriedade decresce com o aumento no número de ciclos.

As temperaturas A_i e M_i foram observadas em ensaios com variações de temperaturas cíclicas sob tensão constante e elas variaram significativamente nos primeiros ciclos e se tornaram praticamente constantes após um certo número de ciclos (Tobushi et al., 1996).

A ocorrência de deformação por escorregamento durante o ciclo de deformação precedente e a permanência das placas de martensita após a descarga são as prováveis causas para a deformação residual (Melton e Mercier, 1979). A introdução do campo de tensão pela deformação satisfaz a condição de compatibilidade das deformações em um contorno de grão, que aumenta com o número de ciclos. A martensita residual que está nas proximidades dos contornos de grãos contribui para a deformação residual. A tensão interna gerada por estas deformações por escorregamento auxilia a formação de martensita induzida por tensão, causando um decréscimo na tensão crítica aplicada para induzir martensita pela deformação cíclica. O aumento da deformação residual e a

redução da tensão crítica para formar martensita dependem da tensão crítica de escorregamento e da capacidade de endurecimento cíclico da liga. Uma maior tensão crítica de escorregamento, em ligas ricas em níquel, e intenso endurecimento cíclico pela geração de deslocamentos, geralmente reduzem a taxa de crescimento da deformação residual com o aumento do número de ciclos e causa a estabilização do diagrama tensão-deformação cíclica. Já a menor tensão cíclica de escorregamento nas ligas com baixo teor de níquel, considerável endurecimento por deformação cíclica e grande deformação residual, induzem a maiores tensões internas e a uma queda pronunciada da tensão crítica para a formação de martensita quando o número de ciclos aumenta (Tobushi et al., 1992 e Strnadel et al., 1995).

3.3. As ligas NiTiCu

Nas ligas NiTiCu uma fração de níquel é substituída pelo cobre. Assim essa substituição afeta o comportamento de transformação e as características de memória de forma (Saburi, 1998). De acordo com Sachdeva (1997) e Gil e Planell (1999) o cobre dissolve-se na fase B2 (austenita) em concentrações acima de 30%. Entretanto, as soluções sólidas NiTiCu mais utilizadas na prática são as que contêm de 5 a 10% de cobre. Os efeitos do cobre nas propriedades da liga são:

- O cobre de 5 a 15% muda a estrutura cristalográfica da fase de baixa temperatura (martensítica). A transformação de fases ocorre na seguinte seqüência: B2 (austenita, bcc) para B19 (martensita, ortorrômbica) para B19' (martensita, monoclínica) no resfriamento;
- A histerese térmica reduz de 40K na liga binária para 11K para a ternária com 10% Cu;
- A histerese de tensão superelástica diminui, ou seja, a diferença no nível de tensão entre o carregamento e a restauração diminui.

Como foi dito anteriormente, a histerese de transformação de B2 \rightarrow B19 nas ligas NiTiCu é muito menor que a transformação B2 \rightarrow B19' que ocorre nas ligas binárias. Essa pequena histerese é explicada pela maior facilidade de movimentação da interface durante a transformação (Saburi et al., 1986).

Um estudo de fios ortodônticos superelásticos de NiTi e NiTiCu por DSC mostrou que as ligas NiTi apresentaram dois picos no aquecimento e interposição de fase R, além de temperaturas A_f de 16 e 22°C e M_s menores que as ligas NiTiCu. Já as ligas NiTiCu apresentaram um pico no aquecimento e um no resfriamento, não apresentando fase R e A_f de 37°C (Iijima et al., 2002). Também através de análises de curvas obtidas por DSC das ligas binárias e ternárias, Es-Souni et al. (2001) verificaram que as ligas NiTiCu apresentavam uma transformação direta da austenita para martensita, enquanto as ligas NiTi se transformavam primeiro em fase R para depois se transformarem em B19' à baixa temperatura (temperaturas A_f de ambas são semelhantes).

A adição de cobre também afeta o comportamento mecânico, sendo que à medida que se aumenta a porcentagem de cobre na liga, há uma grande diminuição da histerese de transformação. Outras ocorrências em ligas com cobre são a redução da histerese de tensão superelástica (Fig. 3.34) e a prevenção da precipitação de Ti_3Ni_4 no envelhecimento. Assim, evita-se também que a temperatura M_i mude por diferenças na velocidade de resfriamento (Saburi, 1998).

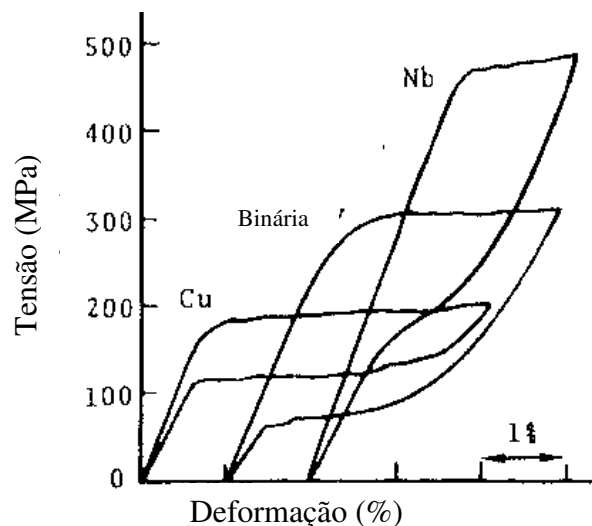


Figura 3.34 - Curvas tensão-deformação de liga binária, liga NiTiCu e Nb, mostrando que o cobre reduz a diferença do nível de tensão entre o carregamento e a restauração (Saburi, 1998).

3.4. As ligas NiTi em ortodontia

3.4.1. Classificação das ligas NiTi

Existem três formas de se classificar as ligas NiTi utilizadas em ortodontia. A primeira classificação estabelecida dividia as ligas em: a) Martensíticas; b) Superelásticas e c) Com efeito memória de forma (Brantley, 2000). Kusy (1991) sugeriu uma classificação alternativa para as ligas NiTi, dividindo-as também em três categorias: a) Ligas com ativação austenítica; b) Ligas com martensita estável e c) Ligas com a ativação martensítica. Segundo Filleul (1993) outra forma seria classificar as ligas em dois tipos: a) NiTi estável (M-NiTi) e b) NiTi ativo (A-NiTi) .

As ligas martensíticas, com martensita estável ou M-NiTi não apresentam mudança de fase, por apresentarem uma estrutura martensítica estável (Kusy, 1991; Brantley, 2000; Filleul, 1993). Nesse grupo também estão incluídas as ligas que apresentam a temperatura A_f bem mais alta que a temperatura intrabucal, pois nestas condições, dificilmente ocorre o retorno à fase austenítica. Nesses casos a deformação ocorre por movimento dos contornos de placas e maclas de martensita, ocorrendo a reorientação da martensita e o crescimento de uma variante melhor orientada em relação à tensão aplicada (Melton e Mercier, 1979; Miyazaki et al., 1981).

No grupo das ligas superelásticas, com ativação austenítica ou algumas ligas A-NiTi, a deformação ocorre pela formação de MIT e retornam para a fase austenítica após a remoção da tensão. Essas ligas apresentam a temperatura A_f mais baixa ou igual a temperatura intrabucal para que ocorra a SE (Melton e Mercier, 1979; Miyazaki et al., 1981).

Já no grupo das ligas com memória de forma, com ativação martensítica ou algumas ligas A-NiTi, a deformação ocorre em temperatura bem inferior à intrabucal (M_f), por resfriamento intencional do fio pelo ortodontista, de forma a facilitar a instalação do mesmo nos braquetes. Com o resfriamento, o fio se torna completamente martensítico e quando o mesmo é instalado no aparelho e atinge a temperatura A_f da liga, tenta retornar

à estrutura austenítica. Observa-se que se ocorre a remoção da tensão em temperatura acima de A_f , o descarregamento ocorre por MIT (Melton e Mercier, 1979; Miyazaki et al., 1981).

3.4.2. Utilização das ligas NiTi

O único fio ortodôntico disponível no mercado até 1930 era de ouro tipo IV, que exercia uma força elástica muito menor que fios de aço inox de mesmo calibre. O aço inox austenítico 18%Cr-8%Ni somente se tornou popular na década de 50, combinando o baixo custo e boas propriedades mecânicas (Brantley, 2000). Steiner (1953) sugeriu que em algum dia, fios de ligas extremamente elásticas seriam utilizados na prática ortodôntica para alinhamento e nivelamento dentário.

Como já mencionado, a liga níquel-titânio foi desenvolvida no início da década de 60 por Buehler et al.(1963) no Naval Ordnance Laboratory (NOL), com o nome genérico de “Nitinol”, derivado dos elementos da liga (Ni e Ti) e da sigla NOL. Porém a liga níquel-titânio (NiTi) só foi introduzida na prática ortodôntica por Andreasen e Hilleman (1971) com características diferentes do Nitinol desenvolvido por Buehler et al.(1963). O Nitinol ortodôntico fabricado pela *Unitek Corporation* era um fio martensítico (McLaughlin e Bennet, 1999; Miura et al.,1986) deformado plasticamente e que não tinha a forma recuperada por EMF. Além dessas características, o fio obedecia aos critérios de biofuncionabilidade e biocompatibilidade. A biofuncionabilidade refere-se à realização de determinadas funções desejadas por um determinado período no corpo e a biocompatibilidade refere-se à não toxicidade durante o período em que estiverem implantados (Miyazaki, 1990). O Nitinol ortodôntico é indicado principalmente nos estágios iniciais do tratamento ortodôntico, em que os dentes estão desalinhados, necessitando de maior flexibilidade do fio e para a fase de intercuspidação (Graber e Vanarsdall, 1996).

Andreasen e Brady (1972) sugeriram a aplicação da liga NiTi em ortodontia utilizando TTR (transition temperature range ou faixa de transição de temperatura) entre 32 e 42°C

e que o aquecimento dos fios até estas temperaturas seria responsável pela transformação de fase e retorno do fio à forma original. Os autores então definiram a TTR como a temperatura em que o fio retorna à sua forma original após a deformação, ou seja, a temperatura em que o fio se torna totalmente austenítico (A_f). Andreasen (1980) sugeriu também o uso de fios com temperatura A_f variando entre 31°C e 45°C, que após serem resfriados e deformados até um certo limite, retornam à configuração original ao atingirem essas temperaturas. Andreasen e Morrow (1978) definiram a memória de forma do fio de NiTi relatando ser possível que o arco retorne à forma prévia de fabricação desde que a forma do arco seja selecionada antes de ser feito o tratamento térmico à alta temperatura, sendo deformado após retornar à temperatura ambiente. Quando o fio é aquecido até a temperatura programada, retorna à configuração original. A Figura 3.35 mostra o encaixe dos fios de NiTi nas canaletas dos braquetes e o alinhamento e nivelamento dental à medida que o fio retorna à forma original.

Uma nova geração de fios de NiTi surgiu no mercado na década de 80, representada pelos fios de NiTi Chineses, que apresentavam pouco trabalho de endurecimento e fase austenítica, além de apresentarem temperaturas de transformação muito mais baixas, diferentemente do Nitinol (Burstone et al., 1985). Além do NiTi Chinês, surgiram os fios de NiTi Japoneses, que apresentavam também um comportamento superelástico, geração de forças constantes e de pequena magnitude (Miura et al., 1986). Essa liga apresentava em dobramento propriedades semelhantes às observadas no fio de NiTi Chinês, sendo que o gráfico tensão/deformação (Fig. 3.36) mostrou que durante o carregamento inicial (0-a), o fio de NiTi Japonês comportou-se como o Nitinol original; de a até b a tensão se manteve constante; em b a tensão foi removida e o segmento b-c é o resultado dessa remoção de tensão, que por sua vez era paralelo a 0-a; o segmento c-d representava o início da transformação reversa e o decréscimo da fração da martensita até que a fase austenítica seja totalmente restaurada (Gioka e Eliades, 2002). Andreasen (1985) mostrou que os fios de NiTi após serem deformados, retornam à forma original gerando forças de pequena magnitude e mais constantes (Fig. 3.37).

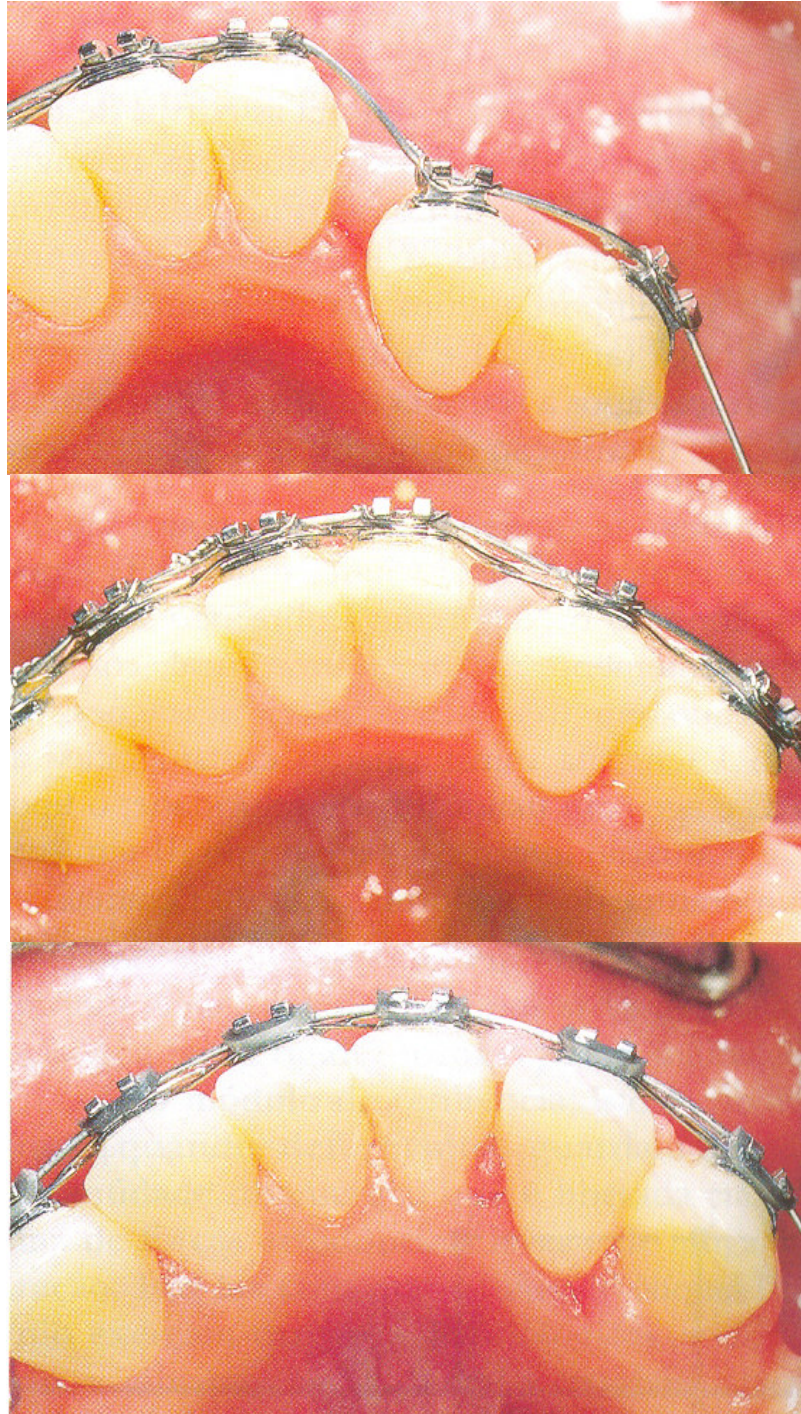


Figura 3.35 - Caso clínico mostrando a facilidade de encaixe dos fios nas canaletas dos braquetes e alinhamento e nivelamento dental após o fio retornar à configuração original (Cotrim-Ferreira, 2002).

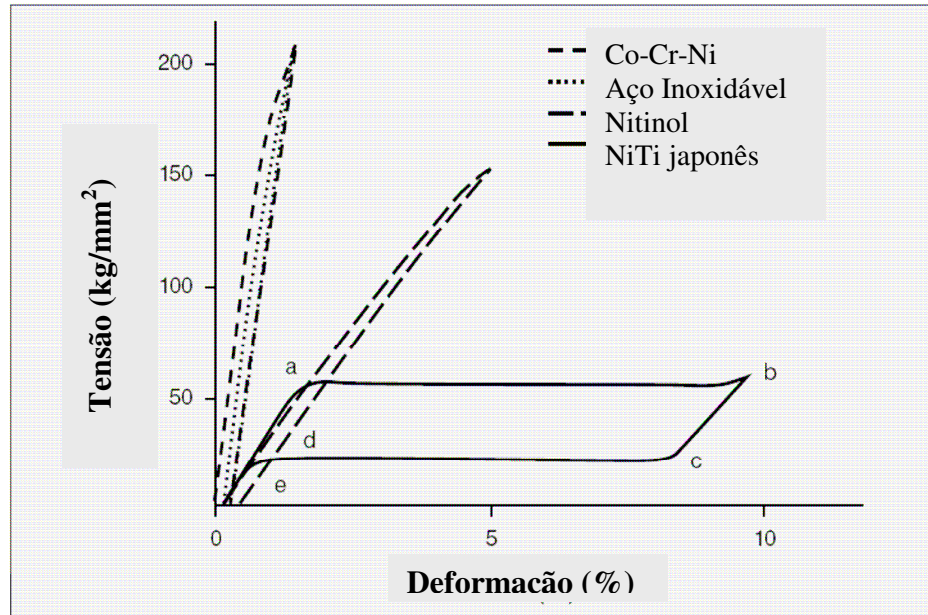


Figura 3.36 - Curva típica de tensão-deformação para quatro diferentes tipos de ligas ortodônticas em ensaios de dobramento (Gioka e Eliades, 2002)

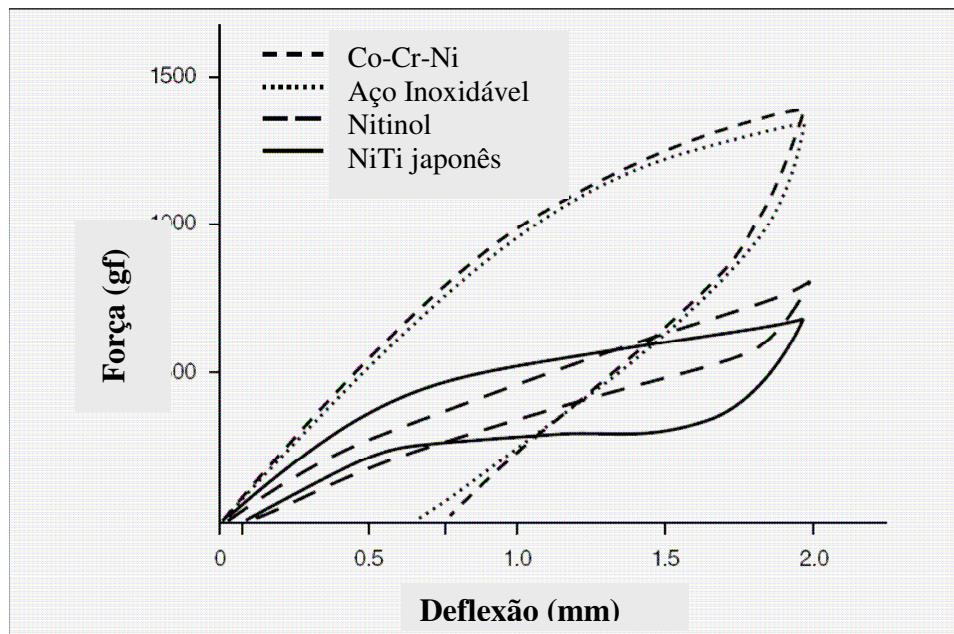


Figura 3.37 - Curva típica de tensão-deflexão para quatro diferentes tipos de ligas ortodônticas em ensaios de dobramento (Gioka e Eliades, 2002).

Estudos feitos por Barwart (1996) verificaram que as variações na temperatura intrabucal tinham influência nas forças de restauração em molas de NiTi. Airodi e Riva (1996) verificaram que a variação da força de restauração dos fios também está relacionada com a variação da temperatura da boca, que está em constante alteração por ingestão de alimentos quentes e frios, além da quantidade de deformação já recuperada pelos fios. Contudo, o processo corretivo não é influenciado por essa variação de intensidade de força. Moore et al. (1999), em um estudo da variação da temperatura intrabucal em um período de 24 horas, verificaram que as temperaturas no local do incisivo ficaram entre 33° e 37° em 79% do tempo, abaixo de 33° em 20% do tempo e acima de 37° em apenas 1% do tempo. Já a avaliação para a área do pré-molar, os tempos das variações de temperatura foram 92%, 6% e 2%. As temperaturas mais frequentes para as duas áreas foram de 35° e 36°. Harris et al.(1988) estudaram as alterações das características dos fios NiTi em ambiente simulando o meio bucal, em função do tempo dos níveis de acidez e da quantidade de deflexão estática. Verificaram neste estudo que a acidez não afetou a deflexão do fio, porém houve redução considerável da força, quando esses foram utilizados por longos períodos de tempo. Observaram uma deformação permanente de 15%, quando os fios foram utilizados por 4 meses, contra-indicando a utilização dessas ligas por longos períodos de tempo.

Na década de 90 foi desenvolvido o fio de NiTiCu (Ormco/Sybron), que gerava forças mais constantes na desativação, ou seja a força de ativação apresentava valores bem próximos da força de desativação se comparado com os outros fios de aço ou NiTi, além de apresentar o EMF. As temperaturas desses fios foram desenvolvidas baseadas nas temperaturas intra-bucais que variam entre 35° e 36°C na maior parte do tempo (Moore et al., 1999), podendo ser vistos em diferentes temperaturas austeníticas finais (A_f), sendo que quanto maior essa temperatura, menor força é exercida nos dentes. Diversos fabricantes produzem fios com propriedades mecânicas semelhantes às desse fio, porém, não contendo cobre e nem sempre especificando a temperatura A_f da liga (Kusy, 1997). Também na década de 90 foram desenvolvidos fios NiTi compostos por nove fios trançados e geometria de secção transversal retangular, apresentando maior facilidade de encaixe total na canaleta do braquete desde o início do tratamento, além do

controle de torque inicial. (Martins e Selaimen, 1998). Gurgel et al. (2001) relataram ainda que esse fio é classificado como martensítico.

Existem várias propriedades desejáveis nos fios ortodônticos, sendo que a grande elasticidade, baixa rigidez, alta capacidade de armazenamento de energia são as mais aplicáveis às ligas NiTi (Andreasen e Morrow, 1978). Anusavice (1998) relatou que os fios das ligas NiTi apresentavam um limite de escoamento um pouco abaixo de 500 MPa, que é bem inferior ao das outras ligas utilizadas em ortodontia. Relatou também que o módulo de elasticidade era da ordem de 42 GPa (menos de $\frac{1}{4}$ em relação ao aço inoxidável), denotando a pouca rigidez do material (Fig. 3.38), permitindo ao ortodontista o uso dos arcos de NiTi nas fases de nivelamento, em más oclusões que necessitem de grande ajuste dos dentes.

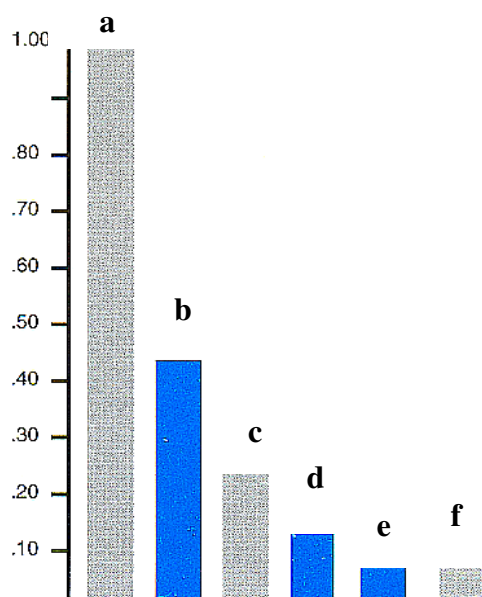


Figura 3.38 - Comparação da rigidez de diferentes fios ortodônticos com mesma geometria de secção transversal a) S.S – aço-inoxidável; b) TMA; c) Nitinol; d) NiTi; e) Turbo – NiTi multifilamentar; f) Respond – aço inoxidável multifilamentar (Martins e Selaimen, 1998).

Quanto ao limite de escoamento da fase martensítica, ele é extremamente baixo em relação ao da austenítica, pois a estrutura martensítica pode se deformar pelo movimento dos contornos de maclas, que são bastante móveis (Wayman e Duerig, 1990). Em temperaturas acima de M_d , as ligas NiTi se comportam como um metal normal, com escoamento e fluxo plástico iniciado em um nível de tensão normalmente baixo (Wilkes e Liaw, 2000).

Os fios de NiTi apresentam uma elasticidade bastante alta, sendo utilizados em situações que requerem grandes deflexões (Burstone, 1981a), o que é justificado pelo baixo módulo de elasticidade ($33,1 \times 10^9 \text{N/m}^2$) e a rigidez de 1.200MPa (Andreasen e Brady, 1972; Burstone, 1981b), sendo que o módulo de elasticidade da martensita é sempre menor que o da austenita (Wilkes e Liaw, 2000).

Uma outra propriedade mecânica favorável relatada para os fios NiTi é a alta resiliência, significando um grande armazenamento de energia quando os fios são deformados e uma liberação de forças de pequena magnitude e dissipação lenta de energia no descarregamento, em relação aos outros tipos de fios utilizados em ortodontia. Os fios que apresentam baixa resiliência dissipam rapidamente a energia no descarregamento e geram forças de grande magnitude (Fig. 3.39) (Oliveira, 2000).

Burstone *et al.* (1985) verificaram num teste de dobramento, que o fio de NiTi chinês possuía uma curva de desativação atípica, gerando forças relativamente constantes por um longo período de tempo. A rigidez foi determinada pela curva de desativação. Nesse estudo, os fios de NiTi chineses foram comparados aos de aço inoxidável, sendo que os primeiros apresentavam uma rigidez de desativação muito mais baixa que os últimos. No mesmo estudo os autores ainda verificaram que o fio NiTi chinês demonstrou uma excelente elasticidade, já que ele pode ser defletido 1,6 vezes mais que o Nitinol e 4,4 vezes mais que o aço inoxidável, dentro do regime elástico. Mostraram ainda que existe uma diferença na força de desativação entre um arco que permaneça na mesma posição e outro que tenha sido retirado da posição e logo após reposicionado. Portanto, o fato de retirar o fio da posição ou amarrar e desamarrar os aparelhos pode aumentar a magnitude da força.

Uma das desvantagens da liga NiTi relatada por Anusavice (1998) é a baixa ductilidade, pois não aceita bem o trabalho mecânico de dobramento, inviabilizando dobras intencionais nos fios, sendo assim, os fabricantes fornecem o material pré-formado. Outra desvantagem é a impossibilidade de se soldar acessórios a estes fios.

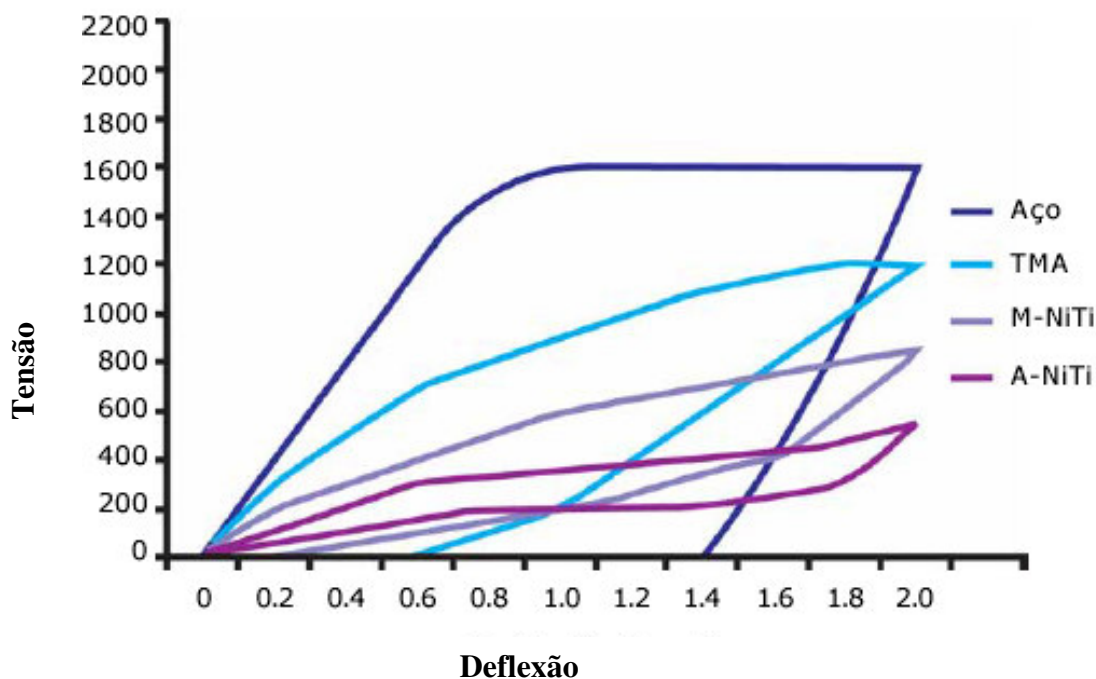


Figura 3.39 - Gráfico de tensão-deflexão comparando as ligas: aço inoxidável, TMA, NiTi martensítico (M-NiTi) e NiTi ativo (A-NiTi) (Gurgel et al., 2001).

As propriedades de utilidade clínica mais reconhecidas são a superelasticidade e a memória de forma (Burstone, 1981; Kusy e Greenberg, 1982; Burstone et al, 1985; Yoneyama et al.,1993). Essas propriedades têm sido atribuídas à transformação martensítica, que gera forças contínuas no movimento ortodôntico (Yoneyama et al.,1993; Saburi, 1998).

As ligas de níquel-titânio (NiTi) equiatômicas têm sido usadas atualmente em ortodontia na forma de arcos pré-formados com geometria de seção transversal redonda,

quadrada e retangular (Fig. 3.40), em diversas espessuras, revestidos com nylon ou não, utilizando a superelasticidade e a memória de forma (Burstone et al, 1985; Kusy e Greenberg, 1982; Yoneyama et al.,1993).

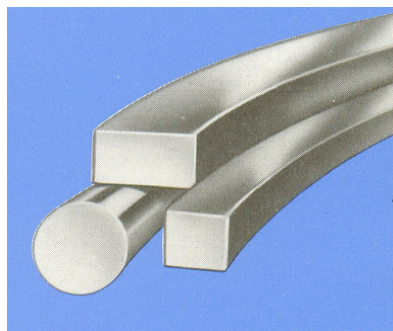


Figura 3.40 - Secção transversal redonda, quadrada e retangular de fios ortodôntico (Fonte: Catálogo sds Ormco).

As ligas de níquel-titânio superelásticas utilizadas na prática ortodôntica apresentam uma temperatura A_f muito baixa em relação às ligas de NiTi martensíticas, significando que forças mais constantes são distribuídas para os dentes durante a desativação do fio (Burstone et al., 1985). A transformação martensítica depende da tensão aplicada e da temperatura. O melhor aproveitamento da superelasticidade de uma liga de NiTi depende da temperatura austenítica final (A_f), que deve ser menor que a temperatura intra-bucal. A diferença entre essas temperaturas é que determina a força gerada pelo fio. O tratamento termomecânico, a composição e o processo de fabricação da liga podem alterar a temperatura A_f (Burstone et al., 1985; Kawashima et al., 1999). Embora o comportamento superelástico possa ser demonstrado em testes mecânicos, existem dúvidas se esta propriedade é realmente utilizada em situações clínicas. Um exemplo em que a superelasticidade apresenta pouca ou nenhuma relevância clínica são os casos em que há necessidade de torque, pois são necessários no mínimo 45° para a desativação do “platô pseudoelástico” (Meling e Odegaard, 1998). Segner e Ibe (1995) demonstraram que alguns materiais não apresentavam nenhuma propriedade de superelasticidade, por isso relataram parâmetros mais adequados para descrição dessa propriedade que são: a distinção do “platô pseudoelástico”; o grau de deformação ou reflexão no início do platô e o nível de força do platô. Acrescentaram ainda que fios que

mostraram comportamento superelástico necessitaram de um deslocamento dentário de no mínimo 1 mm e nível de força na região do platô em torno de 4.9N (\cong 500g).

Os fios de NiTi multifilamentares são comercializados com geometrias de secção transversal redonda e retangular e em diversas espessuras. O fio mais recente possui geometria de secção transversal retangular, em geral, composto por nove fios trançados, facilitando o encaixe total na canaleta do braquete e o controle de torque, estando indicado para pacientes que apresentam baixo limiar de dor, pois o uso desse fio minimiza a dor e o desconforto para os pacientes (Fig. 3.41 e 3.42). As principais indicações desse fio são (Martins e Selaimen, 1998):

- Necessidade de torque inicial;
- Apinhamento severo;
- Após o reposicionamento de braquetes ou para o realinhamento dos dentes;
- Necessidade de inclusão do segundo molar no aparelho, durante o tratamento;
- Melhorar o problema em relação ao atrito, quando se utiliza braquetes cerâmicos;
- Finalização ortodôntica.

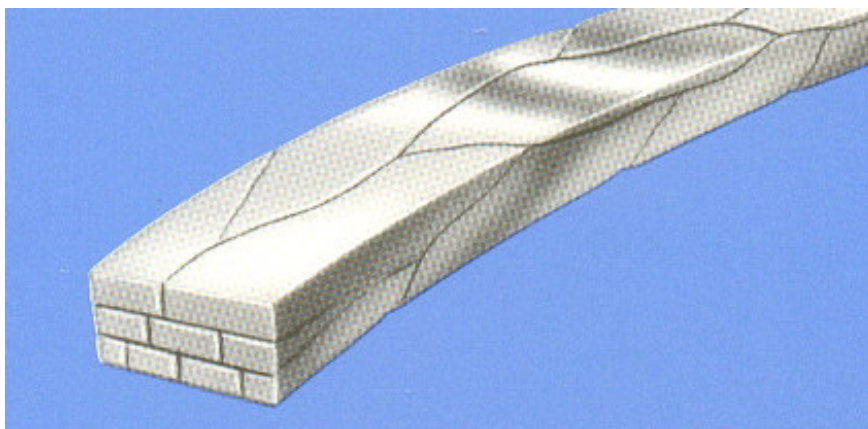


Figura 3.41 - Fio multifilamentar de níquel-titânio de secção transversal retangular (Fonte: Catálogo sds Ormco).

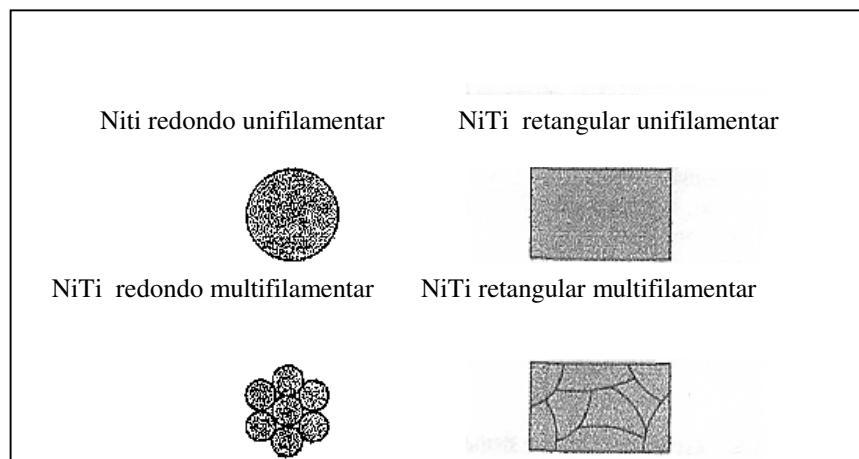


Figura 3.42 - Fios unifilamentares e multifilamentares redondos. Fios retangulares unifilamentares e multifilamentares (Rucker e Kusy, 2002).

Rucker e Kusy (2002) estudaram as propriedades mecânicas de fios ortodônticos alternativos e verificaram que os fios multifilamentares de NiTi requeriam uma força mínima de 37.7N (\cong 3850g) para alcançar o platô superelástico, indicando que a propriedade superelástica dificilmente seria utilizada clinicamente nesse caso.

Um grande número de ligas ternárias NiTi-X têm sido introduzidas em ortodontia com o objetivo de melhorar as propriedades da liga, reduzindo a fadiga e a histerese térmica. Os elementos geralmente utilizados são Cu e Fe. A incorporação de cobre à liga de níquel-titânio tem sido utilizada para a confecção de fios ortodônticos. Essa nova liga apresenta a vantagem de liberar forças mais constantes em relação às ligas superelásticas, sendo mais resistente às deformações, além de apresentar menor histerese mecânica (menor perda de carga de recuperação) (Sachdeva, 1997). As vantagens clínicas relatadas dessa liga foram:

- Geração de forças mais constantes ao longo do seu período de ativação, comparadas às ligas binárias;
- Para ativações muito pequenas, geração de forças quase constantes;
- Maior resistência às deformações permanentes, exibindo melhores características elásticas se comparada às ligas NiTi;
- Menor queda entre as forças de carga/descarga;

- Trabalho termomecânico e a adição de cobre à liga permitiram a fabricação de ligas com quatro tipos diferentes de temperatura A_f (15°, 27°, 35° e 40°):
 - **Tipo I - A_f 15° C:** raramente utilizado em situações clínicas por liberar forças muito intensas;
 - **Tipo II - A_f 27° C:** fio que libera mais força em relação aos tipos III e IV. Utilizado em pacientes com limiar de dor de médio a alto, com boa saúde periodontal e que necessitam de rápida movimentação dental;
 - **Tipo III - A_f 35° C:** fio com liberação média de força. Utilizado em pacientes com limiar de dor de médio a baixo, com saúde periodontal de boa à levemente comprometida e que necessitam de forças relativamente suaves na movimentação ortodôntica;
 - **Tipo IV - A_f 40° C:** este tipo de fio libera força capaz de movimentar os dentes apenas quando a temperatura da boca supera 40°C. A força nesse caso é intermitente. Utilizado em pacientes muito sensíveis, que apresentam comprometimento periodontal e que necessitam de movimentação dental lenta. Usado também em casos de baixa cooperação por parte do paciente (comparecimento às consultas) ou em casos em que se necessita de maior controle da movimentação. Utiliza-se o arco retangular como arco inicial.

CAPÍTULO 4: METODOLOGIA

4.1. Material:

Foram estudados três tipos de fios ortodônticos de NiTi (Tabela IV.1 e Fig. 4.1). Todos os fios possuíam geometria de seção transversal retangular, medindo .017” x .025” ou 0,43 x 0,64mm. A única temperatura A_f fornecida pelo fabricante foi de 35°C da amostra 3 (memória de forma). Todas as amostras dos fios foram obtidas de arcos pré-formados no tamanho grande para o arco superior.

Tabela IV.1 – Especificações dos fios de NiTi utilizados no estudo.

Amostra	Nome Comercial	Fabricante	Informações do Fabricante
1-Superelástico	Nitinol Superelastic	3M UniteK	De fácil instalação nos braquetes; Forças de ativação e restauração mais contínuas e de pequena magnitude em uma faixa de variação entre o “Nitinol termo-ativado” e o “Nitinol clássico”.
2-Multifilamentar	Turbo	Sds Ormco	Nove fios trançados de secção retangular. Facilita ainda mais o encaixe na canaleta do braquete.
3-Memória de Forma	Copper Ni-Ti 35°C	Sds Ormco	Liga NiTiCu; Forças de restauração de média magnitude quando o fio é aquecido a 35°C; Fácil instalação mesmo em calibres maiores; Menor força de ativação se comparado a fios NiTi tradicionais; Forças de restauração maiores e mais uniformes que outros fios memória de forma.

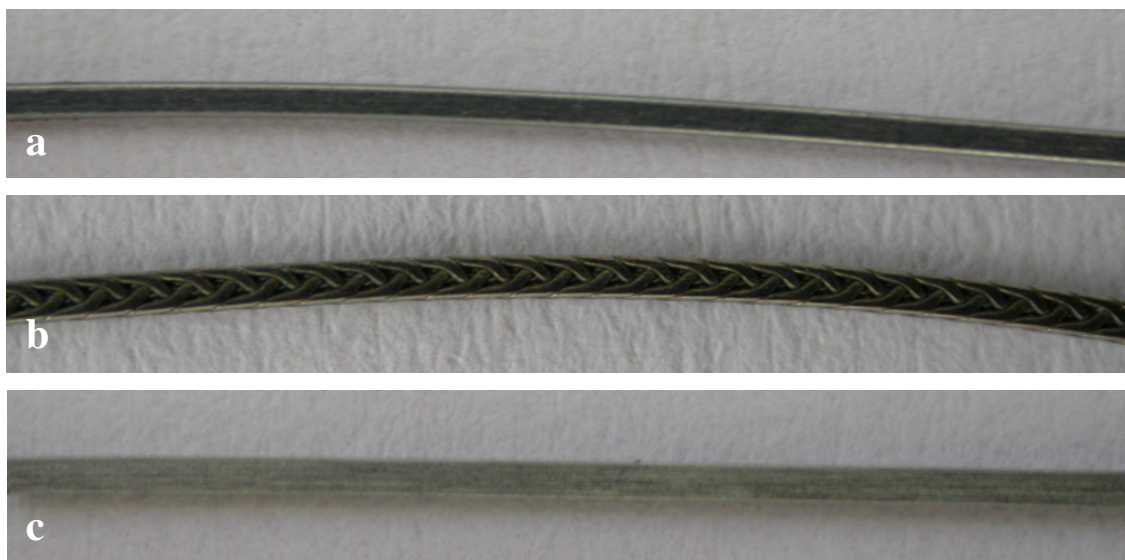


Figura 4.1 - Fios utilizados no presente estudo: a) Superelástico; b) Multifilamentar e c) Memória de Forma.

4.2. Caracterização estrutural dos fios ortodônticos:

A caracterização estrutural dos fios ortodônticos de NiTi tem como objetivo conhecer a relação estrutura-propriedades-processamento, facilitando a compreensão das informações disponíveis na literatura para fios como recebidos do fabricante.

4.2.1. Difração de raios-X (DRX):

Os fios de NiTi como recebidos do fabricante foram analisados por DRX para verificação das fases presentes à temperatura ambiente. Cada tipo de fio foi cortado em 10 pedaços de aproximadamente 15 mm de comprimento e colocados unidos lado a lado em uma superfície plana com fita adesiva. A padronização das dimensões foi estabelecida em função da área de incidência dos raios-X na amostra (Bahia, 2004). Este conjunto foi posicionado no porta-amostras do difratômetro de raios-X (*PW- 1710, Philips PANalytical, Almelo, Holanda*). As áreas de corte, a disposição dos fios e o difratômetro podem ser vistos respectivamente nas Figuras 4.2, 4.3 e 4.4.

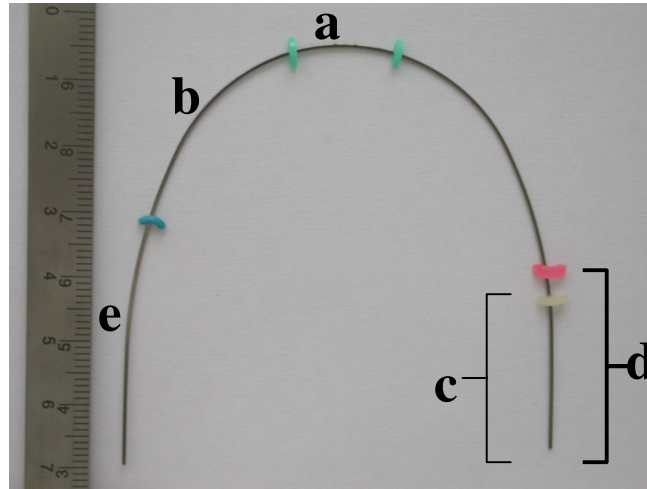


Figura 4.2 - Regiões de corte do fio para cada análise: a) corte de 15mm para DRX; b) região de cortes para DSC; c) cortes de 25mm para os ensaios de torção; d) cortes de 30mm utilizados para MEV/EDS; e) cortes de 40mm utilizados para ensaios de tração.

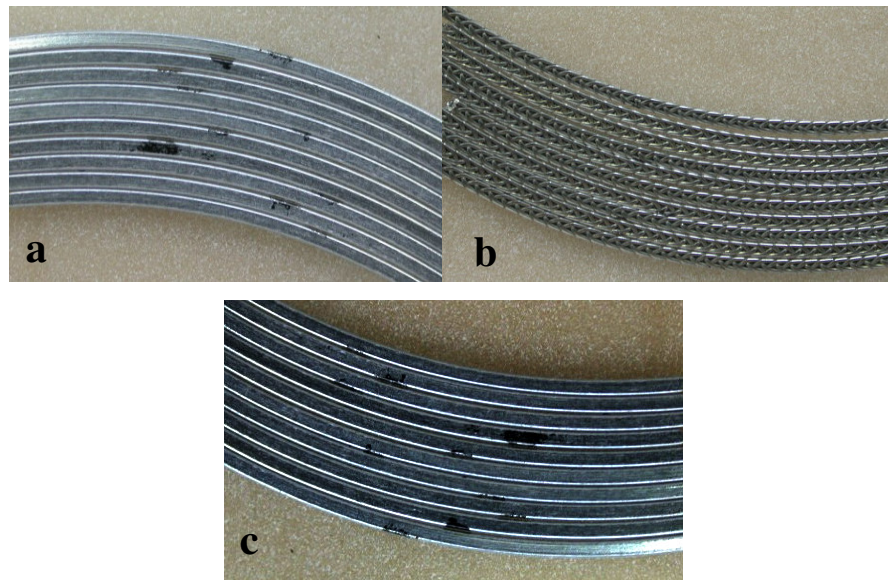


Figura 4.3 - Fios cortados em 10 pedaços de aproximadamente 15mm de comprimento e colocados unidos lado a lado em uma superfície plana: a) Fio Superelástico; b) Fio Multifilamentar e c) Fio Memória de forma.

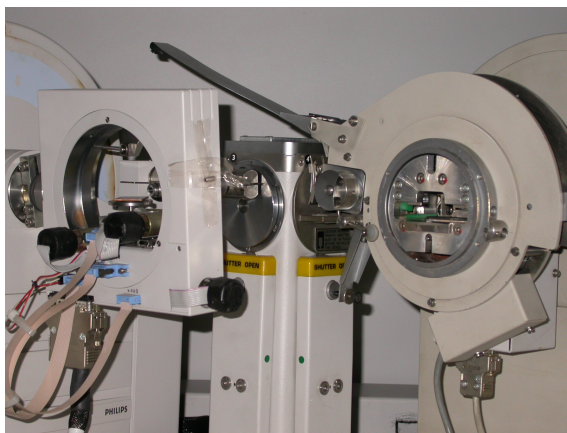


Figura 4.4 - Difratorômetro de raios-X DRX (*PW-1710, Philips – PANanalytical, Almelo, Holanda*).

e analisado à temperatura ambiente com radiação Cu-K α , com cristal monocromador de grafita, ângulo de varredura entre 10 e 120°2 θ , passo de 0,01°2 θ e tempo de passo de 1 segundo (Bahia, 2004). As amostras foram cortadas com alicate apropriado para evitar a formação de fases por tensão na região de corte e mesmo que as fases precipitassem, o conjunto de fios foi posicionado no eixo do goniômetro de forma que as regiões de corte ficassem fora da região de incidência dos raios-X (Bahia, 2004). A fita adesiva foi escolhida por não causar tantas interferências nos picos dos difratogramas (Souza e Bueno, 2002). Os picos de difração foram indexados de acordo com o programa APD (*Philips-PANanalytical, Almelo, Holanda*) e fichas eletrônicas do ICDD (*International Committee for Diffraction Data*).

4.2.2. Espectroscopia por dispersão em energia (EDS)

Utilizando-se o microscópio eletrônico de varredura - MEV (*JSM 5410, Jeol, Tokyo, Japão*), foram feitas análises semi-quantitativas por EDS em diversas micro-regiões dos três tipos de fios ortodônticos, com a finalidade de se identificar a composição química elementar dos mesmos. A análise por EDS tem como vantagem detecção de vários elementos químicos com número atômico maior ou igual a 5 de forma rápida (Eliades e Brantley, 2000) . A profundidade de análise por EDS é de aproximadamente 1 μ m, o limite de detecção é de 0,1% por peso. Para esta análise foram cortados 30 mm de cada

fio (Fig. 4.5) e utilizada uma base de porta-amostras que não possuía Ni, Cr, Cu ou Ti em sua composição química para não causar interferências no resultado final da análise (Souza e Buono, 2002).

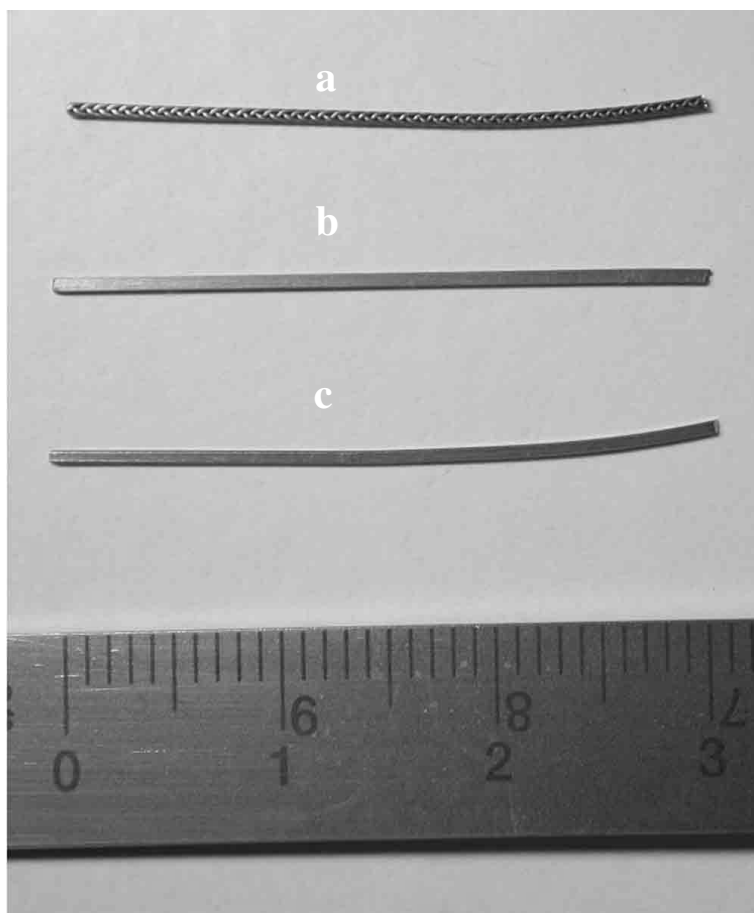


Figura 4.5 - Preparo dos fios para EDS: a)Fio Multifilamentar; b)Fio Memória de Forma; c) Fio Superelástico.

4.2.3. Aspectos morfológicos da superfície

Para avaliação das características da superfície dos diferentes fios como recebidos do fabricante, três segmentos de aproximadamente 30mm de cada amostra de fio, escolhidos aleatoriamente, limpos em cuba ultrassônica, foram analisados por

microscopia eletrônica de varredura em aparelho *JSM 6360* (*Jeol, Tokyo, Japão*) (Fig. 4.6). As imagens obtidas, formadas por elétrons secundários, foram analisadas sob os seguintes aspectos: presença ou não de precipitados, presença ou não de contaminação por resíduos de processamento e presença ou não de defeitos da superfície.



Figura 4.6 - Aparelho JSM 6360 (*Jeol, Tokyo, Japão*) utilizado .

4.2.4. Calorimetria exploratória diferencial (DSC):

A calorimetria exploratória diferencial (DSC) é uma técnica que determina as temperaturas e o calor absorvido ou liberado associado às transições dos materiais em função da temperatura e do tempo (Mothé e Azevedo, 2002). É utilizada para uma pequena amostra que é aquecida e resfriada ao longo do intervalo de temperaturas de transformação. Como as ligas NiTi apresentam transformação de fases quando

submetidas à temperatura e tensão diferentes, torna-se importante esta análise. Para este experimento foram cortados pequenos fragmentos de fios como fornecidos pelo fabricante, com alicate apropriado e massa variando de 8 a 32mg (Fig. 4.1). A opção por massas menores é justificada por fornecer uma melhor resolução dos picos, que se apresentam mais estreitos, permitindo altas razões de aquecimento. Quando se utilizam massas maiores, ocorrem transições pequenas, picos largos e com baixa resolução, além de menor exatidão da temperatura. Os ensaios de DSC foram divididos em 2 grupos: a) Fios retos e b) Fios dobrados (Tab. IV.2).

Tabela IV.2 - Grupos de fios utilizados na análise por DSC.

Grupos	Descrição
Fios não deformados	Fragmentos não deformados com massa variando entre 8 a 32mg e aproximadamente 4mm de comprimento.
Fios deformados	Fragmentos ativados a aproximadamente 135° com massa variando entre 8 a 32mg e aproximadamente 4mm de comprimento

Foram ensaiadas três amostras de cada tipo de fio em aparelho do tipo “Fluxo de Calor” (DSC 60, Shimadzu, Kyoto, Japão) (Fig. 4.7). Nesse tipo de aparelho de acordo com Mothé e Azevedo (2002) a amostra e a referência (panela vazia) são aquecidas por uma única fonte e a temperatura das duas é avaliada por termopares que estão em contato com cada uma delas de forma individual. As vantagens de se utilizar este método para a análise dos fios são várias, incluindo um rápido tempo de análise, facilidade em se preparar a amostra e obtenção de medidas quantitativas.



Figura 4.7 - a) Aparelho *Shimadzu DSC 60* com computador acoplado; b) Preparo da amostra; c) Compartimento dos termopares; d) Termopares, panela de referência e da amostra.

Os fragmentos foram colocados em panela sem a tampa (Fig. 4.8), pois ao se prensar a tampa, pode-se causar tensão e precipitação de fase B19' (Brantley et al., 2003).



Figura 4.8 - Panela sem tampa com fragmentos de amostras utilizada no grupo de fios não deformados.

Para o grupo de fios deformados também foram ensaiadas três amostras para cada tipo de fio. Os fios foram ativados em um ângulo de aproximadamente 135° e colocados em uma panela de alumínio fechada (Fig. 4.9). O objetivo dessa análise foi verificar as transformações de fase e respectivas temperaturas de transformação em fios sob tensão.



Figura 4.9 - Fio ativado a aproximadamente 135° em panela de alumínio fechada utilizada no grupo de fios dds.

A variação de temperatura utilizada para os dois grupos foi de -80°C a $+80^{\circ}\text{C}$ a -40°C , em atmosfera de nitrogênio, com o uso de nitrogênio líquido para obtenção de temperaturas negativas, tempo de espera de um minuto e taxa de aquecimento e/ou resfriamento linear de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (Eliades e Brantley, 2001; Iijima et al., 2002). Essa taxa de aquecimento e/ou resfriamento foi escolhida para uma melhor visualização dos eventos e melhor exatidão da medida da temperatura (Mothé e Azevedo, 2002). As temperaturas iniciais e finais das transformações foram determinadas através do desvio da curva de DSC em relação às linhas base estabelecidas previamente para cada grupo de fios, com o auxílio de um software associado ao aparelho de DSC. A curva calorimétrica (Fig. 4.10) pode ser vista na forma de diferença de temperatura entre a amostra e a referência em função da temperatura.

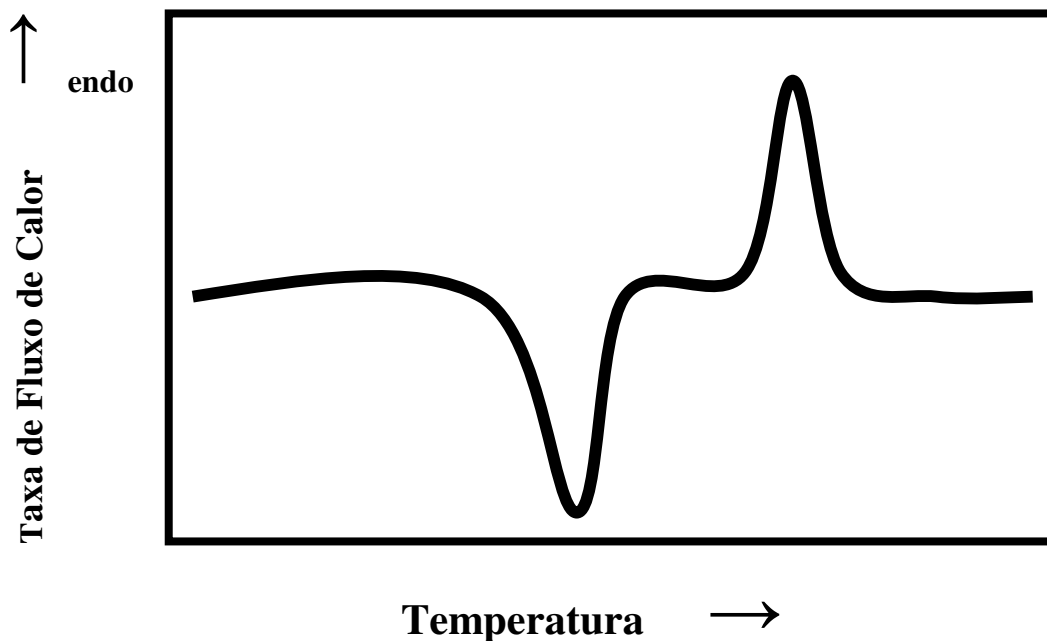


Figura 4.10 - Ilustração esquemática da curva típica de DSC. O primeiro pico no sentido vertical crescente indica um aumento de entalpia, relacionado a um evento endotérmico. O outro pico, no sentido oposto, mostra um efeito exotérmico. A alteração da linha base mostra uma mudança de fase com o surgimento dos picos (Mothé e Azevedo, 2002).

4.3. Ensaio de torção:

Foram feitos três ensaios à temperatura ambiente para cada um dos três grupos de fios de acordo com a Tab. IV.3. Os segmentos de fios utilizados tinham aproximadamente

Tabela IV.3 - Grupos de fios analisados, características das amostras e deflexões angulares utilizadas no experimento.

Grupos	Características das amostras	Deflexão angular
1	3 amostras de 25mm de cada fio, como recebidas do fabricante com um ciclo de carregamento (sentido horário).	De 0° a deflexão máxima (horário)
2	3 amostras de 25mm de cada fio, como recebidas do fabricante com um ciclo de carregamento (sentido horário) e outro de descarregamento (sentido anti-horário), sendo repetidos estes ciclos por 60 vezes.	De 0° a 45° (horário) e de 45° a 0° (anti-horário)
3	As 3 amostras do grupo 2 com um ciclo de carregamento (sentido horário).	De 0° a deflexão máxima (horário)

25mm de comprimento (Fig. 4.1), e para posicioná-los de forma segura e evitar o escorregamento entre as garras da máquina de teste, foram utilizados dois dispositivos cilíndricos, com canaleta retangular de .022”X.028”, denominados “Gurins”. O comprimento do fio entre as garras foi de 14mm. A máquina de teste utilizada foi a

máquina de torção (AN 8050, *Analógica Instrumentação e Controle Ltda, Belo Horizonte, MG, Brasil*) (Fig.4.11).

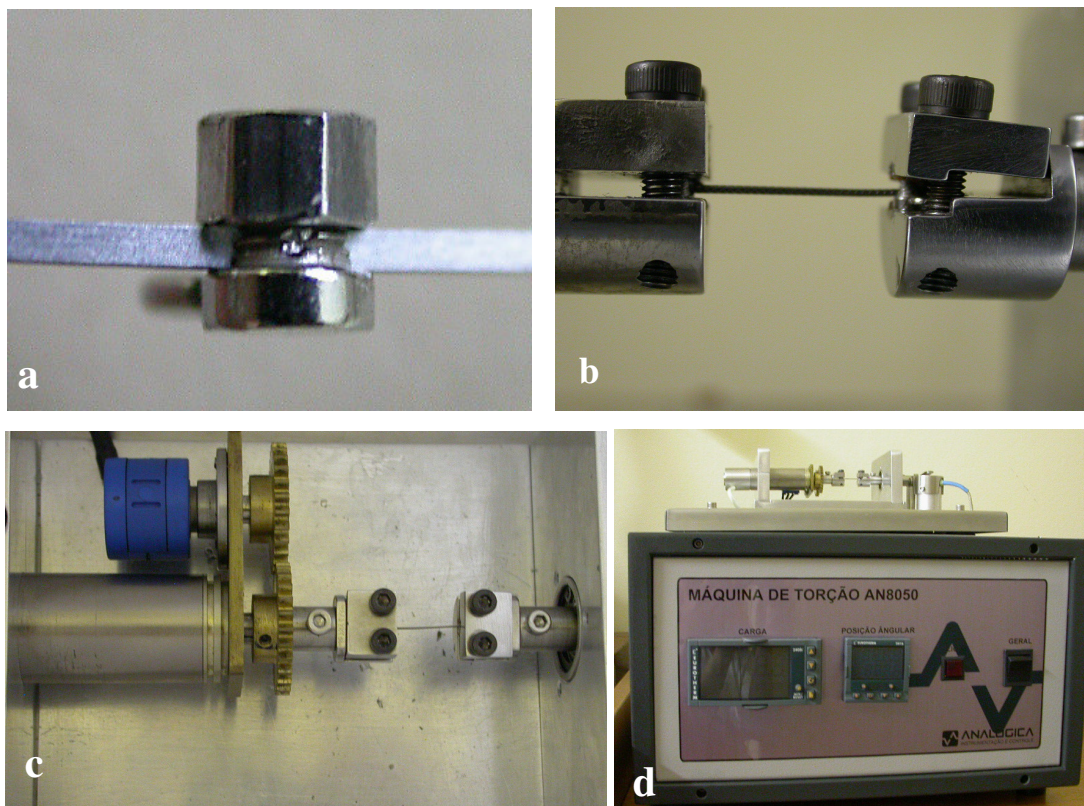


Figura 4.11 - Máquina de torção AN 8050 (*Analógica Instrumentação e Controle*): a) detalhe fio preso ao “Gurin”; b) vista lateral do fio preso entre as garras da máquina; c) vista superior; d) vista frontal da máquina.

Esta máquina possui um indicador de processo (Eurotherm 2408i, exatidão de 1% e reprodutibilidade melhor que 0,1% da faixa) que monitora e fornece o torque instantâneo; um controlador de processo (Eurotherm 2416, com linearidade de 0,5%, reprodutibilidade de 0,01%, rotação máxima de 5 rotações e resolução melhor que 500 pontos por rotação) que monitora e fornece os valores correspondentes de deflexão angular. O torque é mensurado utilizando uma célula de carga (capacidade de até 500gf e conectada ao indicador de processo), através de um braço de alavanca de 40mm de comprimento, que avalia o torque sobre o eixo que suporta a ponta de fixação do

instrumento. O ângulo de rotação é mensurado e controlado por um transdutor de posição angular do tipo resistivo, conectado ao controlador de processo. Existe ainda um programa para aquisição e processamento de dados para comunicação com os instrumentos de leitura de carga e ângulo de rotação (Bahia, 2004). A velocidade de rotação angular utilizada foi de 2rpm em todos os grupos.

Os ensaios de torção foram feitos para se obter mais informações sobre o comportamento mecânico dos fios ortodônticos de NiTi. Foram analisadas as curvas de torque-deflexão angular em torção para a determinação e comparação das propriedades dos fios quando sujeitos à torção (grupo 1). Além destas análises foram avaliadas as superfícies das amostras do grupo 2 por MEV, para verificar o possível aparecimento de marcas de deformações ou propagação de trincas, seguindo a mesma metodologia descrita no item 4.2.3 para MEV. As temperaturas de transformação martensítica e reversa do grupo 2 também foram analisadas, seguindo a mesma metodologia descrita no item 4.2.4 para ensaios de DSC em fios retos.

4.4. Ensaios de tração

O ensaio de tração foi utilizado para determinar as propriedades mecânicas dos fios ortodônticos, quando sujeitos a esforços no longo eixo dos mesmos. A aplicação das propriedades de tração na mecânica ortodôntica é limitada, pois os fios dificilmente estão sujeitos a estas condições, porém esse teste forneceu dados para compreensão e comparação das propriedades dos diferentes fios estudados.

Segmentos iniciais de aproximadamente 30 mm dos mesmos três tipos de fios foram utilizados para ensaios de tração na temperatura ambiente na Máquina Universal de Ensaios (*Instron 5581, Canton, MA, EUA*), como pode ser visto na Figura 4.12. A célula de carga tinha capacidade máxima de 100 kN com velocidade de 2,0 mm/min, assim a taxa de deformação foi de $3,33 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Utilizando o programa de análise *Instron Series IX for Windows* foram determinados a tensão de transformação da austenita para a martensita, o limite de resistência e a deformação até a fratura.

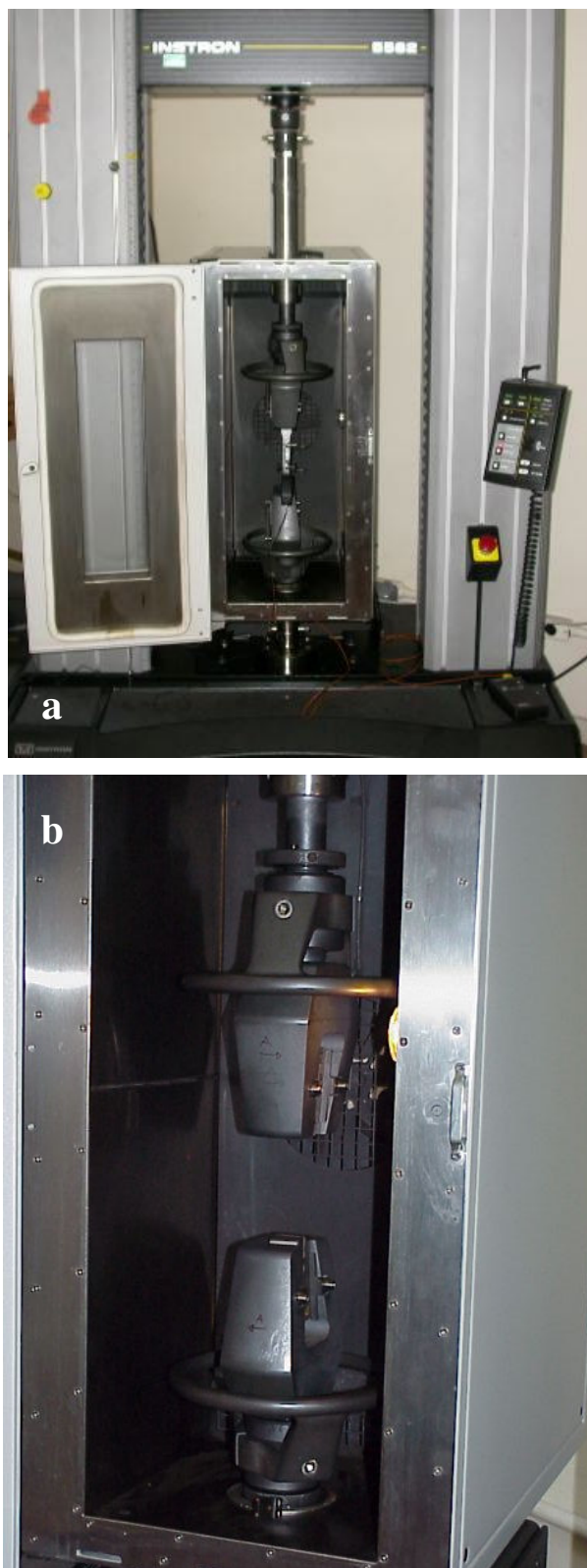


Figura 4.12 - Máquina Universal de Ensaios Instron 5581 e detalhe das garras.

CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Caracterização do Material

5.1.1. Composição química

As análises por EDS realizadas em 10 diferentes áreas das três amostras mostraram que os elementos níquel e titânio estavam presentes nos fios Superelástico e Multifilamentar, mantendo uma proporção equiatômica de Ni e Ti (Fig. 5.1 e 5.2 e Tab. V.1).

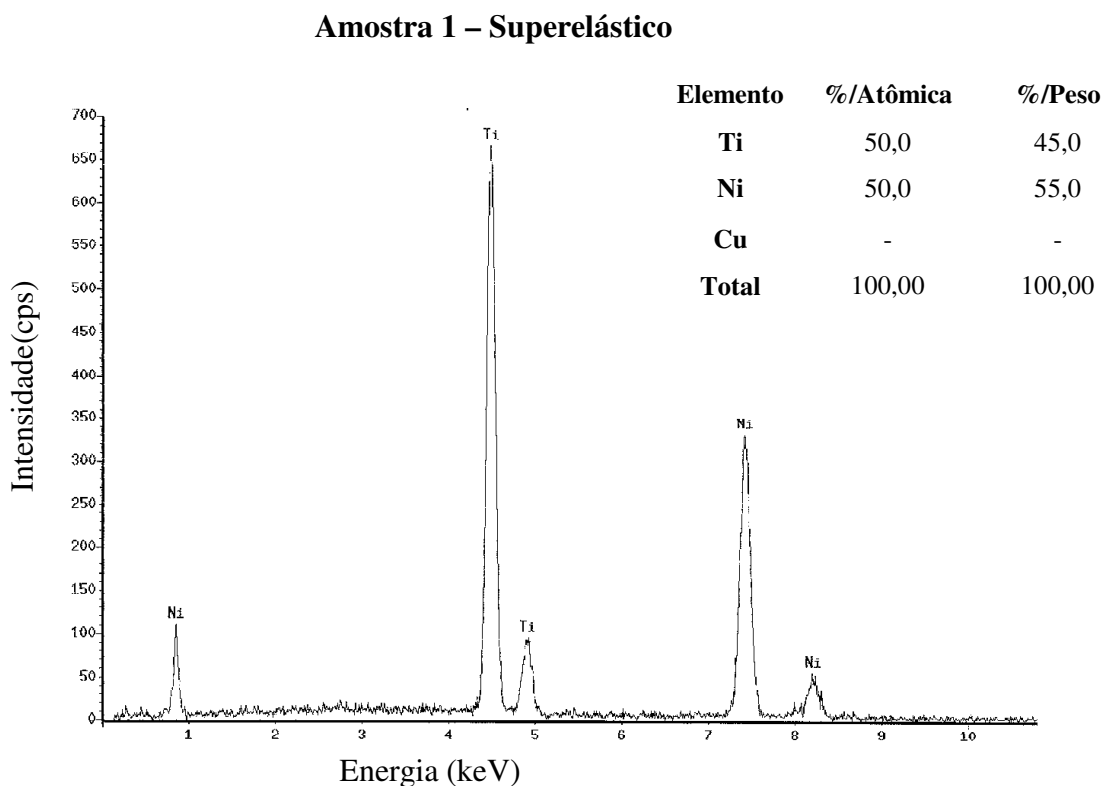


Figura 5.1 - Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em uma área do fio Superelástico.

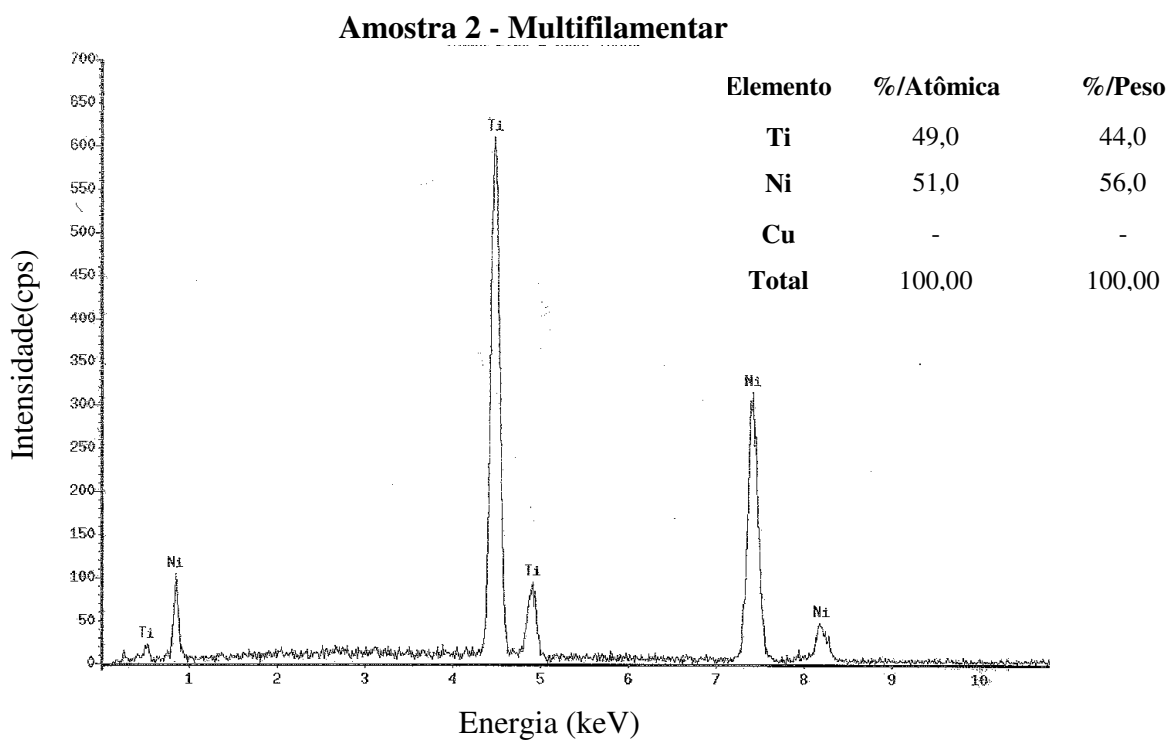


Figura 5.2 - Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em uma área do fio Multifilarmentar.

Tabela V.1 - Resultados da análise dos fios ortodônticos de NiTi por EDS (%at)

Amostra	Ti	Ni	Cu
1- Superelástico	50,0	50,0	0
2 - Multifilarmentar	49,0	51,0	0
3 - Memória de forma	49,0	45,0	6,0

No fio Memória de forma também observou-se a presença de Ni e Ti, mas com redução da porcentagem de Ni (45,0%atNi), como pode ser observado na Figura 5.3 e Tab.V.1. O cobre somente foi observado nesta amostra na proporção 6,0%atCu.

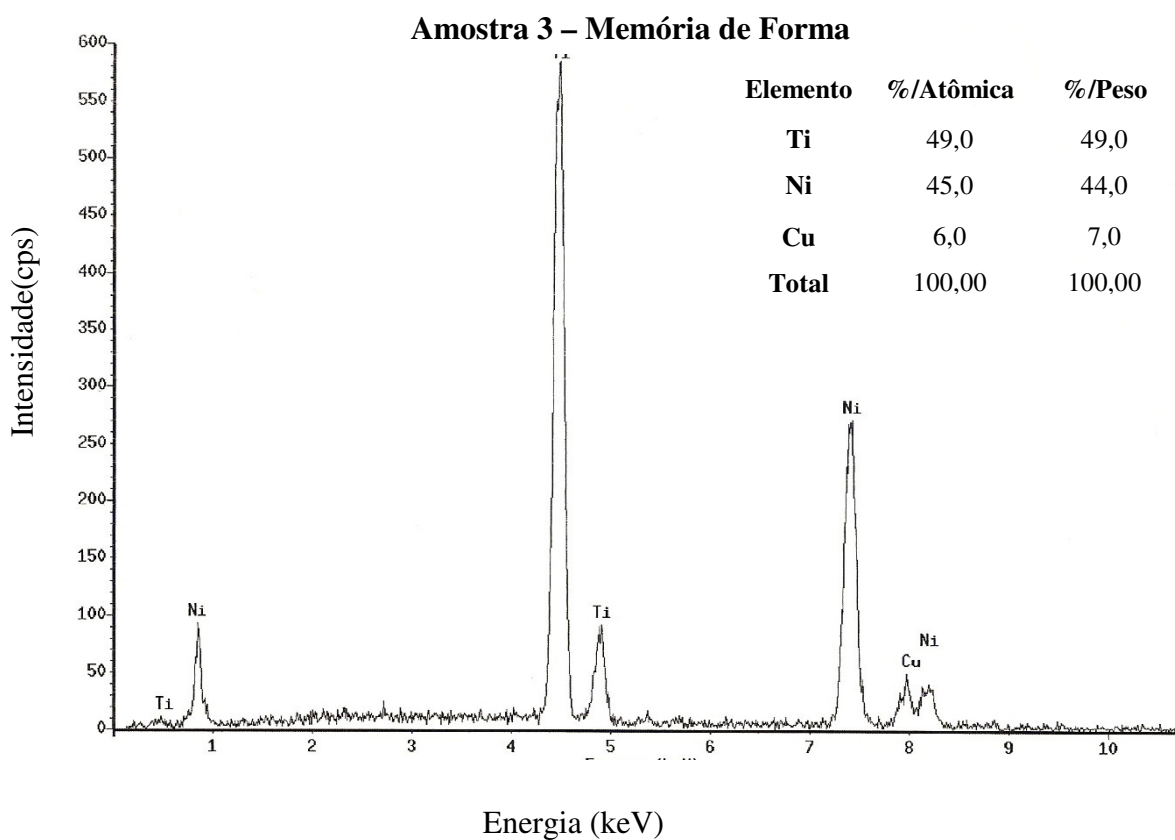


Figura 5.3 - Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em uma área do fio Memória de forma.

As propriedades das ligas NiTi podem ser modificadas através de alterações na composição química. Todos os fios do presente estudo possuíam menos de 51,6at%Ni . As propriedades desejáveis para obtenção de memória de forma são obtidas geralmente

de 49,3 a 51 %atNi, (Saburi, 1998; Raz e Sadrnezhaad, 2004), sendo que ligas com mais de 51,6at%Ni são extremamente duras e quebradiças (Raz e Sadrnezhaad, 2004). De acordo com Otsuka e Wayman (1998) as ligas ricas em Ni apresentam melhores características de superelasticidade e memória de forma. No fio Superelástico a composição química (50%atTi e 50%atNi) indica que este fio não apresenta características de superelasticidade .

Em um estudo de Fischer-Brandies et al. (2003), as ligas binárias mostraram somente mínimas diferenças na composição química, quando avaliadas por EDS. Somente Ni e Ti foram detectados, exceto em uma liga com efeito memória de forma, que possuía Cu 6,9% em peso, como elemento de liga. Es-Souni et al. (2001) também encontraram a mesma porcentagem em peso para a mesma liga ternária em um estudo da composição química de fios ortodônticos de NiTi. Resultados semelhantes puderam ser vistos, no presente trabalho, no fio Memória de Forma que apresentou Cu 7,0% em peso.

As ligas ternárias NiTiCu com 5 a 10 at%Cu são amplamente utilizadas e apresentam a vantagem de gerar forças mais constantes em relação às ligas binárias superelásticas (Sachdeva, 1997), além de apresentar menor tensão de histerese superelástica e temperaturas de transformação mais estáveis (Moberly e Melton, 1990).

De acordo com Moberly e Melton (1990), no caso de ligas ternárias deve ser avaliada a razão de Ti por Ni+Cu, que deve ser de 1:1 de forma a se prevenir a formação de uma segunda fase.

5.1.2. Fases presentes

Os resultados da análise por DRX mostraram que todas as amostras eram constituídas principalmente pela fase austenítica, ocorrendo também o aparecimento da fase martensítica B19' à temperatura ambiente, como pode ser observado nos difratogramas das Figuras 5.4, 5.5 e 5.6.

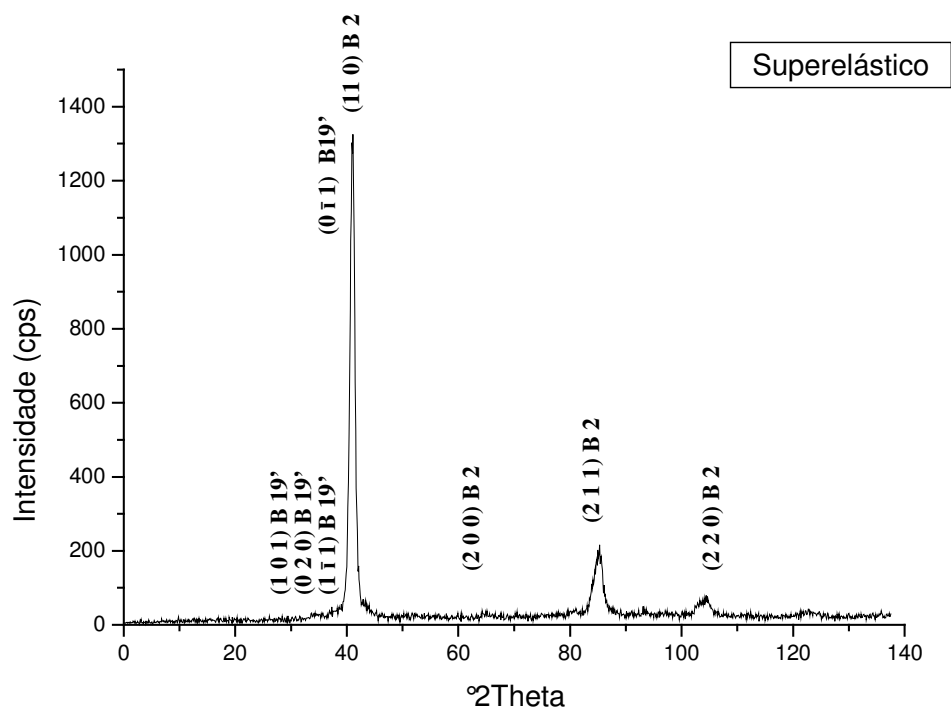


Figura 5.4 - Difratoograma obtido do fio Superelástico.

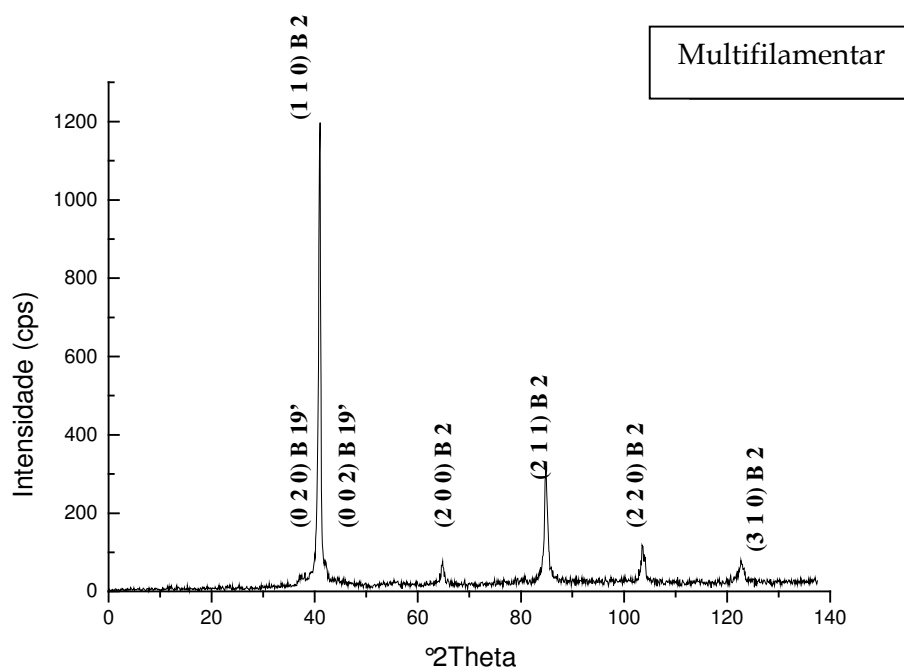


Figura 5.5 - Difratoograma obtido do fio Multifilamentar.

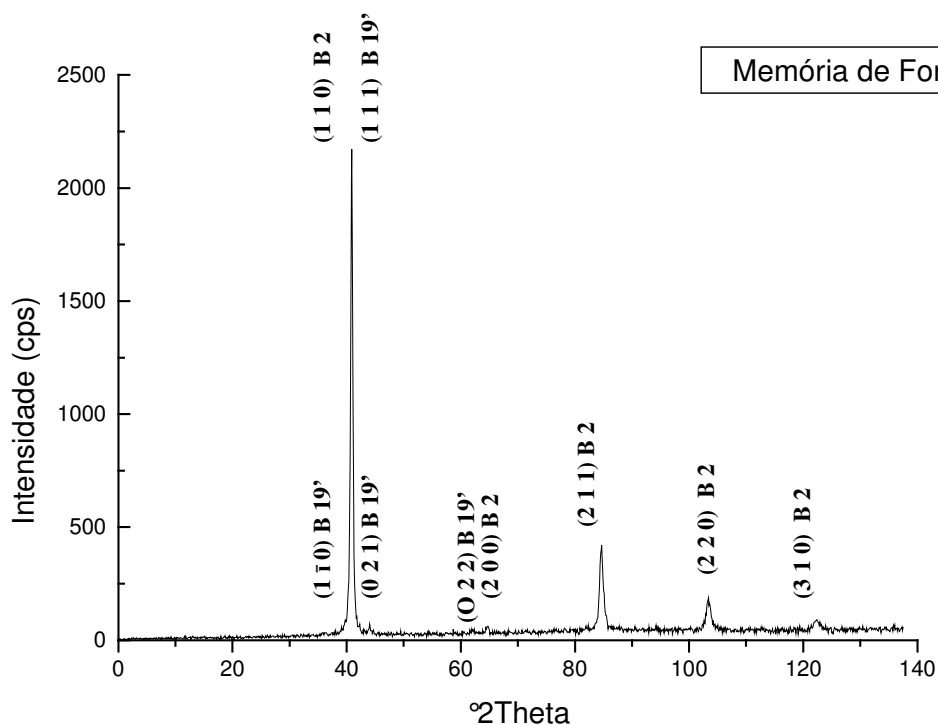


Figura 5.6 - Difratoograma obtido do fio Memória de Forma.

Estes resultados se aproximam dos dados encontrados na literatura para as ligas NiTi ortodônticas estudadas à temperatura ambiente, que apresentam-se compostas principalmente pela fase austenítica (Eliades e Brantley, 2000; Iijima et al., 2002). Iijima et al. (2004) detectaram a fase R em uma liga NiTiCu com A_f de 35°C, em ensaios de micro-DRX à 20°C, apesar de alguns estudos (Mercier e Melton, 1981; Moberly e Melton, 1990) relatarem que ligas NiTiCu com aproximadamente 5% em peso de Cu não exibem a fase R, como observado no presente estudo.

5.1.3. Aspectos morfológicos da superfície

Nos fios analisados por MEV foram observadas as seguintes ocorrências: Fio superelástico: Superfície com sulcos longitudinais distribuídos de forma homogênea; Ocorrência de precipitados distribuídos de forma homogênea e confirmados por EDS (Fig. 5.7 e 5.8); Presença C, Si, S, Na e outros elementos que podem ser resíduos de processamento e/ou impurezas de manipulação, confirmados por EDS.

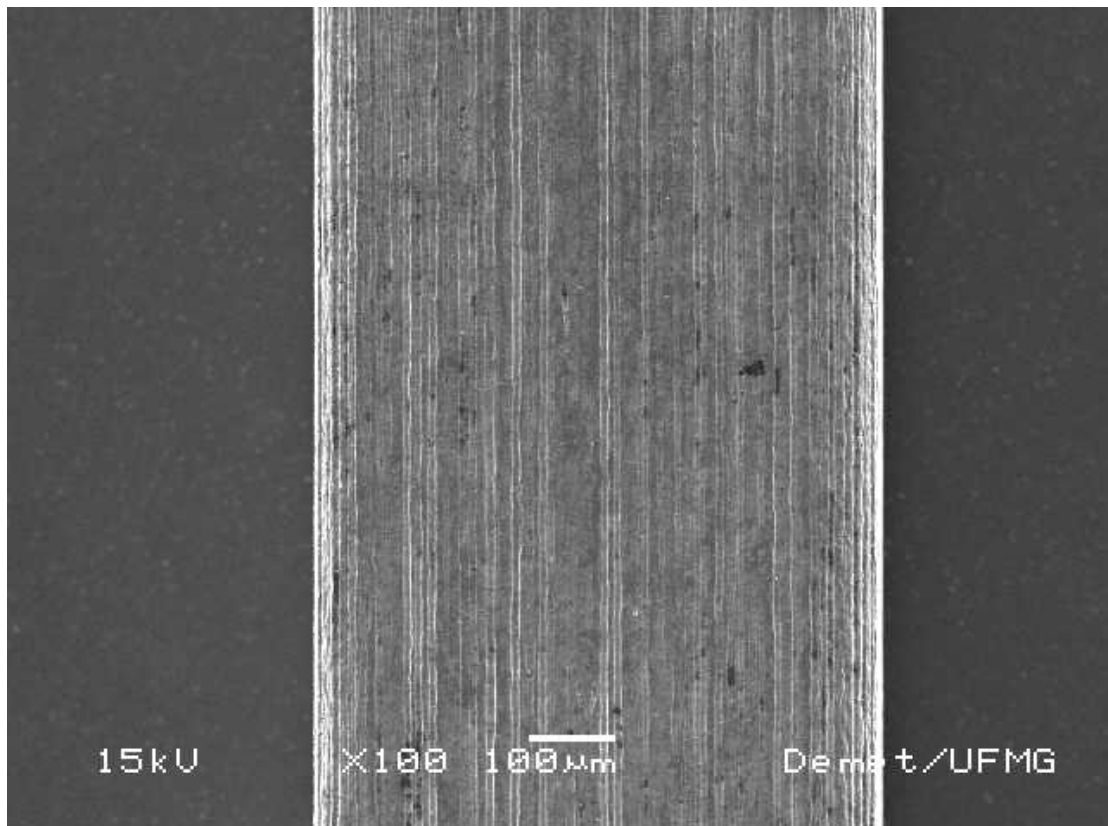


Figura 5.7 - Fio Superelástico: a) Sulcos longitudinais e resíduos de contaminação (pontos pretos).

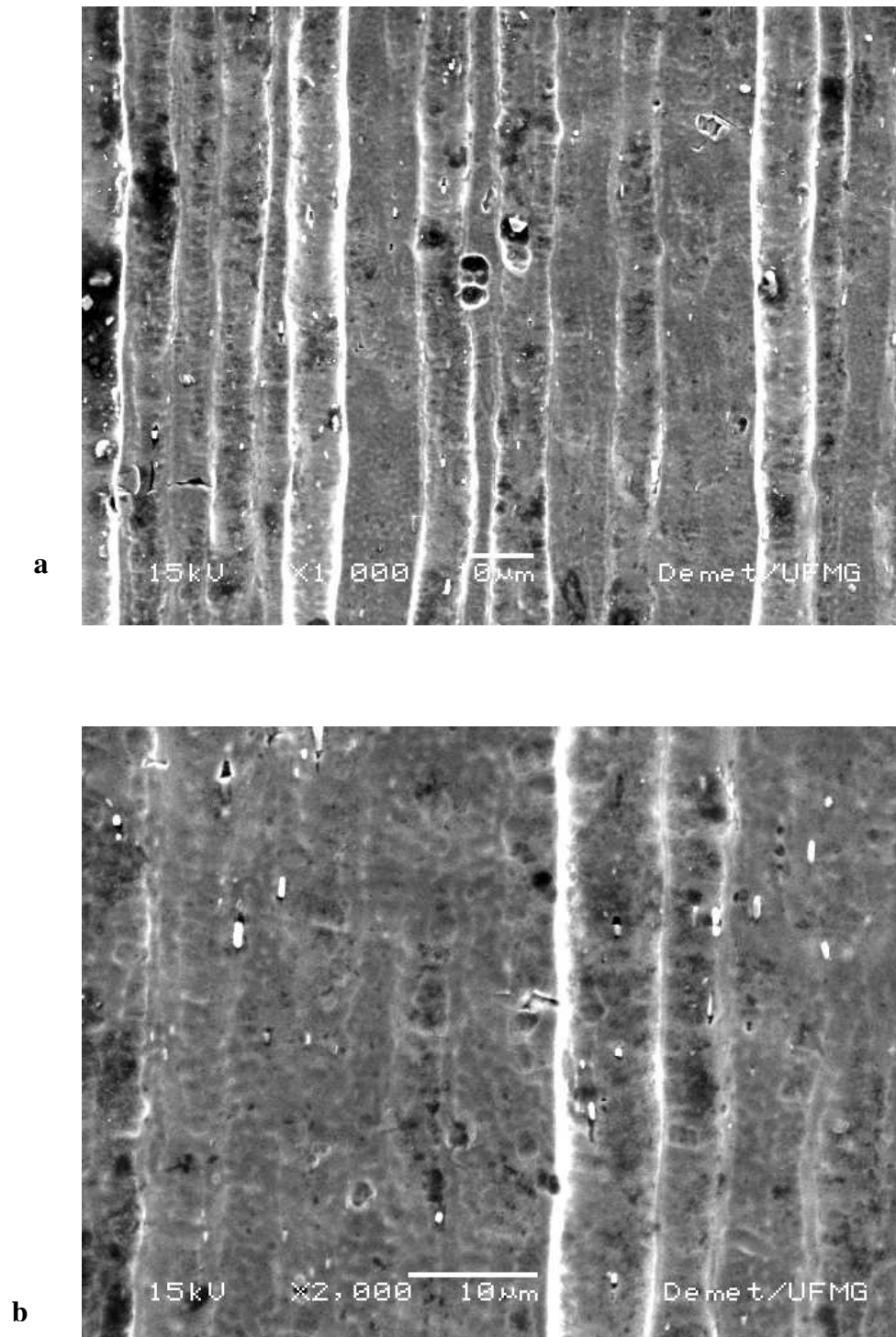


Figura 5.8 - Fio Superelástico: a) Sulcos longitudinais, resíduos de contaminação e precipitados (pontos brancos); b) mesmos detalhes em maior aumento.

Fio Multifilamentar: Fios trançados de forma homogênea; Superfície relativamente lisa na porção externa dos filamentos e intensa rugosidade na porção interna dos filamentos trançados; Presença C, Si, S, Na e outros elementos que podem ser resíduos de processamento e/ou impurezas de manipulação, confirmados por EDS (Fig. 5.9, 5.10 e 5.11).

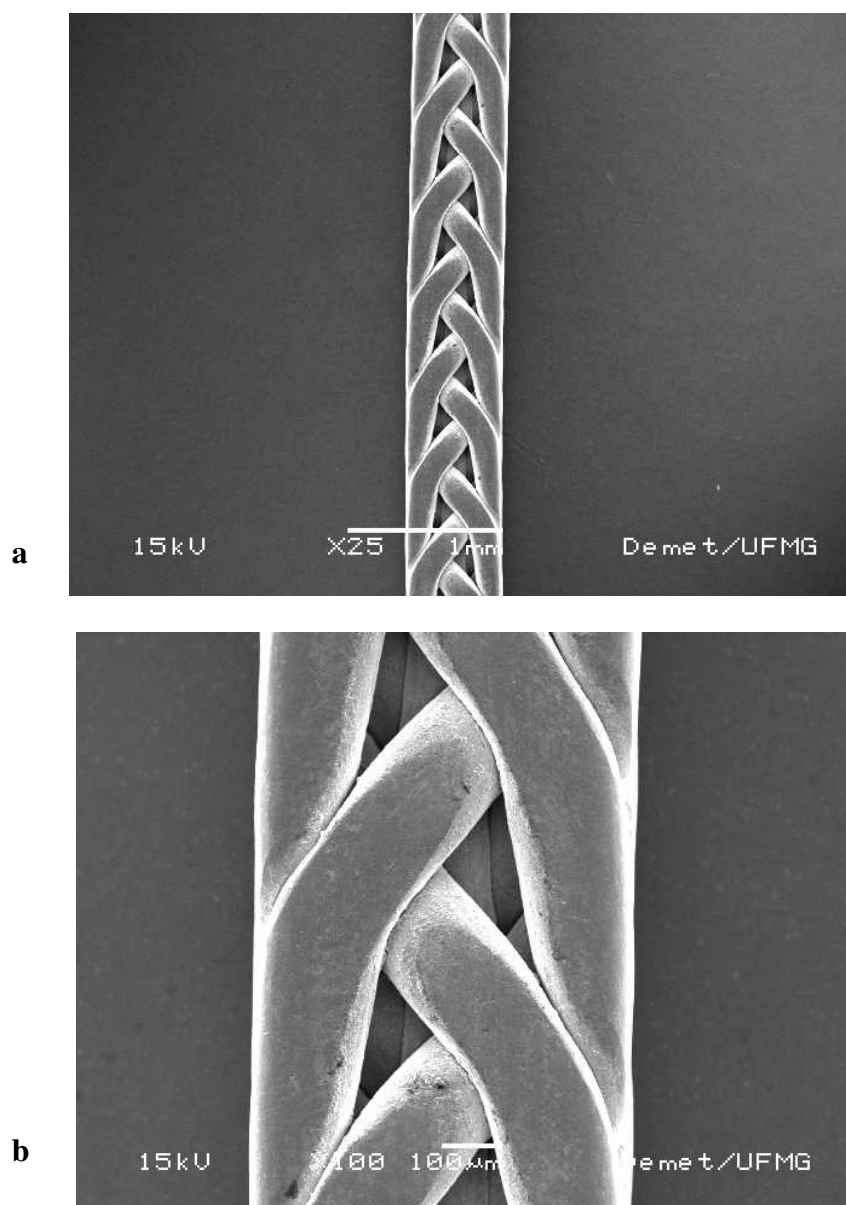


Figura 5.9 - Fio Multifilamentar: a)Fios trançados; b)Fios trançados.

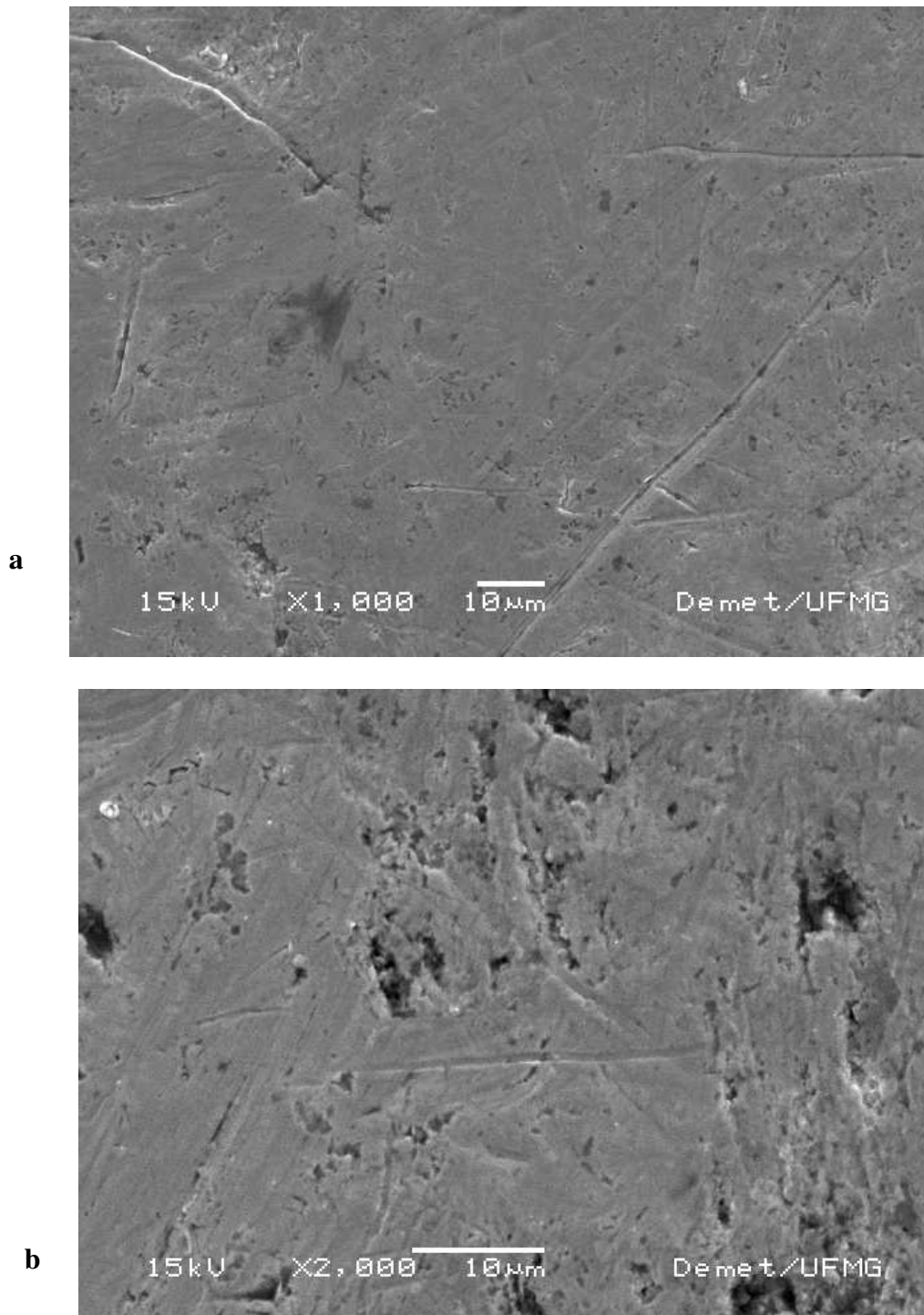


Figura 5.10 - Fio Multifilamentar: a) Superfície externa dos fios com resíduos de contaminação (pontos pretos); b) Mesmos detalhes.

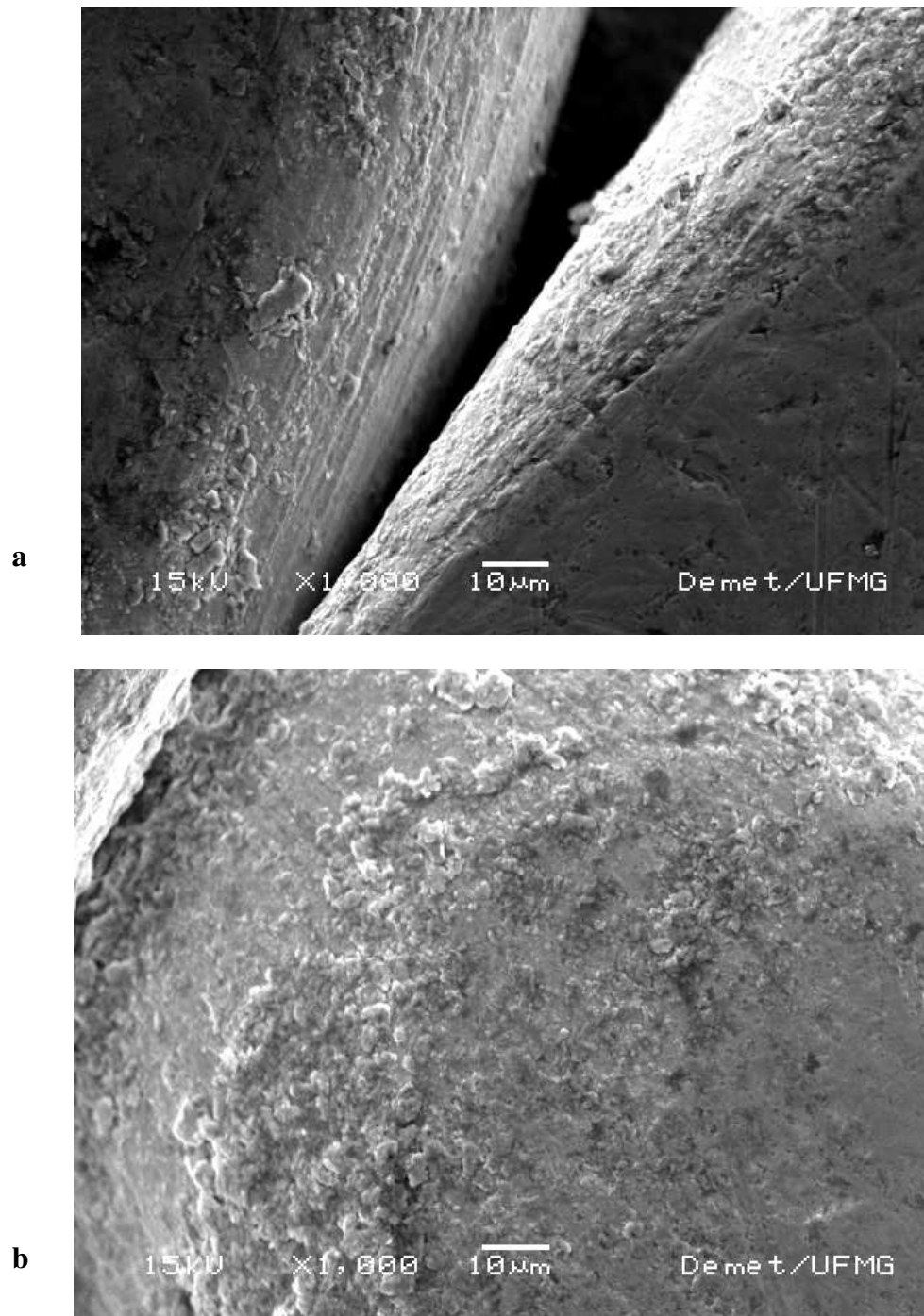


Figura 5.11 - Fio Multifilamentar: a) Transição da superfície interna e externa dos fios trançados e resíduos de contaminação; b) Porção interna rugosa de um fio e resíduos de contaminação.

Fio Memória de Forma: Superfície rugosa com estruturas semelhantes à "pitches" de corrosão ao longo de todo o fragmento analisado (Fig. 5.12 e 5.13); Presença C, Si, S, Na e outros que podem ser resíduos de processamento e/ou impurezas de manipulação, confirmados por EDS.

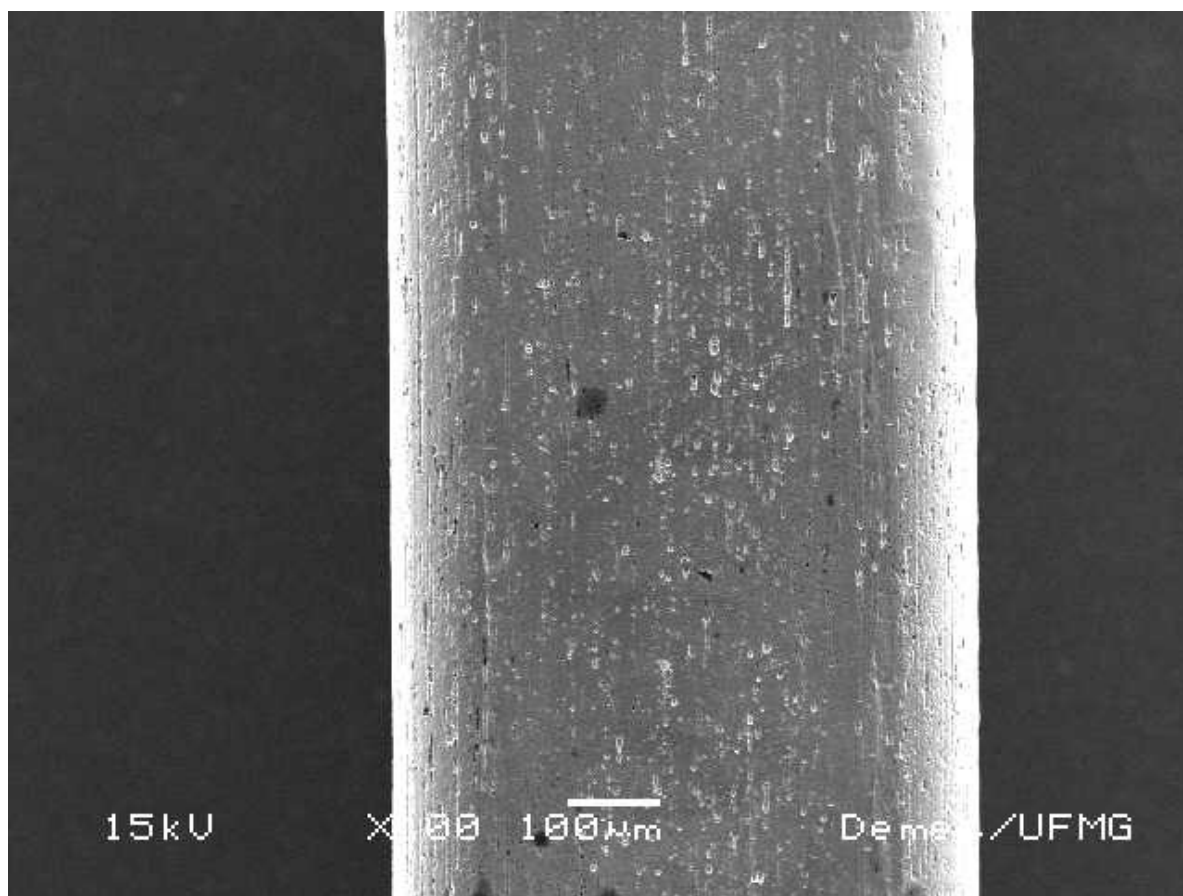


Figura 5.12 - Fio Memória de Forma: a) Superfície rugosa com resíduos de contaminação (pontos pretos).

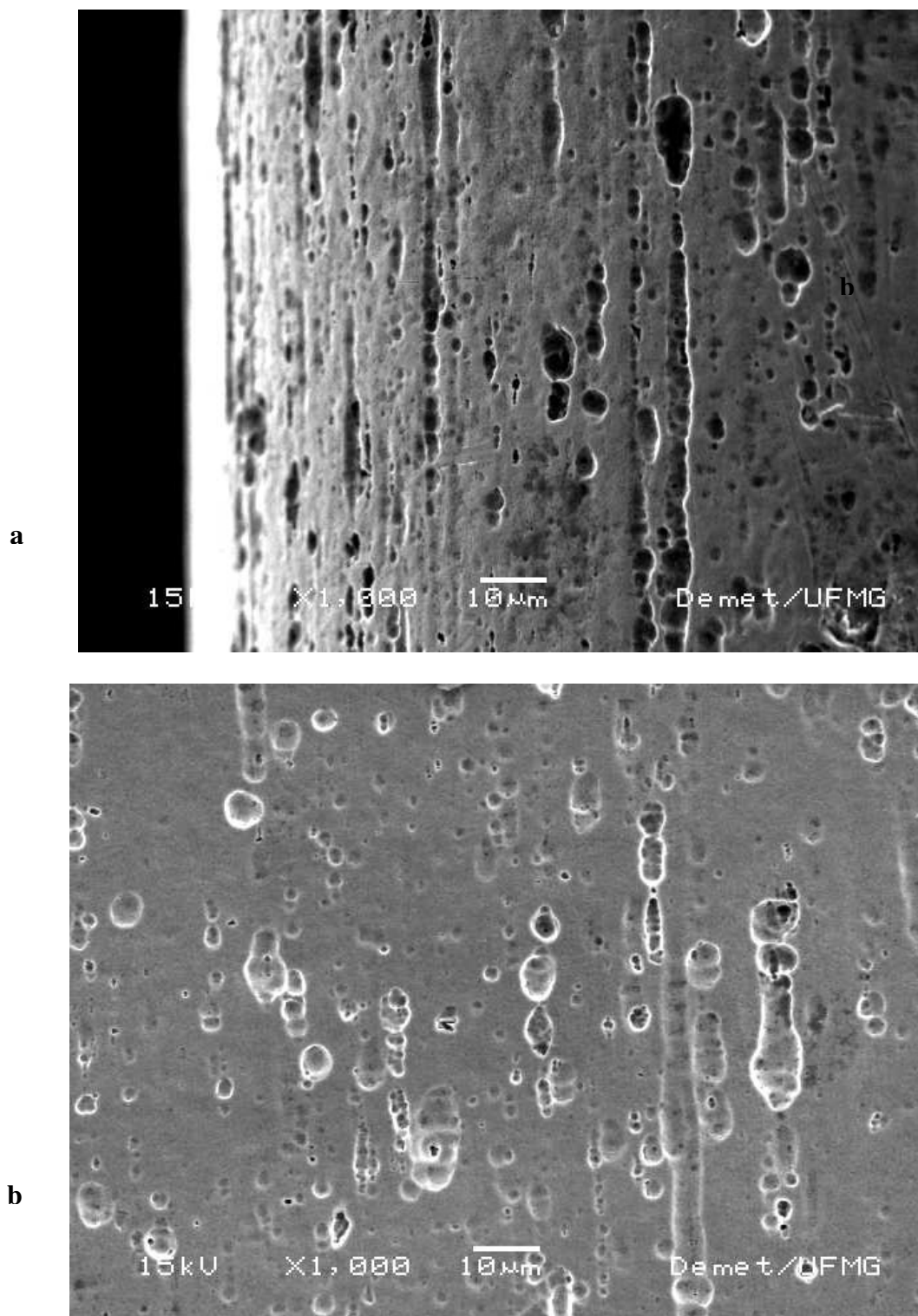


Figura 5.13 - Fio Memória de Forma: a, b) “pitches” de corrosão com resíduos de contaminação.

Todas as amostras analisadas se mostraram com superfícies rugosas como em estudos de Fischer-Brandies et al. (2003) e Grosogeat et al. (2006), com acabamentos superficiais distintos e resíduos de processamento e/ou impurezas de manipulação, estando de acordo com os trabalhos realizados em fios ortodônticos por Es-Souni et al. (2002) e Fischer-Brandies et al. (2003). Os diferentes tipos de acabamento podem ser explicados por formação de um óxido negro que é usualmente removido antes do trabalho a frio por meios químicos, por polimento ou por jato de areia. Pode-se utilizar ácido fluorídrico (HF) para total remoção do óxido por meios químicos, porém há remoção de alguns metais, portanto deve-se utilizar com cuidado em fios e tubos finos. O polimento mecânico pode produzir um acabamento espelhado na superfície e o eletropolimento é um método efetivo para produzir uma superfície lisa (Zhao et al., 2001), porém não se encontram disponíveis informações sobre os métodos utilizados pelos fabricantes dos fios analisados. Os resíduos de processamento podem estar associados a lubrificantes empregados durante a fabricação dos fios (Wu, 2001).

As características da superfície devem ser levadas em consideração para a avaliação da qualidade dos fios ortodônticos, pois as mesmas determinam a resistência do material à corrosão e possíveis reações alérgicas por liberação de níquel (Dunlap et al., 1989, Bass et al., 1993). Além disso, as irregularidades superficiais dos fios que podem afetar o atrito entre o fio e a canaleta dos braquetes (Fisher-Brandies et al., 2003). Huang (2006) observou ainda a influência de produtos de higiene bucal contendo fluoretos na superfície dos fios de NiTi, verificando um aumento na rugosidade da superfície desses fios após imersão dos mesmos por 28 dias nesse produtos.

5.1.4. Temperaturas de transformação

Esta análise procurou investigar as temperaturas de transformação de fase martensítica e reversa de fios submetidos a variações de temperatura, de forma a correlacionar os valores encontrados com as variações de temperatura intrabucal em fios como recebidos

do fabricante não deformados e deformados. As temperaturas de transformação obtidas podem ser vistas nas Tabelas V.2 e V.3 e as curvas de DSC nas Figuras 5.14, 5.15, 5.16, 5.17 e 5.18.

Tabela V.2 - Temperaturas de transformação martensítica e reversa de amostras de fios ortodônticos não deformados

Amostra	Mi	Mf	Ri	Rf	Ai	Af
Superelástico	32,91°C	23,39°C	-	-	38,84°C	44,41°C
	34,37°C	24,19°C	-	-	37,84°C	45,84°C
	31,50°C	22,69°C	-	-	39,35°C	43,31°C
Média	32,92°C	23,42°C	-	-	38,67°C	44,52°C
Desvio	(1,4)	(0,7)	-	-	(0,8)	(1,3)
Multifilamentar	8,75°C	4,12°C	-3,14°C	4,08°C	8,27°C	17,44°C
	7,65°C	3,18°C	-3,12°C	3,67°C	8,78°C	16,47°C
	8,55°C	3,85°C	4,08°C	4,73°C	8,38°C	16,01°C
Média	8,31°C	3,73°C	0,72°C	4,16°C	8,47°C	16,64°C
Desvio	(0,6)	(0,5)	(3,4)	(0,5)	(0,3)	(0,7)
Memória de Forma	8,73°C	-0,22°C	-	-	9,88°C	32,03°C
	6,39°C	-1,04°C	-	-	14,03°C	32,25°C
	8,16°C	-4,60°C	-	-	15,07°C	32,10°C
Média	7,76°C	-1,95°C	-	-	13,02°C	32,12°C
Desvio	(1,2)	(2,3)	-	-	(2,7)	(0,1)

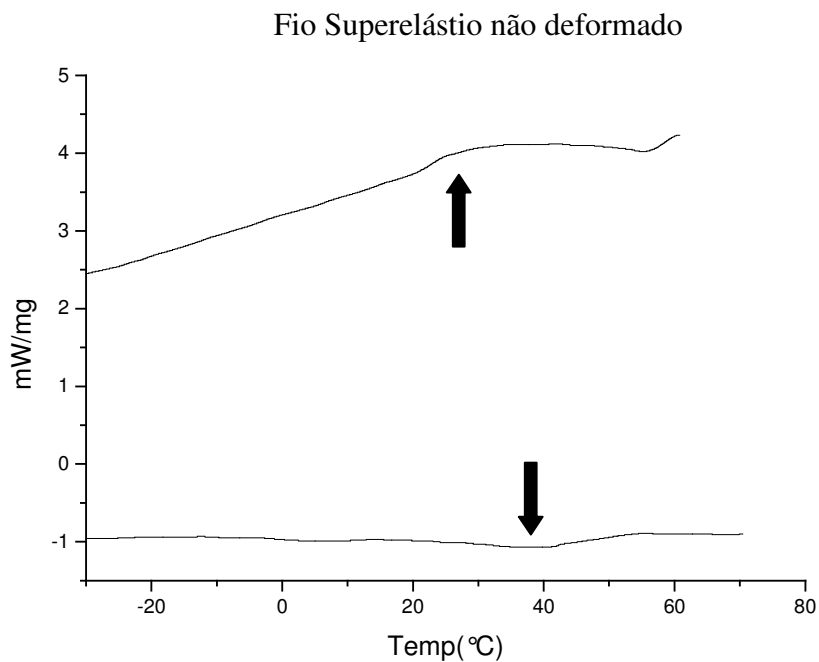


Figura 5.14 - Curva de DSC para o fio Superelástico não deformado. Observar 1 pico no aquecimento e 1 no resfriamento e menor resolução dos picos.

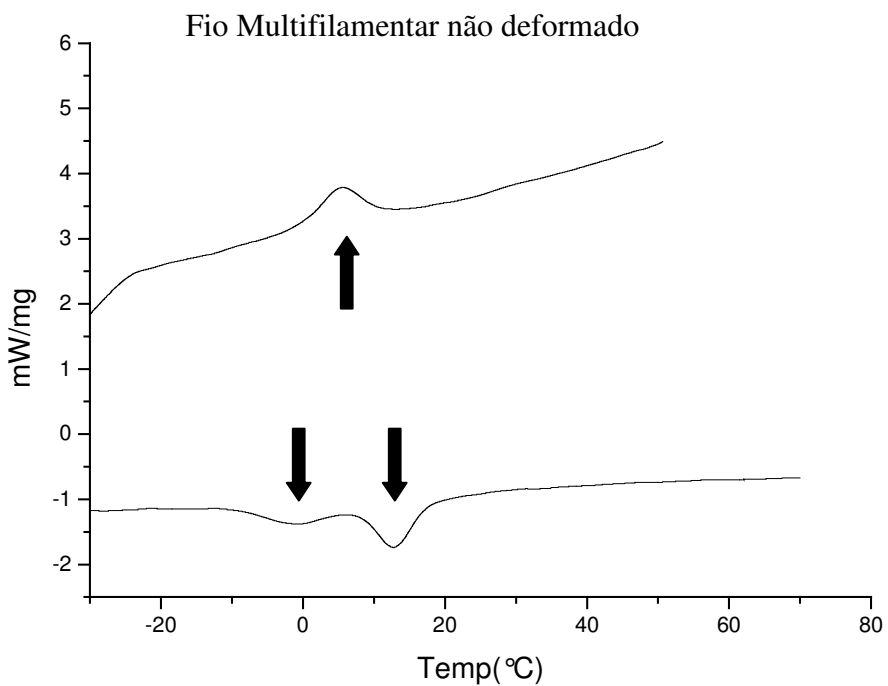


Figura 5.15 - Curva de DSC para o fio Multifilamentar não deformado. Observar 2 picos no aquecimento e 1 no resfriamento.

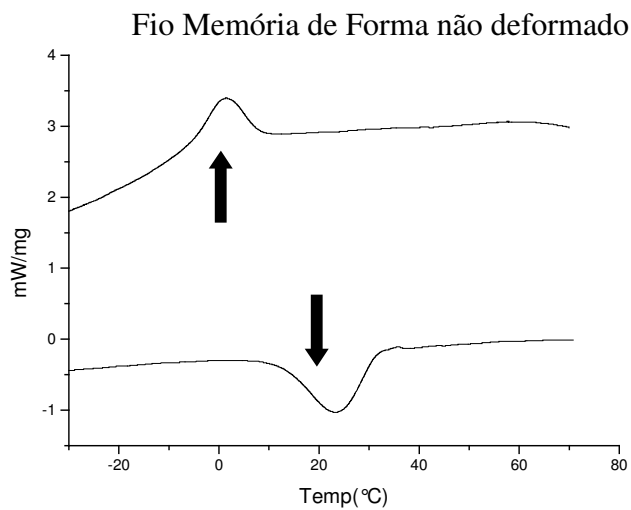


Figura 5.16 - Curva de DSC para o fio Memória de Forma não deformado. Observar 1 pico no aquecimento e 1 no resfriamento.

Tabela V.3 - Temperaturas de transformação martensítica e reversa de amostras de fios ortodônticos deformados.

Amostra	Mi	Mf	Ri	Rf	Ai	Af
Superelástico	38,74°C	27,55°C	-	-	39,43°C	46,17°C
	39,45°C	27,02°C	-	-	34,99°C	44,65°C
	39,52°C	28,52°C	-	-	36,41°C	45,77°C
Média	39,23°C	27,69°C	-	-	36,94°C	45,53°C
Desvio	(0,4)	(0,8)	-	-	(2,3)	(0,8)
Multifilamentar	14,51°C	0,81°C	-7,26°C	3,93°C	9,56°C	20,35°C
	9,89°C	3,86°C	-7,38°C	3,38°C	7,87°C	15,52°C
	10,22°C	3,80°C	-9,02°C	2,64°C	8,0°C	17,01°C
Média	11,54°C	2,80°C	-7,88°C	3,31°C	8,47°C	17,62°C
Desvio	(2,5)	(1,7)	(1,0)	(0,6)	(0,9)	(2,4)
Memória de Forma	3,53°C	-5,68°C	-	-	17,74°C	34,97°C
	3,72°C	-3,44°C	-	-	13,96°C	34,40°C
	3,11°C	-5,37°C	-	-	12,35°C	34,92°C
Média	3,45°C	-4,83°C	-	-	14,68°C	34,76°C
Desvio	(0,3)	(1,2)	-	-	(2,7)	(0,3)

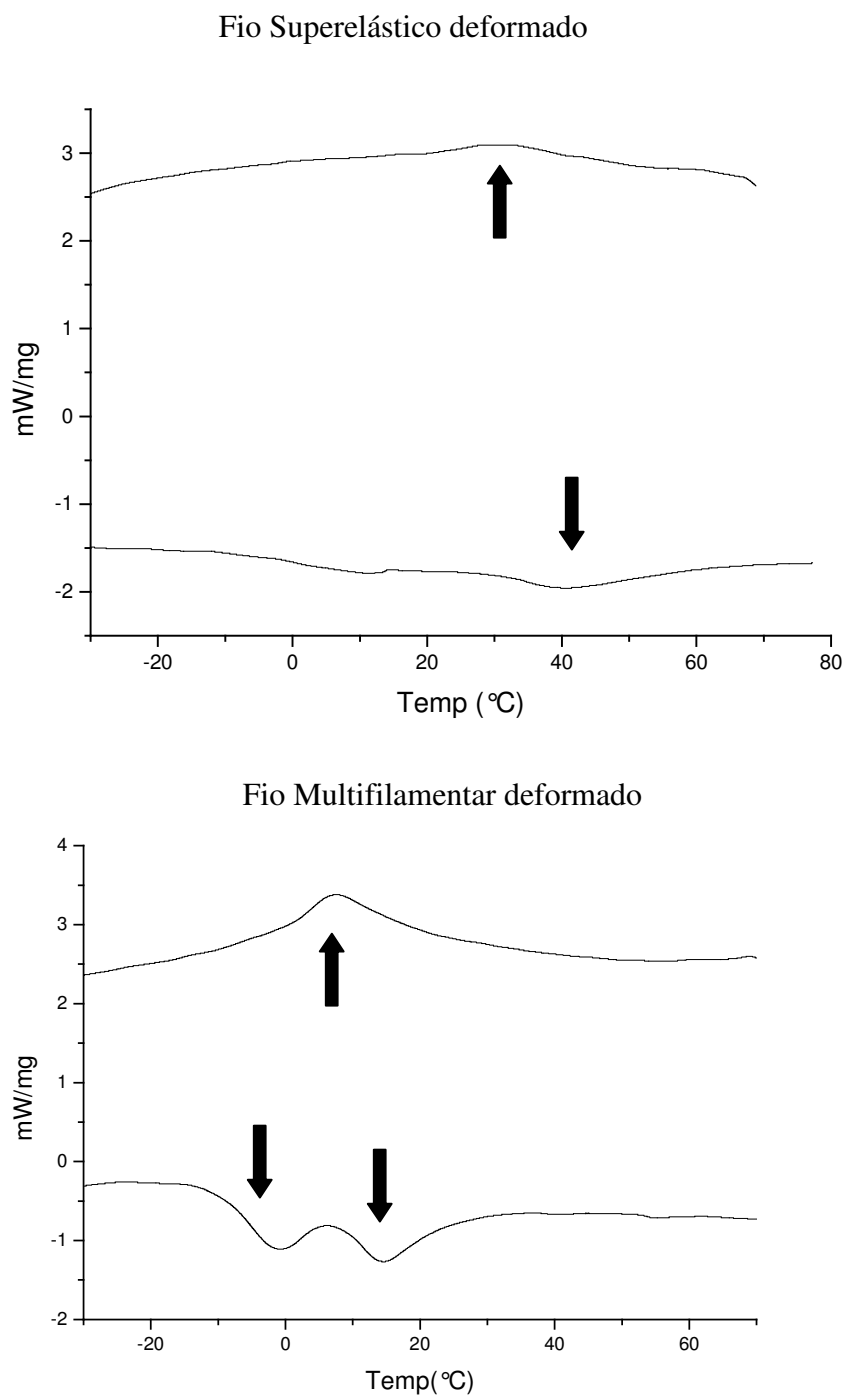


Figura 5.17 Curva de DSC para o fio Superelástico (amostra 1) e Multifilamentar (amostra 2) deformados. O padrão de picos permaneceu o mesmo dos fios não deformados, somente houve aumento na maioria das temperaturas de transformação.

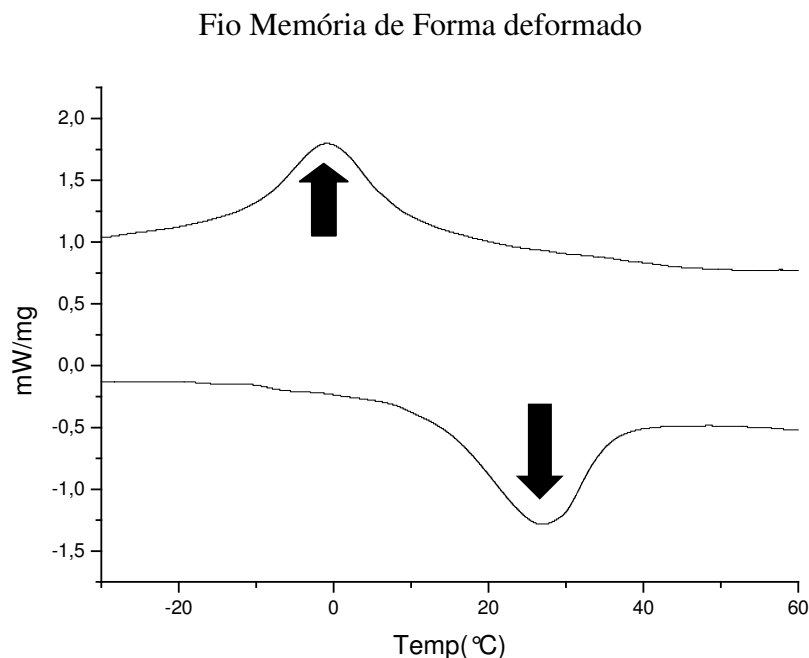


Figura 5.18 - Curva de DSC para o fio Memória de Forma (amostra 3) deformado. O padrão de picos permaneceu o mesmo do fio não deformado, somente houve aumento na maioria das temperaturas de transformação.

Moore et al. (1999), em um estudo da variação da temperatura intrabucal em um período de 24 horas, verificaram que as temperaturas no local do incisivo variavam entre 33°C e 37°C em 79% do tempo, abaixo de 33°C em 20% do tempo e acima de 37°C em apenas 1% do tempo. Já a avaliação para a área do pré-molar, os tempos das variações de temperatura foram 92%, 6% e 2%. As temperaturas mais frequentes para as duas áreas foram de 35° e 36°C. A partir desses dados pôde-se verificar que as médias das temperaturas A_f (44,52°C) e A_i (38,67°C) do fio Superelástico não deformado estavam acima das temperaturas intrabucais mais frequentes e a média da temperatura M_i (32,92°C), dentro da faixa das temperaturas intrabucais mais frequentes, nesse caso a fase martensítica está sendo nucleada na quase totalidade do tempo, exceto de acordo com Longman e Pearson (1987) durante a ingestão de alimentos e bebidas quentes, que a liga se torna totalmente austenítica ou na ingestão de alimentos ou bebidas frias, que a liga se torna totalmente martensítica (Tabela V.2). Outra observação

a ser feita é que a ocorrência da SE, nas condições mencionadas acima, é incompatível para essa liga, já que esse fenômeno ocorre quando a liga está em uma temperatura superior à A_f (Otsuka e Wayman, 1998). O resultado obtido por DRX é compatível com o de DSC para este fio, pois a temperatura M_i ($32,92^\circ\text{C}$) era maior que a ambiente, permitindo o aparecimento de fase martensítica e austenítica no difratograma. Quanto à baixa resolução dos picos observada (Fig. 5.14), esta pode ser explicada por uma maior porcentagem de trabalho a frio seguida de recozimento a baixas temperaturas, onde as deslocamentos associadas com altos níveis de deformação plástica geram tensões internas que restringem a martensita de se transformar em austenita. Essa fase martensítica permanece “retida” na microestrutura até as deslocamentos serem removidas pelo recozimento. Assim, a geração de martensita “retida” na microestrutura reduz o calor latente de transformação devido ao pouco material sob transformação. Esse tratamento termomecânico também poderia justificar as altas temperaturas de transformação vistas para esta amostra (Miller e Lagoudas, 2001). De acordo com o fabricante (3M-Unitek) esse fio tem como características a fácil instalação nas canaletas dos braquetes, geração de forças contínuas e de pequena magnitude em uma faixa de variação entre o “Nitinol Termo-ativado” e o “Nitinol clássico”.

Para o fio Multifilamentar não deformado as médias das temperaturas A_f ($16,64^\circ\text{C}$) e A_i ($8,47^\circ\text{C}$) estavam abaixo das temperaturas intrabucais mais frequentes. Nesse caso, a fase austenítica está presente na quase totalidade do tempo, exceto na ingestão de alimentos ou bebidas frias, em que a liga se torna martensítica (Tabela V.2). Nas condições mencionadas acima, a superelasticidade é compatível com estas características da liga. Entretanto, o resultado obtido por DRX é incompatível com o de DSC para esta amostra, pois a temperatura A_f ($16,64^\circ\text{C}$) era menor que a ambiente, permitindo somente o aparecimento de fase austenítica no difratograma. A liga apresentou dois picos no aquecimento (fase R e fase austenítica) como pode ser visto na Figura 5.15. O aparecimento da fase R se deve à ocorrência de precipitados coerentes (Ni_4Ti_3) na matriz austenítica no recozimento (Saburi, 1998). Nesse caso, provavelmente foi utilizada uma maior porcentagem de trabalho a frio associado ao recozimento em torno de 500°C , para que a fase R fosse estabilizada pelos defeitos gerados na trefilação a frio e subsequente recozimento (Miller e Lagoudas, 2001;

Kurita, 2004; Ramaiah et al., 2005). Quanto ao tratamento térmico, pode-se dizer que a liga foi submetida a tempos intermediários de envelhecimento de acordo com Allafi et al. (2002)

As médias das temperaturas A_f (32,12°C) e A_i (13,02°C) para o fio Memória de Forma não deformado estavam abaixo das temperaturas intrabucais mais freqüentes, nesse caso a fase austenítica está presente na quase totalidade do tempo, exceto na ingestão de alimentos ou bebidas frias (Tabela V.2). Nesse caso, a superelasticidade é compatível para essa liga e o resultado obtido por DRX é compatível com o de DSC para este fio, pois a temperatura A_f (32,12°C) era maior que a ambiente, permitindo o aparecimento de fase austenítica e martensítica no difratograma.

Nos resultados obtidos para todos os fios deformados ocorreram pequenos aumentos nas temperaturas A_f , além de aumentos em outras temperaturas de transformação em relação aos fios não deformados (Tabelas V.3 e V.4; Fig. 5.17 e 5.18). Isto pode ter ocorrido seguindo a relação de Clausius-Clapeyron em que a tensão necessária para induzir a transformação é uma função linear da temperatura (Miyazaki et al., 1995). A tensão induzida consome a fase austenítica por crescimento das variantes de martensita (Es-Souni et al., 2001), necessitando de um incremento da temperatura para que ocorra a transformação reversa. Os picos mantiveram o mesmo padrão dos fios não deformados, variando somente as temperaturas de transformação. A partir desses resultados pode-se pensar que as temperaturas A_f de fios não deformados não correspondem, na prática clínica, às temperaturas necessárias para que ocorra a formação total de austenita.

5.2. Avaliação do comportamento mecânico dos fios em torção

Os fios como recebidos dos fabricantes foram ensaiados de forma a se verificar o comportamento mecânico dos mesmos até deflexão angular máxima, e se possível até a ruptura. Como nenhum dos fios fraturou durante os ensaios até a deflexão angular máxima do equipamento, foi considerada a deflexão angular de 500° e valores médios de torque máximo até deflexão angular de 500° para comparação dos resultados obtidos (Fig. 3.19, 3.20, 3.21 e 3.22).

Tabela V.4 - Diferença entre as temperaturas de transformação martensítica e reversa de amostras de fios ortodônticos não deformados e deformados.

Amostra	Mi	Mf	Ri	Rf	Ai	Af
Superelástico Reto (Média)	32,92°C	23,42°C	-	-	38,67°C	44,52°C
Superelástico Dobrado (Média)	39,23°C	27,69°C	-	-	36,94°C	45,53°C
Diferença entre as médias (2° - 1°)	<u>+ 6,31</u>°C	<u>+ 4,27</u>°C	-	-	- 1,73 °C	<u>+ 1,01</u>°C
Multifilamentar Reto (Média)	8,31°C	8,73°C	0,72°C	4,16°C	8,47°C	16,64°C
Multifilamentar Dobrado (Média)	11,54°C	2,80°C	-7,88°C	3,31°C	8,47°C	17,62°C
Diferença entre as médias (2° - 1°)	<u>+ 3,23</u>°C	- 5,93 °C	-7,16 °C	- 0,85 °C	0 °C	<u>+ 0,85</u>°C
Memória de Forma Reto (Média)	7,76°C	-1,95°C	-	-	13,02°C	32,12°C
Memória de Forma Dobrado (Média)	3,45°C	-4,83°C	-	-	14,68°C	34,76°C
Diferença entre as médias (2° - 1°)	- 4,31 °C	- 2,88 °C	-	-	<u>+ 1,66</u>°C	<u>+ 2,64</u>°C

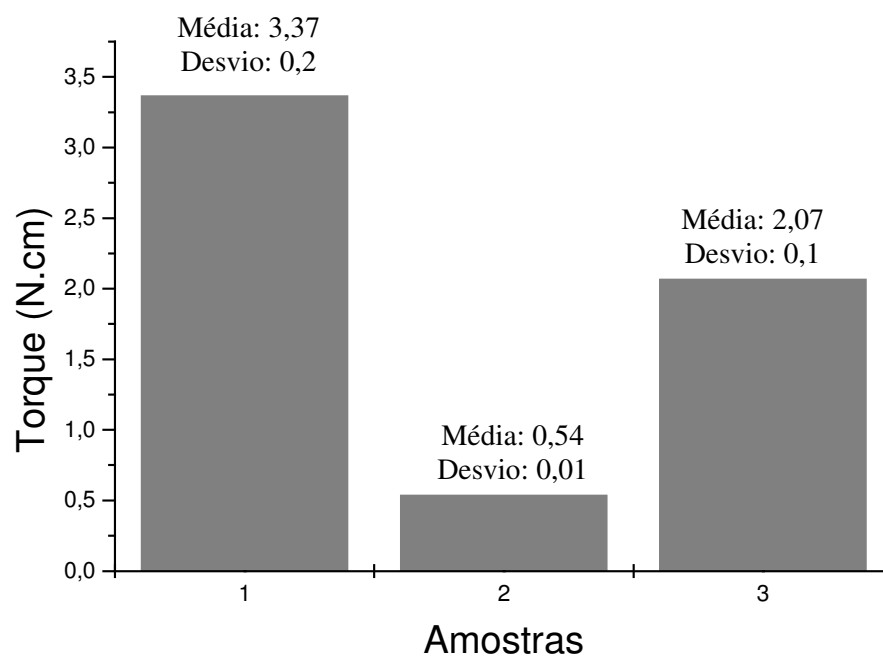


Figura 5.19 - Valores médios de torque para deflexão angular de 500° para os fios (1) Superelástico; (2) Multifilamentar e (3) Memória de Forma.

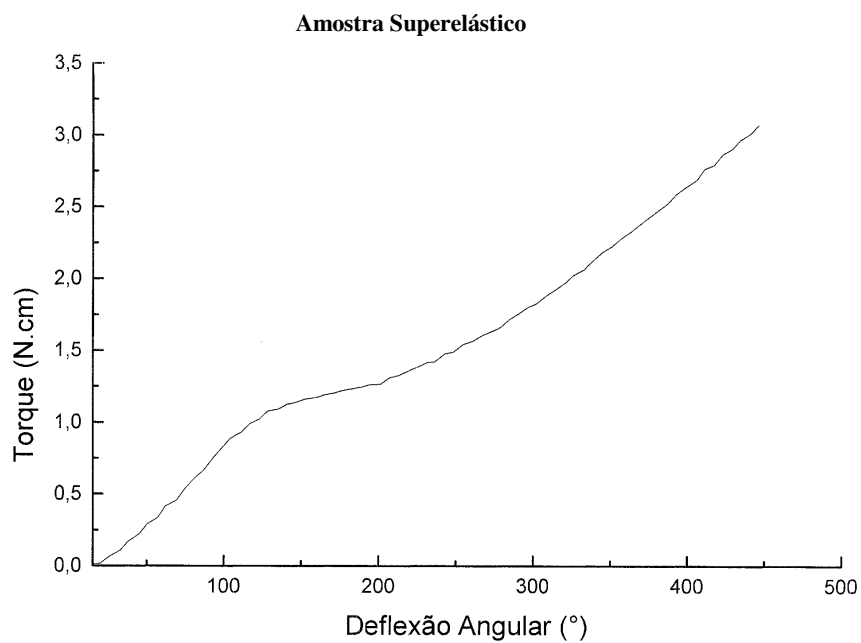


Figura 5.20 - Curva de torção do Fio Superelástico.

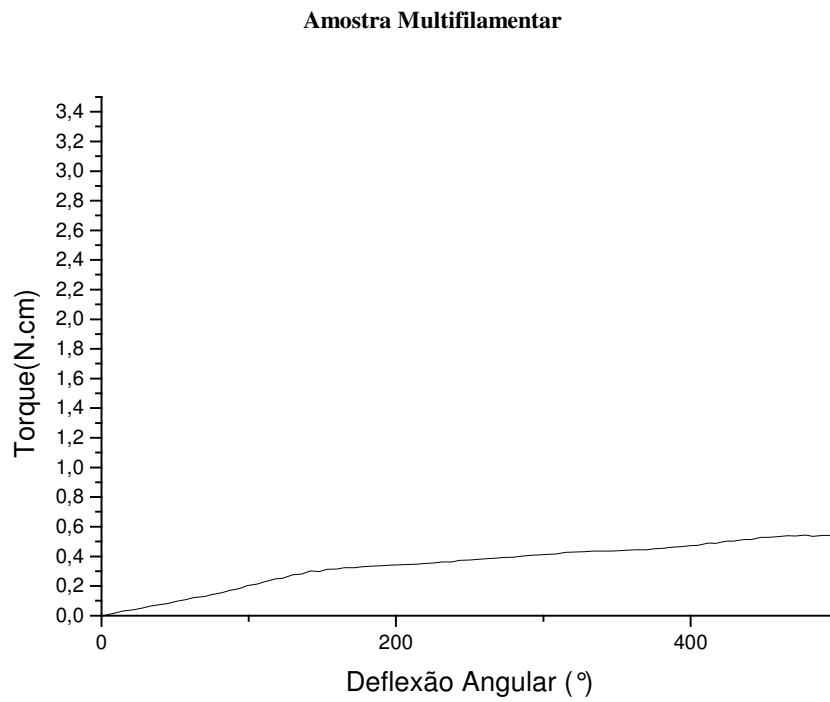


Figura 5.21 - Curva de torção do Fio Multifilamentar.

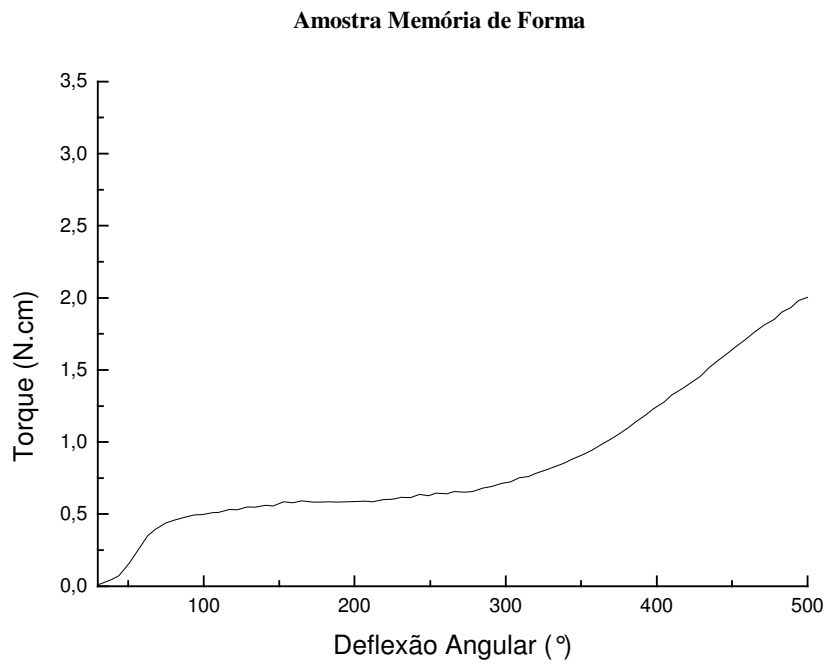


Figura 5.22 - Curva de torção do fio Memória de Forma.

Os resultados obtidos nesta etapa permitiram concluir que os fios ortodônticos analisados apresentaram comportamentos mecânicos bastante distintos quando submetidos à torção à temperatura ambiente. O fio Superelástico apresentou o maior torque para a indução da martensita, seguido pelo fio Memória de Forma e por último, com o menor torque, o fio Multifilamentar.

À temperatura ambiente o fio Superelástico (A_f 44,41°C, M_i 32,92°C e M_f 23,42°C) teve seu carregamento feito em temperatura abaixo da M_i e acima de M_f . Nesta condição provavelmente havia estrutura martensítica maclada com variantes de orientações diferentes. A deformação ocorreu por dois processos: (a) movimento de contornos de placas e maclas de martensita, com o crescimento de uma variante melhor orientada em relação à tensão aplicada e (b) por formação de martensita induzida por tensão no carregamento. A curva se mostrou aguda no ponto de escoamento, onde iniciaria a formação de martensita induzida por tensão, estando de acordo com Melton e Mercier (1979) e Miyasaki et al. (1981). Como o carregamento da liga não ocorreu em temperatura acima de A_f no experimento, não pôde ser observada a SE para este fio. Da mesma forma, durante a aplicação clínica, esse fio não apresenta características de superelasticidade, pois a temperatura A_f é muito alta e somente em poucos períodos a temperatura intrabucal chegaria a 44,52°C. Desta forma esta liga deveria ser classificada como martensítica, martensita estável ou NiTi estável.

Já no fio Memória de Forma a temperatura A_f (32,12°C) era maior que a ambiente e A_i (8,47°C) menor, indicando que o carregamento foi feito em uma estrutura mista. Neste fio a deformação ocorreu com (7,76°C) $M_i < (25^\circ\text{C}) T_d < (32,12^\circ\text{C}) A_f$, sendo que a martensita se formou por indução de tensão no carregamento e se manteve estável por estar abaixo da temperatura A_f do material (Melton e Mercier, 1979; Miyasaki et al., 1981). Esta liga durante a aplicação clínica apresenta o EMF, pois a temperatura de 32,12°C é facilmente alcançada, devendo ser classificada como ativação martensítica, memória de forma ou NiTi ativo.

No fio Multifilamentar (A_f 16,64°C) a deformação ocorreu através da formação de MIT, pois $A_f < T_d$ (Melton e Mercier, 1979; Miyasaki et al., 1981), sendo considerado uma

liga superelástica, neste aspecto. O fio apresentou um aumento de tensão suficiente para que ocorresse a completa transformação, mas não alcançou uma tensão suficiente para que se deformasse elasticamente, portanto ao se remover a tensão, a deformação é recuperada.

5.3. Avaliação do comportamento mecânico dos fios em torção cíclica

5.3.1. Ensaio de torção cíclica

As amostras como recebidas dos fabricantes foram ensaiadas de forma a se verificar o comportamento em torção cíclica até deflexão angular máxima de 45°. Foram observados os valores médios de torque até deflexão angular de 45° para os 1°, 20° e 60° ciclos para comparação dos resultados obtidos (Fig. 3.23, 3.24, 5.25, e Tab. V.5).

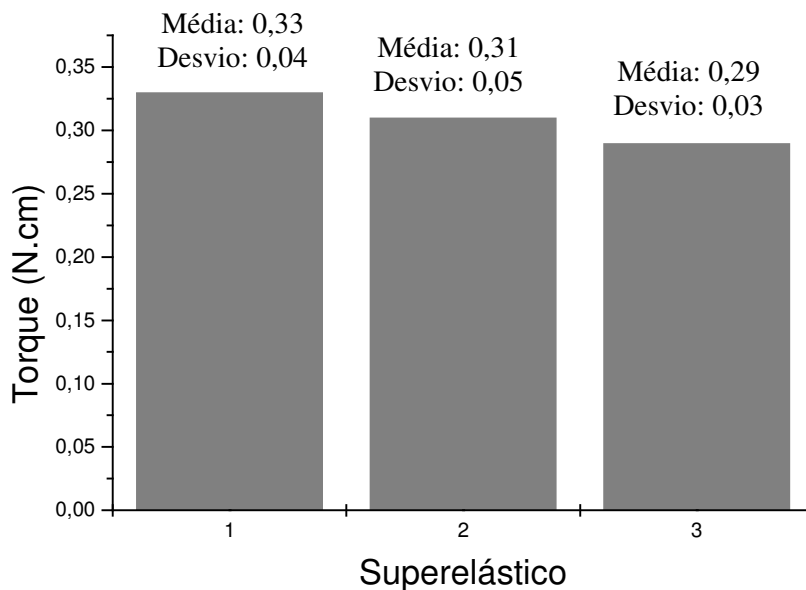


Figura 5.23 - Média de valores de torque para deflexão angular de 45° para: (1) 1°, (2) 20° e (3) 60° ciclos de torção para o fio Superelástico.

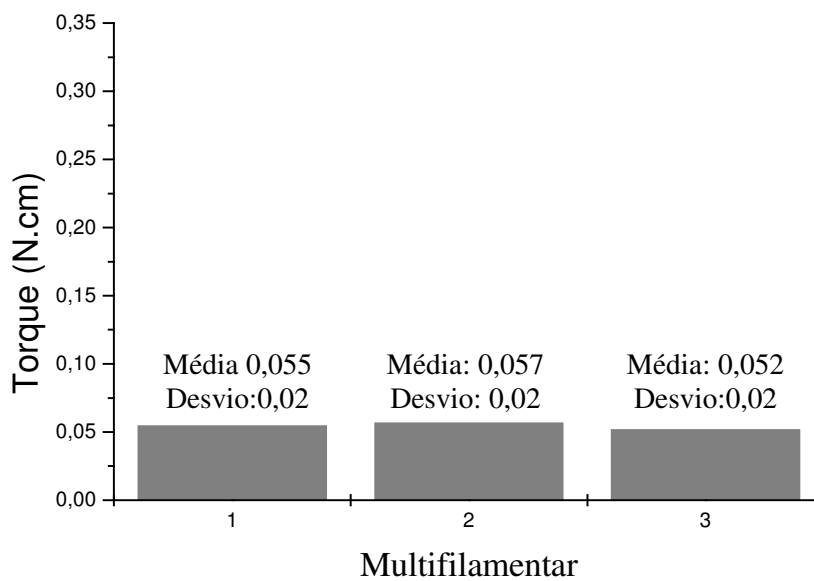


Figura 5.24 - Média de valores de torque para deflexão angular de 45° para: (1) 1°, (2) 20° e (3) 60° ciclos de torção para o fio Multifilamentar.

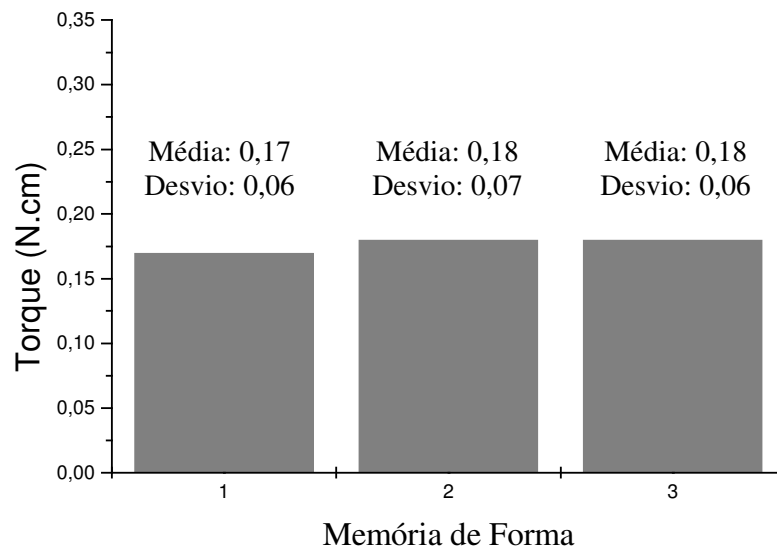


Figura 5.25 - Média de valores de torque para deflexão angular de 45° para: (1) 1°, (2) 20° e (3) 60° ciclos de torção para o fio Memória de Forma.

Observou-se que os valores de torque a 45° não variaram de maneira apreciável com o número de ciclos, indicando que a deflexão angular considerada encontrava-se ou na região de deformação elástica ou no início da região de reorientação de variantes. Em ligas endurecidas por precipitação, o patamar de tensão pode ser conservado mesmo após 100 ciclos (Melton e Mercier, 1979; Miyazaki et al., 1982).

5.3.2. Aspectos morfológicos da superfície após ensaios de torção cíclica

As amostras submetidas a 60 ciclos de torção cíclica foram observadas por MEV e os resultados obtidos podem ser vistos nas Figuras 5.26, 5.27 e 5.28.

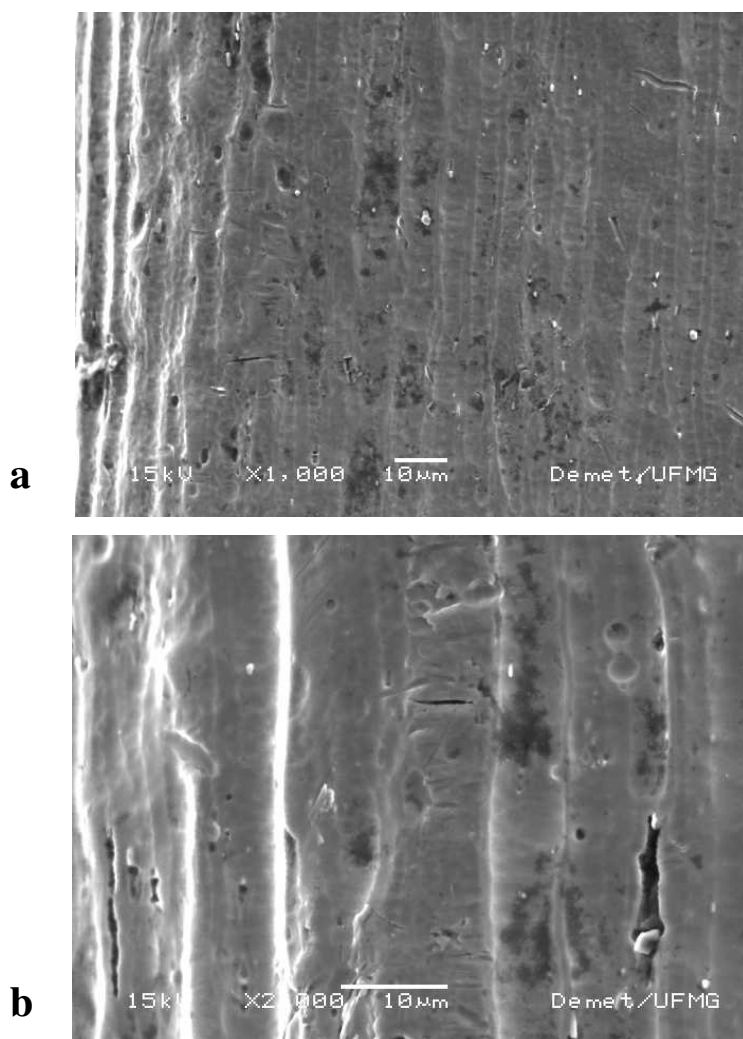


Figura 5.26 - MEV do fio Superelástico, submetido a 60 ciclos de torção (a) e (b).

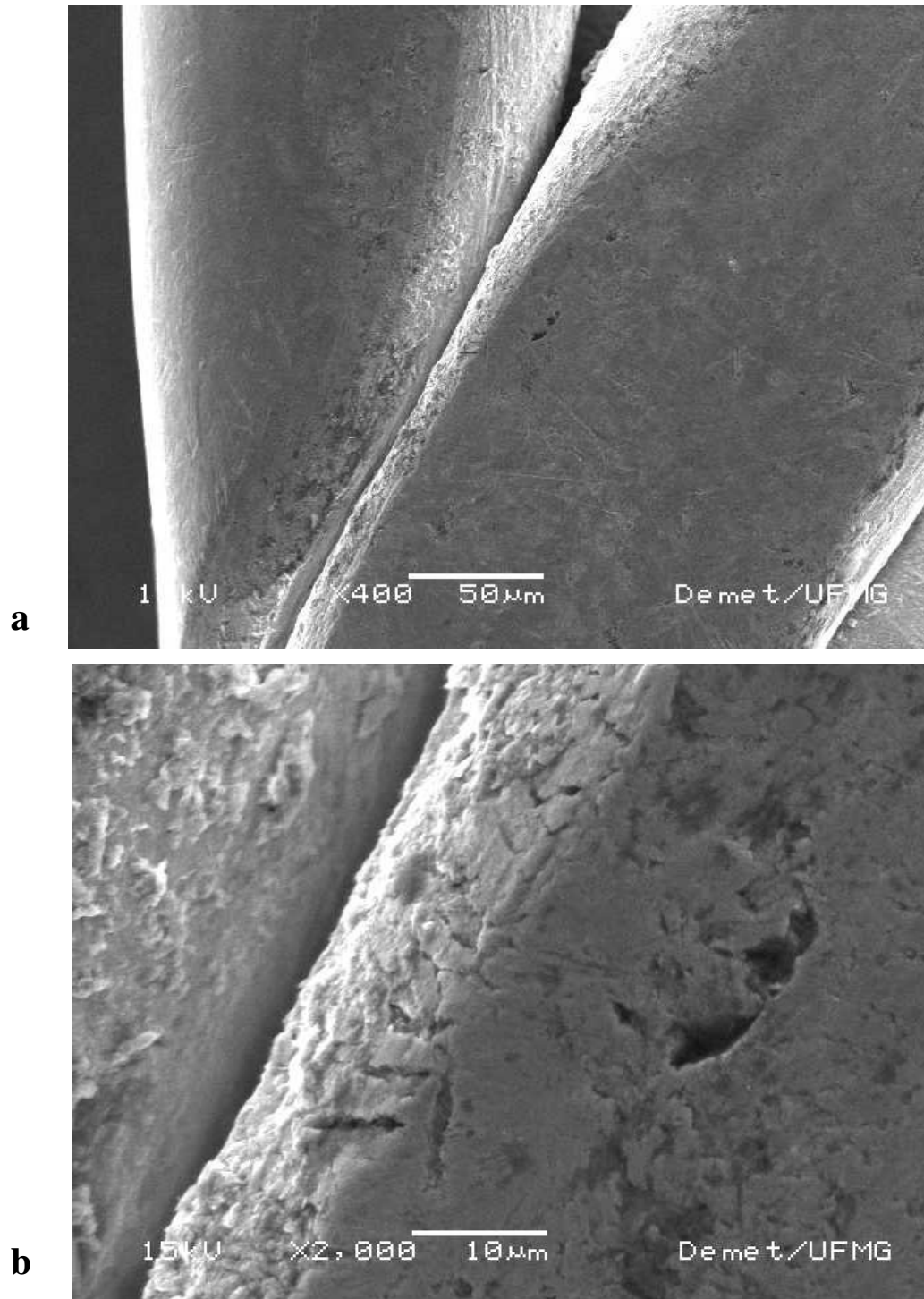


Figura 5.27 - MEV do fio Multifilamentar, submetido a 60 ciclos de torção. (a) e (b).

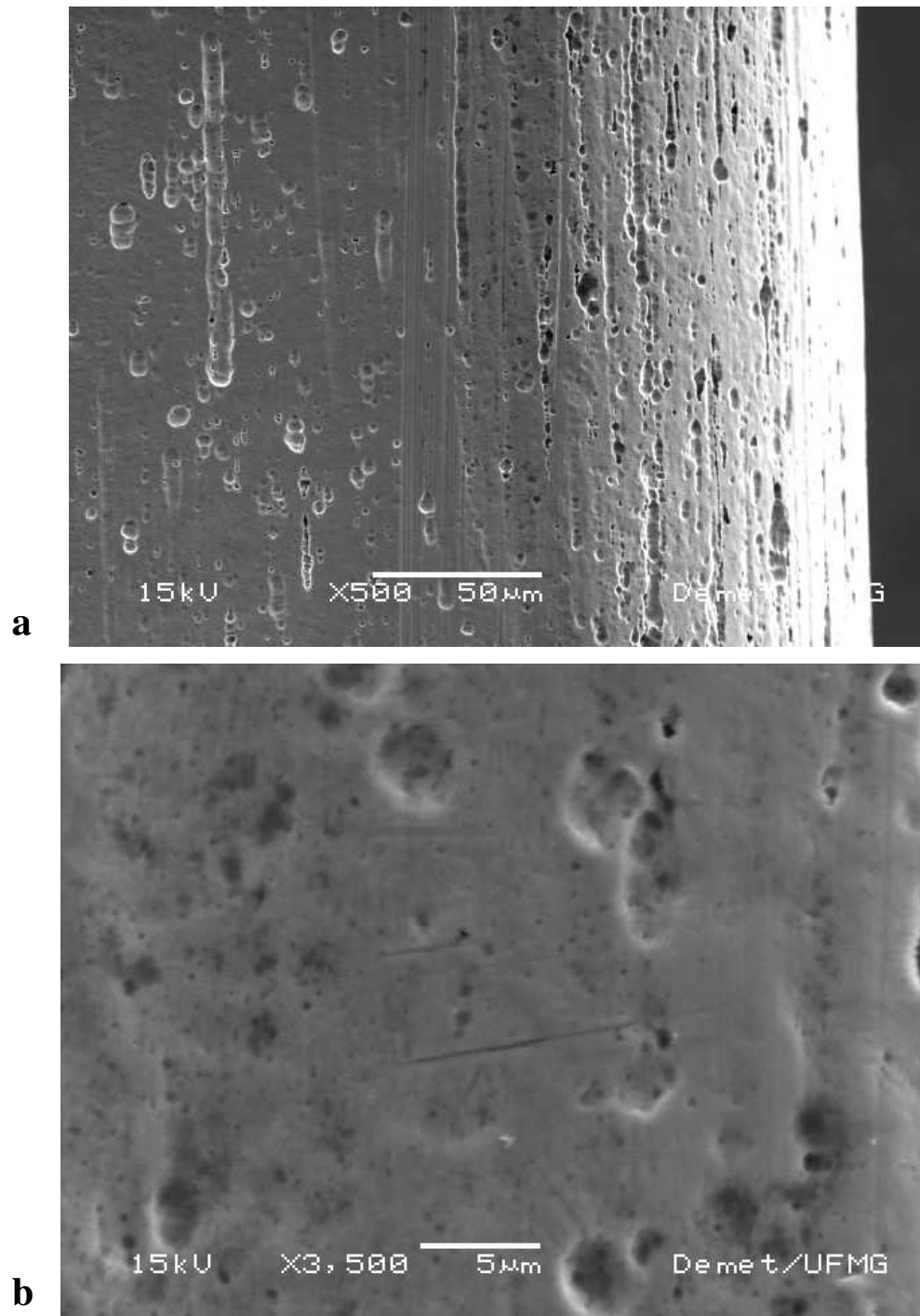


Figura 5.28 - MEV do fio Memória de Forma, submetido a 60 ciclos de torção (a) (b).

A análise por MEV da superfície de fios ortodônticos após 60 ciclos em torção até 45° não mostrou alterações tais como micro-trincas, trincas ou alguma deformação da superfície (Fig. 5.26, 5.27 e 5.28), estando de acordo com os resultados de torção cíclica, apesar de alguns trabalhos relatarem que fios ortodônticos exibiram fraturas na boca após alguns meses de instalação dos mesmos (Harris et al., 1988; Yokoyama et al., 2001).

5.3.3. Temperaturas de transformação após torção cíclica

As temperaturas de transformação martensítica e reversa das amostras submetidas a 60 ciclos de torção e as curvas de DSC podem ser vistas na Tabela V.5 e Figura 5.29 e 5.30.

Tabela V.5 - Temperaturas de transformação martensítica e reversa de amostras de fios ortodônticos submetidos a 60 ciclos de torção.

Amostra	Mi	Mf	Ri	Rf	Ai	Af
Superelástico	42,22°C	25,83°C	-	-	28,87°C	42,92°C
	39,64°C	27,76°C	-	-	28,41°C	45,45°C
	40,34°C	26,29°C	-	-	34,49°C	45,74°C
Média	40,73°C	26,62°C	-	-	30,59°C	44,69°C
Desvio	(1,3)	(1,3)	-	-	(3,4)	(1,5)
Multifilamentar	7,40°C	3,95°C	-5,53°C	2,21°C	6,71°C	15,19°C
	7,67°C	3,63°C	-10,07°C	2,48°C	5,94°C	14,24°C
	7,94°C	2,81°C	-5,88°C	2,09°C	6,82°C	15,12°C
Média	7,67°C	3,46°C	-7,16°C	2,26°C	6,49°C	14,85°C
Desvio	(0,3)	(0,6)	(2,5)	(0,2)	(0,5)	(0,5)
Memória de Forma	2,57°C	-3,76°C	-	-	11,03°C	33,32°C
	2,31°C	-2,14°C	-	-	9,35°C	30,31°C
	2,50°C	-3,05°C	-	-	10,37°C	31,65°C
Média	2,46°C	-2,98°C	-	-	10,25°C	31,76°C
Desvio	(0,1)	(0,1)	-	-	(0,8)	(1,5)

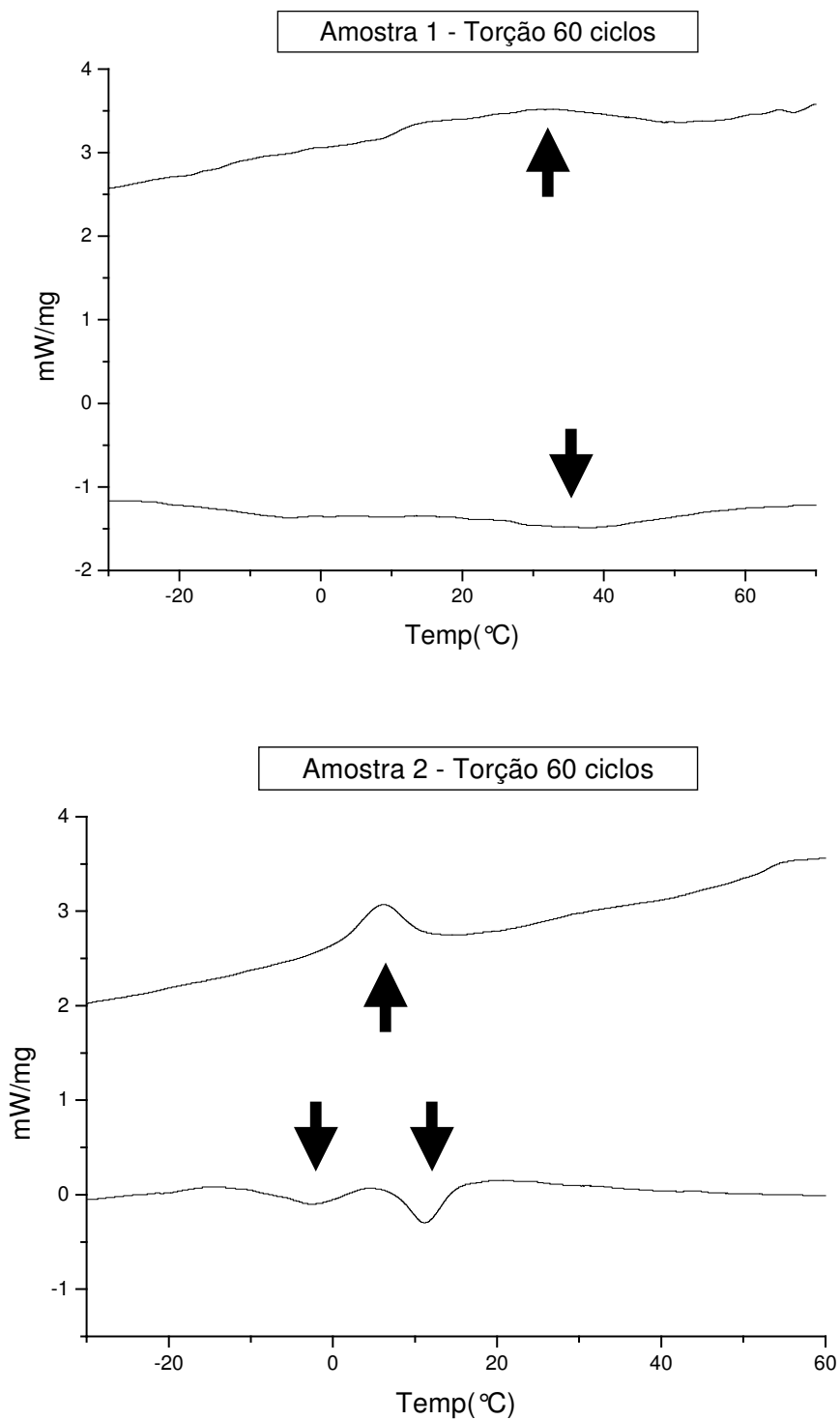


Figura 5.29 - Curvas obtidas por DSC dos fios Superelástico (Amostra 1) e Multifilamentar (Amostra 2) submetidos a 60 ciclos de torção.

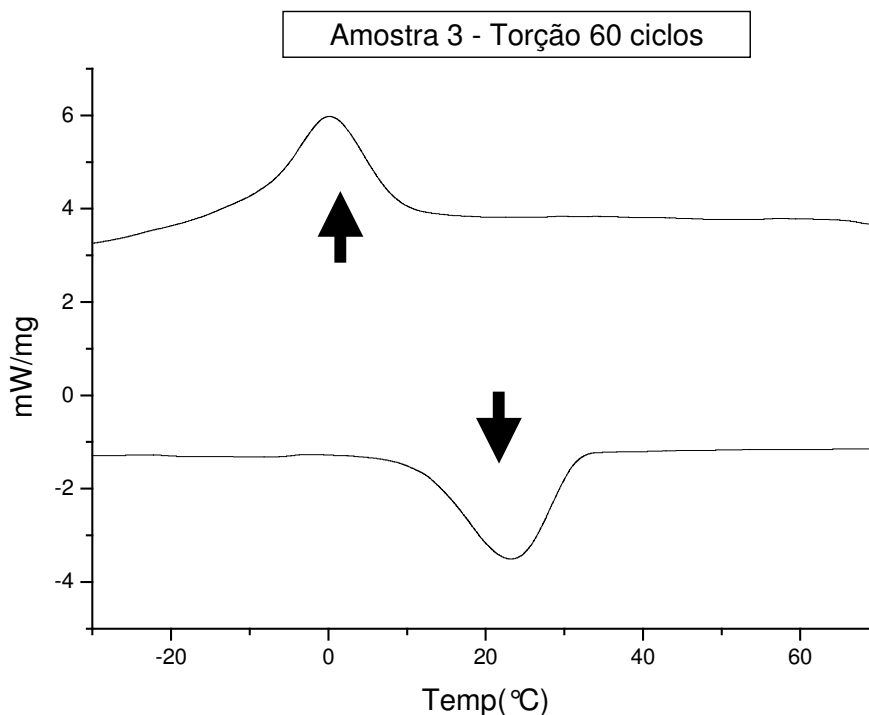


Figura 5.30 - Curva obtida por DSC do fio Memória de Forma (Amostra 3) submetido a 60 ciclos de torção.

Após os 60 ciclos de torção, houve uma redução em todas as temperaturas de transformação martensítica e reversa exceto nas temperaturas M_i e M_f da amostra Superelástico que aumentaram (Tab.V.6). Esses resultados indicam que ocorreu uma geração de deslocações provocada pelos 60 ciclos em todas as amostras. Isso causou um treinamento nas amostras que adquiriram uma orientação preferencial na variação de forma da rede. Os arranjos preferenciais das deslocações se desenvolveram a partir das baixas tensões aplicadas. No fio superelástico a deformação ocorreu em temperaturas próximas a M_f por reorientação de variantes, que induziram defeitos que desestabilizaram a martensita. Estes defeitos que são herdados pela austenita contribuíram para a formação da martensita no resfriamento. O que pode justificar as temperaturas mais altas de M_f e M_i . No fio multifilamentar a deformação foi feita no fio austenítico, ocorrendo transformação por MIT. Já no fio Memória de Forma a estrutura

deformada era composta por austenita e martensita (estrutura mista), provocando a reorientação e a indução da formação de martensita em pouca quantidade.

Tabela V.6 - Diferença entre as temperaturas de transformação martensítica e reversa de amostras de fios ortodônticos não deformados e submetidos a 60 ciclos.

Amostra	Mi	Mf	Ri	Rf	Ai	Af
Superelástico Reto (Média)	32,92°C	23,42°C	-	-	38,67°C	44,52°C
Superelástico 60 ciclos (Média)	40,73°C	26,62°C	-	-	30,59°C	44,69°C
Diferença entre as médias (2° - 1°)	+7,81°C	+3,20°C	-	-	-8,08°C	-0,17°C
Multifilamentar Reto (Média)	8,31°C	8,73°C	0,72°C	4,16°C	8,47°C	16,64°C
Multifilamentar 60 ciclos (Média)	7,67°C	3,46°C	-7,16°C	2,26°C	6,49°C	14,85°C
Diferença entre as médias (2° - 1°)	-0,64°C	-5,27°C	-6,34°C	-2,90°C	-1,98°C	-1,79°C
Memória de Forma Reto (Média)	7,76°C	-1,95°C	-	-	13,02°C	32,12°C
Memória de Forma 60 ciclos (Média)	2,46°C	-2,98°C	-	-	10,25°C	31,76°C
Diferença entre as médias (2° - 1°)	-5,30°C	-1,03°C	-	-	-2,77°C	-0,36°C

5.3.4. Torção após torção cíclica

Como nenhum dos fios fraturou após torção cíclica, os valores de torque foram considerados nas deflexões angulares de 2.512° e 500° para comparação dos resultados (Fig.5.31, 5.32, 5.33, 5.34 e 5.35).

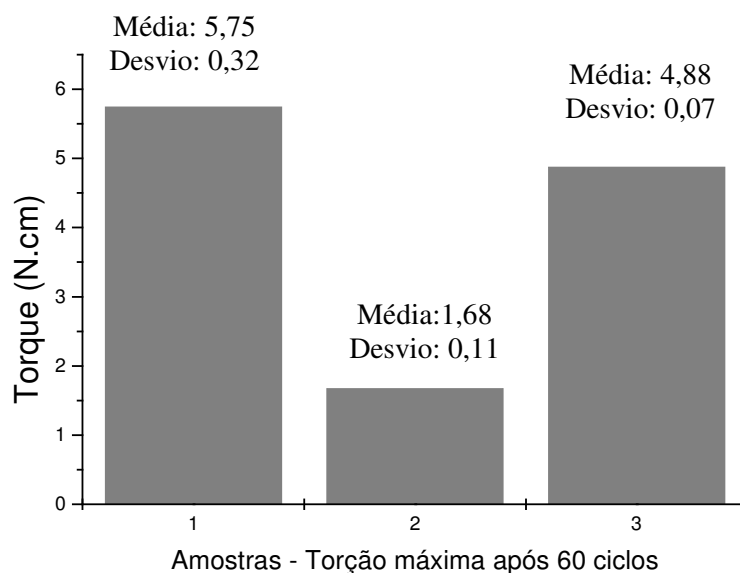


Figura 5.31 - Média de valores de torque após 60 ciclos de torção para deflexão angular de 2.512° para os três fios: (1) Superelástico; (2) Multifilamentar e (3) Memória de Forma.

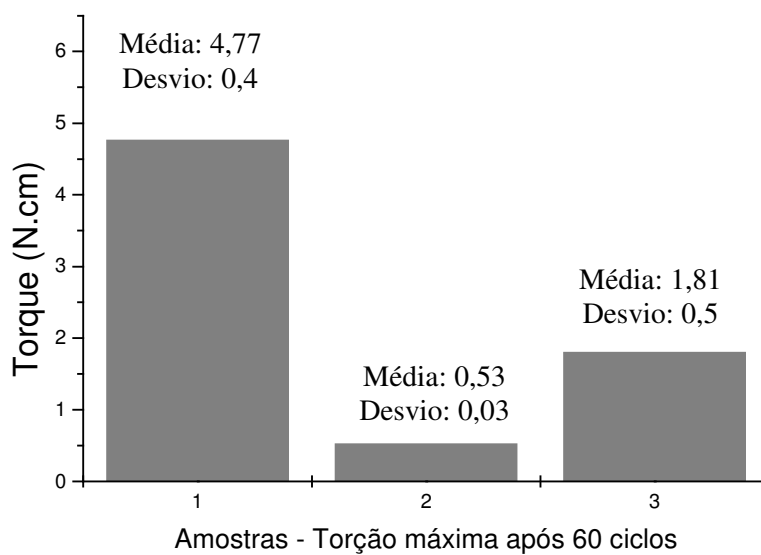


Figura 5.32 - Média de valores de torque após 60 ciclos de torção para deflexão angular de 500° para os três fios: (1) Superelástico; (2) Multifilamentar e (3) Memória de Forma.

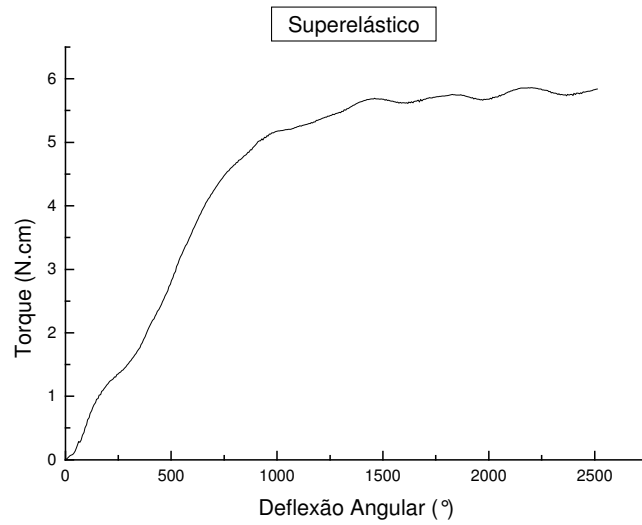


Figura 5.33 - Curva de torção após torção cíclica do fio Superelástico.

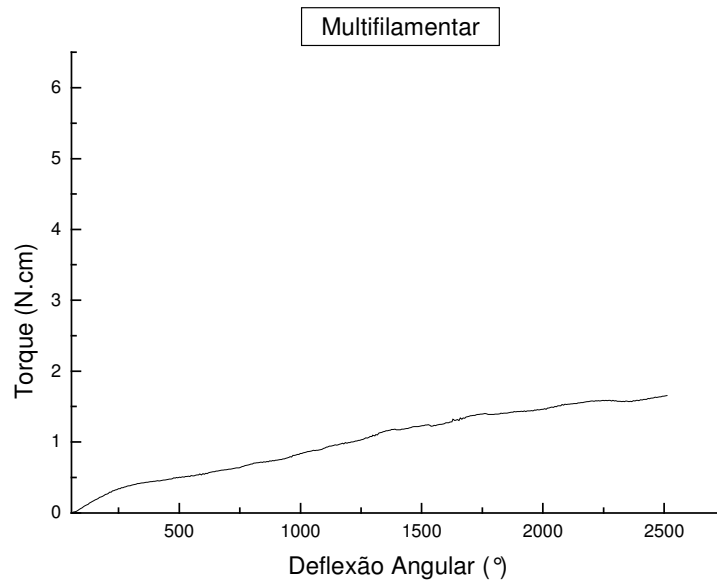


Figura 5.34 - Curva de torção após torção cíclica do fio Multifilamentar.

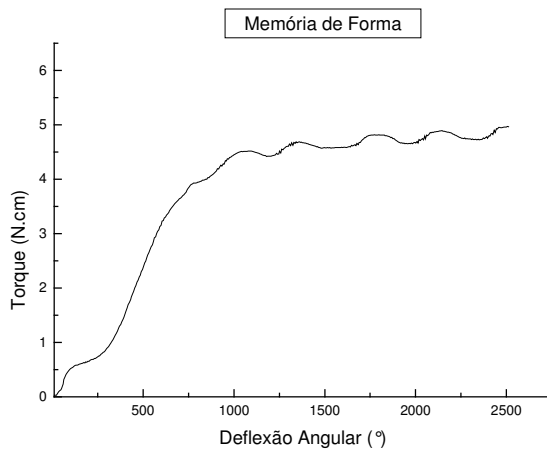


Figura 5.35 - Curva de torção após torção cíclica do fio Memória de Forma.

Quanto ao comportamento das amostras em torção após 60 ciclos de torção, observou-se que somente na amostra Superelástico houve um discreto aumento do valor médio de torque para a deflexão angular de 500° , sendo que nas duas outras amostras não houve alterações significativas. Isso mostra que os ciclos de torção não tiveram influência significativa sobre o comportamento mecânico dos fios, indicando que a deflexão angular considerada encontrava-se ou na região de deformação elástica ou no início da região de reorientação de variantes, como já foi dito anteriormente. Estes resultados indicam, na prática clínica, que a utilização por mais vezes do mesmo fio não alteraria as propriedades mecânicas dos mesmos, porém mais estudos devem ser feitos correlacionando a influência do ambiente bucal e da esterilização com as propriedades mecânicas dos mesmos. As áreas de ondulação observadas nas curvas de torção após torção cíclica indicam uma deformação não homogênea (Deformação de Lüders) associada ao fato que a tensão necessária para a formação de variantes de martensita é maior que a tensão necessária para o crescimento (Otsuka e Ren, 2005).

5.4. Avaliação do comportamento mecânico dos fios em tração

Foram utilizados os valores de tensão de transformação da austenita para a martensita, o limite de resistência e a deformação até a fratura para cada amostra como pode ser visto na Figura 5.36. Os gráficos de tensão-deformação para as amostras estão representados nas Figuras 5.37, 5.38 e 5.39.

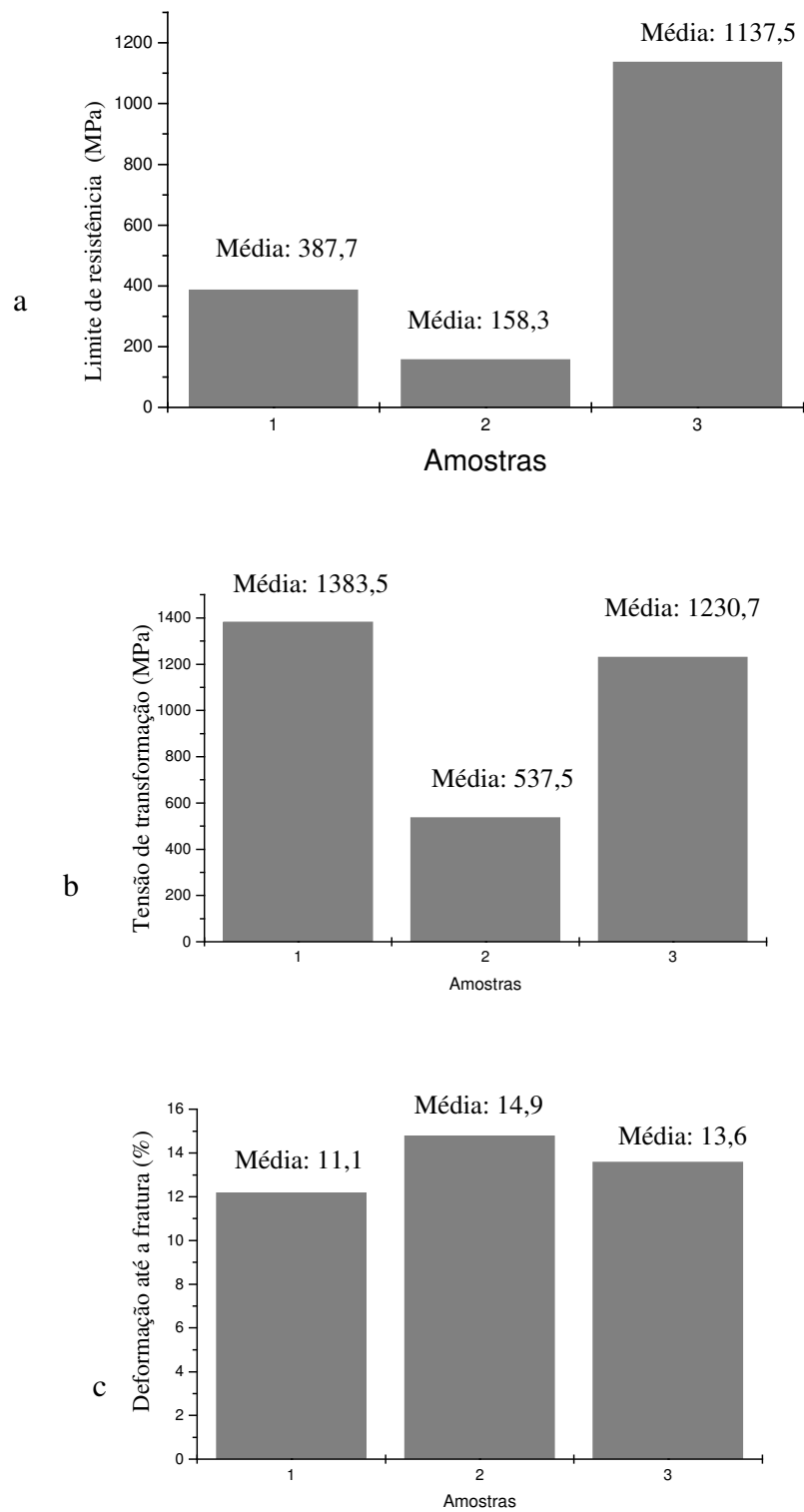


Figura 5.36. Média dos valores de (a) limite de resistência; (b) tensão de transformação(MPa) e (c) deformação até a fratura dos fios (1) Superelástico; (2) Multifilamentar e (3) Memória de Forma.

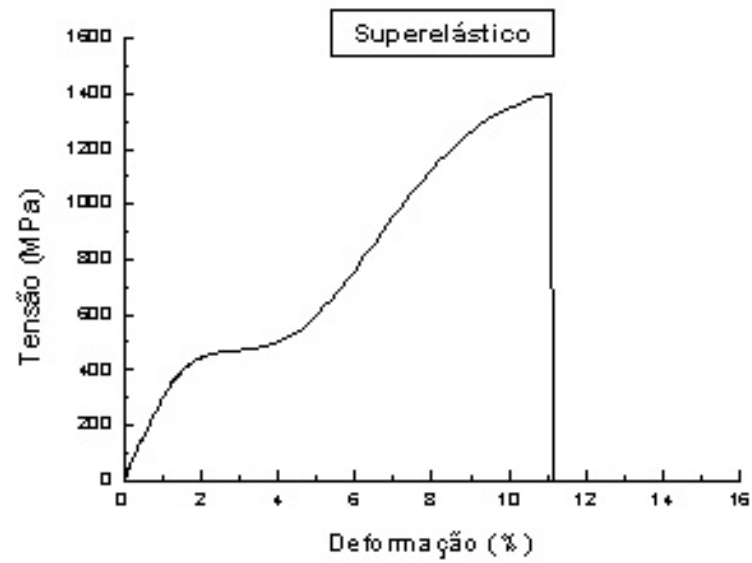


Figura 5.37. Curva tensão-deformação do fio Superelástico obtida por tração.

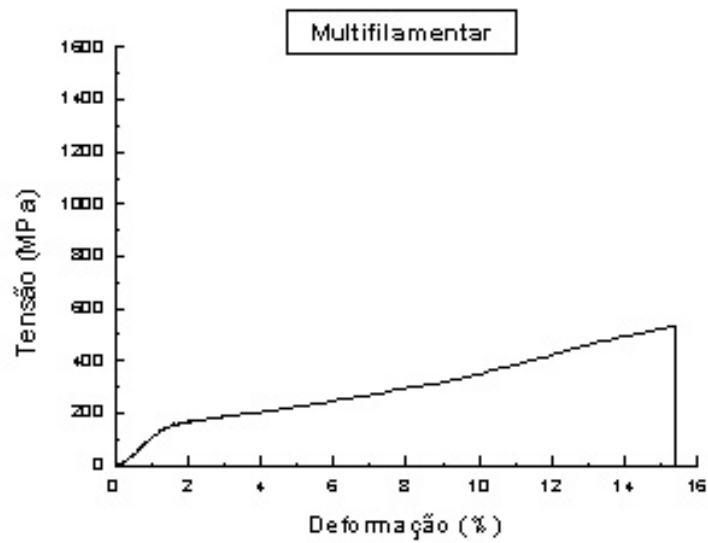


Figura 5.38. Curva tensão-deformação do fio Multifilamentar obtida por tração.

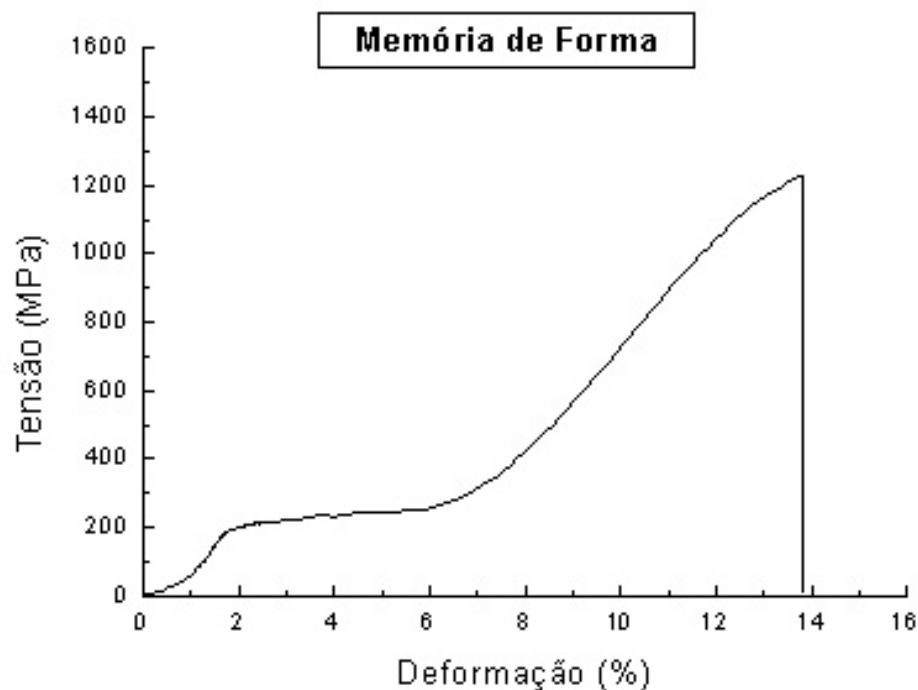


Figura 5.39. Curva tensão-deformação do fio Memória de Forma obtida por tração.

O fio que apresentou maior tensão de transformação foi o Superelástico e o menor, o Multifilamentar. No fio Memória de Forma a aplicação de tensão se iniciou em uma estrutura mista (temperatura abaixo de A_f e acima de M_i), necessitando que a austenita existente à temperatura ambiente se transformasse em martensita, indicando que uma maior tensão seria necessária para que ocorresse a transformação martensítica, em comparação aos outros fios. No fio superelástico, que já era totalmente martensítico no início do ensaio, a tensão foi intermediária, pois houve reorientação e formação da martensita por tensão no carregamento. Já no fio Multifilamentar, a tensão de transformação foi menor, mesmo com a liga já totalmente austenítica no ensaio. Essa menor tensão ocorreu pelos vários fios trançados de menor espessura, que apresentam menor resistência à transformação.

Os ensaios foram efetuados até a ruptura para verificar o limite de resistência, sendo que o maior valor foi para o fio Superelástico e o menor, para o Multifilamentar. Esse maior

limite de resistência no fio Superelástico relaciona-se ao menor módulo de elasticidade da martensita, que era a fase presente no carregamento (Wilkes e Liaw, 2000). No fio Memória de Forma, o valor intermediário do limite de resistência ocorreu pela adição de cobre na liga (Sachdeva, 1997). Já o menor valor no fio Multifilamentar ocorreu pelos nove fios de NiTi trançados, que se romperam isoladamente durante o ensaio.

O fio que apresentou maior deformação até a fratura foi o Multifilamentar e o que apresentou a menor deformação foi o Superelástico. Esse comportamento ocorreu por o fio Multifilamentar estar totalmente austenítico e o Superelástico estar totalmente martensítico no início da aplicação da tensão.

Não foi observado o fluxo descontínuo no patamar de transformação da curva de tensão-deformação, que corresponderia à formação de fase R na amostra Multifilamentar. Esse evento seria esperado já que a liga apresentou transformação com fase R e a temperatura de deformação era maior que a A_f da liga.

Os resultados obtidos para os ensaios de tração estão de acordo com os de torção, reafirmando os comportamentos mecânicos distintos dos fios estudados.

CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES

Os resultados obtidos no presente trabalho permitem concluir que:

- Os fios Superelástico e Multifilamentar apresentaram uma proporção de aproximadamente 45%Ti e 55%Ni (% em peso) e a amostra Memória de Forma apresentou substituição de parte do níquel por 6%at de cobre. Todos os fios apresentaram à temperatura ambiente a fase austenítica como fase principal. Todos os fios analisados se mostraram com superfícies rugosas e acabamentos superficiais distintos, além de resíduos de processamento e/ou impurezas de manipulação. Quanto às temperaturas de transformação dos fios, verificou-se que o fio Superelástico apresentou as maiores temperaturas de transformação para A_f , A_i , M_f e M_i , estando martensítico à temperatura ambiente e nas temperaturas intrabucais mais frequentes, sendo considerado um fio martensítico. Os fios Memória de Forma e Multifilamentar apresentaram temperaturas A_f compatíveis com a SE, considerando as temperaturas intrabucais mais frequentes.
- Todas as temperaturas A_f das amostras deformadas apresentaram em geral um discreto aumento em relação às A_f das amostras não deformadas. Esses resultados indicaram que as temperaturas A_f de fios não deformados não correspondem, na prática clínica, às temperaturas necessárias para que ocorra a formação total de austenita.
- O comportamento em torção nos fios como recebidos do fabricante, juntamente com dados sobre as temperaturas de transformação das ligas informaram como é o comportamento dos mesmos. O fio Superelástico comportou-se como NiTi martensítico no experimento e parece se comportar como tal na prática clínica por sua alta temperatura A_f . O fio Multifilamentar se comportou como NiTi Superelástico e o fio Memória de Forma mostrou características tanto de EMF quanto de SE. O fio que apresentou o maior torque necessário para a indução da transformação foi o Superelástico e o menor foi o Multifilamentar.

- Os resultados de torção após 60 ciclos, indicaram que a ciclagem em torção não influenciaram significativamente o comportamento mecânico dos fios.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

AIRODI, G.; RIVA, G. Innovative Materials: the NiTi alloys in orthodontics. *Biomedical Materials and Engeneering*, v.6, n.4, p.299-305, 1996.

ALLAFI, J.K.; DLOUHY, A.; EGGELER, G. Ni₄Ti₃-precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence phase transformations. *Acta Materialia*, v.50, p.4255-4274, 2002.

ALLAFI, J.K.; REN, X.; EGGELER, G. The mechanism of multistage martensitic transformations in aged Ni-rich NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*, v. 50 p.793–803, 2002.

ANDREASEN, G. F. Treatment advantages using nitinol wire instead of 18-8 stainless wire with the edgewise bracket. *Quintessence Int*, n.12, p.43-51, 1980.

ANDREASEN, G. F. WASS, K., CHAN, K. C. A review of super-elastic and thermodynamic nitinol wire. *Quintessence Int.*, v.9, p.623-626, 1985.

ANDREASEN, G.F.; BRADY, P.R. A use hypothesis for 55 nitinol wire for orthodontics. *Angle Orthodont*, v.42, n.2, p.172-177, 1972.

ANDREASEN, G.F.; HILLEMANN, T.B. An evaluation of 55 cobalt substituted nitinol wire for use in orthodontics. *J Am Dent Assoc*, n 85, p.1373-1375, 1971.

ANDREASEN, G.F.; MORROW, R.E. Laboratory an clinical analyses of nitinol wire. *Am J Orthodont*, v.73, n.2, p.142-151, 1978.

ANUSAVICE, K. J. *Phillips - Materiais Dentários*. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998. 412p.

BAHIA, M. G.A. *Resistência à fadiga e comportamento em torção de instrumentos*

endodônticos de NiTi Profile: Escola de Engenharia da UFMG, 2004. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas. Área de concentração: Ciência e Engenharia de Materiais).

BAITAILLARD, L.; BIDAUX, J.E. Gotthardt R. *Phil Mag.* P.78-327, 1998 apud ALLAFI, J.K.; DLOUHY, A.; EGGELER, G. Ni₄Ti₃-precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence phase transformations. *Acta Materialia*, v.50, p.4255-4274, 2002.

BARWART, O. The effect of temperature change on the load value of japanese NiTi coil springs in the superelástico range. *Am J Orthod Dent Orthop.*, v.110, n.5, p.553-558, 1996.

BASS, J.K.; FINE, H.; CISNEROS, J. Nickel hypersensitivity in the orthodontic patient. *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, v. 103, p.280-285, 1993.

BRANTLEY, W.A. *Orthodontic materials: scientific and clinical aspects*. Stuttgart: Thieme, 2000. p. 52-56, 84-87.

BRANTLEY, W.A.; LIJIMA, M.; GRENTZER, T.H. Temperature-modulated DSC provides new insight about nickel-titanium wire transformations. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*, v.124, p.387-394, 2003.

BUEHLER, W.J.; GILFRICH, J.V.; RILEY, R.C. Effect of low-temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition of TiNi. *J Appl Phys*, v.34, p.1475-1477, 1963.

BURSTONE, C. J.; QIN, B.; MORTON, J.Y. Chinese NiTi wire: a new orthodontic alloy. *Am J Orthod*, n.87, p.445-452, 1985.

BURSTONE, C.J. Controls on orthodontic force. *J Clin Orthod*, v.25, p.266-278, 1981.

BURSTONE, C.J. Variable modulus orthodontics. *Am. J. Orthod. Am. J. Orthod.*, n.80, p.1-16, 1981

CIMM, material didático. Disponível em <www.cimm.com.br> Acesso em 26 de fevereiro de 2006.

CHANG, L.C.; READ, T.A. *Transactions AIME*, v. 191, p.47-52, 1951.

CHROBAK, D.; STRÓZ, D. Two-stage R phase transformation in a cold-rolled and annealed Ti-50.6 at.%Ni alloy. *Scripta Materialia.*, v. 52, p.757-760, 2005.

COTRIM-FERREIRA, F.A. Biomecânica do movimento dental. In: FERREIRA, F.V. *Ortodontia: Diagnóstico e planejamento clínico*. 5º ed. São Paulo: Artes Médicas, 2002, p.361-398.

DUERING, T.; ZADNO, G.R. An engineers perspective of pseudoelasticity. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, eds. T.W. Duering et al., London: Butterworth-Heinemann, p.369-393, 1990.

DUNLAP, C.L.; VINCENT, K.; BARKER, B.F. Allergic reaction to orthodontic wire. Report of case. *J.Am. Dent. Assoc*, v.118, p.449-450, 1989.

ELIADES, G.; BRANTLEY, W.A. Instrumental techniques for study of orthodontic materials. In: BRANTLEY, W.A. *Orthodontic materials: scientific and clinical aspects*. Stuttgart: Thieme, 2000. 310p.

ES-SOUNI, M.; ES-SOUNI, M.; BRANDIES, H.F. On the transformation behaviour, mechanical properties and biocompatibility of two NiTi-based shape memory alloys: NiTi42 and NiTi42Cu7. *Biomaterials*, n.22, p. 2153-2161, 2001.

FERNANDES, F.M.B. Ligas com memória de forma. Lisboa:2003. Disponível em: <<http://bf.no.sapo.pt/ttm/SMA.pdf>> Acesso em: 8 dez.2005.

FILLEUL, M.P. Du bon usage des fils orthodontiques. *Orthont Franç.*, v.64, 1993.

FILLEUL, M. P.; CONSTANT, S. Torsional properties of Ni-Ti orthodontic archwires. *Materials Science and Engineering*, A273-275, p. 775-779, 1999.

FISCHER-BRANDIES, H.; ES-SOUNI, M.; KOCK, N.; RAETZKE; BOCK, O. Transformation behavior, chemical composition, surface topography and bending properties of five selected 0.016" X 0.022" NiTi archwires. *Journal of Orofacial Orthopedics.*, n.2, 2003.

FRICK, C.P.; ORTEGA, A.M.; TYBER, J.; MAKSOUND, A. El. M.; MAIA, H.J.; LIU, Y.; GALL, K. Thermal processing of polycrystalline NiTi shape memory alloys. *Materials Science and Engineering*. A405, p.34-49, 2005.

FUKUDA, T.; SABURI, T.; DOI, K.; NENNO, S. *Mater Trans JIM*, v.33, 1992.

FUNAKUBO, H. *Shape Memory Alloys*. New York: Gordon and Breach Science Publishers, 1987.

GIL, F.J.; PLANELL, J.A. Relevant aspects in the clinical applications of NiTi shape memory alloys. *J Mater Sci Mater Med.*, v.7, p.403-406, 1999.

GIOKA, C.; ELIADES, T. Superelasticity of nickel-titanium orthodontic archwires: metallurgical structure and clinical importance. *Helenic ortod. Review* ., v.5, p. 111-127, 2002.

GRABER ; VANARSDALL. *Ortodontia: princípios e técnicas atuais*. 2 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1996.

GROSGOGÉAT, B.; JABLONSKA, E.; VERNET, J-M, JAFFREZIC, N.; LISSAC, M.; PONSONNET, L. Tribological response of sterilized and un-sterilized orthodontic wires. *Materials Science and Engineering*, v. 26, n. 2-3, p.267-272, 2006.

GURGEL, J.A.; RAMOS, A.L.; KERR, S.D. Fios ortodônticos. *R.Dental Press Ortodon. Ortop. Facial*, v.6, n.4, p.103-114, 2001.

HARRIS, E.F.; NEWMAN, S.M.; NICHOLSON, J.A. Nitinol arch wire in a simulated oral environment: changes in mechanical properties. *Am J Orthod Dent Orthop*, v.93, p. 508-513, 1988.

HODGSON, D.E.; WU, M.H.; BIERMANN, R. J. *Shape memory alloy*. ASM Handbook, v.2, p. 887-902, 1992.

HUANG, H-H. Variation in surface topography of different NiTi orthodontic archwires in various commercial fluoride-containing environments. *Dental Materials*. In Press, Corrected Proof. Acesso online 18 January 2006.

IJIMA, M.; OHNO, H.; KAWASHIMA, I.; ENDO, K.; MIZOGUCHI, I. Mechanical behavior at different temperatures and stresses for superelastic nickel-titanium orthodontic wires having different transformation temperatures. *Dental Material*, v.18 , p. 88-93, 2002.

IJIMA, M.; OHNO, H.; KAWASHIMA, I.; ENDO, K.; BRANTLEY, W.A.; MIZOGUCHI, I. Micro X-ray diffraction study of superelastic nickel-titanium orthodontic wires at different temperatures and stresses. *Biomaterials*, v.23 , p. 1769-1774, 2002.

IJIMA, M.; BRANTLEY, W.A.; KAWASHIMA, I.; OHNO, H.; GUO, W.; YONEKURA, Y.; MIZOGUCHI, I. Micro-X-ray diffraction observation of nickel-titanium orthodontic wires in simulated oral environment. *Biomaterials*, v.25, p.171-176, 2004.

JACSON, C.M.; WAGNER, H.J.; WASILEWSKI, R.J. 55-Nitinol- The alloy with memory: its physical metallurgy, properties and applications. *National Aeronautics and Space Administration (NASA)*, Washington, D.C, 1972.

KHALIL-ALLAFI, J.; EGGELER, G.; DLOUHY, A.; SCHMAHL, W.W.; SOMSENA, Ch. On the influence of heterogeneous precipitation on martensitic transformations in a Ni-rich NiTi shape memory alloy. *Materials Science and Engineering, A* 378, p.148–151, 2004.

KAWASHIMA, I.; OHNO, H.; SACHDEVA, R. Relationship between Af temperature and load changes in Ni-Ti orthodontic wire under different thermomechanical conditions. *Dental Materials Journal*, v.18, n.4, p. 403-412, 1999.

KENNON, N.F.; DUNNE, D.P. Shape memory behaviour. *Metals Forum*, v.4, n.3, p.130-134, 1981.

KRISHNAN, R.V.; DELAY, L.; TAS, H.; WARLIMONT, H. Thermoelasticity, 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.

KURITA, T.; MATSUMOTO, H.; ABE, H. Transformation behaviour in rolled NiTi. *Journal of Alloys and Compounds*, v.381, p. 158-161, 2004.

KUSY, R.P. Nitinol alloys: so, who's on first? Letter to the editor. *Am J Orthod Dentofac Orthop*, v.100, p.25A-26-A, 1991.

KUSY, R.P. A review of contemporary archwires: their properties and characteristics. *Angle Orthod.*, v.67, n. 3, p.197-208, 1997.

KUSY, R.P.; GREENBERG, A.R. Comparison of elastic properties of nickel-titanium and beta titanium arch wires. *Am J Orthod*, n.82, p.199-205, 1982.

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

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

LOAGMAN, C. M.; PEARSON, G. J. Variations in tooth surface temperature in the oral cavity during fluid intake. *Biomaterials*, v.8, p.411-414, 1987.

LIU, Y.; LIU, Y.; van HUMBEECK, J. Lüders-like deformation associated with martensite reorientation in NiTi. *Scripta Materialia*, v.39, n.8, p.1047-1055, 1998.

MACHADO, L.G.; SAVI, M.A. Aplicações odontológicas das ligas com memória de forma. *RBO*, v.59, n.5, p.302-306, 2002.

McLAUGHIN, R.; BENNETT, J.C. Arch form considerations for stability and aesthetics. *Rev.Esp. Ortod.*, v.29, n.46-63, 1999.

McNAEY, 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.

MARTINS, J.C.R.; SELAIMEN, C.R.P. As novas ligas metálicas e o tratamento ortodôntico contemporâneo. *Clinical Impressions*, n.1, p.1-4, 1998.

MELING, T.R.; ODEGAARD, J. On the variability of cross-sectional dimensions and torsional properties of rectangular nickel-titanium arch wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*, v.113, p. 546-557, 1998.

MELING, T.R.; ODEGAARD, J. The effect of short-term temperature changes on the mechanical properties of rectangular nickel titanium archwires tested in torsion. *Angle Orthod.*, v.68, n.4, p.369-376, 1998.

MELTON, K. N. Ni-Ti based shape memory alloys. *Engineering Aspects of Shape Memory alloys*. eds. T.W. Duerig et al. London: Butterworth-Heinemann, p.21-35,

1990.

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

MELTON, K. N.; MERCIER, O. The mechanical properties of NiTi-based shape memory alloys. *Acta Metallurgica*, v. 29, n.2, p.393-398, 1981.

MEMRY. Disponível em <<http://www.memry.com/productsservices/semifinished.html>>. Acesso em 14 jan. 2006.

MILLER, A. D.; LAGOUDAS, D.C. Influence of cold work and heat treatment on the shape memory effect and plastic strain development of NiTi. *Materials Science and Engineering A*, v. 308, n. 1-2, p. 161-175, 2001.

MIURA, F.; MOGI, M.; OHURA, Y., HAMANAKA, H. The super-elastic property of the japanese NiTi alloy wire for use in orthodontics. *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.* v.90, n.1, 1986.

MIYAZAKI, S. Engineering aspects of shape memory alloys, Ed. Duering *et al.* Butterworth-Heinemann Ltd., 1990.

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

MIYAZAKI, T.; HASHINAGA, K.; YUMIKURA, H.; HORIKAWA, T.; UEKI, A.; ISHIDA, M. Shape memory characteristics of sputter-deposited Ti-Ni-base thin films, Smart Materials. *SPIE Proc. Series*, v.2441, p.156-164, 1995.

MIYAZAKI, S.; OHMI, Y.; OTSUKA, K.; SUZUKI, Y. Characteristics of deformation and transformation pseudoelasticity in Ti-Ni alloys. *Journal of Physique. Sup.* 12, v.43, p.225-260, 1982.

MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K. Deformation and transition behaviour associated with the R-phase in Ti-Ni alloys. *Metallurgical Transactions A*. v.17A, p.53-63, 1986.

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

MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. *Acta Metallurgica*, v.37, p.1873, 1989.

MOTHÉ, C.G.; AZEVEDO, A.D. *Análise Térmica de Materiais*. 1ed. São Paulo: Editora, p.300, 2002.

MOBERLY, W.J.; MELTON, K.N. Ni-Ti-Cu shape memory alloys. In: *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, Duerig et al., eds., Butterworth-Heinemann, p. 46-57, 1990.

MOORE, R.J.; WATTS, J.T.F.; HOOD, J.A.A.; BURRITT, D.J. Intra-oral temperature variation over 24 hours. *Eur. J. Orthod.* v.21, n.3, p. 249, 1999.

NEMAT-NASSER, S.; GUO, W-G. Superelastic and cyclic response of NiTi SMA at various strain rates and temperatures. *Mechanics of Materials*. doi:10.1016/j.mechmat.2005.07.004.

NISHIDA, M.; WAYMAN, C.M.; HONMA, t. *Metallurgical Transactions*, 17 A, p.1505, 1986.

NITINOL: LIGAS NÍQUEL-TITÂNIO COM MEMÓRIA DE FORMA. Disponível em: < <http://celso.telesc.net/br/arquivosIII/nitinol.pdf> > Acesso em: 03/01/2006.

OLIVEIRA, J. O. *Biomecânica básica para ortodontistas*. Belo Horizonte: Grupo de Bioengenharia da UFMG, 2000. 198p.

OTSUKA, K. Introduction on the R-phase transition. Engineering aspects of shape memory alloys. *Butterworth-Heinemann*, p.36-45, 1990.

OTSUKA, K.; REN, X. Recent developments on research of shape memory alloys. *Intermetallics*, v.7, p.511-528, 1999.

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

OTSUKA, K.; WAYMANN, C.M. *Shape memory materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 1998. 284 p.

POPOV, E.P. Introduction to mechanics of solids. Englewood Cliffs, NJ: prentice-Hall, 1968.

RAZ, S.B.; SADRNEZHAAD, S.K. Effects of VIM frequency on chemical composition, homogeneity and microstructure of NiTi shape memory alloy. *Mater. Sci. Tech.*, v.20, p.593-598, 2004.

RAMAIAH, V. K.; SAIKRISHNA, C.N.; BHAUMIK, S.K. Processing of Ni-Ti Shape Memory Alloy Wires. *Proceedings of International Conference on Smart Materials Structures and Systems*, 28-30, p. SC 141-147, 2005.

RUCKER, B. K.; KUSY, R.P. Elastic properties of alternative versus single-streuded leveling archwires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*, v.122, p.528-541, 2002.

RUSSEL, S.M., Nitinol melting and fabrication. *SMST – Conference Proceedings*, p.1-9, 2000.

SABURI T. Ti-Ni shape memory alloys. In: OTSUKA, K., WAYMANN, C.M. *Shape memory materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 1998. p. 49-96.

SABURI, T.; KOMATSU, K.; NENNO, S; WATANABE, Y. *Less-Common Met.* v.118, p.217, 1986.

SACHDEVA, R.C.L. Ortodontia com temperatura de transformação variável. Copper Ni-Ti torna isto uma realidade. *Clinical Impressions*, v. 1, n.1, 1997.

SEGNER, D.; IBE, D. Properties of superelastic wires and their relevance to orthodontic treatment. *Eur J Orthod.* v.17, n.5, p.395-402, 1995.

SHAW, J.A.; KYRIAKIDES, S. Thermomechanical aspects of NiTi. *J. Mech. Phys. Solid.*, v.43, n.8, p.1243-1281, 1995.

SOUZA, A.C.R.A.; BUONO, V.T.L. Caracterização de fios de níquel-titânio por difração de raios-X. *Pesq Odontol Bras*, v.16, suplemento (Anais da 19ª Reunião Anual da SBPqO), p. 105, 2002.

STEINER, C. Power storage and delivery in orthodontic appliances. *Am J Orthod.*, v.37, p.859-80, 1953.

STOECKEL, D. Forming of nitinol – a challenge. In: *New Developments in Forging Technology*. Eds: K. Siegert. p.119-134, 2001.

STRNADEL, B.; OHASHI, S.; OHTSUKA, H.; ISHIHARA, T. MIYAZAKI, S. Cyclic stress-strain characteristics of TiNi and Ti-Ni-Cu shape memory alloys. *Materials Science and Engineering*, A202, p.148-156, 1995.

STROZ, D. TEM studies of the R-phase transformation in a NiTi shape memory alloy after thermo-mechanical treatment. *Materials Chemistry and Physics*. v. 81, p.460-462, 2003.

SUZUKI, Y. Fabrication of shape memory alloys. In: OTSUKA, K., WAYMANN,

C.M. *Shape memory materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 1998. p. 133-148.

TAMIYA, T.; SHINDO, D.; MURAKAMI, K.; BANDO, Y.; OTSUKA, K. *Mater. Trans. JIM*, v.39,n. 714, 1998.

TOBUSHI, H.; IKAI, A.; YAMADA, S.; TANAKA, K.; LEXCELLENT, C. Thermomechanical properties of TiNi shape memory alloy. *Journal de Physique IV*. V.6, p.385-393, 1996.

TOBUSHI, H.; IWANAGA, H.; TANAKA, K.; HORI, T.; SAWADA, T. Stress-strain temperature relationship of TiNi shape memory alloy suitable for thermomechanical cycling. *JSME International Journal Series I*, v.35, n.3, p.271-277, 1992.

WAITZ, T. The self-accomodated morphology of martensite in noncrystalline NiTi shape memory alloys. *Acta materialia*, v. 53, p. 2273-2283, 2005.

WASILEVSKI, R.J. On the nature of the martensitic transformation. *Metallurgical Transactions*. 6A, p.1405-1418, 1975.

WAYMAN, C.M. some applications of shape memory alloys. *Journal of Metals*, p.129-137, 1980.

WAYMAN, C.M.; BHADESHIA, H.K.D.H. Phase transformations, nondiffusive. In: CAHN, R.W.; HAASEN, P. *Physical Metallurgy*. 4 ed. Elsevier Science Publishers BV, 1996.

WAYMAN, C.M.; DUERIG, T.W. An introduction to martensite and shape memory. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, eds. T.W. Duerig et al. , p.3-20, 1990.

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

WU, M.H. Fabrication of nitinol materials and components. Proceedings of the International Conference of Shape Memory and Superelastic Technologies. Kunming, China. P. 285-292, 2001.

YOKOYAMA, K.; WATABE, S.; HAMADA, K.; SAKAI, J.; ASAOKA, K.; NAGUMO, M. Susceptibility to delayed fracture of Ni-Ti superelastic alloy. *Materials Science and Engineering A*, v.341, n.1-2 , p. 91-97, 2003.

YONEYAMA, T.; DOI, H.; HAMANAKA, H.; YAMAMOTO, M.; KURODA, T. Bending properties and transformation temperatures of heated Ni-Ti alloy wire for orthodontic appliance. *J Biomed Mater Res*, n.27, p. 399-402, 1993.

ZHAO, H.; van HUMBEECK, J.; De SCHEERDER, I. Surface Conditioning of Nickel-titanium Alloy Stents for Improving Biocompatibility. *Surface Engineering*. v.17, n.6, p.451, 2001.

APÊNDICE I – Fichas eletrônicas do ICDD para austenita e martensita de NiTi.

Fichas eletrônicas do ICDD 18-899 para a austenita de NiTi.

<i>hkl</i>	<i>d</i> (Å)	<i>sinθ</i> ^a	<i>θ</i> ^a (deg)	<i>2θ</i> (deg)	<i>l</i>
110	2.111	0.36490	21.40	42.80	100
200	1.496	0.51491	30.99	61.98	40
211	1.222	0.63036	39.08	78.16	60
220	1.059	0.72738	46.67	93.34	10
310	0.948	0.81255	54.35	108.70	30
222	0.865	0.89052	62.94	125.88	20
321	0.8012	0.96143	74.04	148.08	70

Fichas eletrônicas do ICDD 35-1281 para a martensita de NiTi.

<i>hkl</i>	<i>d</i> (Å)	<i>sinθ</i> ^a	<i>θ</i> ^a (deg)	<i>2θ</i> (deg)	<i>l</i>
1 $\bar{1}$ 0	2.570	0.29973	17.44	34.88	13
101	2.352	0.32751	19.12	38.24	11
020	2.295	0.33564	19.61	39.22	54
1 $\bar{1}$ 1	2.181	0.35319	20.68	41.36	100
002	2.060	0.37393	21.96	43.92	54
111	2.016	0.33209	22.46	44.92	94
021	2.005	0.38419	22.59	45.18	26
022	1.533	0.50248	30.16	60.32	26