



UNIVERSIDADE DE
COIMBRA

Paulo Manuel Marques Almeida

**MATERIAIS INTELIGENTES EM APLICAÇÕES
ORTODÔNTICAS: NITINOL**
SMART MATERIALS IN ORTHODONTIC APPLICATIONS:
NITINOL

Dissertação no âmbito do Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica, na área de Produção e Projeto orientada pela Professora Doutora Cristina Maria Gonçalves dos Santos e apresentada ao Departamento de Engenharia Mecânica da Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade de Coimbra.

março de 2021

1 2



9 0

FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DE
COIMBRA

Materiais inteligentes em aplicações ortodônticas: Nitinol

Dissertação apresentada para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia
Mecânica na Especialidade de Produção e Projeto

Smart materials in orthodontic applications: Nitinol

Autor

Paulo Manuel Marques Almeida

Orientadores

Cristina Maria Gonçalves Santos

Júri

Presidente	Professor Doutor Ana Paula Amaro Professor Auxiliar da Universidade de Coimbra
Orientador	Professor Doutor Cristina Maria Santos Professor Auxiliar da Universidade de Coimbra
Vogais	Professor Doutor Fernando Antunes Professor Associado da Universidade de Coimbra

Coimbra, março de 2021

Aos meus pais.

Agradecimentos

Após a realização desta dissertação, na época complicada que estamos a viver, não poderia deixar de agradecer a algumas pessoas que me acompanharam durante todo este percurso, e sem as quais esta não seria possível.

Em primeiro lugar, um enorme agradecimento à minha orientadora, Professora Doutora Cristina Santos, por todo o acompanhamento, disponibilidade, dedicação, e apoio no desenvolver da dissertação.

Agradecer aos meus pais pela oportunidade de estudo que me deram.

Agradecer aos meus especiais amigos de Coimbra por todas as memórias criadas, companheirismo, apoio e incentivo, sem eles os últimos cinco anos não seriam a mesma coisa. A eles um eterno obrigado.

Por último gostaria e agradecer a todas as pessoas que se cruzaram comigo durante este percurso, e de certa forma contribuíram para o meu sucesso académico.

Resumo

O Nitinol[®], acrónimo de *Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory* é uma liga equiatómica em Ni e Ti, sendo classificado como material inteligente (*Smart Material*) devido às propriedades de memória de forma e/ou superelasticidade.

De entre as várias áreas de aplicação destas ligas, destaque-se a Medicina Dentária, em particular a Ortodontia. As maloclusões dentárias são tratadas clinicamente por recurso a aparelhos fixos, nos quais os fios ortodônticos são a solução da biomecânica sustentada. Os fios de Nitinol são ideais na fase inicial de tratamento, correspondente à fase ativa de nivelamento e alinhamento dentário, devido à sua baixa rigidez e elevada resiliência, sendo capazes de gerar cargas leves e contínuas durante longos períodos.

O Nitinol[®] é universalmente reconhecido como material biocompatível. No entanto, essa propriedade pode ser comprometida pelo impacto, mais ou menos agressivo, das características da cavidade oral de cada paciente. A rutura da camada passiva de óxidos formada à superfície destas bioligas metálicas, permite a libertação de produtos de corrosão, podendo conduzir a reações alérgicas locais. De facto, o Ni, e os seus compostos, são considerados como carcinogénicos para humanos de acordo com a IARC, *International Agency for Research on Cancer*.

Esta dissertação constitui uma revisão bibliográfica sobre as ligas NiTi ortodônticas. O tema, que inclui vários estudos científicos *in vitro* e *in vivo*, foi desenvolvido sob o ponto de vista do comportamento químico e mecânico do Nitinol[®].

Conclui-se, genericamente, que a resistência à corrosão parece estar comprometida pelas características térmicas, iónicas e biológicas da cavidade oral de cada paciente, bem como pela escovagem dentária, pelo uso de produtos dentífricos com flúor e ainda pelo pH salivar. Como consequência desta reação deletéria, o comportamento mecânico do Nitinol[®] evidencia alterações *in vivo*, confirmando as previsões laboratoriais *in vitro*.

Palavras-chave: Nitinol, Fios ortodônticos, Propriedades mecânicas, Propriedades Químicas, Biocompatibilidade

Abstract

Nitinol® is an acronym of *Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory* and characterizes a near equiatomic intermetallic of nickel and titanium, being classified as Smart Material due to its shape memory and/or superelasticity properties.

Among the various application areas, the Dental Medicine stands out, in particular Orthodontics. Dental malocclusions are clinically treated by using fixed orthodontic appliances, in which Nitinol arcwires are the solution for the sustained biomechanics. In fact, Nitinol is ideal for the first stage of the orthodontic treatment, dental leveling and alignment, due to the low rigidity and high resilience, being able to apply light and continuous forces over long periods.

Nitinol® is universally accepted as biocompatible material. Nevertheless, this property can be compromised by the impact, more or less aggressive, of each individual oral cavity patient's characteristics. The inevitable intraoral degradation occurs, by passive external layer disruption, leading to harmful metallic ions release into saliva. In fact, Ni and its compounds are considered to be carcinogenic to humans according to the IARC, *International Agency for Research on Cancer*.

This manuscript focuses a bibliographic review on orthodontic NiTi alloys. The study approach was developed for both chemical and mechanical behaviour of the Nitinol® and includes several *in vitro* and *in vivo* research scientific works.

There is a general consensus trend that the corrosion resistance is altered by thermal, ionic and biological characteristics of the oral environment. Also tooth brushing, fluoride toothpaste and acidic salivary have a negative impact on the chemical behaviour of Nitinol. As a consequence, the *in vivo* mechanical properties of Nitinol® changes during clinical treatment, in agreement with *in vitro* research studies predictions.

Keywords Nitinol, Orthodontic archwires, Mechanical properties, Chemical properties, Biocompatibility

Índice

Índice de Figuras	ix
Índice de Tabelas	xi
Simbologia e Siglas	xiii
Simbologia.....	xiii
Siglas	xiii
Introdução.....	1
1. O Nitinol.....	7
1.1. Ligas de Memória de forma.....	8
1.2. Ligas Superelásticas.....	11
1.3. Biocompatibilidade.....	13
1.4. Processo de Fabrico	14
2. Fios ortodônticos	17
2.1. Requisitos em Ortodontia	17
2.2. Fios de Nitinol	20
3. Comportamento químico	23
3.1. A Corrosão	23
3.2. A Passivação	24
3.3. Corrosão dos Aparelhos Dentários	25
3.4. Corrosão do Nitinol	28
4. Comportamento mecânico.....	35
4.1. Efeito do Meio Aquoso Salivar	36
4.2. Efeito de Agentes Profiláticos de Flúor	37
4.3. Efeito da Temperatura	38
4.4. A Fadiga.....	41
Conclusões e trabalho futuro	45
Referências Bibliográficas.....	47
ANEXO A-Norma ISO15841	53

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 0.1. Ilustração da oclusão normal (Adaptado de [2]).	1
Figura 0.2. Ilustração das classes de maloclusões de Angle: a) Classe I; b) Classe II; c) Classe III (Adaptado de [2]).	2
Figura 0.3. Representação de Lischer: a) Mesioversão: Mesial à posição normal; b) Distoversão: Distal à posição normal; c) Linguoversão: Orientado para o lado da língua; d) Labio ou Vestibuloversão: Orientado para o lado do lábio ou bochecha; e) Infraversão: Abaixo da linha de oclusão; f) Supraversão: Acima da linha de oclusão; g) Axiversão: Apresenta uma inclinação axial incorreta; h) Giroversão ou Torsiversão: Apresenta uma rotação em torno do seu eixo; i) Transversão ou transposição: Apresenta uma posição incorreta na arcada dentária (Adaptado de [1]).	3
Figura 0.4. Componentes dos aparelhos dentários fixos: a) <i>bracket</i> ; b) fio/arco ortodôntico; c) ligadura dentária; d) elásticos dentários; e) banda molar com tubo dentário [7]–[11].	3
Figura 0.5. Montagem dos componentes ortodônticos [12].	4
Figura 1.1. Diagrama de fases Ti-Ni [15].	7
Figura 1.2. a) Esquema do efeito memória de forma; b) Ciclo de histerese de temperatura (adaptado de [22]).	9
Figura 1.3. Gráfico fluxo de calor em função da temperatura, obtido por DSC, típico de uma liga com memória de forma (adaptado de [18]).	10
Figura 1.4. a) Regiões da curva tensão-deformação [25]; b) ciclo de superelasticidade [14].	12
Figura 1.5. Processo de fabrico de ligas de Nitinol (adaptado de [6]).	15
Figura 2.1. Critérios para um fio ortodôntico ideal proposto por Kusy em 1996 (Adaptado de [35]).	18
Figura 2.2. Curvas força-alongamento de fios NiTi com diferentes tamanhos de secção [46].	22
Figura 3.1. Micrografias, por SEM, de fios NiTi no estado como recebido, após teste a pH 5, e pH 2 [55].	29
Figura 3.2. Curvas de polarização potenciodinâmica de fios NiTi em saliva artificial, a) a vários pH b) em várias concentrações de flúor [57].	30
Figura 3.3. Micrografias SEM, das superfícies a) do grupo de controlo; b) sujeitas ao agente <i>Phos-flur</i> ; c) sujeitas ao agente <i>Prevident</i> ; [56].	31

Figura 3.4. Morfologia da superfície após polarização potenciodinâmica para concentrações de a) 0,0238 M de NaCl; b) 0,0238 M de NaF c) Mistura com 0,0714 M de NaF e 0,0714 M de NaCl [60].	31
Figura 3.5. Percentagem de fios com marcas de corrosão após um certo período de exposição [61].	32
Figura 3.6. Micrografias, por SEM, da superfície de fios de Nitinol após uso clínico [30].	32
Figura 3.7. Micrografias por SEM das superfícies dos arcos 3M e AO [62].	33
Figura 3.8. Micrografias, por SEM, das superfícies de fios Nitinol a) novos; b) tratados sem flúor; c) tratados com flúor [49].	34
Figura 4.1. Montagem do ensaio à flexão em 3 pontos, conforme a norma ISO 15481 (2006) [63].	36
Figura 4.2. Curvas força-alongamento de arcos NiTi [26].	37
Figura 4.3. Curvas força-alongamento de 7 arcos Nitinol comerciais, durante o período de desativação (adaptado de [65]).	38
Figura 4.4. Curvas força-alongamento, na gama de temperaturas 5-37°C, para as secções de composição química distinta [17].	39
Figura 4.5. Efeitos da mudança brusca de temperatura nas forças de atuação de fios NiTi durante a fase a) de ativação; b) de desativação (adaptado de [24]).	40
Figura 4.6. Curvas cíclicas de tensão-deformação a) do primeiro ciclo b) do último ciclo [66].	41
Figura 4.7. Micrografias, por SEM, do fio recozido a 45 W/mm ³ /50ms a) fratura por fadiga indicando o ponto de iniciação b) ponto de iniciação da falha c) zona de transição entre a propagação de fenda por fadiga e a fratura [66].	42
Figura 4.8. Micrografias, por SEM, da secção de fratura de fios a) não usado (0,40 mm de diâmetro) b) usado (0,40 mm de diâmetro) c) não usado (0,40x0,56 mm) d) usado (0,40x0,56 mm) [67].	43

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 0.1. Resumo da evolução das ligas metálicas em medicina dentária [13].....	5
Tabela 2.1. Requisitos do fio ortodôntico ideal (Adaptado de [36]).	18
Tabela 2.2. Vantagens e desvantagens dos fios de Nitinol [36].....	21
Tabela 3.1. Composição da saliva artificial de Fusayama modificada.....	29
Tabela 4.1. Forças de atuação dos fios durante o descarregamento (valores retirados de[64]).	36
Tabela 4.2. Forças de atuação para as diferentes temperaturas (valores retirados de [17]).	39

SIMBOLOGIA E SIGLAS

Simbologia

A – Fase austenite

A_f – Temperatura final da transformação austenítica

A_s – Temperatura inicial da transformação austenítica

at – Atómica

pd – Ponderal

M– Fase martensite

M_f – Temperatura final da transformação martensítica

M_s – Temperatura inicial da transformação martensítica

R– Fase romboédrica da martensite

T – Temperatura

Siglas

3M – *3M Unitek*

ANSI/ADA – *American National Standards Institute / American Dental Institute*

AO – *Wire American Orthodontics*

ASTM – *American Society for Testing and Materials*

BFR – *Bend and free recovery*

CCC – Estrutura Cúbica de Corpo Centrado

DEM-UC – Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de
Coimbra

DLC – *Diamond Like Carbon*

DSC – *Differential Scanning Calorimetry*

EBM – *Electron Beam Melting*

FSI – *Force System Identification*

IARC – *International Agency for Research on Cancer*

ISO – *International Organization for Standardization*

Nitinol® – Liga patenteada pela *Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory*

PAM – *Plasma Arc Melting*

VAR – *Vacuum Arc Melting*

VIM – *Vacuum Induction Melting*

SEM – *Scanning Electron Microscope*

USA – *United States of America*

INTRODUÇÃO

A ortodontia é um ramo da medicina dentária que estuda e trata da reabilitação das oclusões dentárias. Estas podem ser divididas em 3 grupos: oclusão ideal, oclusão normal e maloclusão. Estas últimas são as mais preocupantes e onde há intervenção da ortodontia através de diagnóstico, prevenção e tratamento [1], [2].

A oclusão ideal, como o próprio nome indica, é o alinhamento perfeito e estável entre as arcadas dentárias superior e inferior. Trata-se, todavia, de um conceito teórico, uma vez que devido a fatores genéticos, ambientais, acidentais ou mesmo doenças, o alinhamento dentário ideal nunca é observado [1], [2]. A oclusão normal (**Figura 0.1**) pode ser definida como uma estrutura contendo os dentes todos, em posições estáveis, saudáveis e harmoniosas, cuja cúspide do molar superior se encontra alinhada com o sulco do molar inferior, permitindo a manutenção de todas as funções orais. Pode haver ligeiras variações nas posições dos dentes até um certo limite que, uma vez ultrapassado, passa a denominar-se de maloclusão [1], [2].

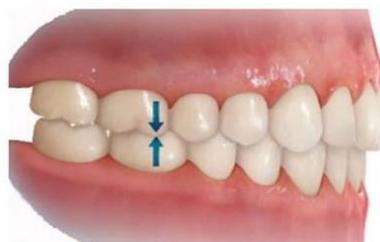


Figura 0.1. Ilustração da oclusão normal (Adaptado de [2]).

As maloclusões dentárias traduzem-se num crescimento irregular de um ou mais dentes, originando o desalinhamento dentário. Estas para além do problema estético, podem originar problemas para a saúde oral (como cáries e má mastigação), e problemas na fala (articulação e fonética) [3].

Em 1899 Edward Angle [4] definiu três classes de maloclusões, tal como se ilustra na **Figura 0.2**. Esta classificação é baseada na relação ântero-posterior da cúspide do primeiro molar superior com o sulco do primeiro molar inferior. Considerando-se que o primeiro molar superior está sempre na posição correta.

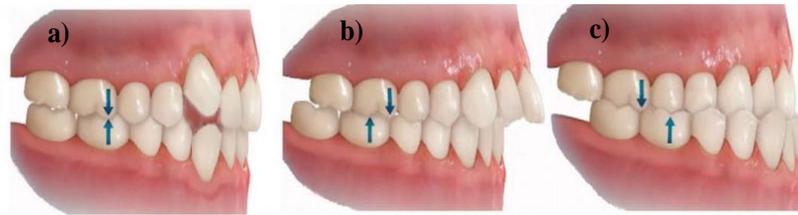


Figura 0.2. Ilustração das classes de maloclusões de Angle: a) Classe I; b) Classe II; c) Classe III (Adaptado de [2]).

Nas maloclusões de classe I (**Figura 0.2a**), também conhecidas por neutroclusões, as relações mesiodistais entre os primeiros molares é correta, bem como a posição relativa entre as arcadas dentárias. Caracterizam-se apenas pelo apinhamento dos incisivos em ambas as arcadas [1], [4].

As maloclusões de classe II (**Figura 0.2b**), também conhecidas como distoclusões, são caracterizadas pela posição distal dos primeiros molares inferiores em relação aos superiores, conseqüentemente os dentes ântero-superiores assumem uma posição fora do habitual, ou seja, há uma projeção do maxilar [1], [4], [5].

Nas maloclusões de classe III (**Figura 0.2c**), denominadas também por mesioclusões, o primeiro molar inferior apresenta uma posição mesial relativamente ao primeiro molar superior, pelo que a arcada inferior apresenta uma posição anterior em relação à superior, ou seja, há uma projeção do queixo. Este tipo de maloclusão pode provocar mordida cruzada [1], [4], [5].

Para as anomalias nas posições dentárias individuais, em 1911 Lischer propôs uma nomenclatura que consiste na adição do sufixo “versão” à palavra indicadora da direção do desvio do dente relativamente à posição normal [1], [5], tal como se ilustra na **Figura 0.3**.

A principal forma de tratamento destas maloclusões é feita através de aparelhos dentários fixos, que incluem diversos componentes (**Figura 0.4a-e**) como sejam os *brackets*, as bandas molares, os fios ortodônticos, os elásticos ou ligaduras dentárias e ainda tubos dentários [3]. A **Figura 0.5** ilustra o aparelho dentário fixo, em ambas as arcadas dentárias. Como se pode ver nesta figura, os *brackets* são colados à coroa dentária e o fio é ligado à ranhura destes. Deste modo ocorre a transferência de forças que proporciona o movimento

dos dentes para a posição desejada [6]. A forma de ligação do fio aos *brackets* pode ser feita por ligaduras elásticas (mais comuns) ou metálicas [1]. Atualmente, existem já *brackets* auto-ligáveis evitando o uso das ligaduras no contacto fio-*bracket*.

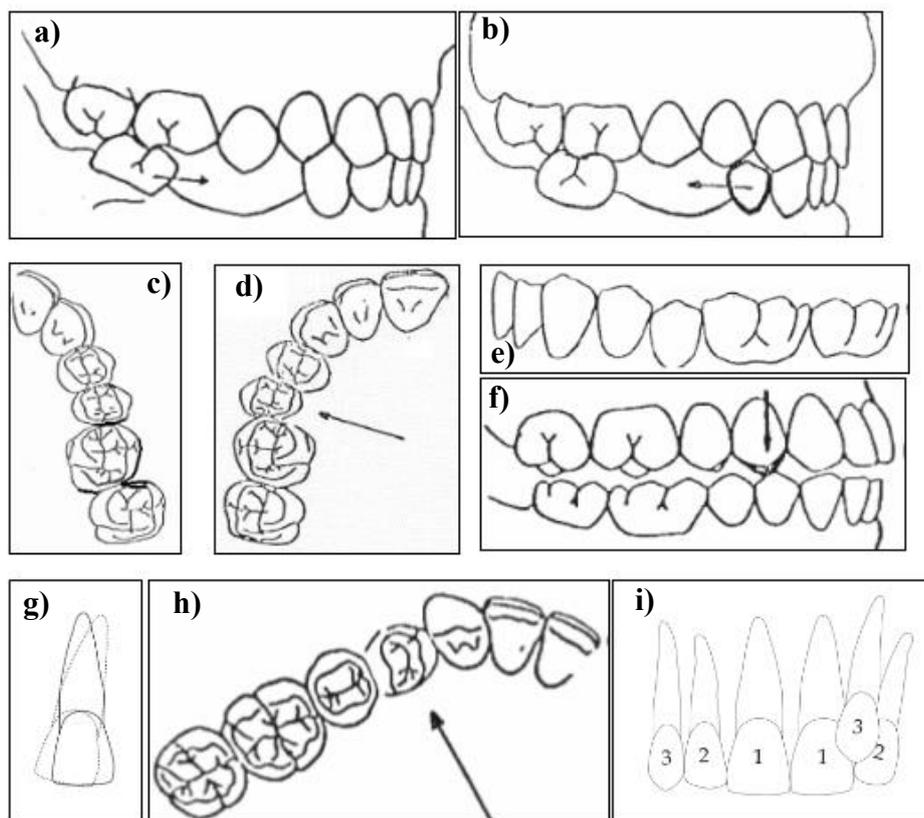


Figura 0.3. Representação de Lischer: **a)** Mesioversão: Mesial à posição normal; **b)** Distoversão: Distal à posição normal; **c)** Linguoversão: Orientado para o lado da língua; **d)** Labio ou Vestibuloversão: Orientado para o lado do lábio ou bochecha; **e)** Infraversão: Abaixo da linha de oclusão; **f)** Supraversão: Acima da linha de oclusão; **g)** Axiversão: Apresenta uma inclinação axial incorreta; **h)** Giroversão ou Torsiversão: Apresenta uma rotação em torno do seu eixo; **i)** Transversão ou transposição: Apresenta uma posição incorreta na arcada dentária (Adaptado de [1]).

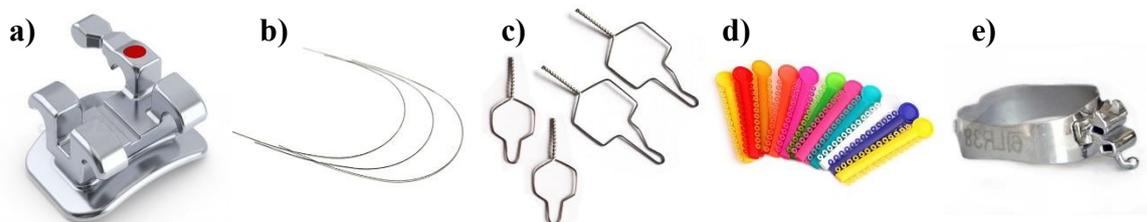


Figura 0.4. Componentes dos aparelhos dentários fixos: **a)** *bracket*; **b)** fio/arco ortodôntico; **c)** ligadura dentária; **d)** elásticos dentários; **e)** banda molar com tubo dentário [7]–[11].

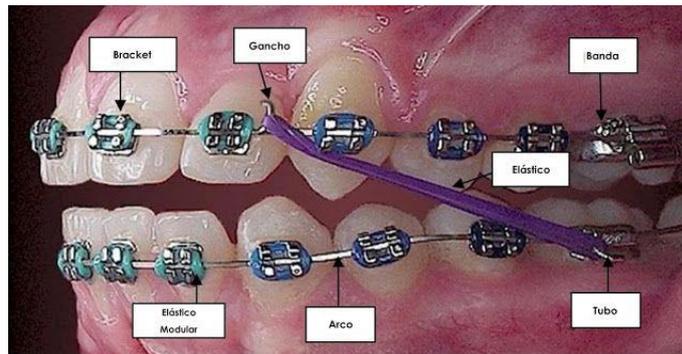


Figura 0.5. Montagem dos componentes ortodônticos [12].

O tratamento ortodôntico por recurso a aparelhos fixos é, em prática clínica, dividido em 3 fases distintas:

- **Fase inicial:** período de alinhamento e nivelamento dentário. Nesta fase os dentes estão muitas vezes sobrepostos ou amontoados. Assim sendo, para o fio ser capaz de exercer força suficiente para mover os dentes para a sua nova posição, sem sofrer uma deformação permanente ao deslizar na ranhura dos *brackets*, este deve ter um baixo módulo de elasticidade e ser altamente resiliente.
- **Fase intermédia:** período de correções ao nível da raiz e da mordida. Os dentes, nesta fase, devem já estar alinhados e nivelados, pelo que a resiliência do fio deixa de ser tão importante. Neste período o fio tem de ser capaz de exercer força de modo a rodar e corrigir a raiz dos dentes.
- **Fase final:** etapa que envolve os últimos ajustes como pequenos movimentos de posições e rotação dos dentes. Por isso são recomendados fios com elevada rigidez, e flexíveis de modo a serem facilmente ajustados pelo médico.[6]

Ao longo da história foram várias as tentativas de correção das más oclusões dentárias, sendo Edward Angle um dos pioneiros mais bem-sucedidos na área da ortodontia. Este médico usava fios metálicos, apoiados nos dentes de modo a promover a movimentação dentária [13]. A **Tabela 0.1**, reúne, por ordem cronológica as principais ligas metálicas utilizadas em fios ortodônticos.

Tabela 0.1. Resumo da evolução das ligas metálicas em medicina dentária [13].

Ligas	Cronologia
Ouro	Até aos anos 30
Aço inoxidável	A partir dos anos 30
Cobalto-Crômio	A partir dos anos 60
NiTi	A partir dos anos 70
β-Ti	A partir dos anos 80

Introduzidas no início do séc. XX as ligas de Au foram as primeiras a ser vastamente usadas em ortodontia, devido à sua boa resistência à corrosão e capacidade de variação de rigidez. No ano de 1929 começaram a ser utilizados os aços inoxidáveis como substitutos destas ligas de Au, devido à sua melhor resiliência e maior resistência mecânica sob tensão.

Na década de 60 as ligas de Co-Cr, foram introduzidas na ortodontia, estas têm propriedades bastante semelhantes às dos aços inoxidáveis, no entanto são suscetíveis a tratamento térmico explorando todo o potencial da liga. Atualmente os fios desta liga são comercializados em quatro estados de tratamento térmico, codificados em cores, sendo o azul o mais utilizado por apresentar um comportamento mais “macio” devido ao seu baixo limite de escoamento comparativamente ao dos aços inoxidáveis [13], [14].

As ligas de β -Ti surgem em ortodontia por volta de 1980, após a estabilização desta fase à temperatura ambiente. Estes materiais apresentaram elevada resistência à corrosão e boa ductilidade. Sendo as únicas ligas em ligas metálicas, na produção de fios ortodônticos que não contêm Ni na sua composição [13], [14].

Nos anos 60 no USA, desenvolveram-se as primeiras ligas Ni-Ti para aplicações em engenharia. Destaque-se as equiatômicas (Ni= 55%pd., Ti= 45%pd.) pois exibem a propriedade designada por Efeito Memória de Forma. Estas ligas passaram a ser conhecidas pelo nome comercial de Nitinol[®], um acrónimo que provém dos seus constituintes e do local onde foi desenvolvida (*Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory*) [13], [15], [16]. As aplicações clínicas em ortodontia ocorrem mais tarde (anos 70) na produção de fios com elevada recuperação elástica, baixa rigidez e excelente biocompatibilidade.

As propriedades de superelasticidade e de termoativação que também caracterizam o Nitinol[®], só foram reportadas em 1985. Àquela época foram desenvolvidos

fios ortodônticos, com maior recuperação elástica, menor rigidez e ainda menor deformação permanente após flexão, surgindo o conceito de superelasticidade. Na década de 90 surgiram os fios termoativados recorrendo à adição de Cr como elemento de liga. Este metal de transição estabiliza as temperaturas de termoativação permitindo um sistema definido e controlado de forças durante o tratamento. Nesta mesma década surgiram, também, os fios com gradiente de composição química ao longo do seu comprimento [12],[13], isto é, com razões atômica Ni/Ti diferentes. Tal, origina um gradiente na resposta mecânica, satisfazendo a necessidade do uso de cargas diferentes na movimentação de dentes distintos (incisivos, pré-molares e molares) [17].

Devido à atual situação pandémica da Covid-19, particularmente sentida no 2º semestre de 2020, a parte experimental prevista para a dissertação, que passaria pela avaliação das propriedades mecânicas de fios ortodônticos NiTi, ficou inviabilizada. Desse modo, e para cumprimento da unidade curricular de Dissertação, o presente trabalho incluí a revisão bibliográfica do tema, organizado em quatro capítulos.

O Capítulo 1, corresponde à revisão bibliográfica sobre o material em estudo: o Nitinol, incluindo as suas propriedades, processamento e impacto na saúde. Posteriormente, no Capítulo 2, efetuou-se a abordagem sobre os requisitos e as propriedades de fios ortodônticos. O Capítulo 3, inclui o tema da corrosão química em meio salivar e a sua influência no comportamento de componentes ortodônticos. No Capítulo 4 resumiu-se a resposta mecânica de fios NiTi avaliada por ensaios à flexão, função do pH salivar, agentes profiláticos de flúor e temperatura e ainda o comportamento à fadiga. A monografia termina com as principais conclusões sobre o tema estudado, e algumas sugestões para trabalhos futuros.

1. O NITINOL

Como já foi referido anteriormente, a primeira geração de ligas monofásica NiTi foi comercializada sob o nome de Nitinol®, e esta designação continua a ser utilizada tanto por indústrias como por investigadores.

O diagrama de fases Ti-Ni é mostrado na **Figura 1.1**. Como se pode observar, as ligas equiatómicas (NiTi = 50:50%at.), domínio intermédio monofásico (TiNi), são obtidas em condições de equilíbrio pela solidificação congruente a 1310°C a partir da fase líquida (L) com a mesma composição química.

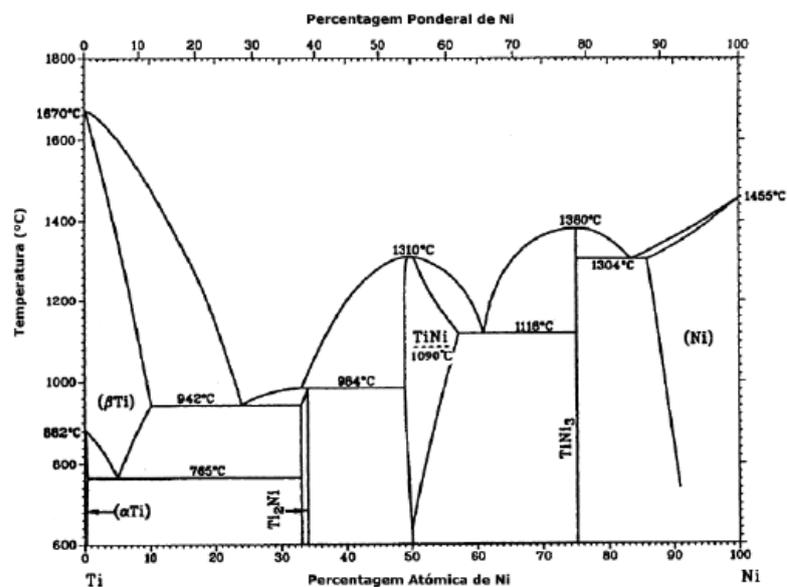


Figura 1.1. Diagrama de fases Ti-Ni [15].

Estas ligas são passíveis de exibir duas estruturas cristalinas distintas: a austenite e a martensite. São, pois, materiais alotrópicos cuja organização cristalográfica é função das condições de processamento: temperatura e/ou presença de tensões. Na austenite, os átomos de Ni e de Ti partilham uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), também designada por B2 (os átomos de uma espécie química estão nos vértices e os da outra no centro da célula) sendo estável para T elevadas (> 100°C) e valores baixos de tensão. A martensite

caracteriza-se pela estrutura ortorrômbica ou monoclinica (do tipo B19 ou B19', respetivamente), sendo estável para T baixas ($< 100^{\circ}\text{C}$) e valores elevados de tensões [15].

A martensite nas ligas NiTi pode assumir uma determinada orientação cristalográfica, denominada por variante, num total de 24 variantes distintas. O empacotamento destas variantes pode ser auto-acomodante (martensite maclada), isto é, disposto de um modo a minimizar as tensões elásticas entre os grãos, ou de forma a que uma variante seja dominante em relação às outras (martensite desmaclada) [1], [15].

A transformação de fase austenite \leftrightarrow martensite pode ser induzida por efeito de temperatura ou de tensão aplicada à liga, produzindo efeitos distintos, designados por Efeito de Memória de Forma (*Shape Memory*) ou Superelasticidade (*Super Elasticity*), respetivamente [17]. Mais ainda, esta transformação alotrópica depende da composição da liga, sendo que, uma liga rica em Ni faz com que o efeito de superelasticidade ocorra mais próximo da temperatura ambiente; enquanto que as ligas ricas em Ti possuem geralmente temperaturas de transformação superior devido ao desvio para o domínio bifásico $\text{Ti}_2\text{Ni} + \text{TiNi}$, como se pode observar na **Figura 1.1** [17], [18].

1.1. Ligas de Memória de forma

O efeito memória de forma pode ser definido como *a capacidade de um material em recuperar a sua forma original, após deformação plástica, por aquecimento a uma temperatura superior à temperatura de transformação de fase* [16].

A aptidão de certas ligas metálicas apresentarem transformação martensítica foi observada pela primeira vez pelo sueco Arne Olander em 1932 [16], [19], e o mecanismo de transformação de fase induzida por efeito térmico (aquecimento-arrefecimento) é mostrado, esquematicamente, na **Figura 1.2**. Como se pode observar, a fase estável de baixa temperatura é a martensite e, por aquecimento, transforma-se em austenite. Esta transformação ocorre não para um valor fixo de T mas numa gama de temperaturas $A_s \leftrightarrow A_f$, isto é, início e fim de transformação martensite \leftrightarrow austenite, respetivamente. Durante o arrefecimento observa-se a transformação inversa, ou seja, a passagem da fase austenítica para martensítica na gama de temperaturas $M_s \leftrightarrow M_f$, correspondente ao início e fim de transformação austenite \leftrightarrow martensite, respetivamente [15], [20], [21]. Seguindo por isso a ordem $M_f < M_s < A_s < A_f$. Esta transformação dá origem à formação de uma martensite maclada,

ou seja, com várias variantes. Que pode ser desmaclada através da aplicação de uma tensão no material a baixa temperatura.

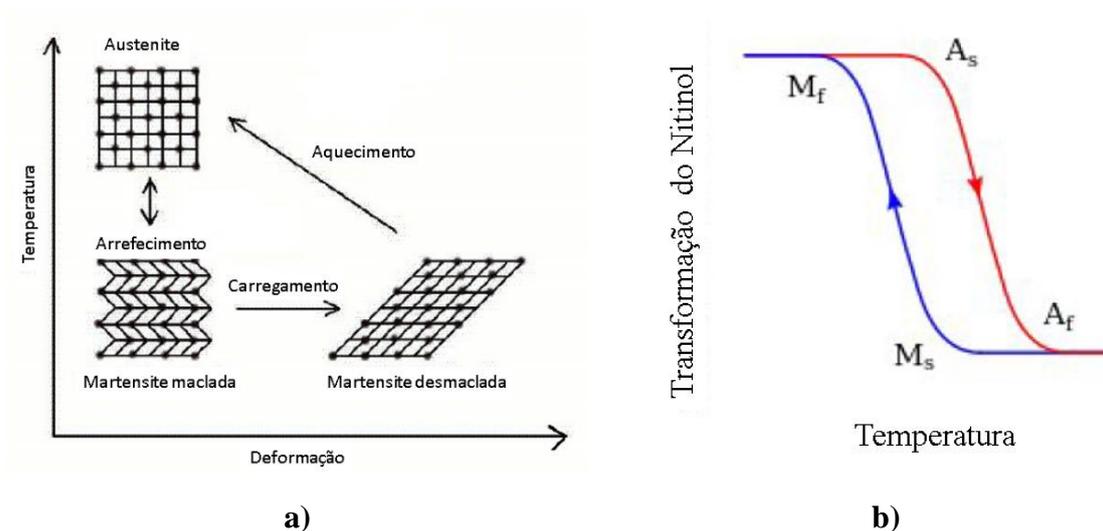


Figura 1.2.a) Esquema do efeito memória de forma; **b)** Ciclo de histerese de temperatura (adaptado de [22]).

Assim sendo, quando a peça no domínio martensítico, é sujeita a uma força que provoque a sua deformação há uma reorientação dos planos cristalográficos desta fase no sentido favorável à força aplicada. Após descarregamento a deformação é permanente, pois a martensite é a fase estável a baixa temperatura. Quando ocorre o aquecimento da peça a uma temperatura superior a A_f , ocorre a transformação $M \leftrightarrow A$, na qual é observado o efeito memória de forma, **Figura 1.2.a)** [15].

Durante as transformações pode surgir uma fase intermédia chamada de fase R (romboédrica), sendo a sua estrutura uma ligeira distorção da fase austenítica (B2). Esta fase aparece sobretudo em ligas ricas em Ni ou com adição de um terceiro elemento. Uma vez que a influência desta fase nas características do material não é significativa, esta não é considerada importante para a transformação martensítica [15], [23].

A transformação induzida pela temperatura apresenta histerese, uma vez que as temperaturas de transformação no aquecimento não são as mesmas do arrefecimento, **Figura 1.2.b)**. Este ciclo deve-se à energia dissipada em forma de atrito interno durante a transformação [1]. Assim, a avaliação das temperaturas de transformação M_f , M_s , A_s e A_f é um passo importante na caracterização das ligas ortodônticas NiTi. Sob o ponto de vista

clínico é necessário identificar-se a faixa de temperaturas em que o fio ortodôntico pode operar, bem como prever o seu comportamento [1].

O método mais usado e recomendado pelas normas ANSI/ADA Standard No.32 e ISO 1584 como o método de determinar A_f é por Calorimetria Diferencial de Varrimento (DSC- *Differential Scanning Calorimetry*) [21]. Com esta técnica é medida a quantidade de calor absorvida ou libertada por uma amostra sujeita a um ciclo térmico, **Figura 1.3**, sendo possível identificar a reação endotérmica da transformação $M \leftrightarrow A$ durante o aquecimento, e a reação exotérmica da transformação $A \leftrightarrow M$ durante o arrefecimento, bem como os respetivos valores de temperaturas de início e fim de transformação [1].

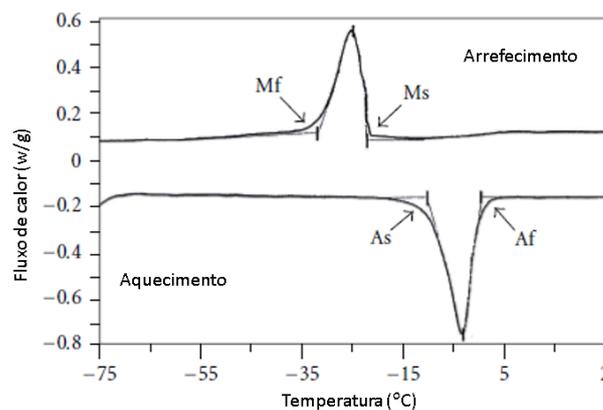


Figura 1.3. Gráfico fluxo de calor em função da temperatura, obtido por DSC, típico de uma liga com memória de forma (adaptado de [18]).

A medição da Resistividade Elétrica durante um ciclo térmico também pode ser utilizada na determinação das temperaturas de transformação. Tal deve-se ao facto da resistividade elétrica da austenite ser ligeiramente superior à da martensite, e a resistividade elétrica da fase R ser superior a ambas. Assim, durante o arrefecimento, na transformação $A \leftrightarrow R$ observa-se um aumento súbito da resistividade elétrica, e na transformação $R \leftrightarrow M$ um decréscimo suave da resistividade. Se a transformação não envolver a fase R apenas se observa um ligeiro decréscimo na transformação $A \leftrightarrow M$ [15].

Uma outra técnica, o Ciclo Térmico a Tensão Constante consiste em medir o comprimento de uma amostra, num ensaio de tração, em função da temperatura. Como é expectável que haja dilatação durante a transformação $A \leftrightarrow M$, pode precisar-se a temperatura

à qual ocorreu a expansão da amostra. Todavia, o erro inerente à avaliação pode ser elevado já que a dilatação é muito baixa (cerca de 0,34%) [15].

O método de *Bend and Free Recovery* (BFR), recorre ao efeito memória de forma para determinar as temperaturas de transformação. Este método está descrito na norma ASTM F 2082, sendo possível a obtenção de resultados sem a necessidade de seccionar o material. Este método consiste em arrefecer o material para temperaturas em que a única fase presente seja a martensite, deformar o material, e aquecer novamente até recuperar completamente a estrutura austenítica. O movimento de recuperação é monitorizado, sendo registado o deslocamento e a temperatura da amostra. Através da evolução obtida determinam-se os valores de A_s e A_f [21].

Um trabalho de investigação em fios NiTi ortodônticos de fabricantes diferentes [21] com o objetivo de avaliar a aptidão dos métodos DSC e BFR, mostrou que, apesar de serem registadas diferenças nas temperaturas de transformação obtidas, estas eram baixas e provavelmente devidas a ligeiras alterações nas propriedades da liga, provocadas pela necessidade de deformar o fio no BFR, e de cortar no DSC. Os autores concluíram que o BFR é um método fiável para determinar a temperatura de transformação e com a vantagem de ser mais económico [21].

1.2. Ligas Superelásticas

A maior parte dos materiais metálicos apresentam uma deformação elástica máxima de 0,2% do seu comprimento obedecendo à lei de Hooke. Uma vez que as ligas equiatômicas de Ni-Ti caracterizam-se por um domínio elástico até 8%, não é aplicável a lei de Hooke, devido à ocorrência de uma transformação de fase aquando da aplicação de uma tensão no material. Durante esta transformação a deformação da liga continua a aumentar sem ser necessário aumentar significativamente a tensão aplicada [15].

Como já foi referido, a martensite existe para temperaturas inferiores a M_s , sendo esta a martensite maclada (**Figura 1.2**). No entanto esta fase é passível de existir a temperaturas superiores sob tensão. Na gama M_s e A_f , o aparecimento da martensite é induzido por tensão que, uma vez induzida é estável. Acima de A_f a martensite existe enquanto a tensão for aplicada, uma vez removida é observado o efeito de superelasticidade [24]. A transformação da austenite em martensite ocorre na zona de aplicação da tensão,

sendo a percentagem de martensite formada proporcional ao carregamento aplicado. Aquando da transformação os planos cristalográficos sofrem uma reorientação no sentido do carregamento aplicado [15], [20].

Na **Figura 1.4** é apresentada uma curva tensão-deformação típica das ligas NiTi, na qual é possível identificar 3 regiões distintas durante o ensaio de tração [15], [25], a saber:

- Região I: Deformação elástica linear;
- Região II: Transformação da fase austenítica em martensítica induzida por tensão;
- Região III: Reorientação da martensite, e deformação plástica até à rotura.

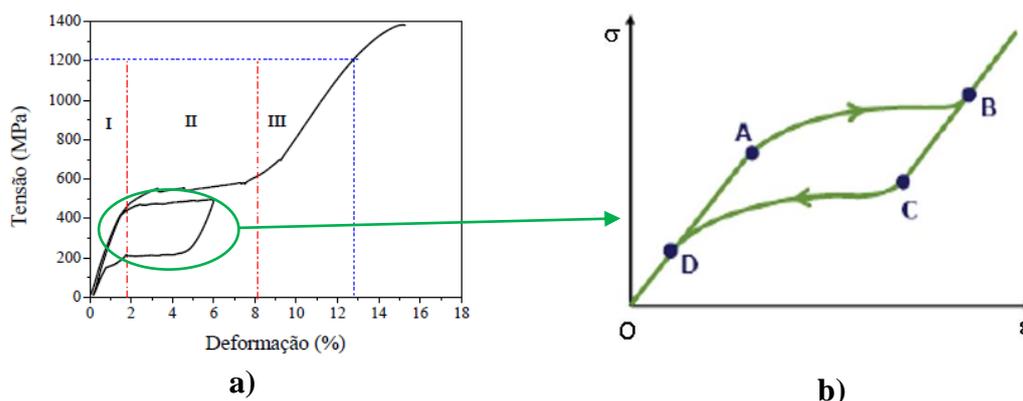


Figura 1.4. a) Regiões da curva tensão-deformação [25]; b) ciclo de superelasticidade [14].

A superelasticidade só se observa quando a liga se encontra a uma temperatura superior a A_f . Na **Figura 1.4.b)** está representada uma curva tensão-deformação típica de um ensaio de tração de uma liga de Nitinol. Pela sua análise é possível concluir que há deformação elástica da liga até ao ponto A, a partir deste ponto a austenite torna-se instável. A transformação em martensite induzida por tensão ocorre até ao ponto B, no qual toda a estrutura é já martensítica. Quando a carga é retirada a liga recupera elasticamente até ao ponto C, a partir do qual se dá a transformação inversa, da martensite em austenite, uma vez que a temperatura do ensaio é superior a A_f . Concluída a transformação no ponto D, a liga recupera elasticamente não havendo qualquer deformação residual [15], [24].

O módulo de elasticidade da liga de NiTi, na fase austenítica, pode ser determinado pelo declive do segmento de reta desde o início de aplicação de carga (ponto

O) até ao ponto de cedência da fase austenítica (ponto A), enquanto que o da martensite é obtido pelo declive da parte da curva após o ponto B, onde a relação tensão deformação é linear [1], [24].

São os patamares exibidos na curva tensão-deformação das ligas NiTi que vão ao encontro das aplicações em aparelhos fixos ortodônticos. Estes limiares indicam que uma força constante está a ser aplicada. É esta força, durante o descarregamento, que é interessante na ortodontia para promover o movimento dentário, ou seja, quando a força deixa de estar aplicada sobre o fio, as propriedades de memória de forma promovem a transformação da martensite novamente em austenite, e enquanto o fio volta à sua forma original induz o movimento dentário [26]. De notar que as tensões para as quais ocorrem as transformações de fase (tensões de *plateau*), no carregamento e descarregamento, não correspondem ao mesmo valor, ou seja, apresentam histerese. Este ciclo de histerese pode ser justificado pela dissipação de energia por atrito associado ao movimento atómico durante a transformação martensítica [18], [24].

1.3. Biocompatibilidade

Um material para ser biocompatível não deve implicar qualquer reação negativa no corpo humano quando em contacto com este. Como tal várias experiências devem ser realizadas para assegurar a segurança do paciente a receber o componente. A primeira preocupação, no que diz respeito a materiais biocompatíveis, é a sua interação com o meio no qual é aplicado (nomeadamente a libertação de iões tóxicos para o organismo). Mas outros fatores devem ser tidos em conta, como o impacto das propriedades mecânicas do material nos tecidos envolventes, e o tipo de implante a usar em cada aplicação clínica (uma vez que os requisitos variam de caso para caso).

O Nitinol é considerado pela comunidade científica como um material biocompatível [22], [27]. Importa todavia referir que o Ni é classificado, desde 2012, como carcinogénico para humanos pela **IARC** da organização mundial de saúde [27]. Mais ainda, vários estudos atribuíram ao Ni um potencial tóxico, alergénico e carcinogénico [28], [29].

O Ni é um metal de transição, 28º elemento da tabela periódica, com 5 estados de oxidação (do -1 ao +4), sendo o Ni²⁺ o mais comum e o mais importante nos sistemas biológicos. Encontra-se naturalmente presente na crosta terrestre, na atmosfera, e dissolvido

na água [3], [27]. É um metal que está presente no organismo em baixa quantidade, e embora seja considerado um nutriente necessário ao organismo, como na absorção de Fe, enriquecimento dos ossos, ou lactação, é extremamente tóxico para valores superiores aos recomendados, sob pena de acumulação em órgãos como os pulmões e as glândulas suprarrenais. A sua presença no corpo humano pode ser feita por inalação, por via oral, e por contacto com a pele ou com órgãos (através de implantes) [22], [27], [28].

Nas aplicações ortodônticas são muitas vezes identificadas alergias por contacto como a estomatite e a eritema, e ainda a perda de paladar, a sensação de ardor, a gengivite, a urticária, entre outros sintomas [3], [27], [28]. A presença de compostos de níquel pode ser associada também ao aparecimento de cancro nos pulmões, faringe e cavidade nasal. Bem como o desenvolvimento de tumores localizados pode estar relacionado com a libertação de Ni de implantes médicos [27]–[29]. Todavia, a probabilidade de ocorrer reações adversas causadas pelo Ni em aplicações ortodônticas é baixa, de 1:100 [30].

Assim, apesar da biocompatibilidade do Nitinol, este continua a ser assunto de diferentes estudos científicos devido ao elevado teor em Ni na sua composição. A difusão de Ni pode comprometer a estabilidade das ligas e trazer consequências nocivas para o paciente, mesmo em pequenas quantidades [22]. Uma possível forma de mitigar a libertação de níquel para o organismo passa pela Engenharia de Superfícies. A ideia, que constitui atualmente uma das áreas científicas em estudo no DEM-UC, consiste na deposição de um revestimento sem modificar as propriedades *bulks* da liga, de modo a aumentar a resistência à corrosão [3]. O trabalho de investigação é dedicado a revestimentos de carbono tipo diamante (DLC). Estes materiais são classificados como biocompatíveis e caracterizam-se, também, pela boa resistência à corrosão e ao desgaste, pelo que os investigadores estão confiantes que revestimentos de DLC em ligas Nitinol podem minimizar a libertação de Ni na cavidade oral [27].

1.4. Processo de Fabrico

Dadas as propriedades únicas do Nitinol, e a sua aplicabilidade em medicina, é importante, neste estado de arte, incluir também os principais métodos de processamento e a sua influência nas propriedades finais.

O processamento de materiais deve ser bem controlado desde as matérias primas até aos tratamentos térmicos finais, de modo a conseguir-se as propriedades adequadas face à aplicação, visto as propriedades do Nitinol serem bastante sensíveis à composição química inicial bem como à tecnologia de fabrico [31].

A **Figura 1.5** mostra o fluxograma de processamento do Nitinol. Este processo inicia-se pela mistura dos metais puros em que a precisão das quantidades de cada material e ausência de impurezas é fundamental, uma vez que as temperaturas de transformação são altamente sensíveis a variações de concentração. Um desvio de 1%pd. na concentração de Ni pode resultar num desvio de aproximadamente 100°C nas temperaturas de transformação [6], [31].

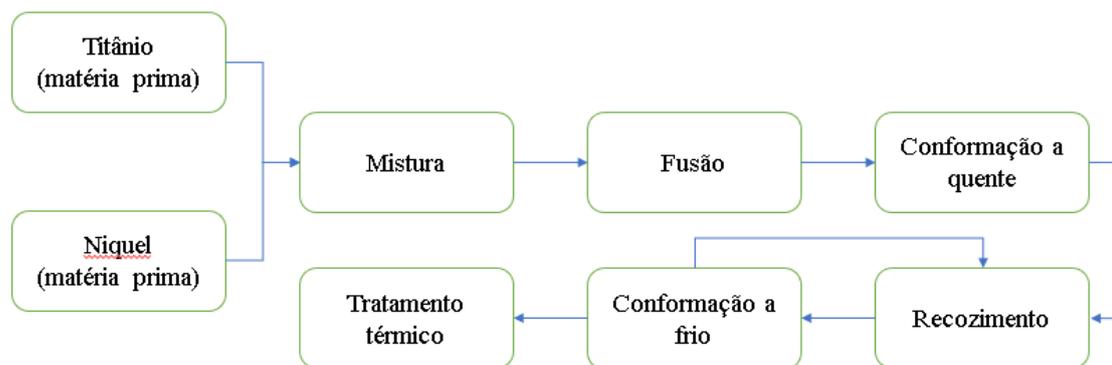


Figura 1.5. Processo de fabrico de ligas de Nitinol (adaptado de [6]).

Preparada a mistura dos pós metálicos, a sua fusão irá ser realizada em vácuo devido à elevada reatividade do Ti para com o oxigénio a altas temperaturas (evitar a formação de óxidos). Os métodos mais usados para a fundição são o VIM (Vaccum Inducion Melting) e VAR (Vaccum Arc Melting). A tecnologia VIM tem a vantagem de se conseguir uma liga mais homogénea, no entanto pode haver contaminação com carbono proveniente do cadinho usado. O processo VAR tem a vantagem de se obter uma liga mais pura, no entanto, a fusão (homogeneidade) dos materiais não ocorre por completo sendo necessário repetir o processo. É ainda possível utilizar os processamentos por PAM (Plasma Arc Melting) ou por EBM (Electron Beam Melting), mas estes são empregues em menor escala [6], [32], [33].

Após a fusão é necessário realizar a conformação da peça. Como o Nitinol endurece rapidamente durante a conformação a frio, este é inicialmente trabalhado a quente (600-900°C) para a redução de secção. A forma final da peça é conseguida pela conformação a frio, com necessidade de vários recozimentos a temperaturas entre 600-800°C, de modo a remover tensões internas induzidas durante o trabalho a frio. [31], [33], [34].

As propriedades finais da liga, como o efeito de memória de forma e a superelasticidade, são obtidas por tratamentos térmicos, sendo o mais comum o de envelhecimento [32].

2. FIOS ORTODÔNTICOS

Como foi mencionado anteriormente, o objetivo do tratamento ortodôntico com aparelhos fixos é o de promover o movimento dos dentes para posições corretas, minimizando as maloclusões. Tal é conseguido pela aplicação de forças em direções bem precisas sobre os próprios dentes. O componente usado no aparelho fixo que tem esta função é o fio ortodôntico.

Estes fios são o elemento que permite a transmissão das forças para a movimentação dentária, através do princípio da acumulação de energia elástica que é convertida em trabalho mecânico para a movimentação dos dentes [1], [13]. A acumulação de energia é feita pela deformação do fio no seu regime elástico, sendo libertada na forma de força sobre as estruturas dentárias. Como consequência do movimento dentário, os ligamentos periodontais e as estruturas associadas, sobre as quais a força é exercida, vão sofrer um processo de remodelação para se adaptarem às novas posições dentárias. Assim sendo, para que não ocorra compressão indevida dos tecidos, causando o desconforto do paciente, a força aplicada deve ser baixa, com duração variável de acordo com a resposta biológica dos tecidos. A direção da força depende do tipo de movimento dentário a realizar, em acordo com o tipo de maloclusão [1].

2.1. Requisitos em Ortodontia

Algumas propriedades como a resiliência, módulo de elasticidade, tensão limite de elasticidade, formabilidade, soldabilidade, atrito, e biocompatibilidade são fundamentais no bom desempenho dos fios ortodônticos [13]. No entanto, cabe ao médico dentista projetar todo o tratamento, diferenciado para cada paciente, através do seu conhecimento sobre o comportamento biomecânico e clínico. Mais ainda, como nenhum fio é apropriado para todos os estágios de tratamento e não há materiais ideais, é necessário ter, também, em consideração a grande variedade de parâmetros e características dos diferentes fios comerciais. A **Tabela 2.1** resume os principais requisitos para o fio ortodôntico ideal,

encontrando-se em concordância com o fluxograma da **Figura 2.1** proposto por Robert P. Kusy em 1996 [35], [36].

Tabela 2.1. Requisitos do fio ortodôntico ideal (Adaptado de [36]).

Propriedade	Requisito
Biológica	Não ser tóxico
Química	Resistente à corrosão
Mecânica	Módulo de elasticidade elevado Elevada formabilidade Elevada tensão limite de elasticidade Dureza Elevada resiliência Soldável Ductilidade suficiente de modo a permitir a aplicação Baixo atrito na interface com o <i>bracket</i>
Outras	Manter as propriedades durante a aplicação Não ser caro Manuseamento fácil

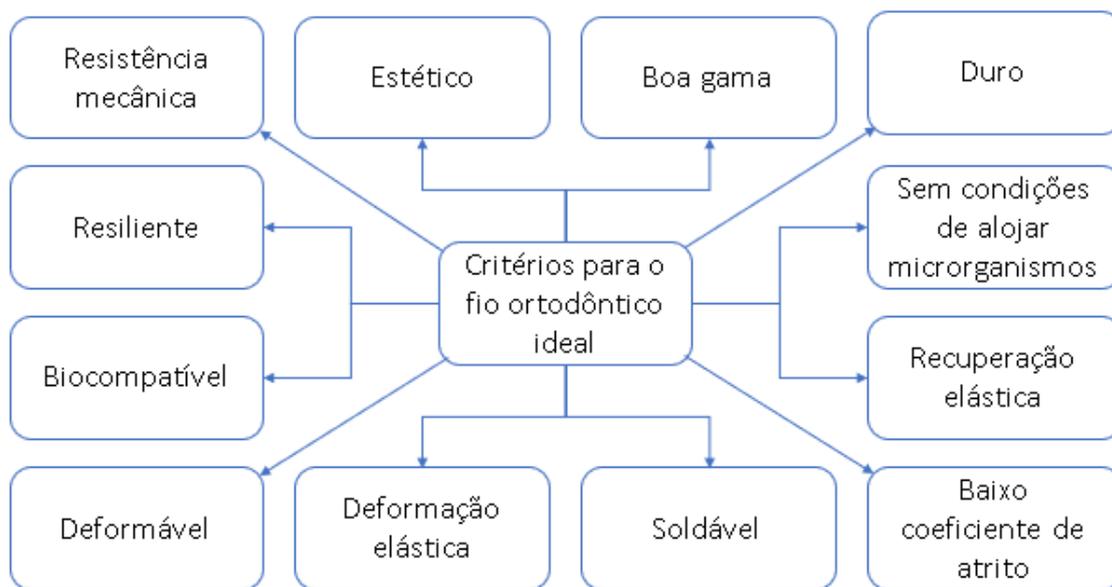


Figura 2.1. Critérios para um fio ortodôntico ideal proposto por Kusy em 1996 (Adaptado de [35]).

No que concerne as propriedades mecânicas, destaque-se:

- **Resiliência**

A resiliência é a capacidade de um material armazenar energia quando deformado elasticamente e de a libertar durante o descarregamento. Em ortodontia representa o trabalho disponível para a movimentação dentária [13], [37], [38]. Nos fios ortodônticos é desejável que seja armazenada bastante energia, com uma carga baixa. Deste modo, durante a desativação, a energia libertada é continua por um maior período de tempo, diminuindo o tempo de tratamento[39].

- **Módulo de elasticidade**

O módulo de elasticidade é a propriedade que quantifica as forças de ligação entre os átomos, podendo ser designado como a rigidez do material [13]. Do ponto de vista clínico, o módulo de elasticidade é visto como a magnitude da força necessária para se deformar o fio. [13], [37], [39]. Nas fases iniciais de tratamento, de forma a não causar desconforto do paciente, são necessárias forças pouco intensas, constantes e precisas, sendo assim desejável uma baixa rigidez do fio [13], [39]. Nas fases finais em que devem ser mantidos os dentes nas novas posições, são utilizados fios com um módulo de elasticidade mais elevado [13].

- **Tensão limite de elasticidade**

A tensão limite de elasticidade, tal como o próprio nome indica, é o valor máximo de tensão em regime elástico. Em fios ortodônticos é desejável um elevado limite de elasticidade de forma a impedir que as forças de mastigação deformem plasticamente o fio ou promovam mesmo a sua fratura [13], [37], [39].

- **Formabilidade**

Capacidade de promover um formato específico ao fio, isto é, dobrar o fio na forma desejada, sem ocorrer fratura ou deformação plástica permanentemente [13], [37], [39].

- **Soldabilidade**

A capacidade das ligas usadas em ortodontia para serem soldáveis é vantajosa para a fixação de auxiliares [13], [39]. Os aços são facilmente soldáveis, no entanto, as ligas NiTi não aceitam soldas [37].

- **Atrito**

O atrito entre o fio ortodôntico e os *brackets* deve ser o menor possível, de modo a não criar resistência ao movimento dentário [13], [37].

Relativamente à resposta biológica, os fios devem ser biocompatíveis e não tóxicos. A biocompatibilidade pode ser definida como a capacidade de um material executar a sua função com uma resposta apropriada do organismo [6], isto é, não ocorrerem reações alérgicas, de irritação, de inflamação, ou qualquer tipo de reações tóxicas ou carcinogénicas nos tecidos em contacto com o metal [37], as consequências destas reações definem o grau de biocompatibilidade. Uma vez que os fios ortodônticos estão em contacto com os tecidos bucais por longos períodos, devem ser resistentes à corrosão de modo a não permitirem a libertação de iões que possam causar efeitos adversos [13].

2.2. Fios de Nitinol

Os fios de Nitinol são ideais para a fase inicial de tratamento devido à sua baixa rigidez e elevada resiliência, sendo capazes de aplicar forças leves e contínuas durante longos períodos, podendo por isso reduzir o número de trocas de arcos, bem como o desconforto do paciente [40]. A superelasticidade e a memória de forma destas ligas são bastante úteis na fase inicial de tratamento onde é necessária uma maior ductilidade do fio, devido ao posicionamento mais irregular dos dentes [41]. Podem, contudo, apresentar algumas limitações na aplicação clínica. Devido à sua baixa formabilidade podem fraturar durante o manuseamento pelo médico, e qualquer dobra necessária no fio tem de ser requisitada antes da aplicação clínica [42]. A **Tabela 2.2** resume as principais vantagens e desvantagens destes fios.

Em aplicação clínica, os fios de Nitinol selecionados são os superelásticos e os termicamente ativáveis. A principal diferença entre estes 2 tipos de ligas reside na diferença significativa entre as forças de atuação. As forças produzidas pelos fios termoativáveis são mais baixas [43].

Os fios termoativáveis são também classificados como martensítico ativos e apresentam a temperatura de transformação de fase $M \leftrightarrow A$ próxima da temperatura corporal. Deste modo, o fio pode ser deformado plasticamente antes de ser introduzido na cavidade

oral, na qual recuperará a forma original. Contudo, alguns destes fios não têm as temperaturas de ativação corretas de forma a exibir superelasticidade à temperatura oral [43], [44].

Tabela 2.2. Vantagens e desvantagens dos fios de Nitinol [36].

Vantagens	Desvantagens
<ul style="list-style-type: none"> • Elevada resiliência • Elasticidade • Resistência à corrosão 	<ul style="list-style-type: none"> • Baixa formabilidade • Não podem ser soldados • Atrito na interface fio-<i>bracket</i> mais elevado comparativamente a outras ligas • Mais caros

Os fios superelásticos, também classificados como austenítico ativos, têm temperaturas de transformação mais baixas que os termoativáveis. Assim sendo são capazes de apresentar efeito memória de forma, e superelasticidade à temperatura oral. Estes fios estão disponíveis no mercado com várias temperaturas de ativação, uma vez que a força exercida pelos fios depende da temperatura de transformação destes [42]–[44].

Existe também a possibilidade destes fios apresentarem um gradiente de composição química com variação da razão Ni/Ti, devido ao facto de serem necessárias forças diferentes para mover tipos de dente diferentes (incisivos, pré-molares e molares). É possível obter o gradiente através de um tratamento térmico localizado, assim estes fios conseguem aplicar forças baixas na região incisiva, aumentando à medida que avança para a região molar, de modo a aplicar a força ideal em cada dente e promover o conforto do paciente. Os valores típicos de carga situam-se entre 0,8 e 3 N [17].

Os fios ortodônticos são obtidos por trefilagem, e podem apresentar secções transversais circulares, retangulares ou quadradas [14], com dimensões normalmente superiores a 0.010 in (0,25 mm) de diâmetro ou espessura. Os fios de secção circular são normalmente usados nas fases iniciais de tratamento, uma vez que comparativamente aos de secção retangular permitem a transmissão de forças mais leves [45].

A dimensão da secção transversal afeta as propriedades destes componentes, principalmente a rigidez. O aumento da secção transversal aumenta a força de resposta do fio como se mostra na **Figura 2.2**, obtida num trabalho de investigação sobre fios NiTi [46]. No entanto este não é um fator determinante na capacidade de resposta do Nitinol, uma vez

que o módulo de elasticidade durante a transformação martensítica não permanece constante [43]. Esta teoria foi reforçada na prática por vários autores [46]–[48], mostrando que com um incremento de 0.002 in ($0,0508\text{ mm}$) ao diâmetro, a força de resposta aumenta em cerca de 50%.

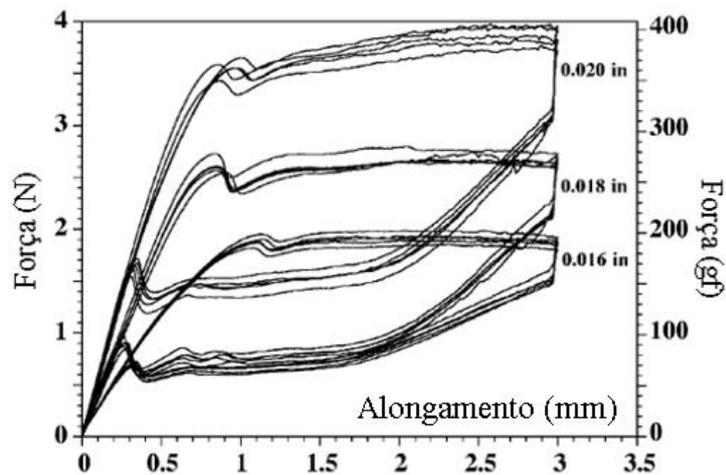


Figura 2.2. Curvas força-alongamento de fios NiTi com diferentes tamanhos de secção [46].

3. COMPORTAMENTO QUIMICO

3.1. A Corrosão

A corrosão dos aparelhos dentários é um fator preocupante na aplicação dos mesmos. Tal que a resistência à corrosão e a biocompatibilidade são os principais requisitos a satisfazer pelos materiais metálicos em ambiente oral. A cavidade oral é bastante agressiva, uma vez que tem características iônicas, térmicas, e microbiológicas que promovem a corrosão e a biodegradação, tal como a saliva [6].

A saliva humana é uma solução aquosa de cloro com quantidades variáveis de outros componentes (Na, K, Ca, PO₄, CO₂, compostos de sulfato, e mucina). A temperatura normalmente atribuída é de ~ 36,5°C com um pH entre 6,5 e 7. Contudo, importa referir que nas zonas onde se deposita a placa bacteriana o pH pode atingir valores na ordem de 2 [6], sendo assim zonas mais agressivas na degradação metálica. Na corrosão oral, a saliva funciona como eletrólito, promovendo a corrosão galvânica e a presença de enzimas funciona como fator aditivo neste processo deletério. Outros fatores que contribuem para este processo são os movimentos de mastigação (as forças na mastigação atingem valores na ordem de 200 N [6]), a ingestão de alimentos e bebidas (que podem causar variações no pH do ambiente oral), as forças e a fricção entre os vários componentes dos aparelhos dentários, bem como a escovagem dentária [3].

Os iões metálicos libertados pela corrosão na cavidade oral podem ser absorvidos na saliva, ou ingeridos, podendo causar danos locais nos tecidos pela exposição a iões metálicos [49]. A corrosão do material pode também causar perda das suas propriedades, tendo um impacto negativo na performance clínica das aplicações ortodônticas [50].

A corrosão de um metal consiste na perda de iões de metal diretamente para o meio, ou na degradação progressiva da camada protetora. Quando ocorre corrosão de um metal, esta deve-se a duas reações simultâneas, uma reação de oxidação e uma reação de redução.[50] A reação de oxidação também chamada de reação anódica, é aquela na qual há a libertação de iões positivos para a solução aquosa, permanecendo os eletrões no metal. A

reação de redução também chamada de reação catódica, dá-se quando íons livres, metálicos ou não metálicos, reduzem a sua carga de valência, ou seja, quando há o consumo dos elétrons produzidos na reação de oxidação. Ambas as reações devem ocorrer simultaneamente de modo a evitar cargas elétricas no metal [51]. Uma vez iniciada, a corrosão continua até todo o metal ser consumido, ou até a camada passiva ser regenerada, ou até o reagente se esgotar [49].

3.2. A Passivação

As bioligas metálicas utilizadas em ortodontia, aços inoxidáveis, ligas de Ti e ligas de Co-Cr, são bastante resistentes à corrosão devido à capacidade de formação de uma camada protetora (fase óxida) à sua superfície [3], [50], [52]. Este fenômeno é chamado de passivação e encontra-se na literatura duas teorias que explicam a sua formação [51], [52], a saber:

- **Teoria do filme de óxido**, considera que a camada passiva é o produto da reação de oxidação do metal, que forma uma barreira física sobre o metal, reduzindo assim a capacidade de ocorrer reações entre o meio e o metal.
- **Teoria da adsorção**, atenta que o metal está coberto por uma camada de oxigênio adsorvido quimicamente. Assim sendo as moléculas de água adsorvidas naturalmente que ajudam na hidratação dos íons do metal, são substituídas pelo oxigênio, reduzindo a capacidade de dissolução anódica.

A camada passiva atua como uma barreira impermeável ao movimento de íons e elétrons, impedindo assim a libertação de íons para o meio aquoso e protegendo o substrato da corrosão eletroquímica. No entanto a composição do meio envolvente pode afetar o equilíbrio do filme passivo, promovendo a sua dissolução. Fatores como a abrasão mecânica, atividade de microrganismos e a presença de íons agressivos também promovem a destruição desta camada passiva [52]. Esta destruição pode ser localizada, tendo como consequência a aceleração de processos de corrosão localizada [22].

3.3. Corrosão dos Aparelhos Dentários

A literatura aponta a corrosão uniforme como sendo a mais comum em aparelhos fixos ortodônticos. Todavia, a corrosão por picadas, fendas, intergranular, galvânica, fricção, sob tensão e biocorrosão, são também referenciadas [3], [50].

- **Corrosão uniforme**

É a consequência de uma reação de redução com o meio envolvente, formando hidróxidos e compostos organometálicos. Como a corrosão ocorre de modo uniforme na superfície, esta pode permanecer indetetável durante longos períodos, até grande parte do metal ter sido afetada [3], [50].

- **Corrosão por picadas**

É uma forma de ataque corrosivo localizado que dá origem a pequenas picadas no metal, sendo por vezes difícil de detetar, uma vez que os produtos da corrosão podem cobrir os orifícios. Este tipo de corrosão tem 2 fases principais, a fase de nucleação e a fase de crescimento, onde heterogeneidades na estrutura e na composição da superfície são locais mais propícios a se dar a nucleação. Uma vez formadas, a velocidade de crescimento das picadas é cada vez maior ocorrendo normalmente na direção da força gravítica [51]. Estas picadas são pontos de concentração de tensões, podendo levar a uma redução da resistência mecânica [53].

A propagação das picadas deve-se à dissolução do metal no seu interior, mantendo um elevado grau de acidez no fundo das picadas. Assim sendo, a reação anódica ocorre no fundo da picada, e a reação catódica à superfície em redor da picada [51], [52]. Este tipo de corrosão já foi observado em componentes dentários antes de terem sido expostos ao ambiente oral, indicando que este ambiente não é um fator determinante para que ocorra este tipo de corrosão [3], [53].

- **Corrosão por fendas**

À semelhança das picadas esta também é uma forma de corrosão eletroquímica localizada, ocorrendo em fendas ou por baixo de superfícies recobertas ou em contacto nas quais existam soluções estagnadas, ou seja, locais onde a troca de oxigénio é dificultada, como é o caso da interface entre as ligaduras elásticas e o fio [30], [53].

As reações anódica e catódica ocorrem na fenda, mas uma vez que a solução está estagnada o oxigênio é consumido totalmente e não tem capacidade de renovação, assim a superfície externa à fenda torna-se catódica em relação ao interior [53]. A reação anódica continua a ocorrer criando uma zona de concentração de íons positivos. De modo a contrabalançar as cargas positivas, íons negativos, como é o caso dos íons de cloro, são atraídos para o interior da fenda, dando origem a cloretos. Estes entrando em contacto com a água dão origem a um ácido clorídrico que provoca a destruição da camada passiva [51], [52]. Deste modo, um baixo pH e alta concentração de cloro promovem a corrosão por fendas [30].

- **Corrosão intergranular**

Este tipo de corrosão dá-se sobretudo nos aços inoxidáveis, e consiste num ataque localizado nas fronteiras de grão ou em zonas adjacentes, devido à reatividade dessas zonas.

Durante os processos de fabrico dos aços inoxidáveis, que envolvam o aquecimento e posteriormente o arrefecimento lento (soldaduras por exemplo) em faixas de temperaturas entre os 500°C e os 800°C, pode ocorrer a precipitação de carbonetos de cromo nas fronteiras de grão. Assim sendo as regiões adjacentes aos limites de grão ficam empobrecidas em cromo não conseguindo formar a camada passiva. Quando em contacto com um meio corrosivo estas zonas serão fortemente atacadas, levando à perda de resistência mecânica da liga ou à fratura pelas fronteiras de grão [3], [50], [51].

- **Corrosão galvânica**

A corrosão galvânica deve-se a reações eletroquímicas que ocorrem quando dois metais diferentes, unidos por um material condutor entre si, são imersos na mesma solução. É o caso das ligações entre os *brackets* e o fio ortodôntico. Quando isto acontece são criadas células de corrosão galvânica, ou seja, os metais são polarizados passando um deles a comportar-se como cátodo e o outro como ânodo, e o eletrólito atua como meio de migração de íons. Isto deve-se às diferenças de potenciais eletroquímico dos metais, sendo geralmente o metal mais nobre, de acordo com a série galvânica, a tornar-se o cátodo, que por sua vez é o mais resistente à corrosão [27], [30], [50], [54]. Esta corrosão caracteriza-se por apresentar perfurações no material que funciona como ânodo, nas zonas de contacto [53].

- **Corrosão por fricção**

Ocorre em áreas de contacto de metais sujeitas a cargas, e que efetuam movimentos de escorregamento ou vibração entre si, por exemplo a interface fio ortodôntico/*bracket*. Quando ocorre a fricção entre as duas superfícies há a destruição da camada passiva, ficando o material mais suscetível a reações com o meio [3], [52].

- **Corrosão sob tensão**

Ocorre quando há a combinação de um ambiente corrosivo com tensões no material. É um tipo de corrosão localizada, uma vez que a superfície do metal é muito pouco atacada, ocorrendo maioritariamente pela propagação de fendas através da secção do metal [53]. Embora os mecanismos de propagação não estejam totalmente compreendidos, a maior parte defende que há 2 fases, a de iniciação e a de propagação da fenda. Geralmente a fenda tem início em picadas ou descontinuidades, e uma vez formada, a sua extremidade está sujeita a concentração de tensões aumentando a reatividade da liga nessa zona. Ocorrendo a dissolução do material por corrosão eletroquímica [51], [53].

- **Biocorrosão**

Também conhecida por corrosão induzida microbiologicamente. No caso dos componentes dos aparelhos dentários é a placa bacteriana a responsável pela degradação das ligas. Esta é composta por componentes da saliva que são colonizados por microrganismos. Estes microrganismos podem absorver e metabolizar o metal das ligas, levando à sua corrosão [3]. Os subprodutos metabólicos dos microrganismos podem alterar as condições do meio, como a diminuição do pH, tornando este mais favorável para a ocorrência de corrosão das ligas. Este tipo de corrosão é caracterizado por crateras em forma de cone ao longo das fronteiras de grão do material [30]. A formação de células galvânicas pode ser induzida pela placa bacteriana, uma vez que esta possui zonas com diferentes concentrações de oxigénio e de iões metálicos. ou quando esta se rompe pela exposição do metal à saliva que funciona como eletrólito. A presença de bactérias anaeróbicas redutoras na placa bacteriana pode contribuir para a destruição da camada passiva uma vez que estas libertam compostos sulfatados [3].

3.4. Corrosão do Nitinol

Uma vez que um dos principais constituintes da liga é o Níquel (considerado um dos 3 componentes tóxicos usados em ligas biocompatíveis, junto com o Crômio e o Vanádio), a sua resistência à corrosão é extremamente importante [6], visto ser um dos fatores determinantes da biocompatibilidade do material [55].

O Nitinol apresenta uma boa resistência à corrosão devido à formação de uma camada externa passiva, aderente e protetora de TiO_2 . Devido à elevada afinidade do titânio para com o oxigênio este óxido é maioritário, mas também há a formação de NiO , embora em quantidades menores. Este filme de TiO_2 funciona como uma barreira protetora e possui características regenerativas. Todavia quando danificada e/ou não houver condições de regeneração, a superfície do Nitinol fica sujeita à progressão da reação de corrosão [30], [52].

Atualmente a maior parte das pastas de dentes, elixires e agentes de branqueamento dentário contêm flúor. Além disso, os pacientes são normalmente aconselhados pelos médicos dentistas a fazerem tratamentos com flúor a cada 6 meses, de modo a prevenir cáries e manter uma boa higiene oral. Importa também referir que há estudos científicos [6], [56] que mostraram um efeito prejudicial de agentes como o flúor na resistência à corrosão das ligas de Ti, em particular as de NiTi. A reação do flúor com as bactérias existentes na cavidade bucal, pode originar ácido hidrófluídrico que causa a dissolução da camada passiva de TiO_2 [49]. Deste modo, interessa estudar o comportamento das ligas à corrosão oral, e, também, em ambientes ricos em flúor.

Da bibliografia consultada foram encontrados trabalhos realizados em laboratório (*in vitro*), com o objetivo de prever o comportamento à corrosão dos fios de Nitinol, bem como estudos realizados em prática clínica (*in vivo*).

- **Estudos *in vitro***

Na realização de estudos à corrosão em laboratório são criadas condições de modo a simular o ambiente que se pretende estudar. No caso dos fios ortodônticos é o ambiente oral e todas as variáveis que este pode sofrer que tentam ser reproduzidas pelos investigadores. Deste modo, os estudos *in vitro* são geralmente conduzidos com recurso a saliva artificial, fazendo variar determinados fatores como o pH e a concentração de flúor.

De um modo geral todos os estudos consultados mostram que a concentração de flúor e o pH têm um papel significativo no comportamento à corrosão do Nitinol. Genericamente, existe concordância entre os autores reportando que para elevadas concentrações de flúor e baixos valores de pH estes fios são mais suscetíveis à corrosão [26], [55]–[60].

Um dos métodos mais usados para a avaliação da resistência à corrosão das ligas de NiTi *in vitro* é a realização de um teste eletroquímico com a amostra imersa na saliva artificial, obtendo as propriedades eletroquímicas da mesma (potencial de corrosão, densidade de corrente, resistência à polarização e potencial de picada) [60].

Huang *et al.* [55], estudou a resistência à corrosão de fios NiTi em saliva artificial do tipo Fusayama modificada (**Tabela 3.1**) para valores fixos de pH 5 e pH 2 e temperatura de 37°C. Foram efetuados ensaios cíclicos potenciodinâmicos e potencioestáticos.

Tabela 3.1. Composição da saliva artificial de Fusayama modificada.

Composto	NaCl	KCl	CaCl ₂ ·2H ₂ O	NaH ₂ PO ₄ ·H ₂ O	KSCN	Na ₂ S·9H ₂ O	Ureia
Concentração (mg/L)	400	400	795	690	300	5	1000

A **Figura 3.1**, mostra a micrografia da superfície dos fios NiTi, obtidas por SEM (*Scanning Electron Microscope*) antes e após imersão. Como se pode observar, a presença de corrosão por picada é evidente, e este efeito deletério aumenta com a diminuição do pH da solução de saliva.

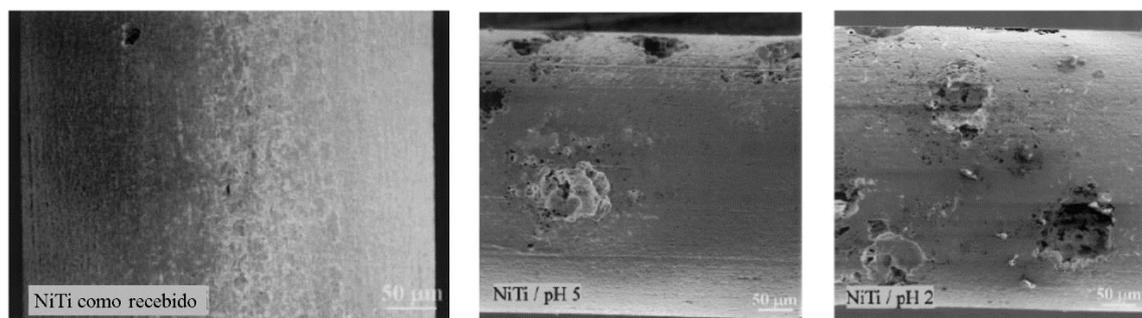


Figura 3.1. Micrografias, por SEM, de fios NiTi no estado como recebido, após teste a pH 5, e pH 2 [55].

Também, Močnik *et al.* [57] chegou à mesma conclusão quanto à influência do pH na corrosão dos fios de NiTi. Aqueles autores utilizaram uma solução de saliva artificial com pH 6,5 e outras duas acidificadas com ácido láctico para pH 2,5 e pH 3,9. Concluíram que para pH 6,5 o Nitinol era resistente à corrosão. Todavia, a resistência diminuía com a diminuição do pH, ficando a liga suscetível a corrosão localizada. Os resultados foram obtidos com recurso a medições de polarização cíclica potenciodinâmica (**Figura 3.2**), após 2 horas de imersão das amostras. Pelo mesmo método foi também analisada a influência da concentração de flúor na corrosão do fio, para concentrações molares de 0,014 M, 0,026 M e 0,076 M. Concluíram que para concentrações mais elevadas (típica das pastas de dentes) a liga ficava suscetível a corrosão localizada.

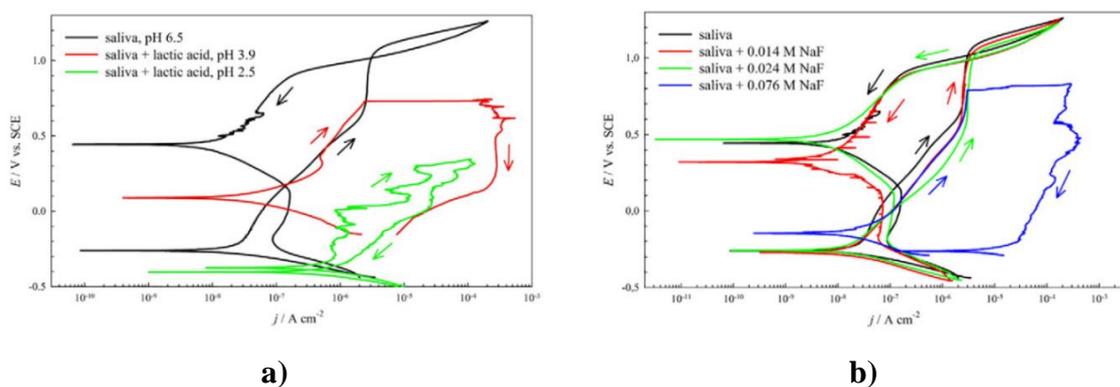


Figura 3.2. Curvas de polarização potenciodinâmica de fios NiTi em saliva artificial, **a)** a vários pH **b)** em várias concentrações de flúor [57].

Similarmente, Gupta *et al.* [56] estudaram a corrosão de fios NiTi sob ação de dois elixires dentários comerciais com elevada concentração de flúor (*Phos-flur gel* e *Prevident 5000*, com pH de 5,1 e 7 respetivamente). As amostras foram mergulhadas em 5 mL de cada elixir durante 1,5 h a temperatura constante de 37°C. A análise da morfologia superficial das amostras foi efetuada por SEM e as micrografias obtidas são mostradas na **Figura 3.3**. É possível observar que a amostra após imersão em solução pH 5,1 (*Phos-flur*) apresenta um maior desgaste da superfície e corrosão por picadas, comparativamente às restantes amostras. Resultados semelhantes foram obtidos por Walker *et al.* [26].

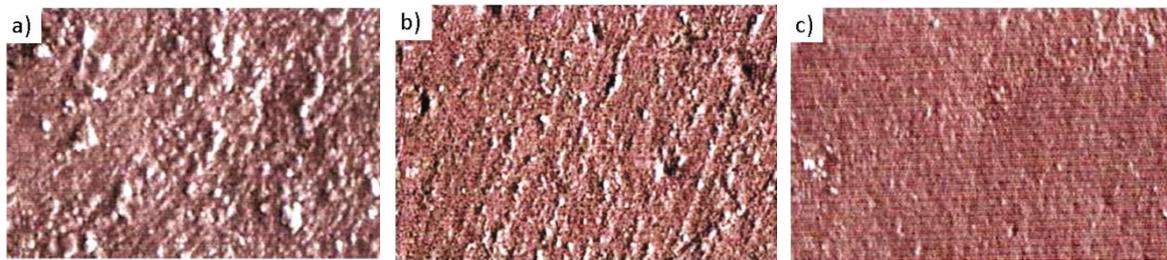


Figura 3.3. Micrografias SEM, das superfícies **a)** do grupo de controle; **b)** sujeitas ao agente *Phos-flur*; **c)** sujeitas ao agente *Prevident*; [56].

A **Figura 3.4** mostra a superfície de fios de NiTi após imersão em soluções de NaF e NaCl [60]. Pela análise desta figura é evidente a ocorrência de corrosão localizada promovida pela presença de Cl^- nas soluções NaCl, enquanto que o efeito do F^- promove uma corrosão mais uniforme. No entanto, a imersão em solução de NaCl facilita a regeneração da camada passiva, em oposição ao efeito reportado pelas soluções de NaF. Os autores concluíram que a presença simultânea de F e Cl diminui drasticamente a resistência à corrosão das ligas Nitinol, podendo mesmo comprometer o seu desempenho em serviço.

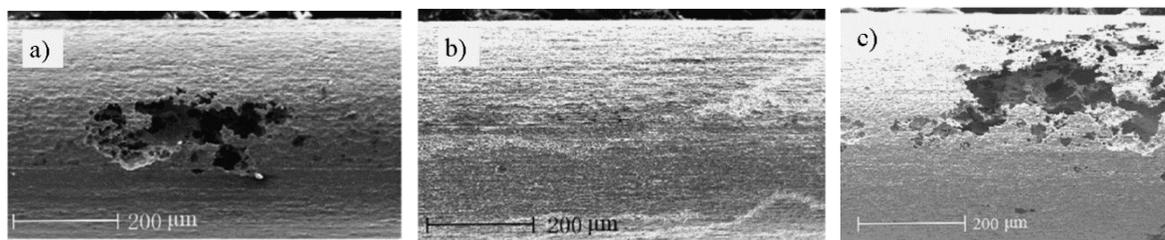


Figura 3.4. Morfologia da superfície após polarização potenciodinâmica para concentrações de **a)** 0,0238 M de NaCl; **b)** 0,0238 M de NaF **c)** Mistura com 0,0714 M de NaF e 0,0714 M de NaCl [60].

- **Estudos *in vivo***

Cada individuo tem características orais particulares, pelo que é importante aferir sobre os principais parâmetros que influenciam o comportamento químico de ligas metálicas durante a sua aplicação clínica. Desse modo foram incluídos neste trabalho alguns resultados de investigação em fios após utilização em tratamento ortodôntico.

Genericamente pode concluir-se que há sempre corrosão em ambiente oral *in vivo*, e períodos de tratamentos longos originam uma diminuição da resistência à corrosão. Um exemplo ilustrativo [61] é mostrado na **Figura 3.5**. A análise desta figura permite

concluir que tratamentos curtos, até 16 semanas, conduzem no máximo a uma taxa de corrosão de 20%, enquanto que tempos de exposição oral muito longos, a adversidade é muito superior, podendo atingir 91% após tratamento ortodôntico de 36 semanas.

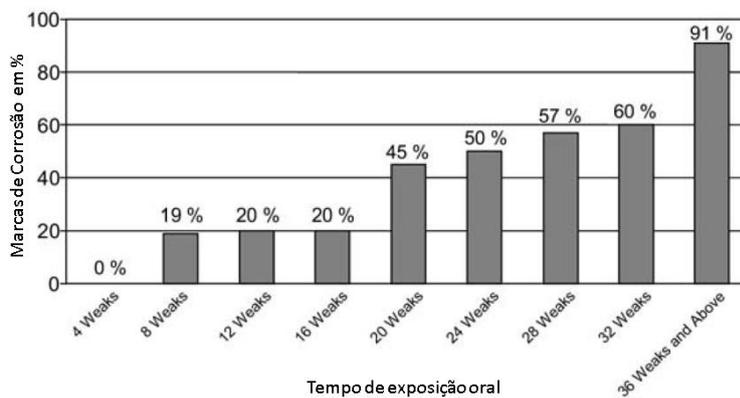


Figura 3.5. Percentagem de fios com marcas de corrosão após um certo período de exposição [61].

Também num outro estudo científico efetuado no DEM-UC [30], **Figura 3.6** foi possível observar alterações incontestáveis na superfície de fios Nitinol, que foram atribuídas a marcas de desgaste e à formação de placa bacteriana (biofilme). Estas micrografias mostradas foram obtidas após períodos de tratamento de 9, 13, 17 e 22 semanas em pacientes diferentes. Note-se, também, que os efeitos nocivos se vão tornando mais evidentes com o aumento do uso *in-vivo*.

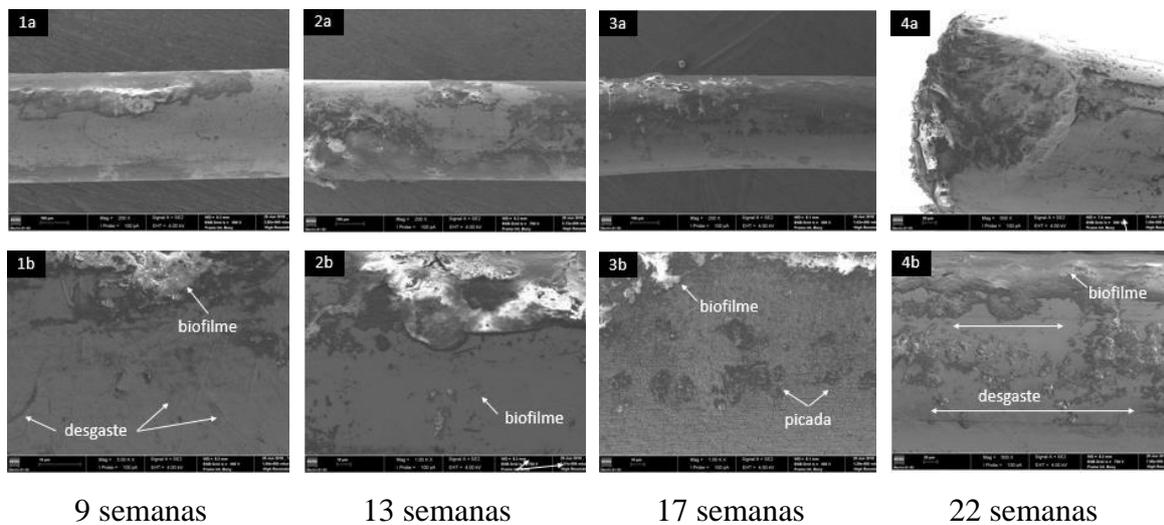


Figura 3.6. Micrografias, por SEM, da superfície de fios de Nitinol após uso clínico [30].

Diferentes ligas comerciais também são objeto de estudo por parte dos investigadores. Ogawa *et al.* [62] avaliou a corrosão de arcos de Nitinol, de dois fabricantes diferentes (3M e AO). Os fios foram removidos da cavidade oral de pacientes que usaram pasta dentífrica durante o tratamento. Dois dos dentífricos usados naquele estudo continham flúor, sendo um ácido e outro com pH neutro. Os autores utilizaram ainda, como referência, um placebo. O tempo de escovagem foi o mesmo em ambos os casos, de 1 min por dia durante 10 dias. A partir da análise da **Figura 3.7.** é possível concluir que os arcos AO possuem melhor acabamento superficial comparativamente aos 3M. No que concerne à resposta química observa-se que a degradação da superfície ocorre em sentido crescente, isto é, controlo < placebo < flúor neutro < flúor acidificado. Os autores atribuíram este comportamento ao aumento progressivo de alteração de cor (manchas), estrias e picadas.

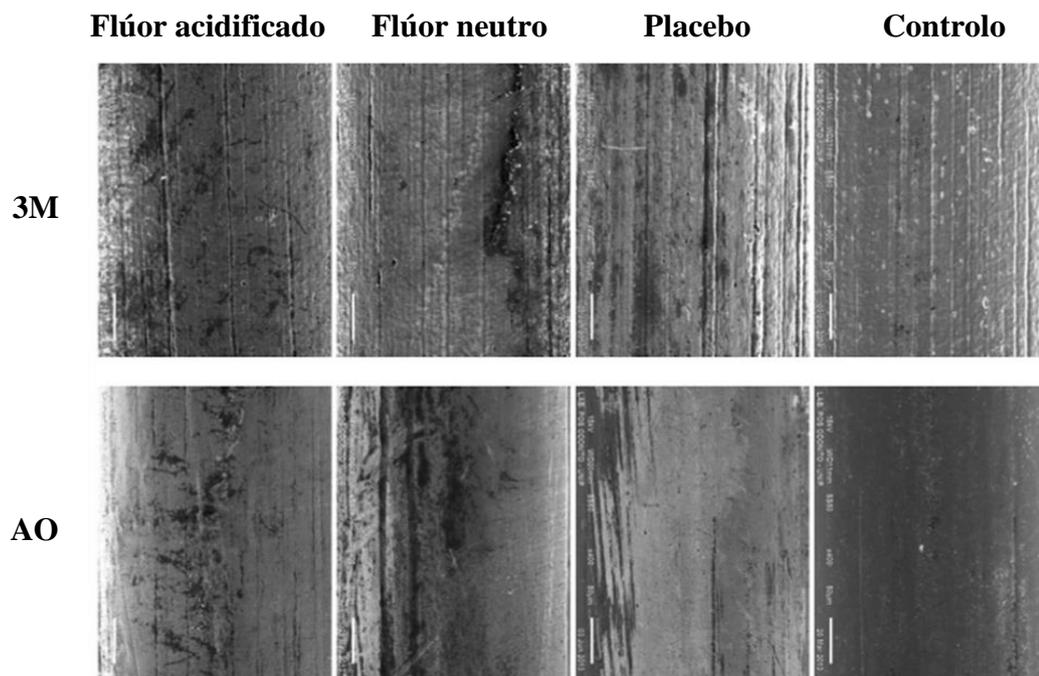


Figura 3.7. Micografias por SEM das superfícies dos arcos 3M e AO [62].

Num outro estudo sobre o efeito do flúor na corrosão do Nitinol [49], os autores recorreram a uma amostra de pacientes mais larga: 60 voluntários em que metade usou pasta de dentes com flúor e outra metade pasta de dentes sem flúor. O estudo teve duração de 6 meses, no qual a cada 2 meses era feita a substituição do fio ortodôntico por um outro de maior secção. Naquele estudo foram analisados 3 grupos, um de controlo com arcos por usar,

um com os arcos sujeitos ao tratamento sem utilização de flúor, e outro com a utilização de flúor. Após os 6 meses de estudo, os fios foram caracterizados morfologicamente por SEM, **Figura 3.8**. É possível observar nesta figura que as superfícies dos arcos de referência (**Figura 3.8.a**) apresentam menos irregularidades do que as detetadas em arcos usados. Nos fios sujeitos a tratamento sem flúor foi identificada a presença de placa bacteriana (biofilme), irregularidades superficiais e ainda corrosão por picadas. Nos arcos submetidos ao tratamento com flúor a degradação é mais severa com o aumento do número de picadas, estrias e fendas. Há, também, descoloração dos fios com inclusões e manchas escuras.

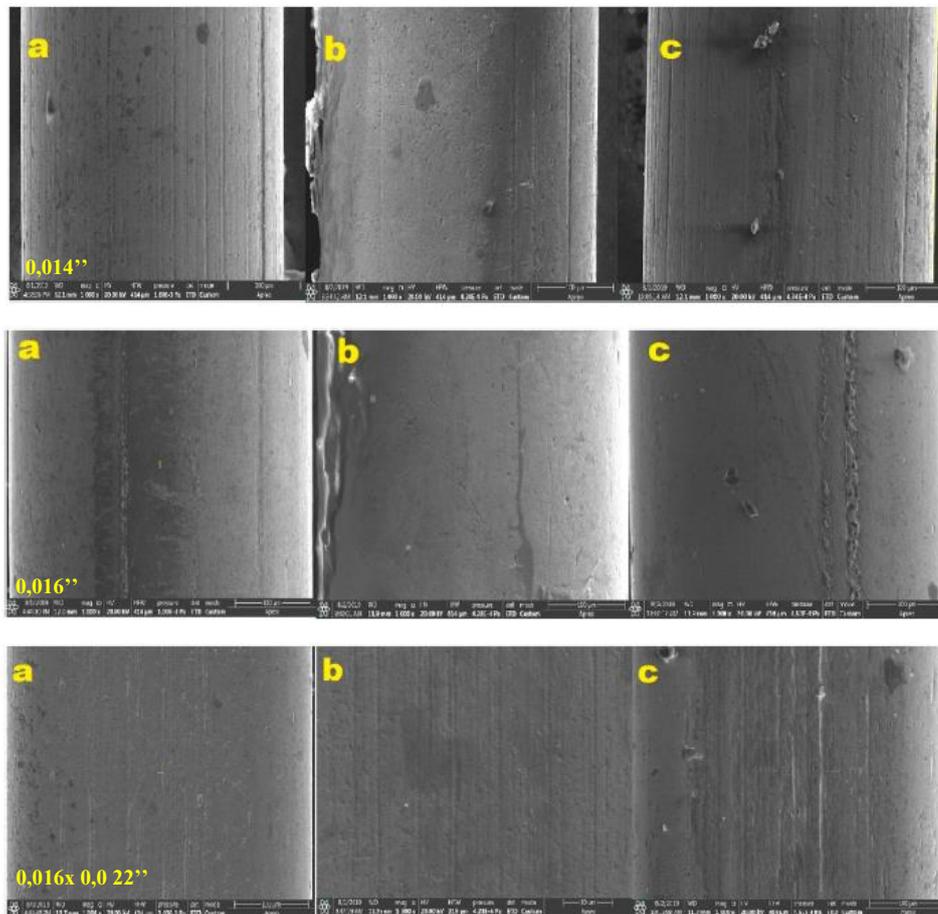


Figura 3.8. Micrografias, por SEM, das superfícies de fios Nitinol **a)** novos; **b)** tratados sem flúor; **c)** tratados com flúor [49].

As conclusões dos estudos *in vivo* sobre fios Nitinol são convergentes, e confirmam que a presença de agentes profiláticos de flúor associada a características salivares acídicas promove o declínio do comportamento químico das ligas NiTi.

4. COMPORTAMENTO MECÂNICO

Como foi referido nos capítulos anteriores, a boca é um ambiente bastante hostil para os materiais metálicos usados em aparelhos dentários, mesmo naqueles que exibem boa resistência química, como é o caso dos aços inoxidáveis e das ligas de Ti. Assim, o estudo de ligas ortodônticas, em particular o Nitinol, passa também por aferir como é que o comportamento químico influencia, quer *in situ*, quer *in vivo* as suas propriedades mecânicas.

Os fios ortodônticos, como aludido previamente, são os componentes do aparelho fixo dentários que geram as forças biomecânicas, em comunicação através dos *brackets*, para a movimentação dentária, através do princípio da acumulação de energia elástica que é convertida em trabalho mecânico para mitigar as maloclusões [1], [13]. Idealmente, estes fios devem mover os dentes com forças baixas e contantes, de forma a alcançar o deslocamento dos dentes para posições normais sem prejudicar os tecidos envolventes.

No que concerne às normas para testar fios ortodônticos, a precursora foi a norma *American Dental Association* (ADA 32, 1977). Só em 2006 surge a atualmente em vigor, a ISO 15841 (**Anexo A**), que alterou os padrões de testes para fios ortodônticos, devido à grande quantidade de trabalhos sugerindo modificações para um melhor ajuste dos testes às condições do interior da cavidade oral [63]. Uma montagem típica do ensaio à flexão em 3 pontos, conforme a norma ISO 15481, é mostrada na **Figura 4.1**. Avalia-se a força e o deslocamento suportados pelo fio, ou seja, os parâmetros mais importantes para se conseguir aferir sobre o movimento dentário [43].

Da bibliografia consultada, pode concluir-se que a maior parte dos estudos sobre as propriedades mecânicas em fios ortodônticos são realizadas *in vitro* devido à boa reprodutibilidade de resultados laboratoriais face ao comportamento real *in situ*. No entanto, importa referir que a cavidade oral é um sistema dinâmico exclusivo de cada indivíduo, pelo que os estudos *in vivo* devem, também, ser tidos em conta.



Figura 4.1. Montagem do ensaio à flexão em 3 pontos, conforme a norma ISO 15481 (2006) [63].

4.1. Efeito do Meio Aquoso Salivar

Genericamente, pode concluir-se que o meio aquoso salivar diminui as forças de atuação das ligas Nitinol.

Um exemplo confirmativo desta afirmação, é o estudo realizado em fios NiTi superelásticos de 3 fabricantes diferentes (aqui designados por A, B e C) [64]. Os fios foram divididos em três grupos: o grupo 1 foi testado como rececionado; o grupo 2 foi imerso numa solução de saliva artificial com um pH de 7 durante 30 dias; e o grupo 3 foi deixado em ar também durante 30 dias. As amostras, com comprimento inicial de 15 mm, foram ensaiadas à flexão em 3 pontos a uma taxa de deslocamento de 2 mm/min, até um alongamento máximo de 2 e 3 mm. Os resultados são apresentados na **Tabela 4.1**.

Tabela 4.1. Forças de atuação dos fios durante o descarregamento (valores retirados de[64]).

Fabricante	Grupo	Força (N)	
		Alongamento 2mm	Alongamento 3mm
A	1	1,758	1,833
	2	1,109	1,555
	3	1,615	1,895
B	1	1,452	1,560
	2	0,976	1,045
	3	1,373	1,492
C	1	0,590	0,689
	2	0,546	0,624
	3	0,624	0,643

Os autores [64], concluíram que os grupos 1 e 3 não mostraram diferenças significativas. Já no grupo 2 (imersão em saliva) os fios comerciais A e B sofreram um decréscimo significativo no valor da força de atuação, comparativamente ao estado como

rececionados. Em contrapartida nos arcos do fabricante C esse decréscimo foi praticamente insignificante. Observou-se também que os valores da força exercida pelos fios do fabricante C eram consideravelmente inferiores aos restantes, mesmo no estado como recebido.

4.2. Efeito de Agentes Profiláticos de Flúor

Tendo por base a bibliografia consultada, pode afirmar-se que os agentes profiláticos contendo flúor promovem a corrosão e a descoloração das ligas à base de Ti, conduzindo à perda de propriedades mecânicas. Meios salivares ricos em F afetam, também, negativamente, a resposta mecânica de arcos NiTi [6], [26].

Gupta *et al.* [56], e Walker *et al.* [26] nos seus trabalhos, comprovaram a minoração da resposta mecânica. Estes últimos investigadores recorreram a fios de secção retangular (0,42 x 0,62 mm) com 25 mm de comprimento (usando a parte mais reta do arco) e 2 marcas comerciais dentífricas com pH diferentes, o *Phos-flur* e o *Prevident*. Após imersão em solução de 2 mL à temperatura de 37°C durante 1,5 h (equivalente a 3 meses com 1 min diário de aplicação) as amostras foram sujeitas a ensaios de flexão em 3 pontos, de acordo com a norma ANSI/ADA 32. Mostra-se na **Figura 4.2** as curvas força-alongamento obtidas naquele trabalho, para as condições de ensaio distintas. Foi ainda incluída o andamento de uma amostra de referência.

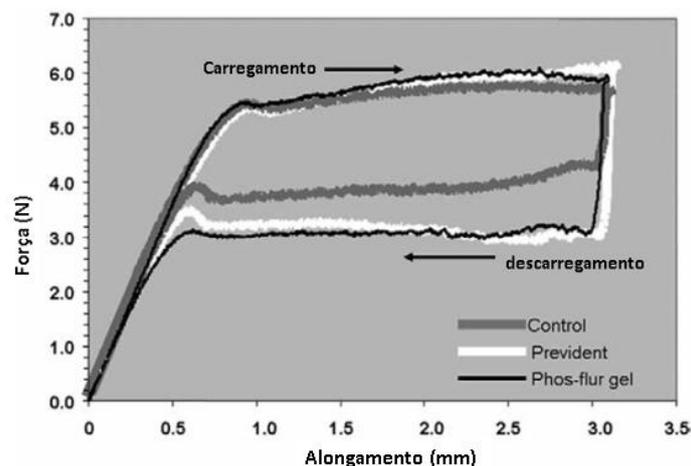


Figura 4.2. Curvas força-alongamento de arcos NiTi [26].

Como se pode observar na **Figura 4.2** há alterações no ciclo de histerese que caracteriza este tipo de ligas. O valor do módulo de elasticidade e da tensão de elasticidade

durante o descarregamento, para fios expostos a dentífricos contendo agentes em F, são significativamente menores em comparação com o grupo de controlo. Esta variação de valores de propriedades mecânicas é clinicamente relevante, ao diminuir também a força de atuação dos fios, exigindo tempos de tratamento mais prolongados.

4.3. Efeito da Temperatura

A temperatura atribuída à cavidade oral é de $\sim 36,5^{\circ}\text{C}$ [6]. Todavia, a dieta alimentar promove alterações significativas deste valor, que pode situar-se na gama de $5,6$ a $58,5^{\circ}\text{C}$ nos dentes incisivos e de $7,9 - 54^{\circ}\text{C}$ nos dentes pré-molares [17].

Genericamente pode inferir-se que a temperatura tem influência direta nas forças de atuação promovidas pelos fios de Nitinol, cujo valor aumenta com o aumento da temperatura e diminui com a diminuição da temperatura [17], [24], [65].

Sakima *et al.*[65] avaliaram a influência da temperatura nas propriedades mecânicas de 7 fios comerciais em Nitinol na gama $30-40^{\circ}\text{C}$. Para tal utilizaram fios retangulares 0.019×0.025 in ($0,483 \times 0,635$ mm). Os ensaios foram realizados num formato FSI (*Force System Identification*), no qual as amostras foram carregadas, em intervalos de de $0,2$ mm, até um alongamento total de 4 mm. Os parâmetros da fase de descarregamento foram os mesmos. A **Figura 4.3** mostra as curvas obtidas durante o descarregamento para as temperaturas de 30 e 40°C .

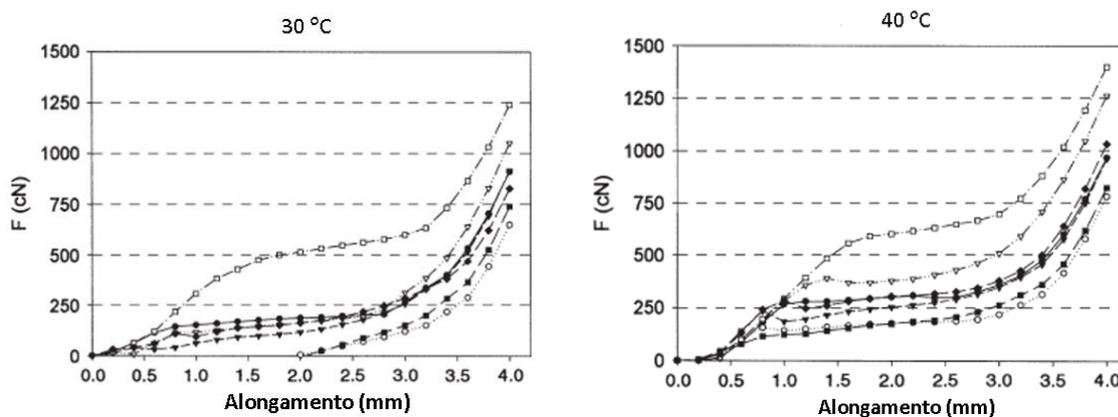


Figura 4.3. Curvas força-alongamento de 7 arcos Nitinol comerciais, durante o período de desativação (adaptado de [65]).

Aqueles autores [65] concluíram que as forças exercidas pelos diferentes fios no período de desativação são afetadas com o aumento/diminuição da temperatura, sendo que a força exercida pelo fio aumenta sempre com o aumento da temperatura.

Num outro estudo científico [17] foi investigada a influência da temperatura a 5, 20, 25 e 37°C, nas propriedades mecânicas de diferentes segmentos de arcos com gradiente. Foram selecionadas 3 zonas distintas do mesmo fio, função do perfil em composição: S01 região incisiva com 51,82%pd. Ni; S02 região pré-molar com 54,96%pd. Ni e ainda S03 região molar equivalente a 55,59%pd. Ni. Os ensaios de flexão (0,4x0,4 mm de secção para um comprimento inicial de 15 mm) foram realizados num banho de água com temperatura controlada, em fase de carregamento com deslocamento de 2 mm e fase de descarregamento a uma taxa de 0,5 mm/min. Os resultados obtidos para as temperaturas nas 3 zonas dos arcos encontram-se compilados na **Tabela 4.2** e traduzem os resultados das curvas força-alongamento exibidas na **Figura 4.4**.

Tabela 4.2. Forças de atuação para as diferentes temperaturas (valores retirados de [17]).

Temperatura	S01		S02		S03	
	F_{\min} [N]	F_{\max} [N]	F_{\min} [N]	F_{\max} [N]	F_{\min} [N]	F_{\max} [N]
20°C			0,05	0,46	0,5	0,95
25°C	0,14	0,48	0,90	1,24	0,79	1,11
37°C	0,56	0,88	1,28	1,43	1,92	2,09

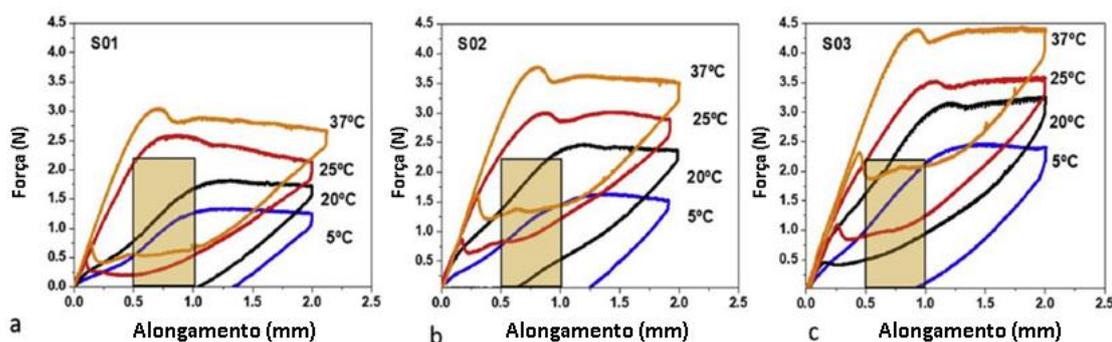


Figura 4.4. Curvas força-alongamento, na gama de temperaturas 5-37°C, para as secções de composição química distinta [17].

Os autores [17] concluíram que para temperaturas diferentes e para composições de liga diferentes, as forças de atuação do fio, durante o descarregamento, são diferentes;

aumentando com o aumento da temperatura e com o aumento da razão atômica Ni/Ti. À temperatura de 5°C não foram observadas forças de atuação tendo sido sugerido que os segmentos não estavam no domínio austenítico àquela temperatura.

Encontrou-se na literatura um estudo que tinha como objetivo simular *in-vitro* o efeito da ingestão de bebidas quentes e frias em pacientes com aparelho dentário. Os autores [24] utilizaram fios NiTi superelásticos e avaliaram a sua resposta elástica, durante as fases de ativação e desativação, para 2 temperaturas: 80 e 10°C. Para tal foram realizados ensaios de flexão em 3 pontos no qual em cada ponto o fio estava ligado a um *bracket*. Para avaliar o efeito da temperatura os fios foram fletidos a valores de 0,5, 1, e 2 mm, estando inicialmente à temperatura de 37°C, e sendo submetidos à água quente (80°C) e fria (10°C) durante curtos períodos de tempo, de forma cíclica, ou seja, o fio foi fletido por 2 min, sujeito a água fria durante 10 segundos, e descarregado após 5 min de modo a registar as alterações na força exercida pelo fio durante esse período. Após 1 min de repouso, o fio era sujeito ao mesmo ciclo, mas aplicando água quente, este ciclo foi repetido 4 vezes. Os gráficos da **Figura 4.5**, transcrevem os resultados obtidos, na fase de ativação e de desativação dos fios.

As principais conclusões revelam que quando os fios eram sujeitos a baixas T, a força de atuação decresce, voltando a aumentar gradualmente com o aumento de temperatura. Já o efeito de altas T induzia o efeito inverso e o fio tornava-se mais rígido, ou seja, aumentava a força de atuação. Note-se também que quanto maior a deformação aplicada ao fio maior a força de resposta do mesmo.

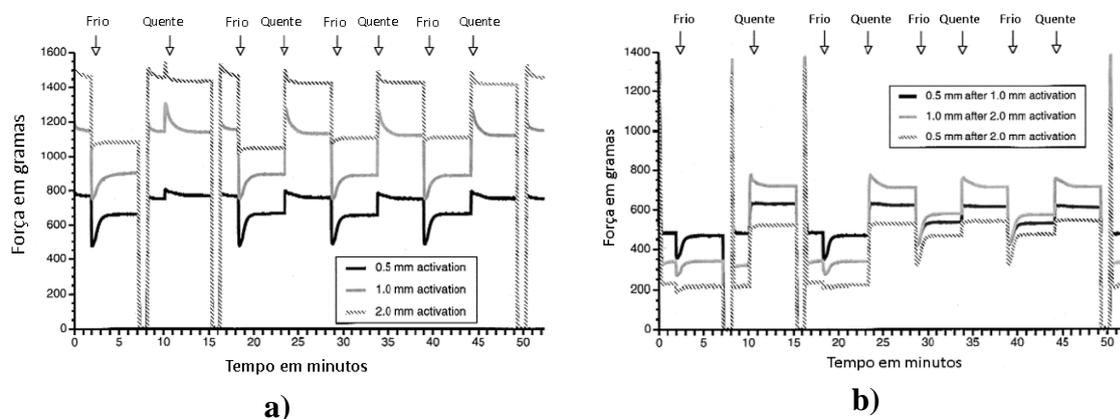


Figura 4.5. Efeitos da mudança brusca de temperatura nas forças de atuação de fios NiTi durante a fase **a)** de ativação; **b)** de desativação (adaptado de [24]).

4.4. A Fadiga

As ligas NiTi são suscetíveis de 2 tipos de fadiga, a funcional e a estrutural. A fadiga funcional está associada à degradação da resposta termomecânica, como alteração das temperaturas de transformação, tensões e deslocamentos, enquanto que a fadiga estrutural está relacionada com as alterações na microestrutura como a formação de fendas e o seu crescimento até à rotura [66].

Os estudos do comportamento à fadiga de fios Nitinol são abordados pela comunidade científica tanto em condições *in vivo* como *in vitro*. Os parâmetros apontados com maior ascendência sobre esta resposta mecânica são a composição do fio, as dimensões da secção transversal e as características da solução salivar [66]–[69].

Tyc *et al.*[66] avaliou o comportamento à fadiga de vários fios superelásticos novos, sujeitos a diferentes tratamentos térmicos. Para tal foram realizados ensaios de tensão cíclica à temperatura de 20°C, com limite de tensão mínima de 10 MPa e máximo de 800 MPa diminuindo para 600 MPa após os primeiros 50 ciclos. Observaram fadiga funcional, uma vez que, em todos os fios testados houve um decréscimo considerável das tensões de transformação (tensões de plateau) ao longo do ensaio, em que as tensões no último ciclo eram consideravelmente mais baixas que as do primeiro ciclo, como se pode comprovar pela análise da **Figura 4.6**.

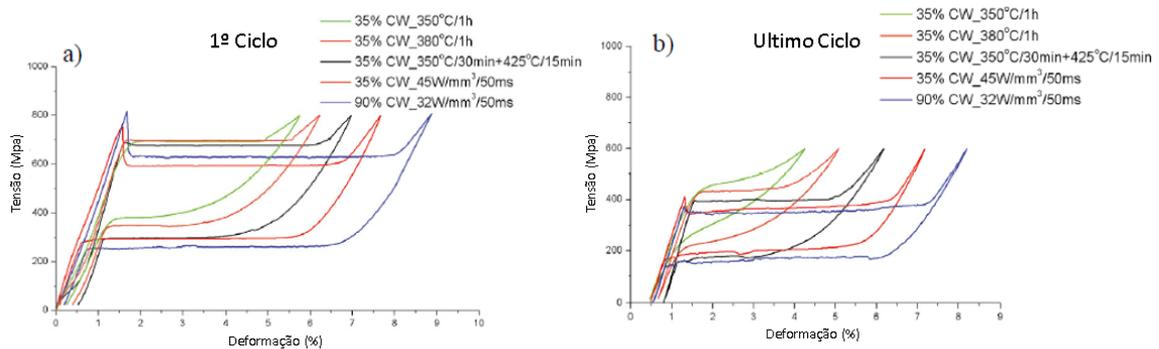


Figura 4.6. Curvas cíclicas de tensão-deformação **a)** do primeiro ciclo **b)** do último ciclo [66].

Quanto à fadiga estrutural, aqueles autores observaram que os fios com maior capacidade de deformação aparentavam ter um menor número de ciclos de vida. Tal foi atribuído à presença de precipitados (inclusões) de TiC, na microestrutura do material, que não sofrem transformação de fase. Estes precipitados funcionam como pontos preferenciais

de nucleação de fendas por fadiga, visto serem um entrave à propagação da transformação martensítica. É sugerido que quanto maior for a deformação sofrida pela liga maior será o impacto da inclusão, levando a um crescimento mais rápido da fenda. No caso da inclusão se encontrar próxima da superfície a nucleação da fenda é mais rápida, e conseqüentemente, a fratura é catastrófica. A **Figura 4.7** mostra uma fratura típica de um fio de NiTi, na qual é possível observar zona de formação da fenda, de propagação e de fratura catastrófica. É possível também observar vários precipitados de TiC (pontos pretos).

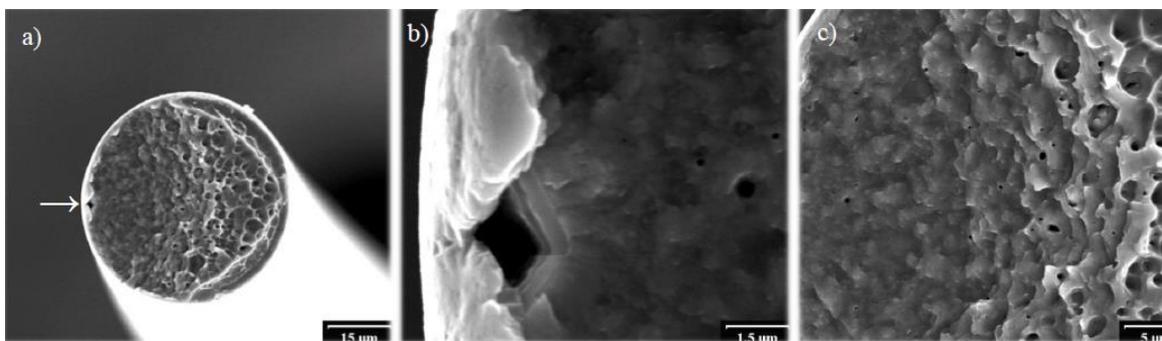


Figura 4.7. Micrografias, por SEM, do fio recozido a $45 \text{ W/mm}^3/50\text{ms}$ **a)** fratura por fadiga indicando o ponto de iniciação **b)** ponto de iniciação da falha **c)** zona de transição entre a propagação de fenda por fadiga e a fratura [66].

Bourauel *et al.* [67] estudaram o comportamento à fadiga de fios após uso clínico, com comprimentos e secções transversais de diferentes dimensões, usando como referências fios não usados. Os ensaios foram realizados em água destilada à temperatura de 37°C , com a configuração de um ensaio de flexão em 3 pontos, mas no qual apenas uma das extremidades do fio estava fixa, podendo a outra se mover livremente. Foi observado que a secção transversal e as suas dimensões têm influência no número de ciclos suportados antes da fratura. Os fios de secção circular de menor dimensão (0,3 e 0,35 mm) foram os que exibiram melhor comportamento à fadiga. Na **Figura 4.8** é possível observar as superfícies de fratura de fios novos e do seu homólogo após uso clínico. Sendo concluído pelos autores que nos fios usados a zona de iniciação e propagação da fratura não é possível identificar. Tal foi atribuído ao envelhecimento das ligas promovido pelo ambiente oral durante a utilização, levando a uma menor resistência à fadiga.

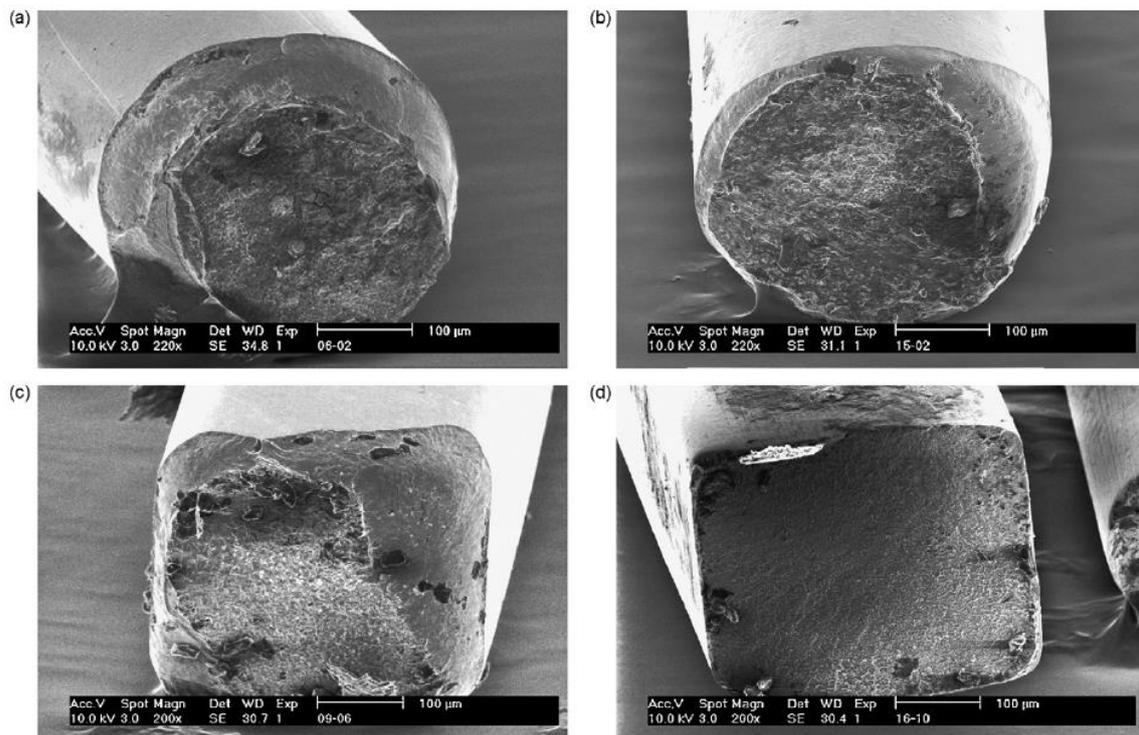


Figura 4.8. Micrografias, por SEM, da secção de fratura de fios **a)** não usado (0,40 mm de diâmetro) **b)** usado (0,40 mm de diâmetro) **c)** não usado (0,40x0,56 mm) **d)** usado (0,40x0,56 mm) [67].

CONCLUSÕES E TRABALHO FUTURO

O presente estudo recaiu sobre a revisão bibliográfica de ligas NiTi em aplicações ortodônticas: fios de aparelhos fixos para correção de maloclusões dentárias.

Dos vários trabalhos científicos consultados, que inclui estudos *in vitro* e *in vivo*, é possível concluir que os principais fatores que alteram o comportamento químico e mecânico de fios de Nitinol são a presença de agentes profiláticos de flúor, a acidez salivar e a variação da temperatura bucal.

Genericamente, infere-se que:

- A resistência à corrosão do Nitinol fica comprometida quando exposto a soluções que contêm flúor, diminuindo com o aumento da concentração de flúor;
- A acidez da solução influencia a resistência à corrosão das ligas NiTi, sendo mais suscetíveis de sofrer corrosão quanto mais baixo for o pH;
- Quanto mais prolongado for o tempo de aplicação clínica dos fios de Nitinol maior é a probabilidade de corrosão química;
- As forças de atuação de fios de Nitinol, na fase ativa de nivelamento e alinhamento dentário, diminuem, quando expostos a meio aquoso salivar bem como a soluções contendo flúor;
- A força de atuação é tanto maior quanto maior for a deformação na movimentação dentária;
- A força de atuação dos fios, para correção da posição dos dentes, aumenta com o aumento da temperatura;
- Os fios de secção circular e de menores dimensões, possuem melhor desempenho que fios de secção retangular.

Existem ainda muitas questões em aberto no que concerne à biocorrosão oral de ligas metálicas, devido à complexidade dinâmica da cavidade oral, ao efeito da saliva, do ar e da flora oral, aliados às tensões mecânicas e ao desgaste.

Futuramente, e para o sucesso dos tratamentos ortodônticos, deve continuar-se a investigação em condições que mimetizem ao máximo o ambiente oral. A comparação entre estudos *in vivo* e *in vitro* é, por vezes, difícil de concretizar e seria vantajoso conseguir-se procedimentos padrão para a realização de futuros estudos.

Mais ainda, conhecedores do efeito nefasto do Ni para a saúde humana, é vital e urgente a alteração da composição química das bioligas, minimizando o seu teor ou até mesmo erradicá-lo completamente.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] J. M. da Cruz, Tese de Mestrado em Engenharia de Materiais, “Caracterização de Fios para Aplicação em Ortodontia com Comportamento Superelástico”, Universidade Nova de Lisboa, 2013.
- [2] V. P. Cunha, Tese de Mestrado em Medicina Dentária, “Cirurgia ortognática em medicina dentária”, Instituto superior de ciencias da saúde Egas Moniz, 2017.
- [3] Ana Sofia Aleixo, Tese de Mestrado em Engenharia Biomédica, “Estudo da Biocompatibilidade in vitro de revestimentos a-C:H obtidos por pulverização catódica para ortodontia”, Universidade de Coimbra, 2019.
- [4] G. C. B. Nogueira, “Classificação de Angle.” pp. 1–7.
- [5] J. S. Nogueira, “Má oclusão: causas e consequências uma abordagem comparativa”, Universidade Estadual de Campinas, 2014.
- [6] T. Yoneyama and S. Miyazaki, *Shape memory alloys for biomedical applications Related titles* :, vol. 2, no. 2. 2015.
- [7] “bracket.” <https://www.dentaltix.com/pt/astar-orthodontics/suporte-metalico-mini-thino-20u> (acedido a 27 de outubro 2020).
- [8] “Fios Ortodonticos.” <https://www.bracket360.com/it/archi-niti-termoattivi.html> (acedido a 27 de outubro 2020).
- [9] “ligaduras dentarias.” <https://yahongortho.en.made-in-china.com/product/tScnqXdYLOhl/China-Stainless-Steel-Ligature-Ties-Kobayashi-Tie-in-Dental-Area.html> (acedido a 27 de outubro 2020).
- [10] “elásticos.” <https://ae01.alicdn.com/kf/HTB1IJsWOVXXXaFXXq6xXFXX9/40-varillas-de-ligadura-Dental-bandas-de-goma-el-sticas-de-varios-colores-para-la-salud.jpg> (acedido a 27 de outubro 2020).
- [11] “banda molar com tubo ortodontico.” <https://www.bracket360.com/p.2767.0.0.1.3-.html?l=1> (acedido a 27 de outubro 2020).
- [12] “Aparelho.” <https://www.pinterest.es/pin/596164069410383842/> (acedido a 20 de janeiro 2021).

- [13] C. C. A. Quintão and I. H. V. P. Brunharo, “Fios ortodônticos: conhecer para otimizar a aplicação clínica”, *Rev. Dent. Press Ortod. e Ortop. Facial*, vol. 14, no. 6, pp. 144–157, 2009.
- [14] R. S. Costa, “Ligas em ortodontia”, Universidade de Lisboa, 2011.
- [15] S. Correia, Tese de Doutoramento em Medicina Dentária, “Estudo do comportamento em serviço de limas endonticas superelásticas de Ni-Ti”, Universidade de Lisboa, 2009.
- [16] R. L. SOARES, “Aplicações versáteis do nitinol com efeito de memória de forma (EMF) no desenvolvimento de produtos miniaturizados”, no. December, pp. 217–227, 2012.
- [17] P. F. Rodrigues *et al.*, “Thermo-mechanical characterization of NiTi orthodontic archwires with graded actuating forces”, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 107, no. April, 2020.
- [18] D. J. Fernandes, R. V. Peres, A. M. Mendes, and C. N. Elias, “Understanding the Shape-Memory Alloys Used in Orthodontics”, *ISRN Dent.*, vol. 2011, pp. 1–6, 2011.
- [19] G. J. da C. Telo, Tese de Mestrado em Engenharia Civil, “Estudo de um actuador baseado em ligas com memória de forma”, Universidade Nova de Lisboa, 2013.
- [20] R. V. Peres, D. J. Fernandes, and C. N. Elias, “Propriedades em flexão de fios de liga de Ni-Ti”, pp. 266–271, 2012.
- [21] N. A. Obaisi *et al.*, “Comparison of the transformation temperatures of heat-activated Nickel-Titanium orthodontic archwires by two different techniques”, *Dent. Mater.*, vol. 32, no. 7, pp. 879–888, 2016.
- [22] G. N. V. da S. Mealha, Tese de Mestrado em Engenharia Química, “Enhancement of Niti Alloys Biocompatibility and Corrosion Resistance By Thermal Treatments”, Instituto Superior Técnico Lisboa, 2016.
- [23] M. W. M. Van der Wijst, “Shape memory alloys featuring Nitinol”, *Stageverslag, WFW-rapport*, vol. 1992, no. 1992, pp. 85–92, 1992.
- [24] T. R. Meling and J. Ødegaard, “The effect of short-term temperature changes on superelastic nickel-titanium archwires activated in orthodontic bending”, *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, vol. 119, no. 3, pp. 263–273, 2001.
- [25] Magna Silmara de Oliveira Araújo, Paulo César da Silva Sales, Oscar Borges Melo,

- and Carlos José de Araújo, “Análise experimental do comportamento em fadiga de fios superelásticos de ligas com memória de forma Ni-Ti em flexão simples alternada”, *An. do IX Congr. Nac. Eng. Mecânica*, vol. 1, pp. 40–48, 2016.
- [26] M. P. Walker, R. J. White, and K. S. Kula, “Effect of fluoride prophylactic agents on the mechanical properties of nickel-titanium-based orthodontic wires”, *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, vol. 127, no. 6, pp. 662–669, 2005.
- [27] A. Fróis, Tese de Mestrado em Engenharia Biomédica, “Funcionalização de Ligas Ortodônticas com Revestimentos DLC”, Universidade de Coimbra, 2018.
- [28] G. Genchi, A. Carocci, G. Lauria, M. S. Sinicropi, and A. Catalano, “Nickel: Human health and environmental toxicology”, *Int. J. Environ. Res. Public Health*, vol. 17, no. 3, 2020.
- [29] Q. Y. Chen, T. DesMarais, and M. Costa, “Metals and mechanisms of carcinogenesis”, *Annu. Rev. Pharmacol. Toxicol.*, vol. 59, pp. 537–554, 2019.
- [30] A. R. Mendes, Tese de Mestrado em Engenharia Biomédica “Avaliação de iões metálicos procedentes do tratamento ortodôntico: estudos in vivo e in vitro”, Universidade de Coimbra, 2018.
- [31] M. H. Wu, “Fabrication of Nitinol materials and components”, *Mater. Sci. Forum*, vol. 394–395, pp. 285–292, 2002.
- [32] R. P. de Godoi, “Estudo e caracterização da liga nitinol”, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2015.
- [33] J. W. Mwangi, L. T. Nguyen, V. D. Bui, T. Berger, H. Zeidler, and A. Schubert, “Nitinol manufacturing and micromachining: A review of processes and their suitability in processing medical-grade nitinol”, *J. Manuf. Process.*, vol. 38, no. March 2018, pp. 355–369, 2019.
- [34] A. R. Pelton, S. M. Russell, and J. DiCello, “The physical metallurgy of Nitinol for medical applications”, *Jom*, vol. 55, no. 5, pp. 33–37, 2003.
- [35] R. P. Kusy, “A review of contemporary archwires: Their properties and characteristics”, p. 10, 1996.
- [36] R. Krishna Alla, S. Mohammed, R. Sekhar Kotha, M. Shamma, and R. Krishna Ravi, “An Overview of Orthodontic Wires”, *Trends Biomater. Artif. Organs*, vol. 28, no. 1, pp. 32–36, 2014.
- [37] M. Macena, R. de Q. F. a Carolina Bandeira; Catão, Carmem Dolores de Sá;

- Rodrigues, and J. M. F. Vieira, “Fios Ortodônticos , Propriedades Microestruturais E Suas Aplicações Clínicas : Visão Geral . Orthodontic Wires , Microstructural Properties and Clinical Applicabilities : a General Vision”, *Rev. Saúde E Ciência*, vol. 4, no. 2, pp. 90–108, 2015.
- [38] S. M. Castro, M. J. Ponces, J. D. Lopes, M. Vasconcelos, and M. C. F. Pollmann, “Orthodontic wires and its corrosion - The specific case of stainless steel and beta-titanium”, *J. Dent. Sci.*, vol. 10, no. 1, pp. 1–7, 2015.
- [39] M. Abdo Gravina, M. A. Almeida, C. Cardoso, and A. Quintão, “Fios ortodonticos: propriedades mecânicas relevantes e aplicação clínica Smile Esthetics View project Orthodontic Wires View project”, no. January, 2004.
- [40] M. E. R. Coimbra, C. N. Elias, and D. J. Fernandes, “Clinical efficiency and biological response of NiTi orthodontics archwires: A review”.
- [41] N. Pandis and C. P. Bourauel, “Nickel-Titanium (NiTi) arch wires: The clinical significance of super elasticity”, *Semin. Orthod.*, vol. 16, no. 4, pp. 249–257, 2010.
- [42] H. Jyothikiran, R. Shantharaj, P. Batra, P. Subbiah, B. Lakshmi, and V. Kudagi, “Total recall: an update on orthodontic wires”, *Int. J. Orthod. Milwaukee.*, vol. 25, no. 3, pp. 47–56, 2014.
- [43] I. Sifakakis and C. Bourauel, “Nickel-titanium products in daily orthodontic practice.”, *Orthodontic Applications of Biomaterials*, pp107-127, 2017.
- [44] V. P. Jacob, D. T. N. de Oliveira, R. Bigliuzzi, and A. P. de M. Bertoz, “Fios ortodônticos superelásticos e sua aplicabilidade na clínica ortodôntica: revisão da literatura”, *Ortho Sci. Orthod. Sci. Pract.*, no. January 2010, pp. 257–262, 2010.
- [45] P. Garrec, B. Tavernier, and L. Jordan, “Evolution of flexural rigidity according to the cross-sectional dimension of a superelastic nickel titanium orthodontic wire”, *Eur. J. Orthod.*, vol. 27, no. 4, pp. 402–407, 2005.
- [46] P. Garrec and L. Jordan, “Stiffness in bending of a superelastic Ni-Ti orthodontic wire as a function of cross-sectional dimension”, *Angle Orthod.*, vol. 74, no. 5, pp. 691–696, 2004.
- [47] L. Lombardo, M. Marafioti, F. Stefanoni, F. Mollica, and G. Siciliani, “Load deflection characteristics and force level of nickel titanium initial archwires”, *Angle Orthod.*, vol. 82, no. 3, pp. 507–521, 2012.
- [48] M. A. Montasser, L. Keilig, T. El-Bialy, S. Reimann, A. Jäger, and C. Bourauel,

- “Effect of archwire cross-section changes on force levels during complex tooth alignment with conventional and self-ligating brackets”, *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, vol. 147, no. 4, pp. S101–S108, 2015.
- [49] P. Chitra, G. S. Prashantha, and A. Rao, “Effect of fluoride agents on surface characteristics of NiTi wires. An ex vivo investigation”, *J. Oral Biol. Craniofacial Res.*, vol. 10, no. 4, pp. 435–440, 2020.
- [50] K. House, F. Sernetz, D. Dymock, J. R. Sandy, and A. J. Ireland, “Corrosion of orthodontic appliances-should we care?”, *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, vol. 133, no. 4, pp. 584–592, 2008.
- [51] W. F. Smith, *Principles of Materials Science and Engineering*, 1996.
- [52] N. C. A. Figueira, Tese de Mestrado em Engenharia Química “Caracterização do comportamento face à corrosão da liga NiTi- Qualidade em aplicações biomédicas”, Instituto Superior Técnico de Lisboa, 2015.
- [53] C. S. A. Couto, “O papel do flúor como agente corrosivo dos fios Ortodonticos”, Universidade Fernando Pessoa, 2016.
- [54] A. Bakhtari, T. G. Bradley, W. K. Lobb, and D. W. Berzins, “Galvanic corrosion between various combinations of orthodontic brackets and archwires”, *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, vol. 140, no. 1, pp. 25–31, 2011.
- [55] H. H. Huang, “Corrosion resistance of stressed NiTi and stainless steel orthodontic wires in acid artificial saliva”, *J. Biomed. Mater. Res. - Part A*, vol. 66, no. 4, pp. 829–839, 2003.
- [56] D. Gupta, A. Kumar, A. K. Gupta, A. K. Gupta, and G. Shukla, “Evaluation of the Effects of Fluoride Prophylactic Agents on Mechanical Properties of Nickel Titanium Wires using Scanning Electron Microscope”, *J. Contemp. Dent. Pract.*, vol. 19, no. 3, pp. 283–286, Mar. 2018.
- [57] P. Močnik, T. Kosec, J. Kovač, and M. Bizjak, “The effect of pH, fluoride and tribocorrosion on the surface properties of dental archwires”, *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 78, pp. 682–689, 2017.
- [58] P. J, J. N, and N. Viwattanatipa, “Corrosion Analysis of Orthodontic Wires: An Interaction Study of Wire Type, pH and Immersion Time”, *Adv. Dent. Oral Heal.*, vol. 10, no. 1, 2018.
- [59] H. H. Huang, T. H. Lee, T. K. Huang, S. Y. Lin, L. K. Chen, and M. Y. Chou,

- “Corrosion resistance of different nickel-titanium archwires in acidic fluoride-containing artificial saliva”, *Angle Orthod.*, vol. 80, no. 3, pp. 547–553, 2010.
- [60] X. Li, J. Wang, E. hou Han, and W. Ke, “Influence of fluoride and chloride on corrosion behavior of NiTi orthodontic wires”, *Acta Biomater.*, vol. 3, no. 5, pp. 807–815, 2007.
- [61] E. Petoumeno, M. Kislyuk, H. Hoederath, L. Keilig, C. Bourauel, and A. Jäger, “Corrosion Susceptibility and Nickel Release of Nickel Titanium Wires during Clinical Application”, *J. Orofac. Orthop.*, vol. 69, no. 6, pp. 411–423, 2008.
- [62] C. M. Ogawa *et al.*, “In vivo assessment of the corrosion of nickel–titanium orthodontic archwires by using scanning electron microscopy and atomic force microscopy”, *Microsc. Res. Tech.*, vol. 83, no. 8, pp. 928–936, 2020.
- [63] E. A. Ferreira, C. A. C. Jr, E. B. Las Casas, and N. F. Rilo, “Análise da Influência da Inclusão de Brackets nos Ensaios de Flexão de Fios Ortodônticos : Um Estudo Experimental E Numérico”, *Rev. da Assoc. Port. Análise Exp. Tensões*, pp. 1–9, 2010.
- [64] T. Hosseinzadeh Nik, H. Ghadirian, M. N. Ahmadabadi, T. Shahhoseini, and M. Haj-Fathalian, “Effect of saliva on load-deflection characteristics of superelastic nickel-titanium orthodontic wires.”, *J. Dent. (Tehran)*, vol. 9, no. 4, pp. 171–9, 2012.
- [65] M. T. Sakima, M. Dalstra, and B. Melsen, “How does temperature influence the properties of rectangular nickel-titanium wires?”, *Eur. J. Orthod.*, vol. 28, no. 3, pp. 282–291, 2006.
- [66] O. Tyc, J. Pilch, and P. Sittner, “Fatigue of superelastic NiTi wires with different plateau strain”, *Procedia Struct. Integr.*, vol. 2, pp. 1489–1496, 2016.
- [67] C. Bourauel, W. Scharold, A. Jäger, and T. Eliades, “Fatigue failure of as-received and retrieved NiTi orthodontic archwires”, *Dent. Mater.*, vol. 24, no. 8, pp. 1095–1101, 2008.
- [68] O. Prymak, A. Klocke, B. Kahl-Nieke, and M. Epple, “Fatigue of orthodontic nickel-titanium (NiTi) wires in different fluids under constant mechanical stress”, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 378, no. 1-2 SPEC. ISS., pp. 110–114, 2004.
- [69] J. Wang, N. Li, G. Rao, E. hou Han, and W. Ke, “Stress corrosion cracking of NiTi in artificial saliva”, *Dent. Mater.*, vol. 23, no. 2, pp. 133–137, 2007.

ANEXO A-NORMA ISO15841

6 Test methods

6.1 Sampling

Six specimens of a single product from one batch shall be procured for each test. Where the manufacturer recommends heat treatment prior to clinical use, that heat treatment shall be carried out according to the manufacturer's instructions, before testing.

6.2 Dimensions

Measurement shall be taken using callipers, micrometers, optical comparators or other devices with a precision of 0,005 mm.

Measurements shall be made on each dimension of each sample.

ISO 15841:2006(E)

6.3 Austenite-finish temperature

6.3.1 Apparatus

6.3.1.1 Differential scanning calorimetry apparatus, calibrated to 1 °C.

6.3.2 Procedure

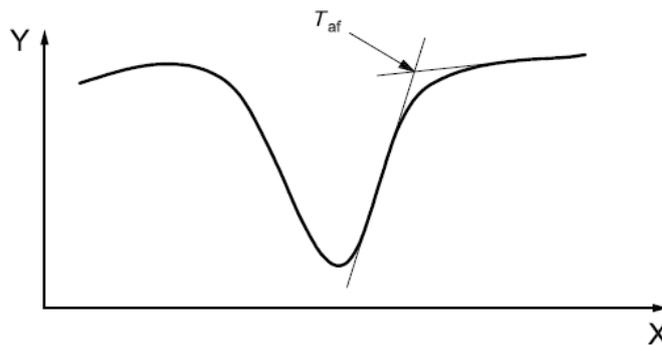
Determine the austenite-finish temperature by differential scanning calorimetry according to the instructions for the instrument.

A heating rate of 10 °C/min shall be used.

Cut specimens to a length suitable for the test instrument.

6.3.3 Determination of austenite-finish temperature

From the curve obtained by differential scanning calorimetry (see Figure 2), the austenite-finish temperature shall be determined from the high temperature side of the valley, as the point of intersection between the tangent drawn at the inflection point and the asymptotic line to the adjacent baseline curve. The intersection of the tangent lines is determined as the austenite-finish temperature, T_{af} , and is reported in degrees centigrade.



Key

X temperature, in degrees centigrade
Y heat flow, in joules per second

Figure 2 — Differential scanning calorimetry curve and interpretation

6.4 Mechanical tests

6.4.1 General

Samples for tensile or bend tests shall be straight. If the wire is delivered coiled, care shall be taken to straighten it. When samples are taken from preformed orthodontic archwires, the samples shall be cut from the straightest section of the archwire.

ISO 15841:2006(E)

6.4.2 Tensile test**6.4.2.1 General**

The tests shall be carried out in accordance with ISO 6892 to obtain the elastic modulus, 0,2 % proof strength and percentage elongation after fracture.

6.4.2.2 Apparatus

6.4.2.2.1 Tensile testing apparatus, calibrated for a crosshead rate and force in the range of 0,5 mm/min to 2,0 mm/min.

6.4.2.2.2 Micrometer or equivalent instrument, calibrated to an accuracy of 0,005 mm.

6.4.2.3 Procedure

6.4.2.3.1 The crosshead rate shall be in the range of 0,5 mm/min to 2,0 mm/min.

6.4.2.3.2 The original cross-sectional area, S_0 , shall be determined using a micrometer or equivalent instrument (6.4.2.2.2) with an accuracy of 0,005 mm. For products of circular cross-section, the original cross-sectional area may be calculated from the arithmetic mean of two measurements carried out in two perpendicular directions. The original cross-sectional area may also be determined from the mass of a known length and the material's density.

6.4.2.3.3 The original gauge length, L_0 , shall be taken as $(20 \pm 0,2)$ mm.

6.4.2.3.4 The distance between the grips of the machine shall be at least $(L_0 + 50)$ mm.

6.4.2.3.5 Determine the percentage elongation after fracture using a measuring device with 0,1 mm resolution.

6.4.2.3.6 Determine the elastic modulus from the slope of the linear portion of the force-deflection diagram.

6.4.2.3.7 Determine the proof strength from the stress-strain diagram at 0,2 % strain.

6.4.3 Bend test**6.4.3.1 Apparatus**

6.4.3.1.1 Compression testing apparatus, calibrated for a crosshead rate and force in the range of 0,5 mm/min to 2,0 mm/min.

6.4.3.2 Procedure

6.4.3.2.1 The crosshead rate shall be $(7,5 \pm 2,5)$ mm/min.

6.4.3.2.2 Specimens shall be cut to a minimum length of 30 mm.

6.4.3.2.3 The wires shall be subjected to a symmetrical three-point bend test.

6.4.3.2.4 A span of wire 10 mm between supports shall be used (see Figure 3).

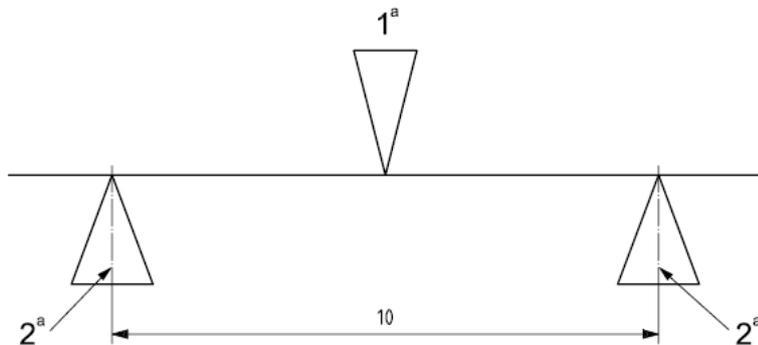
6.4.3.2.5 Deflection shall be carried out with a centrally-placed indenter.

6.4.3.2.6 The radii of fulcrum and indenter shall be $(0,10 \pm 0,05)$ mm.

6.4.3.2.7 Rectangular wires shall be tested in the direction of the height of the wire.

ISO 15841:2006(E)

Dimensions in millimetres



Key

- 1 indenter
- 2 fulcrum

^a The radii of fulcrum and indenter shall be $(0,10 \pm 0,05)$ mm.

Figure 3 — Three-point bend test

6.4.3.3 Procedure for Type 1 wires

6.4.3.3.1 Type 1 wires may be tested at room temperature (23 ± 2) °C.

6.4.3.3.2 The wire shall be deflected to a minimum permanent deflection of 0,1 mm.

6.4.3.3.3 Bending stiffness is determined from the force-deflection diagram by calculating the slope of the linear portion of the curve.

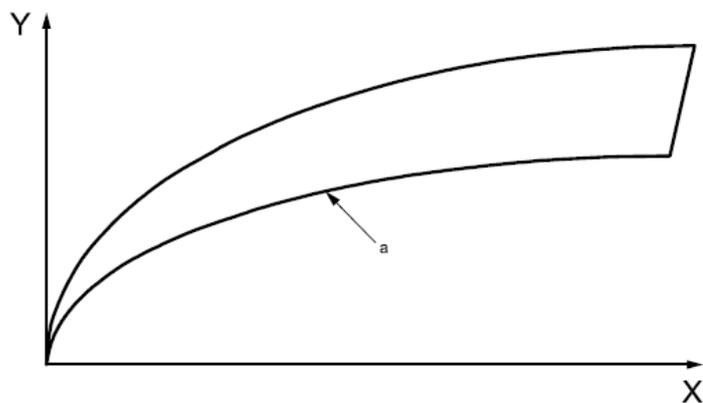
6.4.3.4 Procedure for Type 2 wires

6.4.3.4.1 Type 2 wires shall be tested in the range (36 ± 1) °C.

6.4.3.4.2 The wire shall be deflected to 3,1 mm.

6.4.3.4.3 Bending force during unloading is determined from the force-deflection diagram by recording the force readings taken at deflections of 3,0, 2,0, 1,0, and 0,5 mm (see Figure 4).

ISO 15841:2006(E)

**Key**

X deflection, in millimetres.

Y force, in newtons.

^a Results are measured on the unloading curve (lower curve).**Figure 4 — Bend test curve**

