1 2 9 0

UNIVERSIDADE D
COIMBRA

João Carlos Monteiro Terêncio

FIOS ORTODÔNTICOS DE NITI:COMPORTAMENTO *MECÂNICO*

ORTHODONTIC NITI WIRES: *MECHANICAL BEHAVIOUR*

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 Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade de Coimbra

Dezembro de 2021

1 2 9 0

FACULDADE DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE D COIMBRA

Fios ortodônticos de NiTi: comportamento mecânico

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

NiTi orthodontic wires: mechanical behaviour

Autor

João Carlos Monteiro Terêncio

Orientador

Professora Doutora Cristina Maria Gonçalves dos Santos

Júri

Presidente	**Professor Doutor Fernando Antunes** **Professor Associado com Agregação da Universidade de Coimbra**
Orientador	**Professor Doutora Cristina Santos** **Professora Auxiliar da Universidade de Coimbra**
Vogais	**Professor Doutora Ana Paula Amaro** **Professor Auxiliar com Agregação da Universidade de Coimbra**

Coimbra, dezembro de 2021

Aos meus pais.

Agradecimentos

A elaboração deste documento foi possível através da colaboração de várias pessoas, a quais eu gostaria de dar um grande agradecimento.

À Professora Doutora Cristina Maria Gonçalves dos Santos, pela disponibilidade, empatia e partilha de conhecimento que foram essenciais para a elaboração desta dissertação de mestrado.

À minha família, especialmente os meus avós e irmão, cujo apoio tornou possível a execução do meu percurso académico.

Agradecer à minha namorada pelo apoio incondicional durante todo o projeto, que permitiu com que este fosse concluído.

Finalmente, aos meus amigos, pela motivação durante todo este processo.

Resumo

Atualmente, todos os tratamentos ortodônticos são fundamentais para manter uma boa saúde oral, e, simultaneamente, contribuir para a autoestima pessoal através de um bonito sorriso.

A componente mecânica do tratamento ortodôntico com aparelho fixo dentário, baseia-se no princípio de que a energia elástica armazenada pode ser convertida em trabalho mecânico pela movimentação dentária. Mais, o controle ideal deste movimento requer a aplicação de um sistema de forças distintas devidamente suportado pelos componentes do aparelho, como sejam os fios ortodônticos. São estes que devem ser projetados de forma a originar cargas contínuas, permanecendo em regime elástico durante a terapia.

De entre as ligas utilizadas no fabrico de fios, destaque-se as de NiTi, vulgarmente designadas por Nitinol®, acrónimo de *Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory*. Tal é devido ao conjunto de propriedades que as caracterizam, enfatizando a biocompatibilidade e as propriedades de memória de forma e/ou superelasticidade.

Todavia, nenhum fio exibe comportamento ideal durante a aplicação, devido às características dinâmicas da cavidade oral de cada paciente.

Assim, a presente dissertação constitui uma revisão bibliográfica sobre o comportamento mecânico das ligas NiTi ortodônticas e inclui estudos *in vitro* e *in vivo*.

Concluiu-se que são vários os fatores que influenciam negativamente as propriedades mecânicas das ligas NiTi como resultado da perda de resistência à corrosão e contacto com um ambiente oral dinâmico. De realçar, a temperatura da cavidade oral; o tempo do tratamento ortodôntico; a presença de placa dentária (biofilme); a acidez ou basicidade (pH) da saliva, as dimensões e tipo de fios e ainda o uso externo de agentes contendo flúor (elixir e pastas dentífricas). Como consequência resultante dos fatores variáveis presentes no ambiente oral, as propriedades mecânicas *in vivo* do Nitinol® mudam durante o tratamento clínico, em concordância com as previsões dos estudos *in vitro*.

Palavras-chave: Fios ortodônticos, Ligas NiTi, Ensaio à tração, Ensaio à flexão, Corrosão.

Abstract

Currently, orthodontic treatments are essential to preserve a good oral health and, simultaneously, contribute to a personal self-esteem through a nice-looking smile.

The mechanical establishment of orthodontic treatment, with fixed dental appliances, is based on the basis that the stored elastic energy can be converted into mechanical work by tooth movement. Furthermore, the ideal control of these movements requires the application of a singular system forces accurately sustained by the fix appliance components, such as orthodontic arch wires. These are the ones that must be proper planned in order to generate continuous loads, remaining in the elastic regime during therapy.

Among the metallic materials used for arch wire manufacture, the NiTi alloys stand out. These alloys are commonly identified as Nitinol®, an acronym for *Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory*. This is due to a set of properties, emphasizing biocompatibility and shape memory and/or superelasticity.

Nevertheless, no orthodontic archwire has an ideal overall performance during therapy, due to the dynamic characteristics of each patient's oral cavity.

Thus, the present dissertation organizes a bibliographical review on the mechanical behavior of orthodontic NiTi alloys and embraces both *in vitro* and *in vivo* studies.

There is a general consensus trend that the corrosion resistance is reduced by several factors and, in consequence, the mechanical properties of NiTi are negatively influenced too. The main causes are the temperature of the oral cavity; the time period of orthodontic treatment; the presence of dental plaque (biofilm); the acidity or basicity (pH) of saliva, type and dimensions, and also the external use of agents containing fluoride aids (elixir and toothpaste). As a consequence of those factors, the *in vivo* mechanical properties of Nitinol® changes during clinical treatment, in agreement with *in vitro* research studies predictions.

Keywords Orthodontic wires, NiTi alloys, Tensile test, Bending test, Corrosion.

Índice

Índice de Figuras ix

Índice de Tabelas xi

Simbologia e Siglas xiii
Simbologia xiii
Siglas xiii

INTRODUÇÃO 15

1. LIGAS DE NiTi 21

2. PROPRIEDADES BIOLÓGICAS e QUÍMICAS 27
2.1. Efeito de agentes profiláticos de flúor 30
2.2. Efeito do pH salivar 31
2.3. Efeito da presença de Biofilme 33
2.4. Efeito do tempo de tratamento 33
2.5. Efeito do regime alimentar 35

3. PROPRIEDADES MECÂNICAS 37
3.1. Efeito de agentes profiláticos de fluor 39
3.2. Efeito da variação da temperatura oral 44
3.3. Efeito da variação do pH salivar 48
3.4. Efeito do tempo de tratamento 49
3.5. Efeito da formação de Biofilme 50
3.6. Ligação Fio-*Bracket* 51
3.7. Efeito da exposição oral no comportamento à fadiga 52
3.8. Efeito das dimensões dos fios 54
3.9. Efeito do processo de esterilização 57

4. CONCLUSÕES 59

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 61

ANEXO A - Norma ISO15841:2006 67

ANEXO B - Norma ASTM-F2516-14 73

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 0.1. Exemplos de irregularidades dentárias (Adaptado de [3]). 15

Figura 0.2. Exemplo de componentes de um aparelho ortodôntico fixo: a) *Brackets* (Adaptado de [5]), b) Tubo de ligação (Adaptado de [6]), c) Ligadura metálica (Adaptado de d[7]), d) Ligadura elástica (Adaptado de [8]), e) Elásticos (Adaptado de [9]), f) Fio ortodôntico (Adaptado de [10]). 16

Figura 0.3. Principais fatores que influenciam negativamente as propriedades biológicas, químicas e mecânicas das ligas NiTi em ambiente oral. 18

Figura 1.1.Diagrama de fases Ti-Ni ([18]). 22

Figura 1.2. a) Esquemática do efeito de memória de forma: a) na estrutura do fio, b) representado por num gráfico Tensão/Defromação/Temperatura (Adaptado de[28]). 24

Figura 1.3. Curvas tensão deformação de a) fio ortodôntico superelástico de NiTi (Adaptado de[31]) b) de um fio ortodôntico de aço inoxidável (Adaptado de[32]). 25

Figura 2.1. Micrografia por SEM de fios de NiTi com corrosão por picadas [38]. 29

Figura 2.2. Exemplo da corrosão entre a) um fio de NiTi e b) um *bracket* de aço inoxidável (Adaptado de [39]). 29

Figura 2.3. Evolução da libertação de iões para diferentes pares de fios/*brackets* na presença de elixires diferentes (Adaptado de [27]). 31

Figura 2.4. Imagens OM dos fios: a) sem exposição à bactéria Streptococcus mutans, b) expostos à bactéria Streptococcus mutans (Adaptado de[42]). 33

Figura 2.5. Imagem Sem de fios recuperados com o período de utilização de: a) e b) 9 semanas, d),e) e f) 12 semanas (Adaptados de [47]). 34

Figura 2.6. Concentração da libertação de iões ao longo do tempo (Adaptados de[47]). ... 34

Figura 3.1. Exemplo de ensaios à flexão em 3 pontos: a) Segunda a norma ISO (Adaptado de [50]), b) e c) Modificados (Adaptados de [51], [52]). 38

Figura 3.2. a) Imagem SEM do fio de NiTi sem submersão, b) Imagem SEM do fio de NiTi submerso (Adaptada de [55]). 39

Figura 3.3. a) Imagem SEM do fio de NiTi (Adaptado de [57]). 40

Figura 3.4. Efeito do flúor com comportamento à flexão a 3 pontos de uma liga de NiTi (Adaptado de[25]). 41

Figura 3.5. Imagem SEM dos fios: de NiTi expostos ao fluido (a) de controlo, b) Prevident, c) Phos-Flur), de fios de Cu-Ni-Ti expostos ao fluido fluido (d) de controlo, e) Prevident, f) Phos-Flur) (Adaptado de[25]). 42

Figura 3.6. Imagem SEM dos fios: de NiTi expostos ao fluido (a) de controlo, b) Prevident, c) Phos-Flur), de fios de Cu-Ni-Ti expostos ao fluido fluido (d) de controlo, e) Prevident, f) Phos-Flur) (Adaptado de[59]). 44

Figura 3.7. Efeito da temperatura na força da liga durante o relaxamento de tensões: a) Liga de NiTi, b) Liga NiTi superelástica (Neostentalloy), c) Liga Cu-NiTi superelástica (Adaptado de [26]) 46

Figura 3.8. Efeito da temperatura na capacidade de carga nas 7 diferente ligas de NiTi (Adaptado de [24]) 47

Figura 3.9 Curva força-deformação de fios de NiTi (Adaptado de[64]). 49

Figura 3.10 Micrografias por SEM de fios NiTi, com depósito de biofilme, corrosão por picada e fendas [63]. 50

Figura 3.11. Demonstração da bioacumulação antes e após um meio oral, sendo respetivamente, nos fios das seguintes marcas: a) e b) Morelli, c) e d) Orthometric, e) e f) GAC, g) e h) ORMCO. (Adaptado de[67]). 51

Figura 3.12. Representação das forças de relaxamento de quatro ligas de NiTi, antes de exposição ao biofilme (Linha contínua) e pós exposição a biofilme (Linha descontinua). (Adaptado de[67]). 51

Figura 3.13. Curvas força-deslocamento dos pares *fio-bracket,* com: a) sem ligação, b) ligação de aço inóxidável, c) ligação *slot lid*, d) ligação por elástómero. (Adaptado de[51]). 52

Figura 3.14. Imagens Sem da fratura por fadiga de: a) fio NiTi redondo recebido, b) fio de NiTi quadrado recolhido, c) fio de NiTi quadrado recebido, d) fio de NiTi recolhido (Adaptado de [41]). 53

Figura 3.15. Gráfico ilustrativo da média de ciclos estimados até à fratura incluído nos estudos (Adaptado de [41]) 54

Figura 3.16. Curvas força-alongamento de fios NiTi com diferentes tamanhos de secção (Adaptado[69]) 54

Figura 3.17. Rigidez à flexão em função do tamanho do fio referente a diferentes deflexões[71] 55

Figura 3.18. Curvas Força-Defleção de fios de NiTi e SS com seção quadrada e redonda (Adaptado de [31]) 56

Figura 3.19. Curvas força-alongamento de fios de NiTi, antes (Linha contínua) e pós processo de autoclavação(Linha descontinua) (Adaptado de[75]). 58

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 0.1. Indicação das cargas necessárias a exercer no dente consoante o tipo de movimento dentário [14]. 17

Tabela 0.1. Sinais e sintomas da alergia causadas pelo Ni e/ou seus Compostos (Adaptado de [35]). 27

Tabela 3.1. Resultado dos Valores de dureza obtido a partir do ensaio de Vickers (Adaptado de). 40

Tabela 3.2. Representação dos valores de fricção estática e dinâmica para os diferentes fios nas diferentes soluções (Adaptado de [59]). 43

Tabela 3.3. Identificação dos fios utilizados no estudo (Adaptado de [24]). 46

Tabela 3.4. Rresistência à tração de cada grupo de fios de NiTi consoante o tempo de utilização(Adaptado de [63]) 49

Tabela 3.5. Comparação da resistência à tração dos quatros grupos de fios de NiTi, sem serem utilizados e após serem utilizados e esterilizados por autoclave (Adaptado de [73]). 57

SIMBOLOGIA E SIGLAS

Simbologia

ε – Deformação

E – Módulo de Elasticidade

SS – Stainless steel

σ – Tensão

Siglas

DEM – Departamento de Engenharia Mecânica

FCTUC – Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra

ISO – *International Organization of Standardization*

SEM – *Scanning Electron Microscope*

INTRODUÇÃO

A Ortodontia define-se como o ramo da medicina dentária responsável pelo acompanhamento do crescimento da face, desenvolvimento de oclusões e a prevenção e correção de maloclusões [1]. As maloclusões são definidas como irregularidades de um ou mais dentes, originando um desalinhamento dentário no encaixe entre os maxilares inferior (mandíbula) e superior (maxilar), não correspondendo ao determinado como uma oclusão funcional [1], [2]. A Figura 0.1 mostra exemplos típicos de problemas ortodônticos[3].

Figura 0.1. Exemplos de irregularidades dentárias (Adaptado de [3]).

Esta especialidade médica reparte-se por três secções, a saber:

- Ortodontia Preventiva, que atua antes da ocorrência de uma maloclusão;
- Ortodontia Intercetiva, tem como objetivo intervir durante o desenvolvimento da maloclusão, diminuindo os seus efeitos ou até mesmo anulando-os;
- Ortodontia Corretiva, que serve para corrigir ou eliminar a maloclusão.

De um modo geral, o tratamento das maloclusões é feito através da aplicação de aparelhos dentários fixos, cientificamente designados como aparelhos ortodônticos[1], ou vulgarmente denominados como ‘aparelhos dentários’. Existem diversos tipos de aparelhos dentários, destacando-se o fixo convencional, o estético, o autoligável (*Damon System*), o invisível, o lingual, o removível e ainda os palatinos[4].

Os aparelhos dentários fixos, tal como se ilustra na Figura 0.2, são constituídos por vários componentes individuais como sejam os brackets, os fios dentários, as ligaduras dentárias (metal ou borracha) e, ainda, os tubos/bandas de ligação.

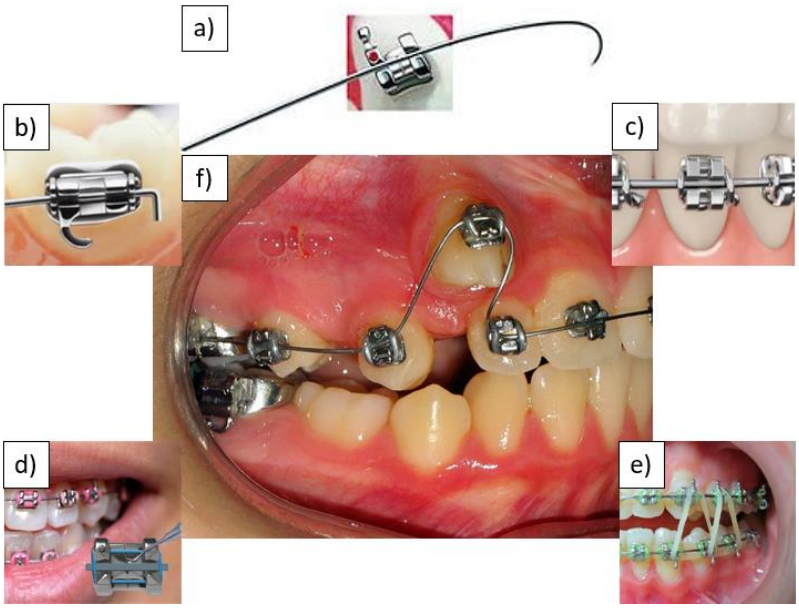


Figura 0.2. Exemplo de componentes de um aparelho ortodôntico fixo: a) *Brackets* (Adaptado de [5]), b) Tubo de ligação (Adaptado de [6]), c) Ligadura metálica (Adaptado de d[7]), d) Ligadura elástica (Adaptado de [8]), e) Elásticos (Adaptado de [9]), f) Fio ortodôntico (Adaptado de [10]).

Cada componente têm a sua função e, no conjunto, permitem a alteração progressiva da posição dentária corrigindo as maloclusões [11].

Os *brackets* (Figura 0.2 c)) são os componentes que se fixam aos dentes através de resinas adesivas e servem de suporte aos fios ortodôntico. Os materiais utilizados incluem os aços inoxidáveis, as ligas de cobalto-crómio ou até mesmo materiais cerâmicos como a alumina e a zircónia [11].

Os tubos ou bandas (Figura 0.2 b)), fixos nos dentes posteriores molares, têm como função não só apoiar os fios ortodônticos, tal como os *brackets*, mas também prender a extremidade destes fios [11].

No que concerne as ligaduras dentárias e aos elásticos (Figura 0.2 d), c)), estes componentes ajudam no contacto *brackets*–fios e auxiliam no movimento dos dentes, corrigindo assim com maior eficiência e rapidez as maloclusões existentes na boca do paciente, respetivamente.

Por fim, os fios ortodônticos (Figura 0.2 a)), componentes sobre os quais recai o tema deste trabalho, são aqueles que têm a função de exercer a força nos dentes, promovendo o movimento destes para a posição desejada corrigindo ou minimizando os problemas pré-existentes [11].

Um fio ortodôntico ideal é, segundo R.S.Kotha *et al.* [12] aquele que é facilmente manuseável pelo médico dentista, não tóxico e possui boa resistência à corrosão. Sob o ponto de vista da resposta mecânica, destaque-se o módulo de Young elevado, uma boa resiliência, baixa dureza, e ainda ductilidade elevada e baixo coeficiente de atrito entre o par fio-*bracket*. Mais ainda, durante o tratamento ortodôntico estas propriedades deverão permanecer inalteradas.

De entre as ligas metálicas para produção de fios ortodônticos (tema apresentado no Capítulo 1), destaque-se as de Ni-Ti, sobre as quais alude o presente trabalho.

As ligas NiTi são tradicionalmente aplicadas na fase inicial do tratamento ortodôntico, pois respondem com eficácia às necessidades exigidas. Caracterizam-se, tipicamente, pela sua capacidade superelástica, boa resistência à corrosão e também pela capacidade de produzir forças constantes durante o relaxamento de tensão à flexão. É esta última propriedade que está na base do movimento dos dentes para as posições corretas, permitindo ainda que o paciente não sinta desconforto, ou haja danos nos tecidos orais durante a sua utilização [13].

Tabela 0.1. Indicação das cargas necessárias a exercer no dente consoante o tipo de movimento dentário [14].

Tipo de Movimento	Descrição	Força (N)
Inclinação	Movimento predominante da coroa dentária, no sentido oposto ao da raiz	0,34 – 0,59
Translação (movimento do corpo)	Movimento, no mesmo sentido, de todo o corpo dentário	0,64 – 1,18
Verticalização da raiz	Movimentação dentária que permite dispor a raiz numa posição vertical	0,49 – 0,98
Rotação	Rotação do dente em torno do seu próprio eixo	0,34 – 0,59
Extrusão	Movimento do dente em direcção oposta ao osso alveolar	0,34 – 0,59
Intrusão	Movimento do dente na direcção do osso alveolar	0,10 – 0,20

As cargas ótimas para a movimentação dos dentes situam-se na gama 0,10 - 1,18 N, como se pode concluir da análise da Tabela 0.1, sendo função do tipo de movimento associado.

Na prática ortodôntica, como seria de esperar, o comportamento dos fios NiTi não é ideal. De acordo com a literatura consultada, há pelo menos 5 fatores, ver Figura 0.3,que influenciam seu desempenho em serviço, a saber:

i) Temperatura da cavidade oral;
ii) Tempo do tratamento ortodôntico;
iii) Formação de placa dentária (biofilme);
iv) Acidez ou basicidade (pH) da saliva;
v) Uso de agentes contendo flúor (elixir e pastas dentífricas).

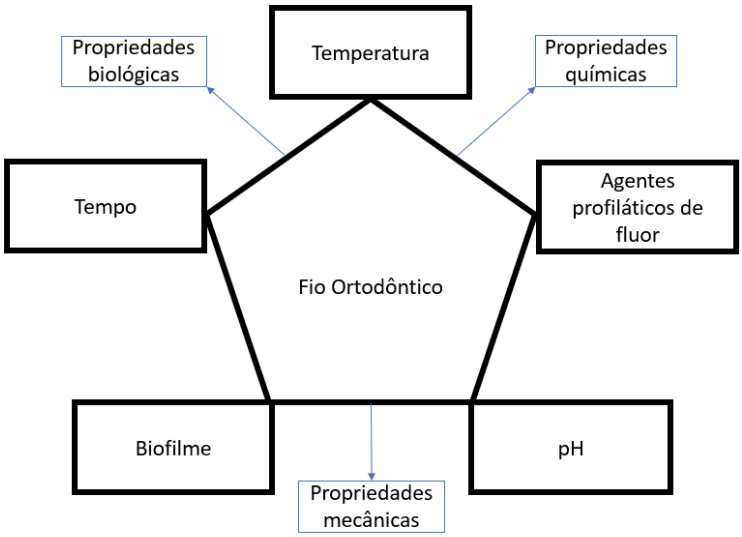


Figura 0.3. Principais fatores que influenciam negativamente as propriedades biológicas, químicas e mecânicas das ligas NiTi em ambiente oral.

Assim, o presente trabalho incluí a revisão bibliográfica sobre os fatores que influenciam negativamente as propriedades mecânicas de fios ortodônticos NiTi, como resultado da perda de resistência à corrosão, e está organizado em quatro capítulos.

O Capítulo 1, corresponde à revisão bibliográfica sobre o material em estudo e as suas propriedades. Posteriormente, no Capítulo 2, é feita uma breve abordagem sobre as

propriedades biológicas e químicas. O Capítulo 3, relativo ao comportamento mecânico, inclui o efeito das principais variáveis na resposta à tração e à flexão. A dissertação termina com as principais conclusões sobre o tema estudado, Capítulo 4.

1. LIGAS DE NITI

As primeiras ligas metálicas utilizadas na prática da ortodontia foram produzidas a partir de cobre, zinco e níquel.

Em 1887 Edward Angle, um dos maiores contribuidores para a evolução da ortodontia, introduziu as ligas de ouro, sendo que estas para além de apresentarem uma boa resistência à corrosão, também tinham a capacidade de variar a sua rigidez em 30% através de tratamento térmico [15].

Os aços inoxidáveis, com destaque em ortodontia a partir de 1929 [15] , foram uma alternativa mais económica às ligas de ouro (Au), caracterizadas ainda pela sua resiliência e resistência à tração superiores.

Nos anos 70, surgem as ligas cobalto-crómio (Co-Cr) que detinham uma maior capacidade de deformação plástica comparativamente aos aços inoxidáveis, mantendo valores de rigidez bastante similares. O grau de deformação destas ligas é variável, sendo função do tratamento térmico de têmpera (4 tipos típicos) [16].

Em 1960 foi desenvolvida pelo *Naval Ordenance Laboratory*, USA, uma liga binária Níquel-Titânio (Ni-Ti), de acrónimo NiTinol®. A composição química está associada à relação 55Ni:45Ti. Esta liga foi introduzida em ortodontia em 1970 por Anderson [16], [17], devido ao conjunto de propriedades mecânicas, como sejam rigidez e domínio elástico elevados, associado à excelente resistência à corrosão e biocompatibilidade. As características de superelasticidade e/ou memória de forma, não eram conhecidas àquela data.

O diagrama de fases Ti-Ni é mostrado na Figura 1.1. Como se pode observar, as ligas equiatómicas (razão Ni:Ti = 50:50), domínio intermédio monofásico (TiNi), são obtidas em condições de equilíbrio pela solidificação congruente a 1310ºC a partir da fase líquida (L) com a mesma composição química. 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 (> 100ºC) e valores baixos de tensão. A martensite caracteriza-se pela estrutura ortorrômbica ou monoclínica (do tipo B19 ou B19', respetivamente), sendo estável para T baixas (< 100ºC) e valores elevados de tensões [18].

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 que uma variante seja dominante em relação às outras (martensite desmaclada) [14], [18].

A transformação de fase austenite ↔ 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 Elasticicy*), respetivamente [19]. 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 as ligas ricas em Ti possuem geralmente temperaturas de transformação superior devido ao desvio para o domínio bifásico Ti_2Ni + TiNi, como se pode observar na Figura 1.1 [19], [20].

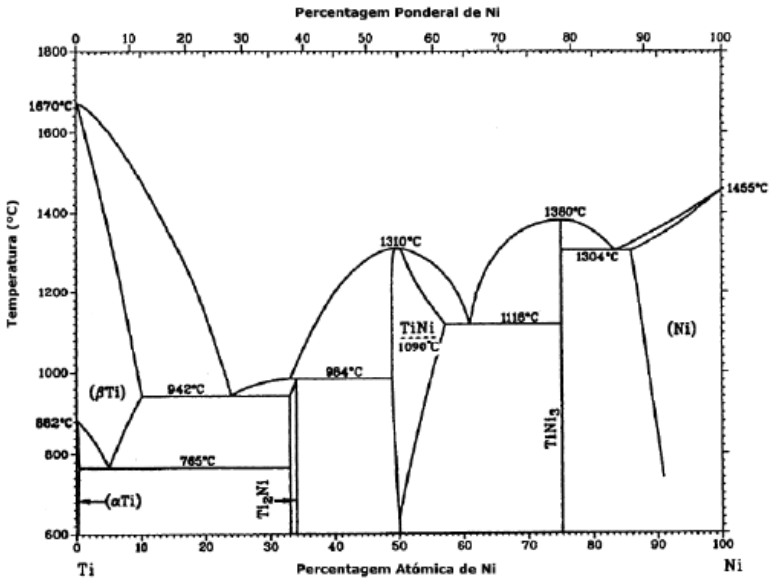


Figura 1.1. Diagrama de fases Ti-Ni ([18]).

O contínuo estudo e desenvolvimento das ligas NiTi, conduziu a que, em 1985 na China, surgisse aquela que ficou conhecida como *Chinese Ti*. A principal diferença desta liga comparativamente às anteriores era o seu comportamento superelástico, ou seja, uma maior recuperação elástica, uma menor rigidez e um maior regime elástico do que fios de Nitinol com secções iguais [15].

Na década de 90 surge uma outra e nova propriedade associada ao sistema Ni-Ti: a Memória de Forma. Estas ligas foram designadas por *Japanese NiTi* [15]. Esta característica foi determinante no avanço da aplicabilidade de ligas NiTi em ortodontia.

Mais recentemente, surgiram as ligas Cu-NiTi que possuem resposta termoativada mais estável, produzindo assim cargas mais constantes no deslocamento e permitindo um movimento dentário mais preciso [15], [21]. Mais ainda, a presença de Cu substituindo a do Ni na composição final destas ligas (elementos com solubilidade total no estado sólido) é também uma enorme vantagem em termos de resposta biológica, a diminuição da toxicidade. De facto, o Ni e os seus compostos, são considerados pela *International Agency for Research on Cancer* (IARC) como carcinogénico ou potencialmente carcinogénico para os humanos [22]. A importância destas ligas em ortodontia tem aumentado bastante, como mostram os vários estudos comparativos entre fios de NiTi e Cu- [23]–[27].

Nos dias correntes, os fios ortodônticos são maioritariamente metálicos sendo que geralmente estes são produzidos a partir de ligas constituídas de Ni-Ti, aço inoxidável (SS), Co-Cr e β-Ti. Durante o tratamento ortodôntico irá ser necessário a utilização de diferentes tipos de fio, devido às diferentes necessidades exigidas nas diversas fases, como rigidez ou a amplitude de deformação.

Como foi mencionado anteriormente, o Nitinol possui características relevantes, que alavancam a sua aplicação em ortodontia, o efeito de memória de forma a superelasticidade associados a uma boa biocompatibilidade. Estas propriedades são de tal forma fundamentais que os próprios fios são classificados comercialmente como fios superelásticos de NiTi ou termo ativados de NiTi.

Efeito de Memória de Forma

O efeito de memória de forma é conseguido através de tratamento térmico adequado, dando assim a capacidade aos fios de retomar à forma ou dimensão previamente definida.

Este tratamento térmico irá fazer com que a diferentes temperaturas do fio de NiTi, este sofra uma transformação de fase, martensítica ↔austenítica, a uma temperatura definida: a temperatura de transição de fase. Para valores de T inferiores à da temperatura de transição o fio terá uma estrutura martensítica, enquanto que para valores superiores a estrutura é austenítica.

A partir da representação mostrada na Figura 1.2 consegue-se perceber o efeito de memória de forma, consistindo então na possibilidade de deformar o fio quando este está com uma estrutura martensítica (A para B), e após a retirada da carga de deformação, este ao ser exposto a uma temperatura superior à temperatura de transição de fase, de uma estrutura martensitica para austenitica retornando o fio à sua forma original (B para C). Finalmente sem haver cargas e diminuindo a temperatura para valores inferiores, o fio retoma à estrutura inicial martensítica (C para A)[28].

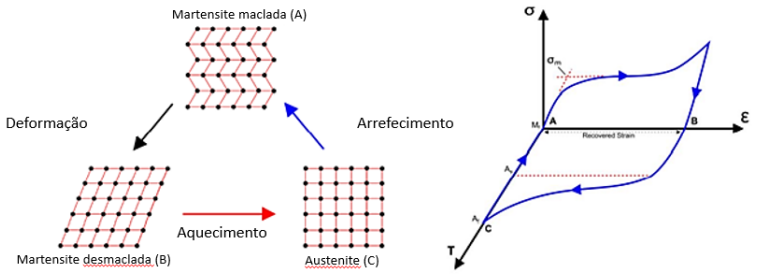


Figura 1.2. a) Esquemática do efeito de memória de forma: a) na estrutura do fio, b) representado por num gráfico Tensão/Defromação/Temperatura (Adaptado de[28]).

A temperatura de transição de fase referenciada na literatura deverá ser assim inferior à temperatura média de 37 ºC [29] de modo ao fio ortodôntico retomar à forma original, originando uma força nos *brackets* que estão fixos aos dentes e assim promover a sua movimentação.

SuperElasticidade

O Nitinol exibe, também, uma grande capacidade de deformação elástica, como resultado da uma transformação de fase induzida por tensão, a **superelasticidade.**

A Figura 1.3 a) traduz a representação tensão-deformação de uma liga NiTi superplástica. Como se pode observar, inicialmente o fio possui uma estrutura austenítica e após imposição de uma tensão irá sofrer uma deformação elástica até atingir uma tensão crítica, que permitirá a transformação da fase austenítica para martensítica. Completa a transformação de fase e, com o alívio da tensão no fio, observar-se uma transição de fase de martensítica para austenitica, havendo quase por completo um retorno elástico. Este fenómeno permite ao fio obter deformações elásticas até cerca de 8%, em conformidade com as características de superelasticidade [30].

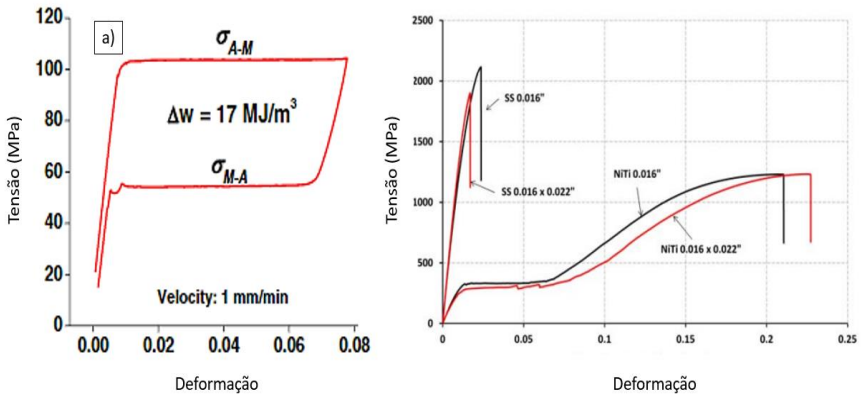


Figura 1.3. Curvas tensão deformação de a) fio ortodôntico superelástico de NiTi (Adaptado de[31]) b) de um fio ortodôntico de aço inoxidável (Adaptado de[32]).

Em oposição, os fios ortodônticos SS, exibem menores valores de deformação, como se pode observar na (Figura 1.3 b)) tem-se um gráfico tensão-deformação de ligas de NiTi e SS com tamanhos redondos e quadrados iguais, e como se pode observar, os fios de NiTi apresentam uma deformação quase 4 vezes superior.

A atual prática clínica do uso de fios ortodônticos NiTi superelásticos em detrimento de outros materiais, na fase inicial de tratamento com aparelho fixo, assenta precisamente nesta resposta elástica.

2. PROPRIEDADES BIOLÓGICAS E QUÍMICAS

O Nitinol, é reconhecido como material biocompatível, sendo expectável que as suas propriedades biológicas sejam mantidas em todas as aplicações biomédicas, ou seja, que não seja tóxico para o corpo humano.

Todavia, como foi já referido anteriormente, a cavidade oral é um meio aquoso dinâmico e agressivo, que, no tempo, irá promover a corrosão das ligas metálicas ortodônticass, incluindo os fios de NiTi. Tal, está associado à libertação de iões de metálicos entre eles o Ni^{2+}. A existência de corrosão *in vivo* tem levantando algumas dúvidas sobre a biocompatibilidade do Nitinol, devido às propriedades alergénicas e carcinogénicas do Ni e seus compostos [22]. Mais ainda, a hipersensibilidade no contacto com materiais contendo Ni na sua composição (detergentes, adornos, relojoaria, piercings, etc …) é reportada segundo um estudo que analisou um grupo de 403 pessoas, que cerca 28,5% apresentava sinais de hipersensibilidade, havendo uma maior ocorrência na população feminina [30],[31]. De facto, o simples contacto com produtos ricos em Ni pode provocar uma dermatite de contacto, classificada como uma resposta atrasada de hipersensibilidade do tipo IV [35]. O efeito adverso destas reações pode ser manifestado de maneiras diferentes, como as sumariadas na Tabela 2.1.

Tabela 2.1. Sinais e sintomas da alergia causadas pelo Ni e/ou seus Compostos (Adaptado de [35]).

Ambiente Oral	Ambiente extra oral
• Estomatites devido a eritema suave ou severo • Dermatite perioral • Dormência • Sensação de ardor • Perda de paladar ou paladar a metal • Dor no lado lateral da língua • Cheilitis angular • Gengivite severa na ausência de placa bacteriana	• Urticária generalizada • Eczema difundida • Reacendimento de eczema alérgico • Agravamento de eczema pré-existente

Para além destes sintomas, existe também preocupação acrescida com o potencial carcinogénico deste metal.

Em 1933 foi reportada uma ligação entre trabalhadores em contacto com níquel e o aparecimento de cancro na zona nasal. Posteriormente, em 1937, novos relatórios

expuseram que na mesma refinaria houve um surgimento de 17 cancros nasais e 19 cancros do pulmão, sendo que num período de 16 anos registaram-se um total de 47 trabalhadores com cancro nasal e 82 com cancro do pulmão. Após décadas de estudos sobre o potencial carcinogénico, este foi confirmado tanto para humanos como para a restante vida animal [36].

O ambiente oral é um ambiente multifásico e bastante agressivo para os materiais nele inserido, destacando-se o meio aquoso salivar, as tensões sentidas durante o processo de mastigação bem como as variações de pH, a temperatura durante o processo de fala e ingestão alimentar, o fenómeno da respiração e ainda a existência de microrganismos. É um meio dinâmico. Assim, e apesar da seleção das ligas metálicas usadas em ortodontia passar por aquelas que possuem boa resistência à corrosão, esta reação acaba por acontecer se houver destruição ou descolamento da camada externa passiva formada por TiO_2. Os fios NiTi não são exceção, sendo apontados diversos tipos de corrosão, destacando-se [37]:

i) **Corrosão uniforme**, resultando da interação entre o ambiente oral agressivo e as ligas, tendo como consequência a formação de hidróxidos ou compostos orgânicometálicos. A corrosão dos diferentes tipos de metais ocorre a velocidades diferentes sendo que há a possibilidade de haver a sua deteção já depois de grandes quantidades de metal já tenham sido dissolvidas.

ii) **Corrosão por picada,** é observada tanto nos fios como nos *brackets* metálicos, sendo uma picada um poro que possui uma profundidade igual à sua largura. Estes defeitos tornam os metais base mais suscetíveis à corrosão. Ilustra-se na Figura 2.1 um exemplo desta reação deletéria.

iii) Quando num meio agressivo onde geralmente está presente um material não metálico com um metálico, (por exemplo um *bracket* com um elástico), pode haver formação de fendas presentes no metal. Este tipo de corrosão chama-se **corrosão do tipo "*crevice*"** e costuma gerar fendas com 2 a 5 mm de comprimento. A presença destes defeitos pode danificar a base dos *brackets*, assim como facilitar a libertação de grandes quantidades de metais na cavidade oral. Este tipo de corrosão costuma aparecer quando existe uma diferença de iões metálicos, ou de oxigénio, entre o interior das fendas e o seu redor. Esta corrosão pode resultar da falta oxigenação existente nas fendas devido a uma camada de placa

microbiana e de subprodutos de uma flora microbiana, impedindo assim a formação de óxidos e a destruição da camada passiva [37].

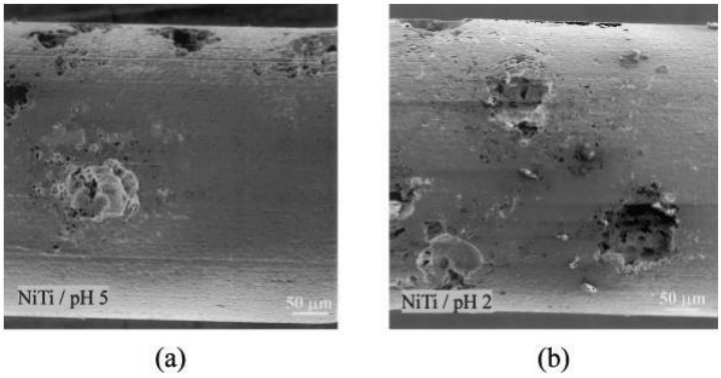


Figura 2.1. Micrografia por SEM de fios de NiTi com corrosão por picadas [38].

iv) Nas zonas onde há interação entre dois metais iguais ou de ligas diferentes (materiais constituintes do *bracket* e os fios ortodônticos) inseridos numa solução condutora (saliva), a reação por **corrosão galvânica** é espectável. O metal menos nobre torna-se anódico através da reação de oxidação libertando eletrões, enquanto o metal mais nobre, tornar-se-á mais resistente à corrosão do que o menos nobre, ficando catódico [27], [37].

v) Em áreas de contacto metálicos sujeitas a cargas, como é o caso dos aparelhos ortodônticos fixos na interface fio-*bracket*, há suscetibilidade à **corrosão do tipo "*fretting*"** [39].

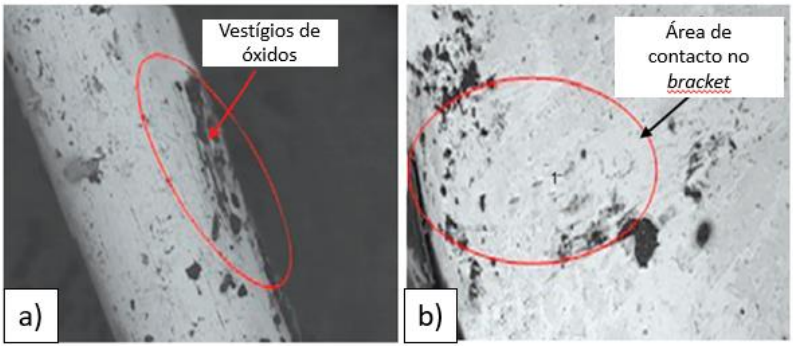


Figura 2.2. Exemplo da corrosão entre a) um fio de NiTi e b) um *bracket* de aço inoxidável (Adaptado de [39]).

A interação dos metais sobre pressões elevadas leva a um processo de soldagem a frio. Devido ao movimento relativo entre os componentes do aparelho resultante da

indução de forças, a soldadura irá destruir-se, resultando na interrupção da criação da camada passiva e levando a uma corrosão maior [37].

vii) **Corrosão sob Tensão**, acontece quando um fio é instalado nos brackets e este é sujeito a grandes tensões multiaxiais, com componente compressiva e de tração resultando num aumento da reatividade dos componentes e gerando zonas catódias e outras anódicas numa reação eletroquímica [37], [40].

viii) Os fios ortodônticos são sujeitos ao longo da sua utilização a cargas elevadas e repetitivas que podem causar a **corrosão por fadiga** e por último levar à fratura do próprio fio. Este processo de fadiga é acelerado devido à presença da saliva em contacto com o fio ortodôntico[37], [41].

vii) **Biocorrosão**, em que a presença de micorganismos (bactérias) na cavidade bucal forma à superfície dos materiais uma camada sólida vulgarmente designada por tártaro [37], [42], [43].

Atendendo à pesquisa bibliográfica, importa agora destacar os fatores que influenciam negativamente as propriedades biológicas e químicas de fios ortodônticos NiTi, seguindo os objetivos propostos inicialmente, Figura 0.3.

2.1. Efeito de agentes profiláticos de flúor

Durante a utilização dos aparelhos ortodônticos costuma haver uma certa dificuldade para manutenção de uma higiene oral através da escovagem mecânica de formar a prevenir a criação da placa bacteriana. Para além do aumento da criação da placa bacteriana alguns dos utilizadores de aparelhos ortodônticos também apresentam o aparecimento de manchas brancas, resultantes da descalcificação dos dentes. Para auxílio da higienização oral recorre-se à utilização de elixires bucais contendo flúor, de forma a diminuir a criação da placa e de manchas brancas. Um dos efeitos negativos é a presença de flúor que tem um efeito corrosivo nas ligas metálicas presentes no aparelho ortodôntico.

Um estudo muito completo [27] sobre a influência de elixires contendo flúor, na corrosão galvânica entre fios dentários e *brackets*, levou à análise de 2 tipos diferentes de fios: NiTi e CuNiTi, e de 3 tipos de *brackets*: Ti, FeCrNi e CoCr. Estes componentes foram

imersos durante 2 meses em 2 soluções distintas de base salivar artificial (saliva Fusayama Meyer): uma contendo elixir Elmex e outra com elixir Meridol (soluções comerciais). Os autores analisaram a libertação iónica em solução (iões Ni, Cr e Fe), por Espectrometria de Emissão Atómica por Plasma Acoplado Indutivamente, e os resultados obtidos estão representados da Figura 2.3. Como se pode concluir da análise da Figura 2.3, existe uma maior concentração de iões nas soluções contendo F comparativamente à solução base. Entre os elixires, o Elmex parece ser o mais prejudicial para os fios CuNiTi, enquanto que o Meridol é o mais agressivo em fios NiTi. A maior concentração em Ni foi registada no par fio NiTi/*brackets* Co-Cr na presença de elixir Meridol, com valores de ~ 1000 µg/L [27].

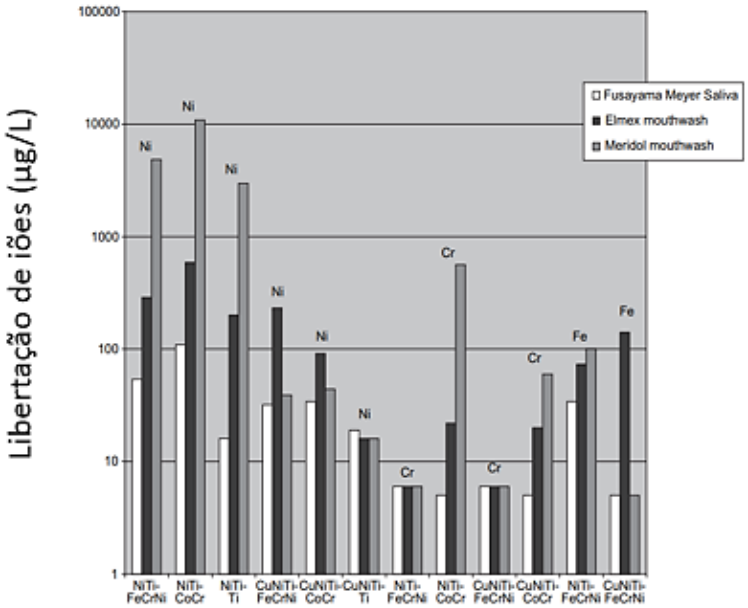


Figura 2.3. Evolução da libertação de iões para diferentes pares de fios/*brackets* na presença de elixires diferentes (Adaptado de [27]).

2.2. Efeito do pH salivar

O pH da saliva de cada individuo é um dos fatores que mais influencia a corrosão dos arcos ortodônticos. Um estudo interessante sobre este tema foi efetuado por R. Hans *et al.* [44]. Os autores estudaram o efeito da ingestão de bebidas incluídas numa dieta normal, como sejam pepsi, café, bebidas de fruta e leite adocicado, nos níveis de pH do ambiente oral. A maior variação registada foi após a ingestão com pepsi que baixou o pH salivar de ~

7 para 5, notando também que das 4 bebidas esta era a mais ácida com um valor inicial de pH equivalente a ~ 2.

O acabamento superficial das ligas ortodônticas em contacto com bebidas de pH baixo parece influenciar, também, a resistência à corrosão. Num trabalho [45] que incluiu vários tipos de fios NiTi comerciais, foram registados os defeitos superficiais divididos nas seguintes categorias: riscos, fraturas, desgaste uniforme e picadas. Após imersão em saliva artificial com pH 6.5 misturada com uma bebida de pH ácido de 2,5, durante um período de 28 dias, a superfície dos fios foi novamente analisada. Os resultados obtidos por aqueles autores provaram que, independentemente do tipo de defeito, todas os fios NiTi apresentavam corrosão. De entre os defeitos analisados foi concluído que a presença de fendas é a mais nociva na estabilidade química das ligas [45].

O efeito simultâneo da variação de pH na presença de agentes profiláticos com flúor em amostras de NiTi foi estudado por H. Huang [38]. Amostras de NiTi foram submersas a uma solução com 1,1% de fluor com diferentes valores de pH, de modo a determinar a sua influência na corrosão dos fios, sendo os níveis de pH escolhidos para o estudo (3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5; 6,0; 6,5 e 7). As amostras foram inseridas durante 90 min numa mesa agitadora e posteriormente analisadas por microscópio eletrónico de varrimento.

Nas amostras de pH 7; 6,5 e 6,0 não foram observadas mudanças significativas na superfície, indicando que as soluções básicas não têm grande efeito na corrosão. Apartir de valores de acidez de 5,5 já começa a haver indícios de corrosão sendo mais flagrante a valores de acidez maior. Esta análise leva à conclusão que o valor de pH crítico para a corrosão é de 5,5, sendo que para efeito de conservação do aparelho ortodôntico deverá ser aconselhado aos pacientes a utilização de um elixir bucal com pH superior a 5,5.

Para valores de pH inferiores, o potencial de picadas, potencial de proteção e da passividade do NiTi tensionado e aço inoxidável tensionado diminui [38].

Num outro estudo foi estimado que o pH crítico, para que haja reação por corrosão de ligas NiTi em soluções com flúor, deve situar-se na gama 6 - 5,5 [46].

2.3. Efeito da presença de Biofilme

Outro fator importante a analisar é o efeito do biofilme à superfície dos fios de NiTi.

Uma análise do efeito de uma bactéria presente no ambiente oral Streptococcus mutans (S.mutans), foi feita através da submersão de amostras de NiTi em duas soluções diferentes, uma contendo saliva artificial e caldo peptona de caseína e soja, e outra com saliva artificial mais caldo peptona de caseína e soja e a bactéria S.mutans.

Após uma submersão de 24 h as amostras foram submetidas a uma análise eletroquímica, demonstrando que o fio de NiTi apresenta uma grande suscetibilidade à corrosão e que através de uma análise superficial também se registou a presença de corrosão por picada (Figura 2.4 b)), corroborando a análise eletroquímica, que existe aumento da corrosão desta liga resultante do efeito da bactéria Streptococcus mutans [42].

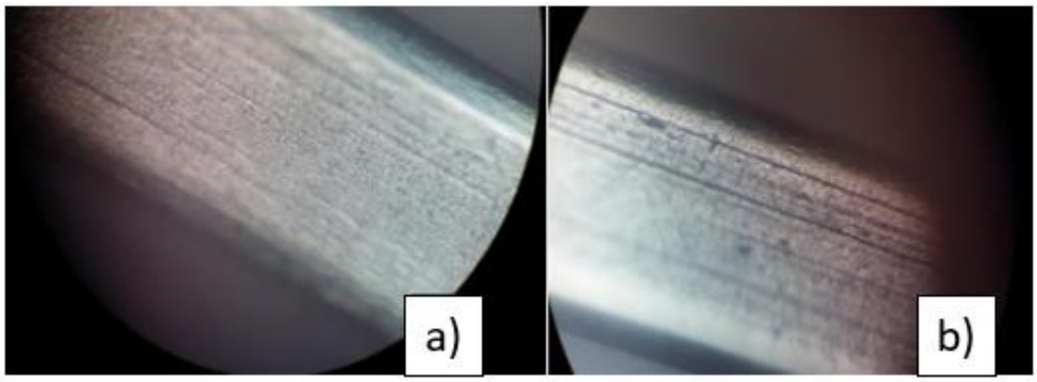


Figura 2.4. Imagens OM dos fios: a) sem exposição à bactéria Streptococcus mutans, b) expostos à bactéria Streptococcus mutans (Adaptado de[42]).

2.4. Efeito do tempo de tratamento

O tempo de tratamento com aparelho ortodôntico fixo, é um outro fator que influência o comportamento dos fios NiTi. Expondo um trabalho efetuado no DEM-FCTUC [47], uma análise superficial dos fios de NiTi de fios recolhidos de pacientes, bem como a testagem periódica da concentração de partículas de Ni na saliva dos pacientes foi feito até ao período máximo de 3 meses.

Um exemplo na Figura 2.5, demonstra que a permanência no ambiente oral apresenta deposição de biofilme bem como marcas de desgastes. Avaliando o efeito do tempo de tratamento na presença de partículas de na saliva dos pacientes, verificou-se um aumento ligeiro quatro semanas após a colocação do aparelho fixo, decrescendo a partir desse momento para valores abaixo dos registados antes de iniciar o tratamento. As médias das concentrações de Ni determinadas por *Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES) na saliva dos pacientes aumentaram ligeiramente quatro semanas após a colocação do aparelho fixo, decrescendo a partir desse momento para valores abaixo dos registados antes de iniciar o tratamento [47].

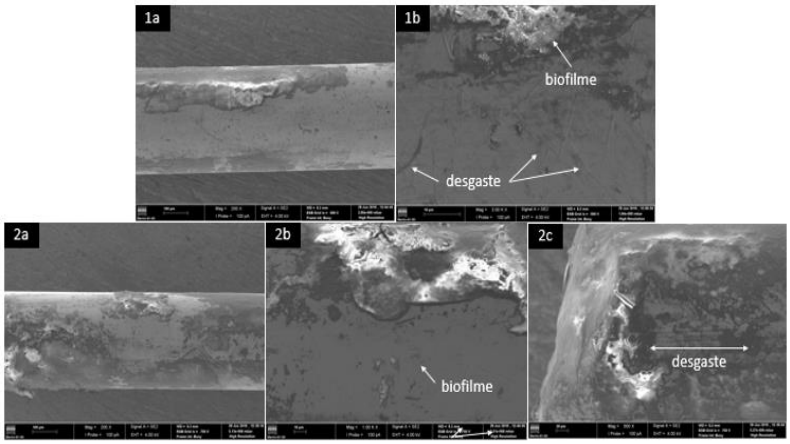


Figura 2.5. Imagem Sem de fios recuperados com o período de utilização de: a) e b) 9 semanas, d),e) e f) 12 semanas (Adaptados de [47]).

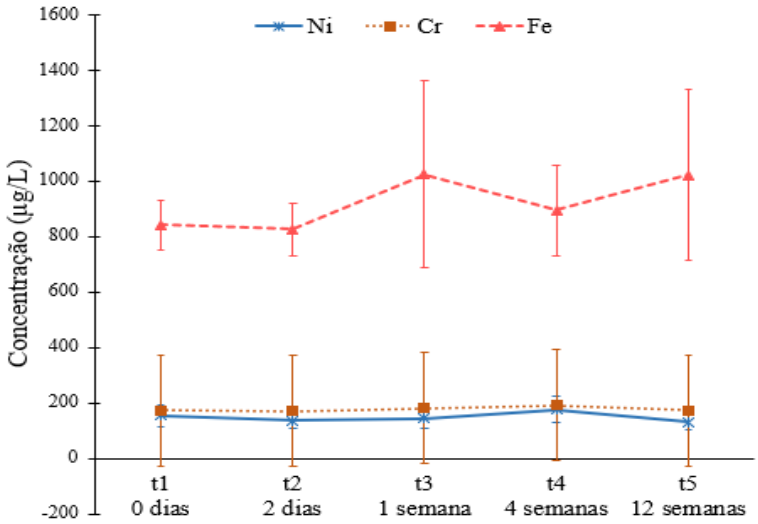


Figura 2.6. Concentração da libertação de iões ao longo do tempo (Adaptados de[47]).

2.5. Efeito do regime alimentar

De todas as variáveis selecionadas, o tipo de regime alimentar é o fator mais difícil de extrapolar, variando pela característica individual, devido a esta ser influenciada e por diversos fatores, como a nossa cultura, religião, idade, que condicionam o tipo e quantidade de alimentos a ingeridos [48], que irão entrar em contacto com os elementos do aparelho dentário fixo, entre eles o fio ortodôntico.

Num estudo recente, intitulado "*Corrosion of Orthodontic Brackets Immersed in Spices and Salt Solution*"[49] , foi analisado o efeito de condimentos como sal, coentros, pimenta preta, pimenta vermelha e sal misturados com saliva artificial, quando em contacto com *brackets* de metal. Através de uma análise eletroquímica, registou se que a pimenta vermelha, pimenta preta e sal provocam um aumento na corrosão dos *brackets* quando comparado com *brackets* só em contacto com saliva artificial. Análises superficiais às amostras também apresentam um aumento da corrosão por picada nas amostras expostas a pimenta vermelha [49].

3. PROPRIEDADES MECÂNICAS

Atendendo à pesquisa bibliográfica sobre a avaliação do comportamento mecânicos de fios ortodônticos de NiTi, destacam-se as 3 propriedades mais avaliadas:

i. Comportamento à flexão
ii. Resistência à tração
iii. Rigidez

Pode concluir-se, genericamente, que os ensaios mecânicos mais utilizados são os relativos à flexão em três pontos e à tração. Os parâmetros de ensaio assentam nas normas ISO15841:2006 (Anexo A) e ASTM-F2516-14 (Anexo B) (Figura 3.1 a)), mas os valores utilizados variam de autor para autor, numa tentativa de recriar *in vitro* as condições reais *in vivo* (Figura 3.1 b) e c)).

Como determinado por [50], a introdução de *brackets* na execução de ensaios à flexão de fios ortodônticos, estes ensaios demonstraram forças maiores comparativamente aos ensaios feitos pela norma ISO. Sendo também demonstrado que a influência de um maior coeficiente de atrito, entre os fios ortodônticos e *brackets* resultaram em forças maiores.

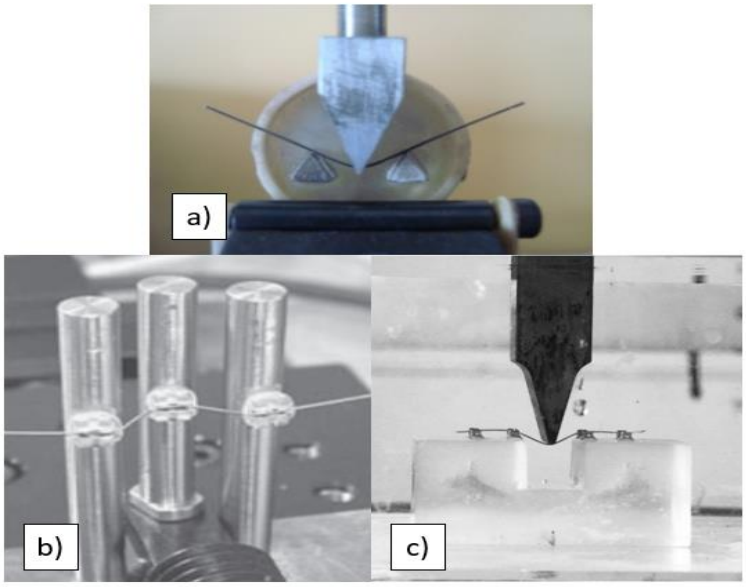


Figura 3.1. Exemplo de ensaios à flexão em 3 pontos: a) Segunda a norma ISO (Adaptado de [50]), b) e c) Modificados (Adaptados de [51], [52]).

De entre os vários fatores que influenciam negativamente o comportamento mecânico de fios ortodônticos NiTi (ver Figura 0.3) durante o tratamento de maloclusões com aparelho fixo dentário, optou-se por destacar os seguintes:

i. Efeito da utilização de agentes profilátios de fluor durante o tratamento;
ii. Resultados da variação da temperatura oral do paciente;
iii. Consequências das variações do pH saliva;
iv. Efeito do tempo de tratamento;
v. Resultado da formação de biofilme sobre os componentes do aparelho;
vi. Consequências da Ligação fio-*bracket*;
vii. Efeito do ambiente oral no comportamento à fadiga
viii. Efeito das dimensões dos fios;
ix. Efeito do processo de esterilização que antecede a colocação do fio na boca do paciente

3.1. Efeito de agentes profiláticos de fluor

À semelhança do comportamento químico, também as propriedades dos fios NiTi são influenciadas pela presença de agentes contendo Flúor (F).

Soluções ricas em flúor são utilizadas para auxiliar à manutenção de uma correta higiene oral, mas em contrapartida a presença de fluor contribui para uma atmosfera rica em hidrogénio, que poderá afetar as propriedades mecânicas do fio [53], levando à sua fragilização e consequente fratura frágil devido à absorção de hidrogénio a partir de ambiente envolvente [54]–[56].

Para análise desse efeito, investigadores [55] imergiram fios NiTi com 0,40 mm de diâmetro e 50 mm de comprimento durante 60 minutos numa solução aquosa contendo de fosfato de fluor acidulado (APF; 2,0% NaF 1 1,7% H3PO4), com um pH de 5.0 a uma temperatura de 37ºC. Após a imersão os fios foram sujeitos a ensaio de tração. Os resultados obtidos traduziram uma diminuição da resistência à tração de ~ 17%, ou seja, o valor inicial de 1360 MPa diminuiu para 1160 MPa. Mais, quanto ao comportamento à fratura foi, também, observado que os fios fraturaram sem apresentar deformação. Nas micrografias exibidas na Figura 3.2, a) consegue-se observar que os fios não-imersos apresentam estriamento, indicando que ocorreu fratura dúctil, em oposição aos fios após imersão (Figura 3.2, b)). Neste último caso a fatura é do tipo frágil. Os autores concluíram que este comportamento se devia à absorção de hidrogénio com o consequente aumento da rigidez da liga.

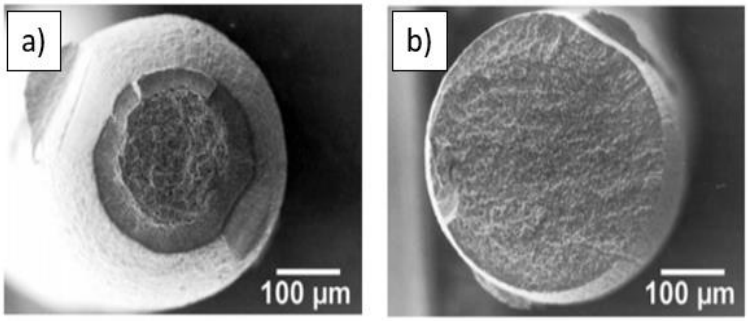


Figura 3.2. a) Imagem SEM do fio de NiTi sem submersão, b) Imagem SEM do fio de NiTi submerso (Adaptada de [55]).

Mas um estudo encontrado sobre fios ortodônticos sujeito a condições *in vivo*, sujeitou, a ensaios à tração fios recuperados após a sua utilização por pacientes. Imagens

obtidas por SEM apresentam similarmente aos testes *in vitro* uma fratura frágil (Figura 3.3) levando a crer que a causa desta fratura frágil se deve à absorção de hidrogénio [57].

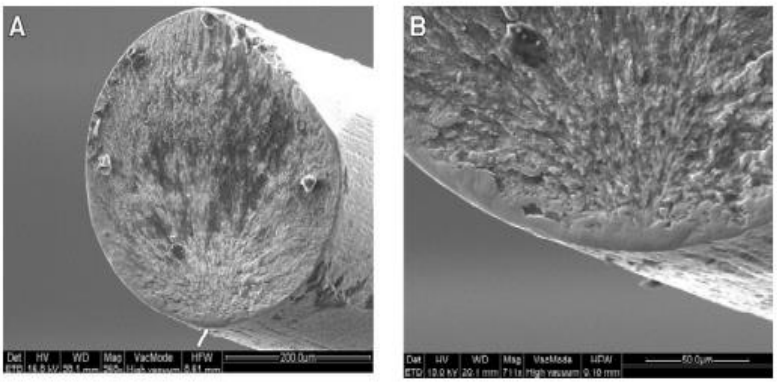


Figura 3.3. a) Imagem SEM do fio de NiTi (Adaptado de [57]).

Uma análise posterior efetuada pelos mesmos investigadores [57], sujeitou os fios não utilizados com os fios retirados dos pacientes a um teste de dureza Vickers, revelou que não se observou nenhum aumento da dureza significativa dos fios, Tabela 3.1, não indo em conformidade com as conclusões obtidas aos estudos *in vitro* do efeito da absorção de hidrogénio.

Tabela 3.1. Resultado dos Valores de dureza obtido a partir do ensaio de Vickers (Adaptado de [57]).

Grupo de fio ortodôntico	HV_{200} médio (Desvio padrão)
Cu-NiTi recuperado	374 (9)
Cu-NiTi controlo	367 (12)
NiTi SE recuperado	313 (9)
NiTi SE controlo	309 (6)

Os autores deste artigo então concluem que estes não sofreram de um aumento da rigidez devido à absorção do hidrogénio, mas possivelmente terá ocorrido fratura frágil proveniente das forças resultantes do processo de mastigação[57].

O aparecimento deste estudo leva à sugestão que a análise de fios *in vivo* deve ser mais explorada de modo a determinar se existe realmente uma correlação entre a

fragilização através da absorção de hidrogénio em soluções profiláticas de flúor como é indicado nos estudos *in vitro*.

A análise sobre o efeito da presença de elixires na resistência à tração de fios NiTi, levou P. Keerthana *et al.* [58] a dividirem estes componentes em 3 grupos: o primeiro onde os pacientes elixir placebo, o segundo em que os pacientes utilizaram um elixir com flúor e o último grupo foi testado como rececionado, servindo como grupo de controlo. Os resultados à tração mostraram uma maior diminuição na resistência à tração nos fios expostos a elixires com fluor, de ~ 80 N, comparativamente aos do grupo de controlo, de ~ 118 N.

Além da resposta à tração importa também estudar a resposta à flexão visto que as forças exercidas durante o processo de relaxamento da liga serão aquelas que iram induzir o movimento dos dentes para o sítio correto.

Mostra-se na Figura 3.4 os resultados obtidos no ensaio à flexão em 3 pontos de uma liga NiTi com e sem presença de fluor [25] . Foram selecionados 2 agentes fluoretados, o Provident de pH ácido e o Phos-Flur com pH neutro.

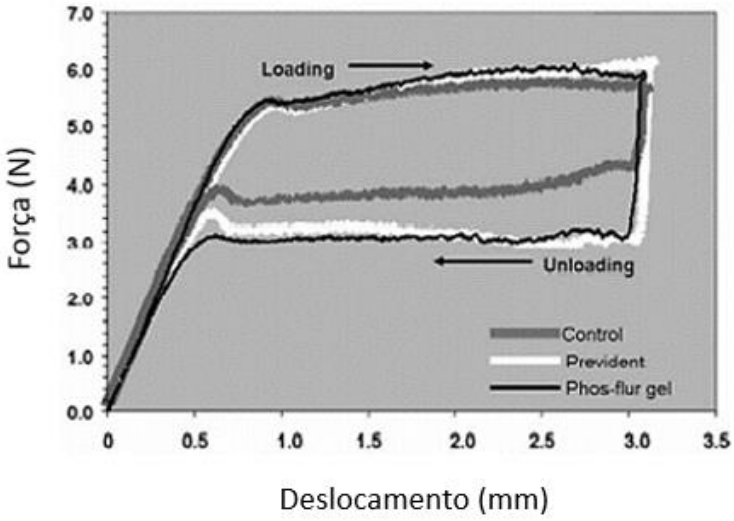


Figura 3.4. Efeito do flúor com comportamento à flexão a 3 pontos de uma liga de NiTi (Adaptado de[25]).

Naquele trabalho [25] que incluiu 2 tipos de fios ortodônticos com composição diferente: Ni-Ti e Cu-Ni-Ti (ambos de secção quadrada) observou-se que o valor da força

de desativação do fio de Ni-Ti após exposição a ambos os agentes é bastante menor. Esta diminuição, poderá aumentar o tempo de tratamento devido ao fio exercer uma força menor ao relaxar devido ao efeito do flúor, enquanto que o fio de Cu-Ni-Ti não demonstra variação significativa no seu comportamento à flexão. Na análise SEM, Figura 3.5Figura 3.4 foi observado que o grupo de controlo apresenta defeitos provenientes da fabricação dos fios. No caso dos fios expostos a solução previdente, para além dos defeitos também encontrados no grupo de controlo, há também a presença de corrosão por picada e de inclusões. Comparando o efeito dos fluidos, o Phos-flur apresenta a pior degradação apresentando defeitos por corrosão picada alongados e com forma globular. Relativamente ao tipo de fios, os de Cu-NiTi apresentaram pior comportamento à corrosão [25].

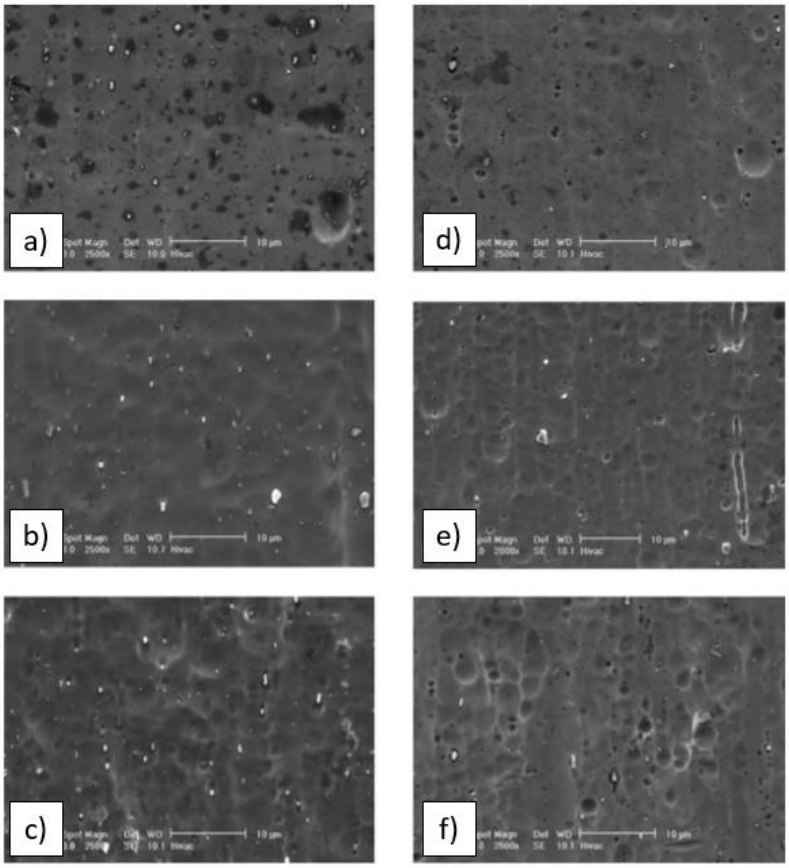


Figura 3.5. Imagem SEM dos fios: de NiTi expostos ao fluido (a) de controlo, b) Prevident, c) Phos-Flur), de fios de Cu-Ni-Ti expostos ao fluido fluido (d) de controlo, e) Prevident, f) Phos-Flur) (Adaptado de[25]).

Alguns estudos demonstram que a presença de flúor, administrada através de pastas de dentes ou elixires contribui para o aumento da corrosão e deterioração da superfície

dos fios [59], [60]. Sendo este o caso foi efetuado um estudo sobre o efeito sentido por *brackets* de aço inoxidável e fios de níquel titânio na resistência ao atrito.

Neste estudo foram utilizados fios de níquel titânio redondos com 0,4064 mm e fios quadrados com 0,4826 x 0,6350 mm, sendo os *brackets* utilizados sempre iguais.

Os pares de fios e *brackets* foram submersos em 3 grupos diferentes de fluidos. O grupo de controlo foi submerso numa solução de 150 ml de soro fisiológico com um pH 7 a uma temperatura de 37º C durante oito semanas, sendo o soro mudado todos os dias. Outro grupo foi submerso num gel com flúor Sultan, composto por 1,23% de flúor, àcido hidrosulfurico, ácido fosfórico, fluoreto de sódio a uma temperatura de 37ºC, pH de 3,5 durante 4 minutos. O terceiro grupo esteve durante 1 minuto, duas vezes ao dia submerso num elixir bucal aquafresh, contendo um pH de 5,1 a 37ºC.

A determinação da fricção foi obtida através da utilização de uma máquina Testométrica com uma velocidade de deslocamento de 0.5mm/min durante um período de 4 minutos, tendo um percurso de 2 mm, resultando nos valores de fricção estáticos e dinâmicos expostos na Tabela 3.2.

Tabela 3.2. Representação dos valores de fricção estática e dinâmica para os diferentes fios nas diferentes soluções (Adaptado de [61]).

Solução	fio	número	Fricção estática	Fricção dinâmica
NAF (aquafresh)	Redondo SS	12	1,0	0,98
	Redondo NiTi	12	1,30	1,23
	Quadrado SS	12	1,87	1,67
	Quadrado NiTi	12	1,76	1,67
APF (Sultan)	Redondo SS	12	1,55	1,42
	Redondo NiTi	12	1,76	1,58
	Quadrado SS	12	2,47	2,30
	Quadrado NiTi	12	2,23	2,10
Serum (control)	Redondo SS	12	1,06	0,97
	Redondo NiTi	12	1,36	1,26
	Quadrado SS	12	1,93	1,70
	Quadrado NiTi	12	1,94	1,80

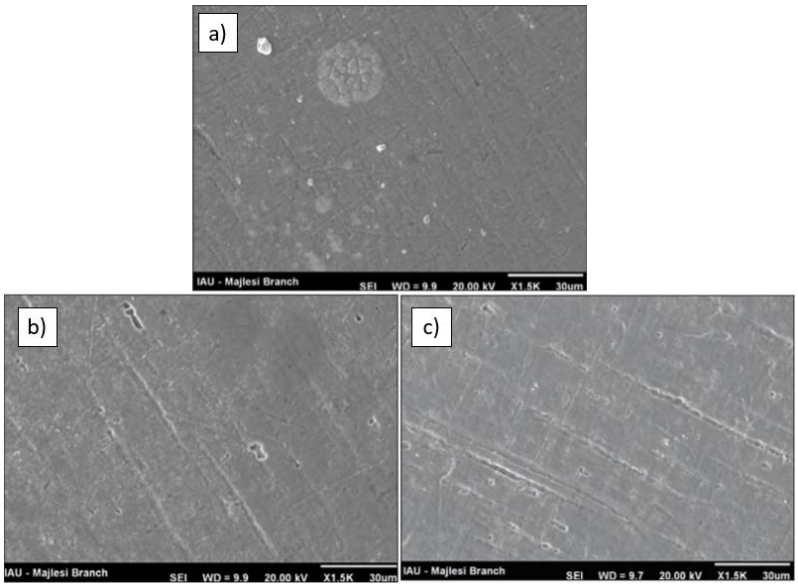


Figura 3.6. Imagem SEM dos fios: de NiTi expostos ao fluido (a) de controlo, b) Prevident, c) Phos-Flur), de fios de Cu-Ni-Ti expostos ao fluido fluido (d) de controlo, e) Prevident, f) Phos-Flur) (Adaptado de[59]).

Os resultados apresentam que entre fios de níquel titânio e de aço inoxidável houve um aumento no atrito estático e dinâmico maior nos fios de NiTi, como observado na Tabela 3.2. O resultado das forças friccionais foram superior no grupo submerso no fluido Sultan em comparação com os outros dois grupos, sendo que imagens retiradas por microscópico eletrónico sublinham esses valores, sendo que o grupo submerso no fluido Sultan apresenta uma rugosidade superficial superior (Figura 3.5 c)).

De notar que as forças de atrito foram mais elevadas nos fios com secção quadrada em relação aos de seção circular, devido à zona de contacto ser maior [61].

3.2. Efeito da variação da temperatura oral

A temperatura média oral é aceite como sendo 37ºC [29]. Todavia, a ingestão de alimentos quentes ou frios facilmente provoca gradientes térmicos que se podem refletir no desempenho mecânico dos componentes ortodônticos.

O estudo "*Intra-oral temperature variation over 24 hours*" [29] tal como o próprio nome indica, teve por objetivo avaliar as variações de temperatura que podem ser sentidas em ambiente oral durante 1 dia. Foram selecionados os dentes incisivo central

direito do maxilar e o primeiro pré-molar, e a temperatura foi monitorizada por termopares colocados no fio do aparelho ortodôntico fixo. A amostra contou com 20 jovens adultos. Os autores observaram que não existe diferenças significativas nos 2 pontos controlados, mas a gama de variação de temperatura é bastante larga, isto é, entre os 8-54ºC na zona dos dentes incisivos e de 6 a 54ºC junto aos dentes pré-molares [29].

Noutro outro trabalho [62] foram medidas temperaturas máximas superiores, de 70ºC, e mínimas de 0ºC. Estas variações foram registadas pouco tempo após o consumo das bebidas quentes e frias, respetivamente. No entanto os autores também apontam que entre 20 a 340 segundos o ambiente oral volta à sua temperatura normal.

O efeito da temperatura na carga desenvolvida pelos fios ortodônticos durante o relaxamento de tensões - período em que o fio exerce a força que provoca a movimentação dentária - está representado na Figura 3.7 [26]. As ligas de secção quadrada avaliadas à flexão (0,5, 1 e 2 mm), após variações bruscas de temperatura, mínima de 10ºC e a máxima de 80ºC, foram de 3 tipos: ligas NiTi (Figura 3.7a)) ligas NiTi superelásticas (Neostentalloy) (Figura 3.7 b)), e ligas Cu-NiTi superelásticas (Figura 3.7c)). Como se pode concluir da análise desta figura, as 3 ligas possuem comportamento similar, isto é, são caracterizadas pela diminuição de força no período de desativação, quando submetidas ao efeito de baixas temperaturas, seguindo-se um aumento do valor de carga com o aumento da temperatura de contacto. Em termos de resposta à deformação os fios demonstraram comportamentos diferentes. Para os fios NiTi foi registado um comportamento das forças semelhantes para desativações de 0,5 mm quando estes foram ativados até aos 1 e 2 mm, e forças superiores no caso de uma desativação de 1 mm após uma ativação de 2 mm. As ligas Cu-NiTi demonstram um comportamento similar ás de NiTi, mas já as ligas superelásticas de NiTi apresentam um comportamento mais variável do comportamento das forças consoante a deformação.

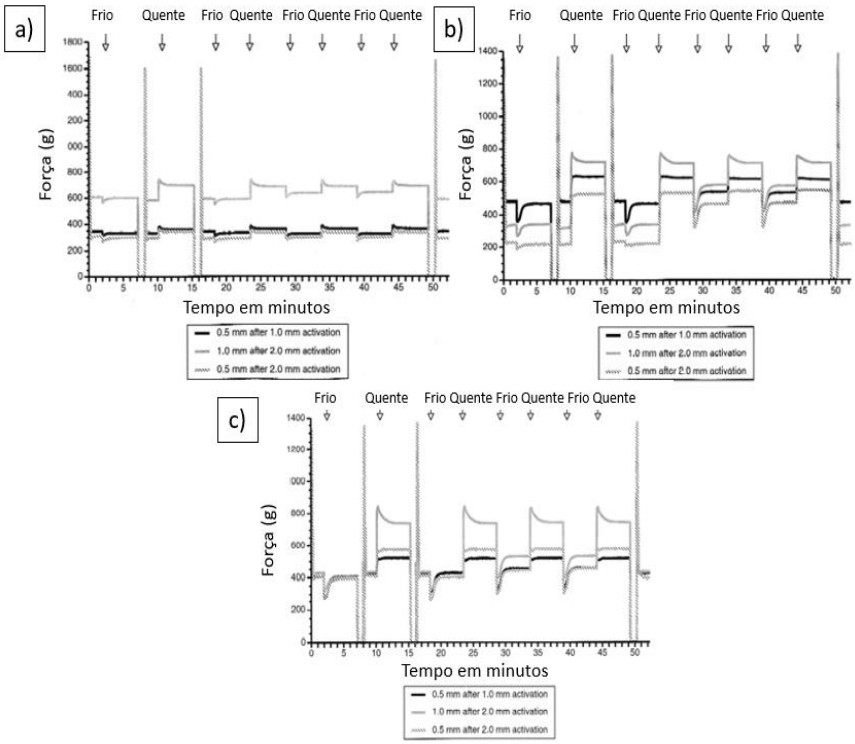


Figura 3.7. Efeito da temperatura na força da liga durante o relaxamento de tensões: a) Liga de NiTi, b) Liga NiTi superelástica (Neostentalloy), c) Liga Cu-NiTi superelástica (Adaptado de [26])

Analisando agora o efeito de condições isotérmicas no comportamento à flexão em 3 pontos de fios ortodônticos (Figura 3.8), mostra-se na Figura 3.8 as evoluções obtidas por M. T. Sakima *et al* [24]. Neste trabalho foram selecionadas 5 temperaturas, 30, 33, 35, 37 e 40ºC, e 7 tipos de ligas, cujas características estão sumariadas na Tabela 3.3.

Tabela 3.3. Identificação dos fios utilizados no estudo (Adaptado de [24]).

Código	Marca do fio	Fabricante	Tipo
C35	35ºC Thermo-Active Copper NiTi®	Ormco Corp.	Termodinâmico
C40	40ºC Thermo-Active Copper NiTi®	Ormco Corp.	Termodinâmico
G&H	Thermal NiTi	G&H Wire Comp.	Termodinâmico
NS200	NeoStentalloy 200g	GAC Intl.	Termodinâmico
ON	NiTi	Ormco Corp.	Austenitico
WWFE	Formo - Elastic ™ NiTi	Wonder Wire Corp.	Austenitico
WWT	Thermal NiTi	Wonder Wire Corp.	Termodinâmico

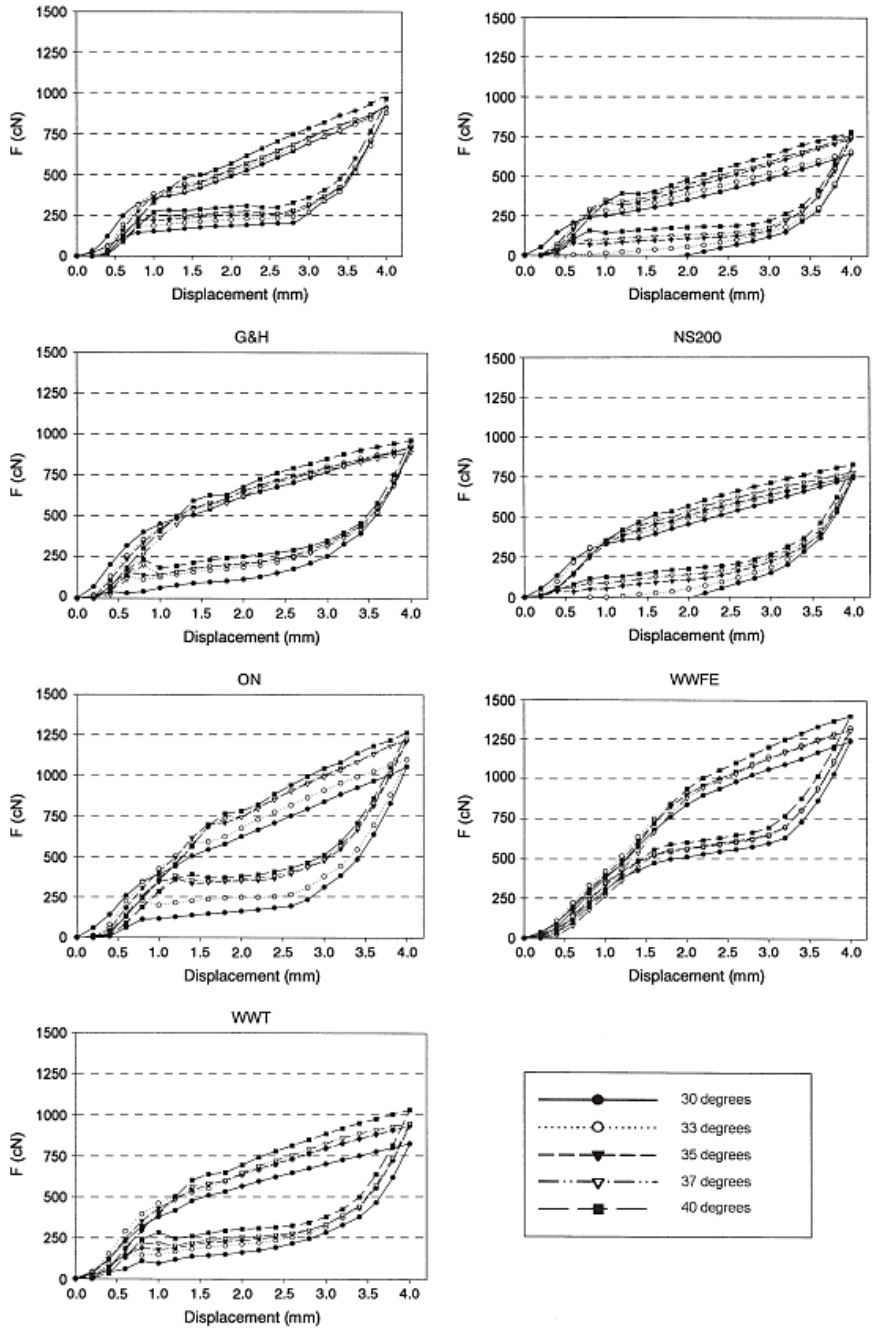


Figura 3.8. Efeito da temperatura na capacidade de carga nas 7 diferente ligas de NiTi (Adaptado de [24])

As principais conclusões apontadas por estes investigadores são [24]:

i) Todos os fios demonstraram comportamentos diferentes e foram influenciados de forma diferente pela variação da temperatura, mostrando que a variação de força de relaxação é a base de atuação para os fios NiTi estudados.

ii) As ligas Cu-NiTi a 40°C apresentaram níveis de força mais baixos e forças constantes, seguidas pelas ligas NeoSentalloy 200g. Por outro lado, estes fios podem não funcionar corretamente na cavidade oral, pois não foram exercidas forças abaixo de 35°C.

iii) Se características superelásticas e baixos níveis de força são as razões para a utilização de fios retangulares de NiTi, o uso de fios NiTi austeníticos, como o NiTi normal e o Formo-Elastic™, devem ser evitados.

3.3. Efeito da variação do pH salivar

A ingestão de refrigerantes, além de fomentar as alterações de temperatura oral, parece, também, contribuir para a variação do pH salivar devido ao teor em açúcar que contêm. De facto, a ingestão de bebidas refrigeradas afeta a o valor de pH da boca[44], de modo a analisar o seu efeito no módulo de Young e rigidez nos fios de NiTi, fios de NiTi termo ativados com uma secção quadrada de 0,4826 x 0,6350 mm, foram divididos em 4 grupos diferentes, um grupo exposto a coca cola normal, outro a santal, o terceiro a Gatorade e o grupo de controlo submerso em água destilada. Todos os grupos tiveram uma submersão com um período de 60 minutos a uma temperatura de 37ºC.

Usando um de nanoindentador analisou-se o modulo de Young e a dureza dos diferentes grupos, não obtendo diferença significativa entre os grupos indicando que os consumos de bebidas ácidas poderão não ter efeito nos fios de níquel titânio. A análise à topografia dos fios e da sua composição química também não revela alterações significativas, indicando que as bebidas ácidas não têm efeito nos fios de níquel titânio [63].

Noutro estudo [64], o efeito do nível de pH de soluções que contem fluor nas características de imposição de carga e de relaxamento Fios de NiTi foram submersos a dois soluções contendo flúor, sendo que uma têm um valor de pH de 4,0 e outra de 6,5. As amostras foram submersas 90 segundos duas vezes ao dia durante 30 dias e posteriormente submetidas a um ensaio à flexão em três pontos.

Analisando os resultados representados Figura 3.9, não existe uma diminuição significativa na força de relaxamento para as amostras submersas numa solução contendo flúor com acidez de pH de 4 ou 6,5 [64].

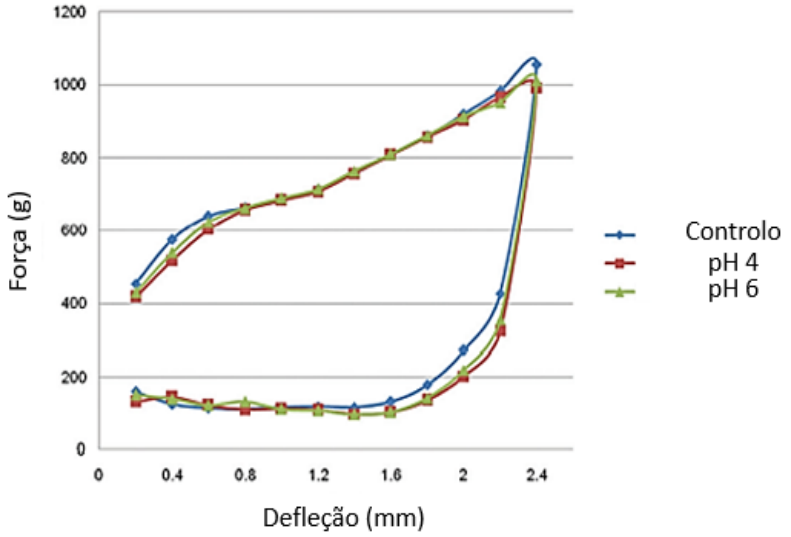


Figura 3.9 Curva força-deformação de fios de NiTi (Adaptado de[64]).

3.4. Efeito do tempo de tratamento

O efeito do tempo de tratamento ortodôntico na variação das propriedades mecânicas de fios NiTi foi estudado por A. P. Devaprasad *et al*.[65] Neste trabalho deu-se primazia a 2 fabricantes: a *3M Orthodontic* (Grupo 1) e a *American Orthodontics* (Grupo 2). Foram constituídos 3 grupos, a saber: como rececionados (Subgrupo A), após 3 meses (Subgrupo B) e 6 meses (Subgrupo C) de aplicação oral. Os resultados obtidos por ensaio à tração estão compilados na Tabela 3.4[65].

Tabela 3.4. Resistência à tração de cada grupo de fios de NiTi consoante o tempo de utilização (Adaptado de [65]).

	Resistência à tração					
Fios	Sem tempo de serviço (A) E desvio padrão (MPa)	3 meses de serviço (B) E desvio padrão (MPa)	6 meses de serviço (C) E desvio padrão (MPa)	Diferença entre A e B (%)	Diferença entre B e C (%)	Diferença entre A e C (%)
3M	1169 ± 9,8	1051,7 ± 7,0	970,8 ± 19,2	10,03	7,7	16,95
AO	1080 ± 5,6	960,7 ± 24,2	843,9 ± 27,8	11,1	12,1	21,9

Os fios analisados apresentaram uma diminuição da resistência à tração, independentemente do fabricante e do tempo de permanência da cavidade oral. Tudo parece indicar que a variável tempo está relacionada com a formação de biofilme sobre a superfície das ligas metálicas, a perda de resistência à corrosão e ainda a formação de defeitos

superficiais. De facto, a análise por SEM, mostra estes defeitos logo após 3 meses de uso de aparelho dentário. As ligas da *American Orthodontics* apresentaram pior comportamento justificando a maior perda de resistência à tração[65].

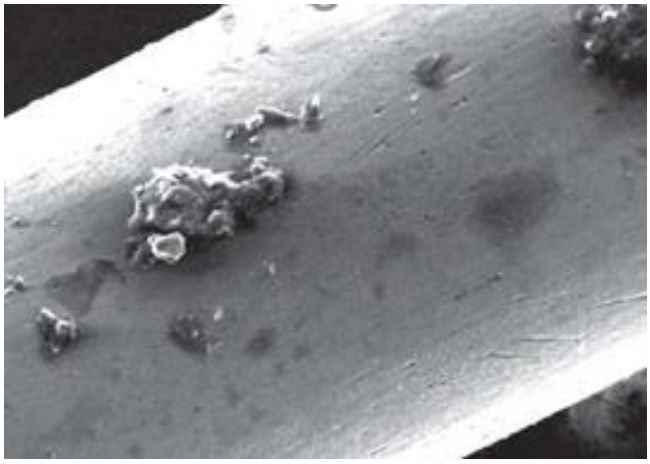


Figura 3.10 Micrografias por SEM de fios NiTi, com depósito de biofilme, corrosão por picada e fendas [63].

3.5. Efeito da formação de Biofilme

A formação de camada dentária durante o tratamento ortodôntico chamou a atenção dos investigadores no que concerne ao contacto fio-*bracket*, principalmente ao nível das forças de atrito[64], [65].

A análise *in vitro* [66], por SEM, feita a grupos de 6 fios ortodônticos de 4 fabricantes diferentes após exposição a meio oral de 4 semanas encontra-se na Figura 3.11. Como se pode observar, e em conformidade com outros estudos [65], há formação de biofilme, independentemente do tipo de fabricante.

O comportamento à flexão destes fios, Figura 3.12, mostra que apenas 2 dos 4 fios de NiTi (GAC e ORMCO) apresentaram um **aumento das forças de relaxamento**. Este resultado indica que pode haver a possibilidade de correlação entre a camada de biofilme e o aumento de forças de relaxamento, levando à observação que é preciso aprofundar o estudo da variável do efeito de fabricantes diferentes[67].

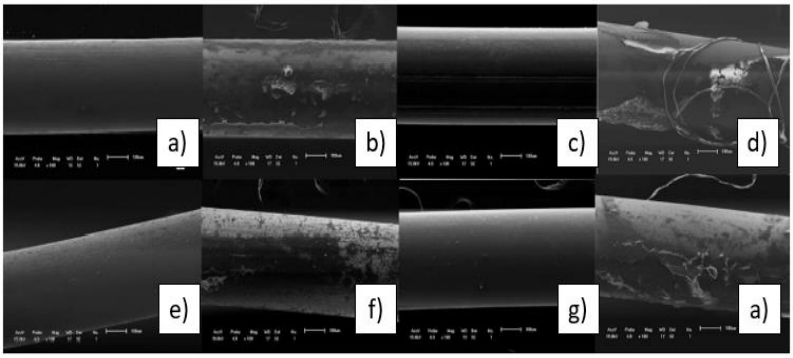


Figura 3.11. Demonstração da bioacumulação antes e após um meio oral, sendo respetivamente, nos fios das seguintes marcas: a) e b) Morelli, c) e d) Orthometric, e) e f) GAC, g) e h) ORMCO. (Adaptado de[67]).

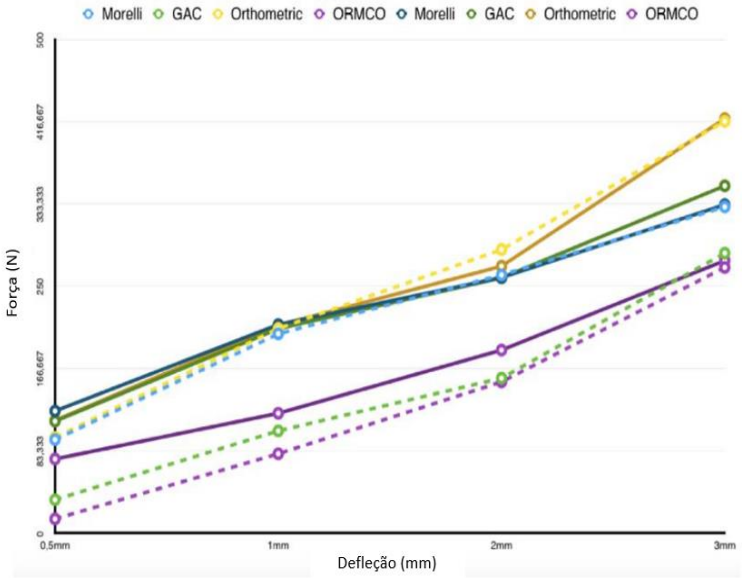


Figura 3.12. Representação das forças de relaxamento de quatro ligas de NiTi, antes de exposição ao biofilme (Linha contínua) e pós exposição a biofilme (Linha descontinua). (Adaptado de[67]).

3.6. Ligação Fio-*Bracket*

Como foi anteriormente mencionado (Figura 0.2) os fios ortodônticos são aplicados nos *brackets* e as ligaduras metálicas ou elásticas promovem a ligação.

Um estudo [51] com o propósito de estudar a influência do tipo de ligação no comportamento superelástico de um fio ortodôntico de NiTi, levou à consideração duas ligações feitas através de materiais metálicos como ligaduras de aço inoxidável e *slot lid*, e uma ligação feita com um elastómero. O par fios-*brackets* sem nenhum tipo de ligação serviu como referência. Os resultados obtidos à flexão dos arcos encontram-se na Figura 3.13.

Consegue-se perceber que no caso de a ligação feita através de um elastómero a o fio de NiTi (Figura 3.13 d)) não apresenta um gráfico típico das ligas superelásticas de NiTi, isto é, não existe um *plateau* na zona de desativação da liga. Também se pode observar que as ligaduras têm influência na capacidade de carga máxima a que os fios podem ser sujeitos, passando de valores de 2,24 N (Figura 3.13 a)) para no caso de maior diferença cargas de 7.83 N, referente à ligação feita com aço SS (Figura 3.13 b)) Relativamente ao *plateau* na zona de relaxamento observa-se também um aumento da carga, tendo valores de 3,90 N para ligação de aço inoxidável e 3,02 N para ligação por *slot lid*, comparados com os 1,49 N nos pares de fio-*bracket* sem ligação [51].

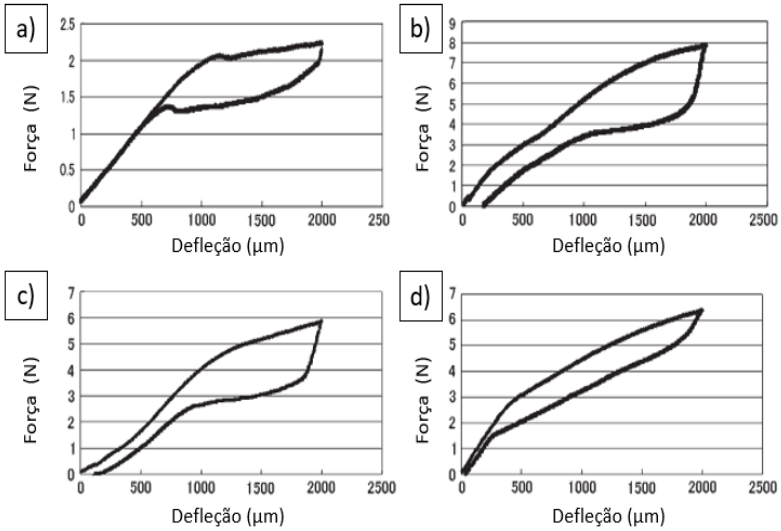


Figura 3.13. Curvas força-deslocamento dos pares *fio-bracket,* com: a) sem ligação, b) ligação de aço inóxidável, c) ligação *slot lid*, d) ligação por elástómero. (Adaptado de[51]).

Este estudo leva a uma observação, que para além da introdução de brackets nos ensaios experimentais à flexão a 3 pontos, o tipo de ligação também deve ser tido em conta de modo a obter as curvas força-deslocamento mais realistas possíveis.

3.7. Efeito da exposição oral no comportamento à fadiga

Como observado nos pontos anteriores do presente capítulo, que o efeito da exposição dos fios de NiTi a diversos fatores, provocam corrosão bem como a perda das

propriedades mecânicas, o que levou à análise do efeito da exposição oral no comportamento à fadiga.

O seguinte estudo [41], resultou na análise de fios de NiTi com secção e quadrada, sendo analisados fios sem utilização com fios utilizados no tratamento dentário de pacientes.

Os fios foram sujeitos a uma força à flexão a uma frequência 2 Hz à temperatura de 37ºC, sendo o ensaio efetuado até os fios completarem 2×10^6 ciclos ou até à fratura do fio.

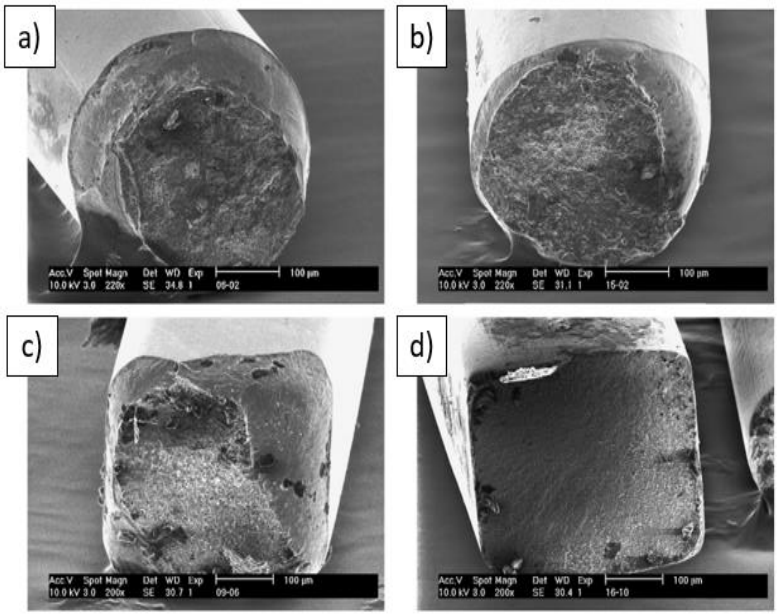


Figura 3.14. Imagens Sem da fratura por fadiga de: a) fio NiTi redondo recebido, b) fio de NiTi quadrado recolhido, c) fio de NiTi quadrado recebido, d) fio de NiTi recolhido (Adaptado de [41]).

Das imagens retiradas (Figura 3.14) consegue-se observar que a exposição dos fios afeta o comportamento dos fios, apresentando uma mudança de uma fratura dúctil para fratura frágil resultante da agressividade do ambiente oral, bem como a diminuição de ciclos efetuada pelos fios (Figura 3.15).

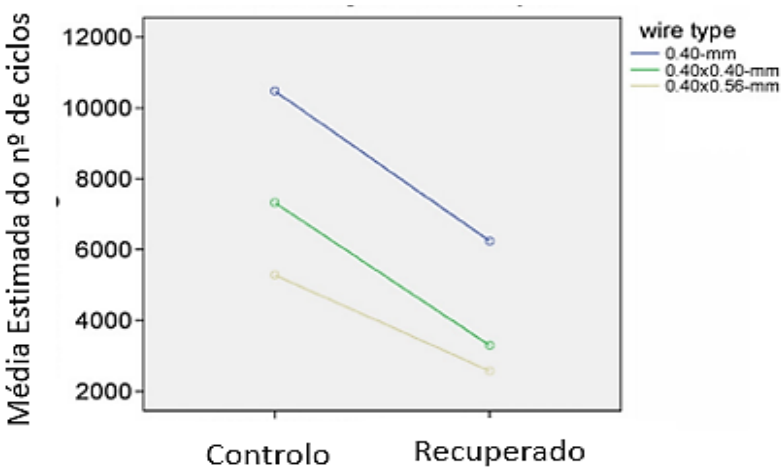


Figura 3.15. Gráfico ilustrativo da média de ciclos estimados até à fratura incluído nos estudos (Adaptado de [41]) .

3.8. Efeito das dimensões dos fios

Os fios ortodônticos podem apresentar secções transversais circulares, retangulares ou quadradas [68].

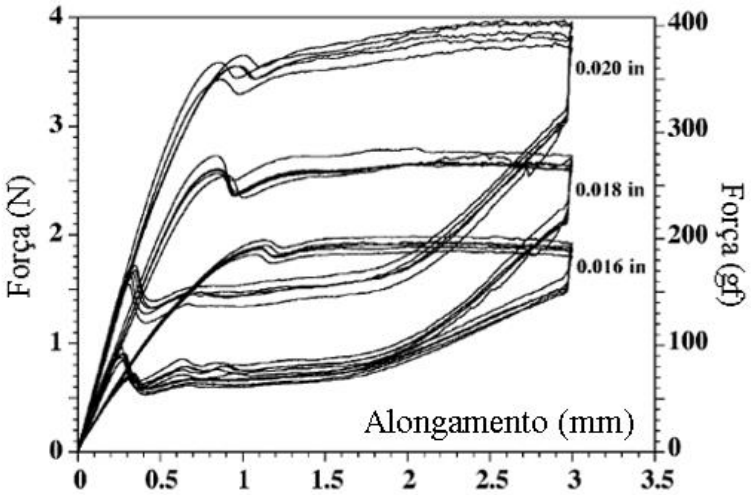


Figura 3.16. Curvas força-alongamento de fios NiTi com diferentes tamanhos de secção (Adaptado[69])

Para além da forma da secção, 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 3.16 obtida num trabalho de investigação sobre fios NiTi[69]. 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. Esta teoria foi reforçada na prática por vários autores [66], [69], [70] mostrando que com um incremento de *0,002 inches* (0,0508 mm) ao diâmetro, a força de ativalão aumenta em cerca de 50%.

Num outro trabalho [71]pode encontrar-se o efeito da variação de secção no *plateu* na zona de desativação, quando os fios ortodônticos de NiTi tanto como termo ativados ou normais são sujeitos à flexão. Sujeitando os fios a uma variação de 0,254 mm até 0,4064 mm, foi observado que o aumento de 0,051 mm de 0,3556 para 0,4064 mm se registou um aumento de 50% na força de desativação, sendo que uma mudança muito maior foi detetada quando houve um aumento de diâmetro da secção de 0.3048 para 0,4064 mm havendo um aumento de 150% da força na zona de desativação.

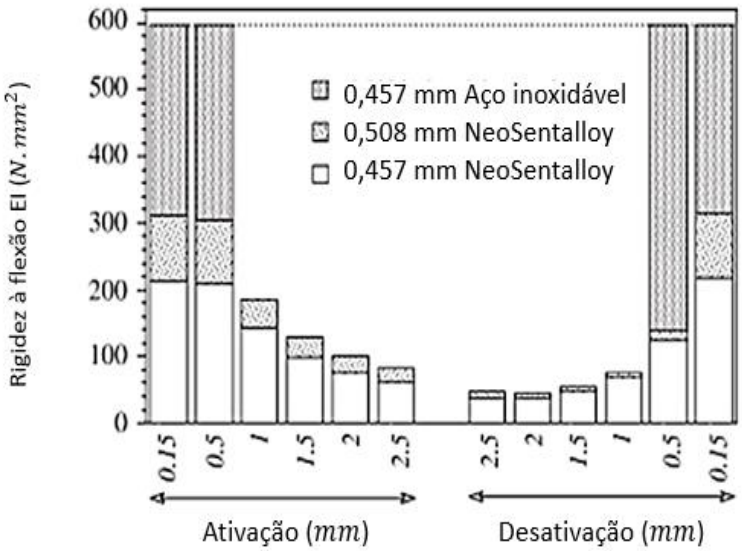


Figura 3.17. Rigidez à flexão em função do tamanho do fio referente a diferentes deflexões[71] .

No mesmo estudo [71] , pode-se observar o reforço do efeito na devido à variação do tamanho da secção de fios ortodônticos na resposta da rigidez à flexão. Como

se pode observar na evolução mostrada na Figura 3.17 que a evolução da rigidez não é constante consoante a o nível de flexão tanto como no caso da ativação do fio como na desativação.

Em relação à variação da forma da secção o seguinte estudo comparou a variação de secção de fios de NiTi do mesmo fabricante tanto quando estes são sujeitos a ensaios à tração e a ensaios à flexão [31]. Da Figura 3.18 pode-se observar que os fios com secção redonda apresentam forças mais baixas e constantes comparadas com os fios de secção quadrada no comportamento à flexão, sendo por isso indicado a utilização das ligas de NiTi redondas na fase inicial de tratamento ortodôntico através de aparelhos dentários fixos [31].

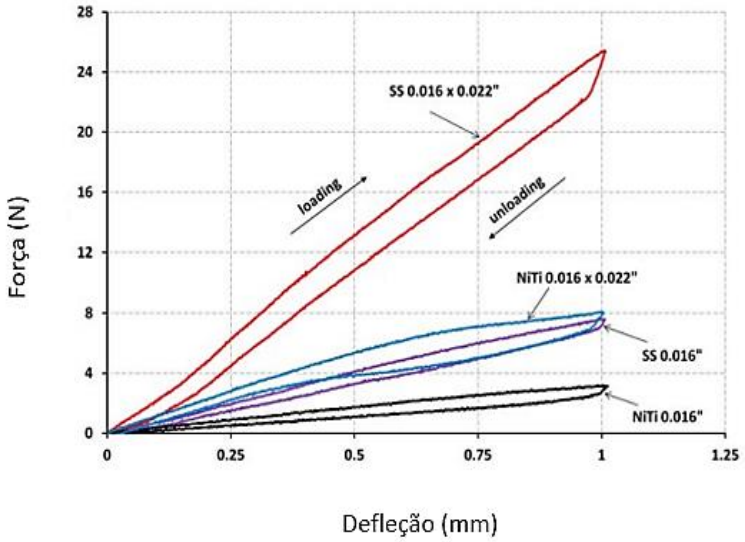


Figura 3.18. Curvas Força-Defleção de fios de NiTi e SS com seção quadrada e redonda (Adaptado de [31])

A realização de vários estudos costuma recorrer a grupos de fios de NiTi como representação de uma marca. A possibilidade de diferentes lotes do mesmo fabricante terem propriedades diferentes poderia prejudicar os resultados. Um estudo realizado a 4 lotes de um mesmo fabricante, sujeitando estes a ensaios à flexão demonstrou que não se registou diferença estatística entre valores, dando confiança que não haverá a influência da diferença de lotes do mesmo fabricante [73].

3.9. Efeito do processo de esterilização

Devido ao custo elevado dos fios de NiTi têm crescendo a tendência de reciclar fios, tendo estes que sofrer um processo de esterilização de modo a estes poderem ser reutilizados de maneira higiénica. Sendo uma prática recente, há a necessidade de analisar o efeito do período de utilização em conjunto com o processo de esterilização dos fios nas propriedades mecânicas destes mesmos.

No estudo seguinte [74] foram selecionados fios de Níquel Titânio proveniente de quatro fabricantes diferentes, que foram submetidos a um período de utilização de 3 meses e posteriormente esterilizados. O processo de esterilização aplicado foi de autoclave, a uma temperatura de 121ºC a uma pressão compreendida entre os 0,103 MPa e 0,138 MPa.

Após a realização de ensaios de tração, deparou-se que existe uma diminuição significativa da resistência de tração em comparação com o grupo de controlo composto por fios vindos diretamente do fabricante, como demonstrado na Tabela 3.5 [74].

Tabela 3.5. Comparação da resistência à tração dos quatros grupos de fios de NiTi, sem serem utilizados e após serem utilizados e esterilizados por autoclave (Adaptado de [74]).

Grupos		n	Média ± Desvio padrão
Grupo I - GAC	Sem utilização	8	1407,31 ± 11,63
	Utilizado	8	1053,55 ± 128,3
Grupo II – 3M	Sem utilização	8	1393,68 ± 19,81
	Utilizado	8	1080,54 ± 138.5
Grupo III – G & H	Sem utilização	8	1511,75 ± 21,03
	Utilizado	8	1282,9 ± 111,8
Grupo IV - AO	Sem utilização	8	1401,99 ± 19,86
	Utilizado	8	1106,83 ± 175

Os autores ao verificarem a diminuição da resistência à tração após o processo de esterilização leva a que este não aconselhe a reutilização dos fios, mas a diminuição da resistência mecânica pode não resultar do processo de esterilização, mas sim ao tempo e condições que o fio esteve sujeito na boca do paciente.

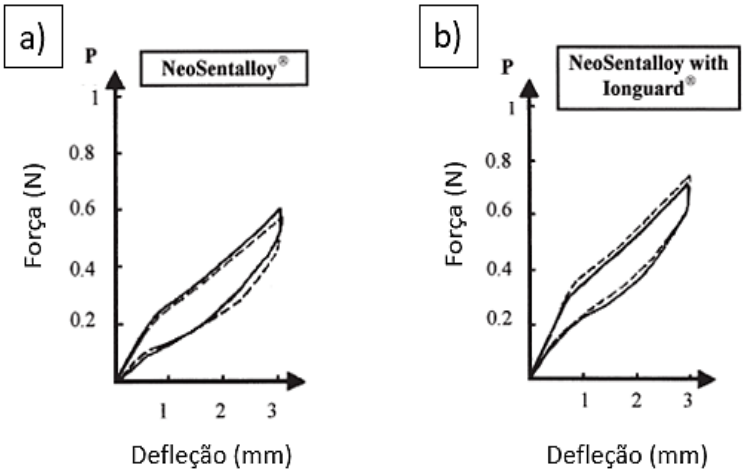


Figura 3.19. Curvas força-alongamento de fios de NiTi, antes (Linha contínua) e pós processo de autoclavação(Linha descontinua) (Adaptado de[75]).

Relativamente ao desempenho dos fios ortodônticos à flexão de fios de NiTi vindo da fábrica sujeito a uma esterilização por autoclave durante 18 min a 134ºC, como se pode observar na Figura 3.19, os fios não demonstraram nenhum efeito significativo no comportamento à flexão dos fios de NiTi, indo em concordância com que o processo de esterilização não terá efeito nas propriedades mecânicas dos fios de NiTi.

4. CONCLUSÕES

A revisão bibliográfica sobre as ligas NiTi utilizadas em ortodontia sob a forma de arcos nos aparelhos fixos para correção de maloclusões dentárias permite concluir genericamente que:

- A presença de agentes profiláticos de flúor diminui da resistência à corrosão dos fios de NiTi, provoca a fragilização das ligas de NiTi, a diminuição da resistência à tração e à diminuição das forças de desativação à flexão dos fios de NiTi;
- A diminuição do pH diminui a resistência à corrosão dos fios de NiTi;
- O aumento da temperatura corresponde ao aumento da força no comportamento à flexão;
- O efeito do tipo de ligação afeta o comportamento do fio à flexão provocando forças menos constantes e um aumento das forças;
- O tempo de serviço resulta no aparecimento de corrosão e respetiva libertação de iões metálicos, bem como diminui a resistência à tração dos fios de NiTi;
- A reutilização de fios de NiTi não é recomendada devido à deterioração das propriedades mecânicas;
- A diminuição da secção tem como resultado uma diminuição da força de desativação não proporcional;
- Secções redondas apresentam forças mais baixas e constantes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] B. Phulari, *Orthodontics : principles and practice*, First edition. New Delhi: Jaypee Brothers Medical Publishers (P) LTD, 2011.

[2] "Maloclusão vs Mordida correta dos dentes | Tipos de mordida." https://www.saudebemestar.pt/pt/medicina/dentaria/tipos-de-mordida/ (accessed Dec. 16, 2021).

[3] "We Offer Orthodontics For Children - Norwest Orthodontics." https://norwestortho.com.au/orthodontics-for-children/ (accessed Dec. 23, 2021).

[4] "Aparelho Dentário: 7 principais tipos | OralMED." https://www.oralmed.pt/destaques/aparelho-dentario-7-tipos (accessed Nov. 11, 2020).

[5] "Blog de ortodontia por Dra Amanda Borges: fios ortodônticos flexíveis." http://dramandaborges.blogspot.com/2010/09/fios-ortodonticos.html (accessed Dec. 03, 2021).

[6] "Diferenças entre Bandas Ortodônticas (Anéis) & Tubos Colados." http://ortoligados.blogspot.com/2013/09/definicoes-e-diferencas-entre-bandas.html (accessed Dec. 09, 2021).

[7] "5 dicas para quando seu aparelho ortodôntico estiver te machucando - Ortodontia Descomplicada." http://ortodontiadescomplicada.com.br/5-dicas-para-quando-seu-aparelho-ortodontico-estiver-te-machucando/ (accessed Nov. 11, 2020).

[8] "Ortodontia." http://anamd.pt/ortodontia/ (accessed Nov. 11, 2020).

[9] "Ortodontia.com.Borel: Elásticos na ortodontia... tá amarrado!!" http://borelortodontia.blogspot.com/2014/02/elasticos-na-ortodontia-ta-amarrado.html (accessed Nov. 11, 2020).

[10] "Directorio Odontológico : Resultados de la búsqueda de arcos ortodônticos." https://www.directorioodontologico.info/search?q=arcos+ortod%C3%B4nticos&max-results=9 (accessed Nov. 11, 2020).

[11] "Quais são as partes do aparelho ortodôntico? - Ortodontia Descomplicada." http://ortodontiadescomplicada.com.br/partes-do-aparelho-ortodontico/ (accessed Nov. 11, 2020).

[12] R. S. Kotha, R. K. Alla, M. Shammas, and R. K. Ravi, "An Overview of Orthodontic Wires," *Trends in Biomaterials & Artificial Organs*, vol. 28, no. 1, pp. 32–36, Jan. 2014, Accessed: Dec. 20, 2021. [Online]. Available: https://www.biomaterials.org.in/tibao/index.php/tibao/article/view/44

[13] D. J. Fernandes, C. N. Elias, R. Vidal, and A. D. M. Mendes, "Mechanical performance of nickel-titanium archwires," *Materials Research*, vol. 18, no. 6, pp. 1264–1277, Nov. 2015, doi: 10.1590/1516-1439.003615.

[14] J. M. da Cruz, "Caracterização de fios para aplicação em ortodontia com comportamento superelástico," 2013, Accessed: Dec. 03, 2021. [Online]. Available: https://run.unl.pt/handle/10362/11001

[15] C. C. A. Quintão and I. H. V. P. Brunharo, "Orthodontic wires: Knowledge to optimize clinical application," *Revista Dental Press de Ortodontia e Ortopedia*

Facial, vol. 14, no. 6, pp. 144–157, 2009, doi: 10.1590/S1415-54192009000600017.

[16] R. P. Kusy, "Orthodontic Biomaterials: From the Past to the Present," Allen Press, Dec. 2002. doi: 10.1043/0003-3219(2002)072<0501:OBFTPT>2.0.CO;2.

[17] R. P. Kusy, "A review of contemporary archwires: their properties and characteristics.," *The Angle Orthodontist*, vol. 67, no. 3, pp. 197–207, Jan. 1997, doi: 10.1043/0003-3219(1997)067<0197:arocat>2.3.co;2.

[18] S. B. N. de V. 1973- Correia, "Estudo do comportamento em serviço de limas endodônticas superelásticas de Ni-Ti," 2009, Accessed: Dec. 20, 2021. [Online]. Available: https://repositorio.ul.pt/handle/10451/169

[19] P. F. Rodrigues *et al.*, "Thermo-mechanical characterization of NiTi orthodontic archwires with graded actuating forces," *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 107, Jul. 2020, doi: 10.1016/J.JMBBM.2020.103747.

[20] D. J. Fernandes, R. v Peres, A. M. Mendes, and C. N. Elias, "Understanding the Shape-Memory Alloys Used in Orthodontics," vol. 2011, 2011, doi: 10.5402/2011/132408.

[21] N. Malik, R. Dubey, A. Kallury, A. Chauksye, T. Shrivastav, and B. R. Kapse, "A Review of Orthodontic Archwires," *Journal of Orofacial Research*, vol. 5, pp. 6–11, 2015, doi: 10.5005/jp-journals-10026-1167.

[22] "Nickel and Human Health nickel & nickel compounds carcinogenicity".

[23] M. M. Figueirêdo, R. H. Cançado, K. M. S. Freitas, and F. P. Valarelli, "Comparison of deactivation forces between thermally activated nickel–titanium archwires," *Journal of Orthodontics*, vol. 39, no. 2, pp. 111–116, Jun. 2012, doi: 10.1179/1465312512Z.00000000013.

[24] M. T. Sakima, M. Dalstra, and B. Melsen, "How does temperature influence the properties of rectangular nickel-titanium wires?," *European Journal of Orthodontics*, vol. 28, no. 3, pp. 282–291, Jun. 2006, doi: 10.1093/ejo/cji079.

[25] 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," *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*, vol. 127, no. 6, pp. 662–669, Jun. 2005, doi: 10.1016/j.ajodo.2005.01.015.

[26] T. R. Meling and J. Ødegaard, "The effect of short-term temperature changes on superelastic nickel-titanium archwires activated in orthodontic bending," *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*, vol. 119, no. 3, pp. 263–273, 2001, doi: 10.1067/mod.2001.112451.

[27] N. Schiff, M. Boinet, L. Morgon, M. Lissac, F. Dalard, and B. Grosgogeat, "Galvanic corrosion between orthodontic wires and brackets in fluoride mouthwashes," *European Journal of Orthodontics*, vol. 28, no. 3, pp. 298–304, Jun. 2006, doi: 10.1093/ejo/cji102.

[28] "Introduction to Nitinol," 2017.

[29] R. J. Moore, J. T. F. Watts, J. A. A. Hood, and D. J. Burritt, "Intra-oral temperature variation over 24 hours," *European Journal of Orthodontics*, vol. 21, no. 3, pp. 249–261, 1999, doi: 10.1093/ejo/21.3.249.

[30] H. Soul and A. Yawny, "Superelastic Behaviour of Niti Wires Under General Cycling Conditions: Thermomechanic 1-D Modelling," *Procedia Materials Science*, vol. 1, pp. 141–148, Jan. 2012, doi: 10.1016/j.mspro.2012.06.019.

[31] H. Soul and A. Yawny, "Superelastic Behaviour of Niti Wires Under General Cycling Conditions: Thermomechanic 1-D Modelling," *Procedia Materials Science*, vol. 1, pp. 141–148, Jan. 2012, doi: 10.1016/J.MSPRO.2012.06.019.

[32] C. M. Dudescu, C. Dana Bratu, and M. Petrisor, "Influence of the Chemical Composition on the Mechanical Properties of Orthodontic Archwires", Accessed: Dec. 09, 2021. [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/260754453

[33] L. Blanco-Dalmau, H. Carrasquillo-Alberty, and J. Silva-Parra, "A study of nickel allergy," *The Journal of Prosthetic Dentistry*, vol. 52, no. 1, pp. 116–119, Jul. 1984, doi: 10.1016/0022-3913(84)90193-8.

[34] G. R. Janson, E. A. Dainesi, A. Consolaro, D. G. Woodside, and M. R. de Freitas, "Nickel hypersensitivity reaction before, during, and after orthodontic therapy.," *American journal of orthodontics and dentofacial orthopedics : official publication of the American Association of Orthodontists, its constituent societies, and the American Board of Orthodontics*, vol. 113, no. 6, pp. 655–660, 1998, doi: 10.1016/S0889-5406(98)70226-4.

[35] G. Rahilly and N. Price, "Current products and practice nickel allergy and orthodontics," *Journal of Orthodontics*, vol. 30, no. 2, pp. 171–174, Jun. 2003, doi: 10.1093/ortho/30.2.171.

[36] K. S. Kasprzak and W. Bal, "Nickel Carcinogenesis," in *Encyclopedia of Metalloproteins*, Springer New York, 2013, pp. 1477–1485. doi: 10.1007/978-1-4614-1533-6_88.

[37] T. P. Chaturvedi and S. N. Upadhayay, "An overview of orthodontic material degradation in oral cavity," *Indian Journal of Dental Research*, vol. 21, no. 2, pp. 275–284, Apr. 2010, doi: 10.4103/0970-9290.66648.

[38] H. H. Huang, "Corrosion resistance of stressed NiTi and stainless steel orthodontic wires in acid artificial saliva," *Journal of Biomedical Materials Research - Part A*, vol. 66, no. 4, pp. 829–839, Sep. 2003, doi: 10.1002/jbm.a.10463.

[39] M. K. El, Y. El, B. Ouaki, and S. El, "Fretting-corrosion of Orthodontic Arch-wire/bracket Contacts in Saliva Environment," *World Journal of Dentistry*, vol. 9, no. 5, pp. 387–393, doi: 10.5005/jp-journals-10015-1568.

[40] X. J. Li, J. Q. Wang, E. H. Han, and W. Ke, "Stress Corrosion Cracking of NiTi Orthodontic Wires in Sodium Fluoride Solution," *Advanced Materials Research*, vol. 32, pp. 79–82, 2008, doi: 10.4028/www.scientific.net/amr.32.79.

[41] C. Bourauel, W. Scharold, A. Jäger, and T. Eliades, "Fatigue failure of as-received and retrieved NiTi orthodontic archwires," *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, vol. 24, no. 8, pp. 1095–1101, Aug. 2008, doi: 10.1016/J.DENTAL.2007.12.007.

[42] A. Marda *et al.*, "The effect of Streptococcus mutans on the corrosion behavior of Nickel-Titanium dental alloys - In vitro study," *Mediterranean Journal of Chemistry*, vol. 8, no. 6, pp. 435–440, Jul. 2019, doi: 10.13171/mjc861907168am.

[43] "Causas do tártaro." https://www.news-medical.net/health/Tartar-Causes-(Portuguese).aspx (accessed Dec. 20, 2021).

[44] R. Hans, S. Thomas, B. Garla, R. J. Dagli, and M. K. Hans, "Effect of Various Sugary Beverages on Salivary pH, Flow Rate, and Oral Clearance Rate amongst Adults," *Scientifica*, vol. 2016, 2016, doi: 10.1155/2016/5027283.

[45] C. Abalos, A. Paul, A. Mendoza, E. Solano, C. Palazon, and F. J. Gil, "Influence of soft drinks with low pH on different Ni-Ti orthodontic archwire surface patterns," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 22, no. 3, pp. 759–766, Mar. 2013, doi: 10.1007/S11665-012-0311-3.

[46] F. A. Maeda *et al.*, "O efeito de diferentes níveis de PH em soluções de flúor a 1,1% na corrosão de arcos NITI," *Revista de Odontologia da Universidade Cidade de São Paulo*, vol. 29, no. 3, p. 237, Jul. 2018, doi: 10.26843/ro_unicidv2932017p237-242.

[47] A. R. Mendes, "Avaliação de iões metálicos procedentes do tratamento ortodôntico: estudos in vivo e in vitro," *Avaliação de iões metálicos procedentes do tratamento ortodôntico: estudos in vivo e in vitro*, Mar. 2019, Accessed: Dec. 20, 2021. [Online]. Available: https://estudogeral.sib.uc.pt/handle/10316/86245

[48] "Conceito de dieta - O que é, Definição e Significado." https://conceito.de/dieta (accessed Dec. 20, 2021).

[49] B. H. Bhalekar *et al.*, "Corrosion of Orthodontic Brackets Immersed in Spices and Salt Solution: A Pilot Study," *journal of clinical and diagnostic research*, 2019, doi: 10.7860/jcdr/2019/41762.13343.

[50] E. A. Ferreira, C. A. Cimini, E. B. las Casas, and N. F. Rilo, "Revista da Associação Portuguesa de Análise Experimental de Tensões análise da influência da inclusão de brackets nos ensaios de flexão de fios ortodônticos: um estudo experimental e numérico," *Mecânica Experimental*, vol. 18, pp. 1–9, 2010.

[51] S. Kasuya, S. Nagasaka, A. Hanyuda, S. Ishimura, and A. Hirashita, "The effect of ligation on the load-deflection characteristics of nickel-titanium orthodontic wire," *European Journal of Orthodontics*, vol. 29, no. 6, pp. 578–582, Dec. 2007, doi: 10.1093/ejo/cjm068.

[52] L. Lombardo, G. Toni, F. Stefanoni, F. Mollica, M. P. Guarneri, and G. Siciliani, "The effect of temperature on the mechanical behavior of nickel-Titanium orthodontic initial archwires," *Angle Orthodontist*, vol. 83, no. 2, pp. 298–305, Mar. 2013, doi: 10.2319/040612-287.1.

[53] A. N. Haas *et al.*, "Mouthwashes for the control of supragingival biofilm and gingivitis in orthodontic patients: Evidence-based recommendations for clinicians," *Brazilian Oral Research*, vol. 28, no. Specialissue. Sociedade Brasileira de Hematologia e Hemoterapia, pp. 1–8, 2014. doi: 10.1590/1807-3107BOR-2014.vol28.0021.

[54] K. Yokoyama, K. Hamada, K. Moriyama, and K. Asaoka, "Degradation and fracture of Ni-Ti superelastic wire in an oral cavity," *Biomaterials*, vol. 22, no. 16, pp. 2257–2262, Aug. 2001, doi: 10.1016/S0142-9612(00)00414-2.

[55] K. K, Y. K, M. K, A. K, and S. J, "Degradation in performance of orthodontic wires caused by hydrogen absorption during short-term immersion in 2.0% acidulated phosphate fluoride solution," *The Angle orthodontist*, vol. 74, no. 4, 2004, doi: 10.1043/0003-3219(2004)074<0487:DIPOOW>2.0.CO;2.

[56] K. Asaoka, K. Yokoyama, and M. Nagumo, "Hydrogen Embrittlement of Nickel-Titanium Alloy in Biological Environment".

[57] S. Zinelis, T. Eliades, N. Pandis, G. Eliades, and C. Bourauel, "Why do nickel-titanium archwires fracture intraorally? Fractographic analysis and failure mechanism of in-vivo fractured wires," *American Journal of Orthodontics and*

Dentofacial Orthopedics, vol. 132, no. 1, pp. 84–89, 2007, doi: 10.1016/j.ajodo.2005.11.039.

[58] P. Keerthana, P. Chitra, P. S B, and L. L. Janardhanam, "In Vivo Comparison of Ultimate Tensile Strength of Nickel-Titanium Aligning Archwires Exposed to Fluoridated Mouthwash," *Orthodontic Journal of Nepal*, vol. 10, no. 1, pp. 21–26, Sep. 2020, doi: 10.3126/ojn.v10i1.30999.

[59] P. N. Mane, R. Pawar, C. Ganiger, and S. Phaphe, "Effect of fluoride prophylactic agents on the surface topography of NiTi and CuNiTi wires," *The journal of contemporary dental practice*, vol. 13, no. 3, pp. 285–288, 2012, doi: 10.5005/JP-JOURNALS-10024-1138.

[60] H. H. Huang, "Variation in surface topography of different NiTi orthodontic archwires in various commercial fluoride-containing environments," *Dental Materials*, vol. 23, no. 1, pp. 24–33, Jan. 2007, doi: 10.1016/J.DENTAL.2005.11.042.

[61] S. Alavi and A. Farahi, "Effect of fluoride on friction between bracket and wire," *Dental Research Journal*, vol. 8, no. Suppl1, p. S37, Dec. 2011, Accessed: Dec. 21, 2021. [Online]. Available: /pmc/articles/PMC3556283/

[62] G. Airoldi, G. Riva, M. Vanelli, V. Filippi, and G. Garattini, "Oral environment temperature changes induced by cold/hot liquid intake.," *American journal of orthodontics and dentofacial orthopedics : official publication of the American Association of Orthodontists, its constituent societies, and the American Board of Orthodontics*, vol. 112, no. 1, pp. 58–63, 1997, doi: 10.1016/S0889-5406(97)70274-9.

[63] S. Incerti Parenti *et al.*, "Effect of soft drinks on the physical and chemical features of nickel-titanium-based orthodontic wires," *Acta Odontologica Scandinavica*, vol. 70, no. 1, pp. 49–55, 2012, doi: 10.3109/00016357.2011.575083.

[64] S. Alavi, S. Barooti, and A. Borzabadi-Farahani, "An in vitro assessment of the mechanical characteristics of nickel-titanium orthodontic wires in Fluoride solutions with different acidities," *Journal of Orthodontic Science*, vol. 4, no. 2, p. 52, 2015, doi: 10.4103/2278-0203.156030.

[65] A. P. Devaprasad and T. Chandrasekaran, "Effects of Intraoral Ageing on Ultimate Tensile Strength and Surface Topography of Superelastic NiTi Wires from Two Different Manufacturers: A Comparative in vivo Study," *The Journal of Indian Orthodontic Society*, vol. 46, pp. 119–125, Jul. 2012, doi: 10.5005/jp-journals-10021-1073.

[66] L. Lombardo, M. Marafioti, F. Stefanoni, F. Mollica, and G. Siciliani, "Load deflection characteristics and force level of nickel titanium initial archwires," *Angle Orthodontist*, vol. 82, no. 3, pp. 507–521, May 2012, doi: 10.2319/032511-213.1.

[67] D. M. Sapata, A. L. Ramos, S. Sábio, D. Normando, and R. C. Pascotto, "Evaluation of biofilm accumulation on and deactivation force of orthodontic Ni-Ti archwires before and after exposure to an oral medium: A prospective clinical study," *Journal of Dental Research, Dental Clinics, Dental Prospects*, vol. 14, no. 1, pp. 41–47, Mar. 2020, doi: 10.34172/joddd.2020.006.

[68] R. Santos Costa, "Universidade de lisboa faculdade de medicina dentária ligas em ortodontia".

[69] P. Garrec and L. Jordan, "Stiffness in Bending of a Superelastic Ni-Ti Orthodontic Wire as a Function of Cross-Sectional Dimension," *Angle Orthodontist*, vol. 74, no. 5, 2004, Accessed: Dec. 23, 2021. [Online]. Available: http://meridian.allenpress.com/angle-orthodontist/article-pdf/74/5/691/1373077/0003-3219

[70] 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," *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*, vol. 147, no. 4, pp. S101–S108, Apr. 2015, doi: 10.1016/J.AJODO.2014.11.024.

[71] P. Garrec, B. Tavernier, and L. Jordan, "Evolution of flexural rigidity according to the cross-sectional dimension of a superelastic nickel titanium orthodontic wire," *European Journal of Orthodontics*, vol. 27, no. 4, pp. 402–407, Aug. 2005, doi: 10.1093/EJO/CJI014.

[72] P. Garrec, B. Tavernier, and L. Jordan, "Evolution of flexural rigidity according to the cross-sectional dimension of a superelastic nickel titanium orthodontic wire," *European Journal of Orthodontics*, vol. 27, no. 4, pp. 402–407, Aug. 2005, doi: 10.1093/ejo/cji014.

[73] M. G. Neves, F. V. P. Lima, J. de Araújo Gurgel, C. R. M. Pinzan-Vercelino, F. S. Rezende, and G. A. M. Brandão, "Deflection test evaluation of different lots of the same nickel-titanium wire commercial brand," *Dental Press Journal of Orthodontics*, vol. 21, no. 1, pp. 42–46, Jan. 2016, doi: 10.1590/2177-6709.21.1.042-046.oar.

[74] V. N. Bavikati, G. S. Singaraju, P. Mandava, S. S. Killamsetty, V. Nettam, and P. K. R. Karnati, "Evaluation of mechanical and physical properties of clinically used and recycled superelastic NiTi wires," *Journal of Clinical and Diagnostic Research*, vol. 10, no. 7, pp. ZC35–ZC40, Jul. 2016, doi: 10.7860/JCDR/2016/20165.8143.

[75] C. Pernier, B. Grosgogeat, L. Ponsonnet, G. Benay, and M. Lissac, "Influence of autoclave sterilization on the surface parameters and mechanical properties of six orthodontic wires," *European Journal of Orthodontics*, vol. 27, no. 1, pp. 72–81, Feb. 2005, doi: 10.1093/EJO/CJH076.

ANEXO A - NORMA ISO15841:2006

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

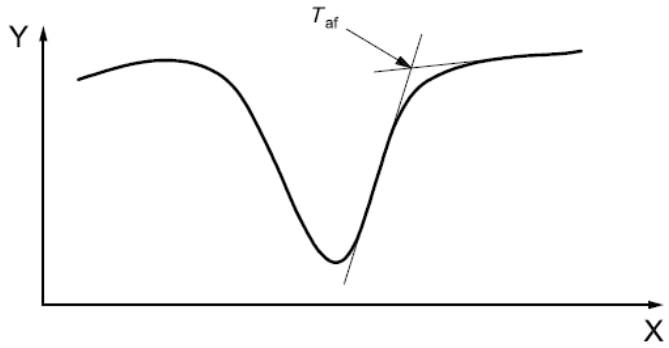
Determine the austenite-finish temperature by differential scanning calorimetry according to the instructions for the instrument.

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.

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 ± 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 ± 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).

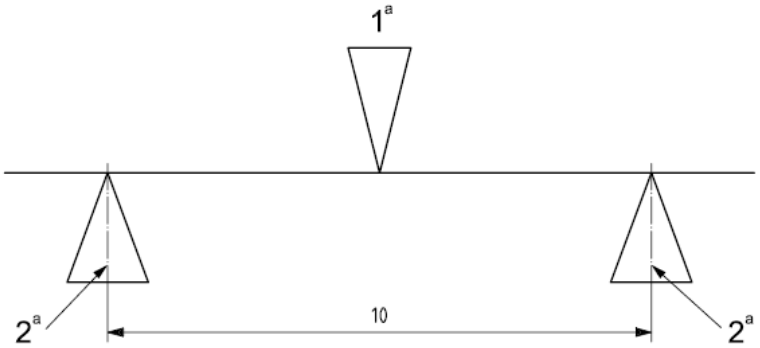
6.4.3.2.5 Deflection shall be carried out with a centrally-placed indenter.

6.4.3.2.6 The radii of fulcrum and indenter shall be (0,10 ± 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 ± 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.

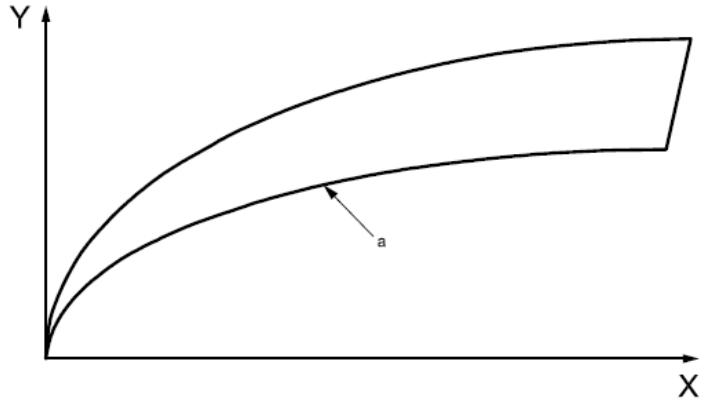
6.4.3.3.3 Bending stiffness is determined from the force-deflection diagram by calculating the slope of the linear portion of the curve.

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).



Key

X deflection, in millimetres.
Y force, in newtons.

[a] Results are measured on the unloading curve (lower curve).

Figure 4 — Bend test curve

ANEXO B - NORMA ASTM-F2516-14

Designation: F2516 – 14

Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials[1]

This standard is issued under the fixed designation F2516; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the tension testing of superelastic nickel-titanium (nitinol) materials, specifically the methods for determination of upper plateau strength, lower plateau strength, residual elongation, tensile strength, and elongation.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*[2]

E6 Terminology Relating to Methods of Mechanical Testing
E8 Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials
E83 Practice for Verification and Classification of Extensometer Systems
E111 Test Method for Young's Modulus, Tangent Modulus, and Chord Modulus
E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods
E691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method
E1876 Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration
F2005 Terminology for Nickel-Titanium Shape Memory Alloys

[1] This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee F04 on Medical and Surgical Materials and Devices and is the direct responsibility of Subcommittee F04.15 on Material Test Methods.

Current edition approved Oct. 1, 2014. Published February 2015. Originally approved in 2005. Last previous edition approved in 2007 as F2516 – 07$^{\varepsilon2}$. DOI: 10.1520/F2516-14.

[2] For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

3. Terminology

3.1 The definitions of terms relating to tension testing appearing in Terminology E6 and the terms relating to nickel-titanium shape memory alloys appearing in Terminology F2005 shall be considered as applying to the terms used in this test method. Additional terms being defined are as follows (see Fig. 1):

3.2 *Definitions:*

3.2.1 *lower plateau strength (LPS)*—the stress at 2.5 % strain during unloading of the sample, after loading to 6 % strain.

3.2.2 *residual elongation, El_r[%]* —the difference between the strain at a stress of 7.0 MPa during unloading and the strain at a stress of 7.0 MPa during loading.

3.2.3 *uniform elongation, El_u[%]*—the elongation determined at the maximum force sustained by the test piece just prior to necking, or fracture, or both.

3.2.4 *upper plateau strength (UPS)*—the stress at 3 % strain during loading of the sample.

4. Summary of Test Method

4.1 Using conventional tensile testing apparatus, the material is pulled to 6 % strain, then unloaded to less than 7 MPa, then pulled to failure.

5. Significance and Use

5.1 Tension tests provide information on the strength and ductility of materials under uniaxial tensile stresses.

5.2 Tension tests, as described in this test method, also provide information on the superelasticity, as defined in Terminology F2005, of the material at the test temperature.

6. Apparatus

6.1 Apparatus is as described in Test Methods E8.

7. Test Specimen

7.1 Test specimens are as described in Test Methods E8.

8. Procedure

8.1 Procedure shall be per Test Methods E8 with the following additions:

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959. United States

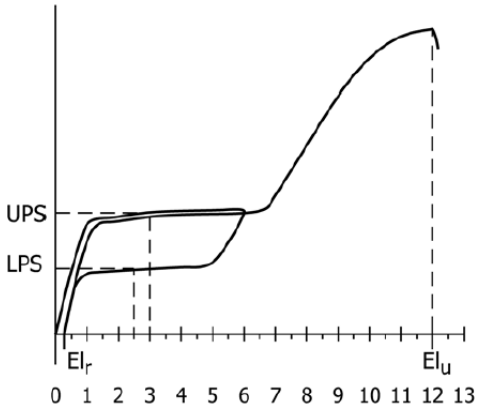


FIG. 1 Terms Illustrated on Typical Stress-Strain Diagram of Superelastic Nitinol

8.1.1 Unless otherwise specified, the temperature of the test shall be 22.0 ± 2.0°C. It is recommended that the material be tested at a temperature that is a minimum of 5°C above the austenitic finish transformation temperature (A_f) in order to prevent testing of a partially transformed material.

8.1.2 The free-running crosshead speed shall be limited per Table 1.

8.1.3 The test shall consist of zeroing the force transducer, gripping the specimen, pulling the specimen to 6 % strain, reversing the motion to unload the specimen to less than 7 MPa, and then pulling the specimen to failure.

8.1.4 For materials with diameter greater than 0.2 mm, strain shall be determined by use of a calibrated extensometer of class C or better (see Practice E83). For materials with diameter less than or equal to 0.2 mm, strain may be determined by use of an extensometer or by crosshead motion. When using crosshead motion to calculate strain, the length between the grips must be 150 mm.

NOTE 1—It is recommended that strain be measured using extensometer versus crosshead displacement as this will result in a more accurate measurement of strain.

TABLE 1 Crosshead Speed Limits

d, diameter or thickness (mm)[A]	Maximum crosshead speed in mm/min per mm of initial length of reduced section (or initial distance between grips for specimens not having reduced sections)	
	First Cycle (load to 6 % strain and unload)	Second Cycle (load to failure)
$d \leq 0.2$	0.08	0.8
$0.2 < d \leq 0.5$	0.04	0.4
$0.5 < d \leq 2.5$	0.02	0.2
$d > 2.5$	0.01	0.1

[A] For tubing, use *d* that gives equivalent surface area to diameter ratio; for round tubing, *d* = (outer diameter) – (inner diameter).

8.1.4.1 When using a clip-on extensometer with small-diameter wire, care must be taken not to bend or distort the wire when attaching the extensometer.

8.1.5 Upper plateau strength shall be determined as the value of the stress at a strain of 3.0 % during the initial loading of the specimen.

8.1.6 Lower plateau strength shall be determined as the value of the stress at a strain of 2.5 % during the unloading of the specimen.

8.1.7 Residual elongation shall be determined by the difference between the strain at a stress of 7.0 MPa during unloading and the strain at a stress of 7.0 MPa during loading.

8.1.8 The uniform elongation shall be determined by elongation when the maximum force is reached just prior to necking or fracture, or both.

9. Report

9.1 The report shall include the following information, unless otherwise specified:

9.1.1 Material and sample identification,

9.1.2 Specimen type,

9.1.3 Upper plateau strength,

9.1.4 Lower plateau strength,

9.1.5 Residual elongation,

9.1.6 Tensile strength,

9.1.7 Uniform elongation,

9.1.8 Test temperature,

9.1.9 Strain determination method (extensometer or crosshead),

9.1.10 Crosshead speed, and

9.1.11 Gage length (length of reduced section or distance between grips for specimens not having reduced sections).

10. Precision and Bias[3]

10.1 An interlaboratory study was conducted in accordance with Practice E691 using three different diameters of superelastic wire. For wire diameters of 0.2 and 0.5 mm, eleven laboratories participated in the study with each laboratory obtaining three results for each diameter. For the 2.5 mm diameter wire, eight laboratories participated in the study with each laboratory obtaining three results. The details are given in ASTM Research Report RR:F04-1010.[3]

10.2 The results are summarized in Tables 2-6 for each tensile parameter. The terms repeatability limit and reproducibility limit are used as specified in Practice E177.

10.3 No measurement of bias is possible with this test method since there is presently no accepted reference material.

11. Keywords

11.1 lower plateau strength; nickel titanium; nitinol; residual elongation; shape memory; superelasticity; upper plateau strength

[3] Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:F04-1010.

F2516 – 14

TABLE 2 Precision of Upper Plateau Strength (MPa)

Diameter (mm)	Grand Mean	Repeatability Standard Deviation	Reproducibility Standard Deviation	Repeatability Limit	Reproducibility Limit
0.2	499	13	55	36	154
0.5	492	11	35	30	98
2.5	500	13	25	35	71

TABLE 3 Precision of Lower Plateau Strength (MPa)

Diameter (mm)	Grand Mean	Repeatability Standard Deviation	Reproducibility Standard Deviation	Repeatability Limit	Reproducibility Limit
0.2	196	10	35	27	97
0.5	146	9	27	26	75
2.5	138	13	19	36	52

TABLE 4 Precision of Residual Elongation (%)

Diameter (mm)	Grand Mean	Repeatability Standard Deviation	Reproducibility Standard Deviation	Repeatability Limit	Reproducibility Limit
0.2	0.11	0.09	0.13	0.24	0.36
0.5	0.07	0.03	0.04	0.09	0.10
2.5	0.11	0.05	0.12	0.13	0.33

TABLE 5 Precision of Ultimate Tensile Strength (%)

Diameter (mm)	Grand Mean	Repeatability Standard Deviation	Reproducibility Standard Deviation	Repeatability Limit	Reproducibility Limit
0.2	1459	45	135	125	377
0.5	1325	23	43	65	120
2.5	1268	15	15	42	41

TABLE 6 Precision of Uniform Elongation (%)

Diameter (mm)	Grand Mean	Repeatability Standard Deviation	Reproducibility Standard Deviation	Repeatability Limit	Reproducibility Limit
0.2	11.5	0.7	1.2	2.0	3.5
0.5	12.4	0.4	1.0	1.3	2.8
2.5	13.3	0.6	0.7	1.8	1.9