

COMPORTAMENTO MECÂNICO DE LIGAS COM EFEITO MEMÓRIA – RELAÇÃO DO  
PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO COM A EFICIÊNCIA EM TRATAMENTO  
ORTODÔNTICO

Celso de Saules Campista

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS  
DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE  
JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO  
GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALURGICA E DE  
MATERIAIS.

Aprovada por:

---

Prof. Luiz Henrique de Almeida, D. Sc.

---

Prof. Carlos Nelson Elias, D. Sc.

---

Prof. André Luiz Pinto, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL  
MARÇO DE 2005

CAMPISTA, CELSO DE SAULES

Comportamento mecânico de ligas com efeito memória – relação do processamento termomecânico com a eficiência em tratamento ortodôntico [Rio de Janeiro] 2005

VIII, 86 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2005)

Tese – Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE

1. Níquel-titânio
2. Ortodontia
3. Memória de forma

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

**“Um velho calção de banho,  
o dia pra vadiar...”  
(Dorival Caymmi)**

**DEDICO ESTE TRABALHO**

A minha família  
**Liu, Antonieta, Andre e Vera**

Aos meus avós  
**Orlando** (in memorian) e **Nadia Chevitarese**

## AGRADECIMENTOS

Aos meus **pais** que dedicaram a vida pela formação dos filhos, pelo inesgotável amor e sempre presentes a cada etapa vencida

Aos meus avós **Orlando** e **Nadia Chevitarese** pela dedicação e apoio incansável nos meus estudos

Ao meu orientador, Professor **Luiz Henrique de Almeida**, que com certeza seus alunos aprendem a dar valor a cada minuto ao seu lado. Pessoa incansável na busca do conhecimento científico para prontamente repassá-lo e de uma cultura ímpar. Tê-lo conhecido é um privilégio e motivo de orgulho

A Professora **Glória Dulce de Almeida Soares** pelos meus primeiros passos na COPPE

Ao Professor **Dílson Silva dos Santos** pela amizade e estímulo

Ao amigo **Frederico Carvalho Nunes** pela maneira elucidativa como consegue explicar metalurgia e pelo espírito altruísta sempre pronto a ajudar

Ao mestre **Fernando Ferraz** da **Akaer Engenharia** pela inestimável ajuda na elaboração da simulação e determinação das deformações e tensões associadas a um modelo de aplicação prática de fio ortodôntico.

Aos alunos da Propmec, **Raquel Lavouras** e **Monique Azambuja** pela paciência e ajuda nos programas de computador. **Paula Siquara**, **Viviane Azambuja**, **Maurício Noronha**, **Gilberto Rigueti**, **Renata Nunes** pelo carinho, amizade e bons momentos no laboratório

A **Maria Elizabeth Ferreira Garcia** do Laboratório de Processos com Membranas e Polímeros – PEQ/COPPE pela ajuda na utilização do DSC e pelo carinho com que recebe os alunos em seu laboratório

Aos técnicos **Oswaldo Pires Filho**, **Robson Araújo**, **Reinaldo Ribeiro**, **Márcia Sader**, **Nelson Souza Aguiar** e **Ricardo S. Aderne** pelo preparo das amostras e sempre prontos a ajudar.

A empresa **Morelli Ortodontia** na pessoa de **José Damian Alix Fernandez**, pelo fornecimento do material para a confecção da tese.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

COMPORTAMENTO MECÂNICO DE LIGAS COM EFEITO MEMÓRIA – RELAÇÃO DO  
PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO COM A EFICIÊNCIA EM TRATAMENTO  
ORTODÔNTICO

Celso de Saules Campista

Março/2005

Orientador: Luiz Henrique de Almeida

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Foram estudadas duas ligas de NiTi com diferentes teores de Ni fornecidos pela empresa Morelli Ortodontia na forma de fios de seção retangular na condição encruada a frio. Foram realizados tratamentos térmicos para a adequação das propriedades à designação das ligas “termoativadas” e “superelásticas”. Para fins de análise das propriedades das ligas do estudo foram comparadas com ligas comercialmente disponíveis no mercado. Para a completa caracterização, além dos ensaios de tração nas temperaturas de 25°C e 37°C foram realizados ensaios no calorímetro de varredura diferencial para a determinação das temperaturas Ms, Mf, As, Af. Os resultados foram analisados do ponto de vista da eficiência no tratamento ortodôntico incluindo uma comparação com os níveis de carregamento obtidos em simulações por elementos finitos.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

MECHANICAL BEHAVIOR OF SHAPE MEMORY ALLOYS RELATION BETWEEN  
THERMOMECHANICAL PROCESSING AND ORTHODONTIC TREATMENT  
EFFICIENCY

Celso de Saules Campista

March/2005

Advisor: Luiz Henrique de Almeida

Department: Material and Metallurgical Engineering

Two NiTi alloys with different Ni contents supplied by Morelli Ortodontia in the cold worked condition as rectangular area section wires were studied. A heat-treatment was carried out to compare the properties to the “therm-activated” and “superelastic” alloys. The mechanical properties of studied alloys were compared to commercially available alloys. For a complete characterization, tests in their differential scanning calorimeter were carried out to determine the  $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$  and  $A_f$  temperatures, besides the tension test at 25°C and 37°C. The results were analysed from the point of view of orthodontic treatment efficiency including a comparison with the finite elements analysis.

## ÍNDICE

<b>CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>CAPÍTULO 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>5</b>
2.1 HISTÓRIA DA ORTODONTIA E OS FIOS ORTODÔNTICOS.....	5
2.2 DIAGRAMA DE FASES.....	16
2.3 LIGAS DE NÍQUEL-TITÂNIO.....	22
2.4 LIGAS METÁLICAS COM EFEITO MEMÓRIA.....	28
2.5 FENÔMENO DE SUPERELASTICIDADE OU PSEUDOELASTICIDADE.....	31
<b>CAPÍTULO 3 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>34</b>
3.1 MATERIAIS.....	34
3.2 CALORÍMETRO DIFERENCIAL DE VARREDURA .....	36
3.3 ENSAIO DE TRAÇÃO.....	36
3.4 METALOGRAFIA.....	37
3.5 TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	37
3.6 CODIFICAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	38
<b>4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>39</b>
<b>5.0 CONCLUSÕES.....</b>	<b>79</b>
<b>6.0 BIBLIOGRAFIA.....</b>	<b>80</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Ligas metálicas sempre foram os materiais selecionados para a confecção de aparelhos para os tratamentos ortodônticos fixos. As primeiras ligas usadas para esta finalidade foram as ligas de ouro (1,2). Com isso, os profissionais poderiam não somente confeccionar os arcos como também as bandas e acessórios ortodônticos. Entre 1929 e 1930, as ligas de ouro começaram a ser substituídas por ligas de aço inoxidável austenítico. Como estas ligas eram mais baratas e possuíam as propriedades que o ortodontista necessitava para realizar o tratamento, conseguiram larga aceitação no mercado. Com efeito, os aços inoxidáveis austeníticos permanecem até hoje como o principal material para confecção de acessórios ortodônticos, fios, aparelhos extra-orais e expansores e são, por isso, base comparativa para avaliar o desempenho de novos materiais.

Com o desenvolvimento da tecnologia metalúrgica muitas ligas foram consideradas para a aplicação na clínica ortodôntica. Cada tipo de liga possui uma característica mecânica própria permitindo ao profissional a seleção de maior número de ligas a empregar. Aço inoxidável austenítico, aço inoxidável austenítico multitrancado, cromo-cobalto, titânio-molibdênio (beta-titânio) e níquel-titânio (NiTi; NiTiCu; NiTiNb) são as ligas hoje comercialmente aplicadas na ortodontia (3). É importante salientar que a escolha da liga usada não depende do tipo de técnica de tratamento ortodôntico, mas sim das propriedades que estas possuem e a sua aplicabilidade em cada caso.

Chang e Read (4) foram os primeiros autores em 1932 a observarem o efeito de memória de forma em ligas metálicas. Mas somente em 1951, estes observaram a reversibilidade de transformação metalograficamente nas ligas de ouro-cádmio. Contudo,

recentemente tem-se destacado a aplicação das ligas níquel-titânio por apresentarem propriedades relacionadas com o efeito-memória de forma e superelasticidade, representando uma classe de ligas metálicas que tem a capacidade de retornarem a uma forma inicial previamente definida quando submetidos a um tratamento termomecânico adequado (5). Estas características são consideradas manifestações metalúrgicas que contribuem positivamente para o tratamento ortodôntico.

Buehler e cols (6) em 1963 desenvolveram ligas equiatômicas de níquel titânio para a Marinha Americana “Naval Ordnance Laboratory”. Outros autores como Wasilewski (7) em 1971, Jackson e cols (8) em 1972 e Ling e Kaplow (9) em 1980 divulgaram resultados nesta linha de pesquisa. O baixo módulo de elasticidade e alta resiliência fez com que as ligas de níquel-titânio fossem requisitadas para atuarem quando grandes deflexões eram solicitadas. Em 1986 os laboratórios General Research Institute for Non Ferrous Metals em Beijing, China e o Furukawa Electric Co Ltd, no Japão, aperfeiçoaram a liga desenvolvida por Buehler (6). Os pesquisadores Andreassen e Bandy (10) em 1972 observaram esta propriedade e foram os primeiros a introduzirem este tipo de liga de NiTi com 50% de níquel e 50% de titânio para o tratamento ortodôntico. O uso das ligas de níquel-titânio ocorre durante as fases de alinhamento e nivelamento dos dentes no arco dentário, sendo estas as primeiras fases do tratamento. Algumas vantagens destas ligas podem ser destacadas quando comparadas aos fios de aço inoxidável austenítico. Por terem maior resiliência, podem ser utilizadas com uma secção transversal maior permitindo maiores curvas e um melhor preenchimento dos *slots* dos *brackets* em fases iniciais do tratamento e, com isso, promover maior ativação no movimento dentário quando comparados a um arco de aço inoxidável. Além disso, por apresentarem o comportamento superelástico, podem permitir que os dentes se movimentem por um tempo maior sob uma força constante, de forma que largos deslocamentos sejam

realizados em uma permanência mais longa na boca do paciente. Por outro lado às ligas conhecidas comercialmente como termo-ativas, permitem em situações de resfriamento, maiores deflexões quando comparadas com as ligas superelásticas(3).

Estas propriedades, superelasticidade e termo-ativação, são consequência da transformação da fase de equilíbrio em temperaturas mais elevadas, chamada de austenita cúbica de corpo centrado do tipo B2, para a estrutura monoclinica do tipo B19', chamada martensítica. Esta última possui um elevado grau de auto acomodação e é reversível com o aumento da temperatura. Nessa transformação alguns trabalhos indicam a ocorrência de uma fase intermediária, dependente de temperatura de solubilização e da velocidade de resfriamento, fase R de forma romboédrica que explicaria a manutenção das características de efeito memória para ligas mais ricas em níquel (5,6,11).

A grande desvantagem dos arcos de NiTi comercialmente usados em ortodontia é que não permitem dobras acentuadas e nem a mudança de forma permanente através dos alicates ortodônticos. Com isso, os arcos de NiTi não podem ser individualizados visando manter a forma original da arcada do paciente, diminuindo com isso a estabilidade dos resultados ao final do tratamento.

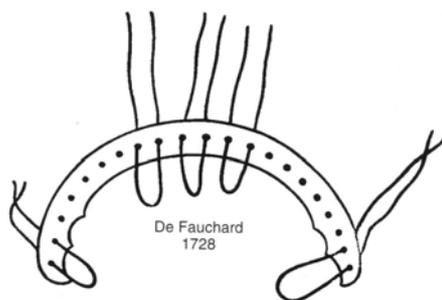
Entretanto, a compreensão das características cristalográficas e microestruturais e as suas implicações no comportamento mecânico e no tratamento ortodôntico ainda são obscuras. Exemplos disso são: a falta de informações precisas nos diagramas de equilíbrio apresentados na literatura para o binário NiTi em temperatura abaixo de 630°C e dos nomes comerciais de arcos ortodônticos disponíveis no mercado. Além disso, a influência do tratamento termo-mecânico prévio nas propriedades características das ligas NiTi, são ainda objeto de discussão na literatura científica.

Neste trabalho foram estudadas duas ligas de níquel titânio na condição como recebidas para processamento de fabricação de arcos ortodônticos, uma com características de mercado denominada termoativada e outra com característica de superelasticidade, fornecidas por empresa especializada estabelecida no Brasil. As transformações relacionadas a estes efeitos foram estudadas através da realização de ciclos de tratamentos térmicos e tratamentos termo-mecânicos, controle metalográfico, ensaios no aparelho Calorímetro Diferencial de Varredura (DSC), e ensaios mecânicos de tração em diferentes temperaturas, ambiente e da aplicação na boca do paciente. Foram testadas, para fins de comparação, quatro ligas a partir de arcos ortodônticos obtidos no mercado utilizando-se as mesmas técnicas experimentais. O ensaio DSC foi utilizado para determinação das temperaturas de transição da liga, a saber; início de formação de martensita (Ms) e término de formação de martensita (Mf) durante o resfriamento e começo de formação de austenita (As) e término de formação de austenita (Af) durante o aquecimento. Os resultados foram analisados do ponto de vista da eficiência no tratamento ortodôntico. Fez-se uma comparação para essa análise com um modelo para o cálculo de tensão e deformação dos fios ortodônticos durante a simulação de um tratamento.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 HISTÓRIA DA ORTODONTIA E OS FIOS ORTODÔNTICOS

Pierre Fauchard em 1728 relatou a primeira tentativa de movimentação dentária sob o controle de um aparelho ortodôntico (fig 1). Usando uma tira de metal em forma de arco com várias perfurações e linhas amarradas aos dentes, estas faziam a aplicação de uma tensão nos dentes sobre a tira de metal.(12)

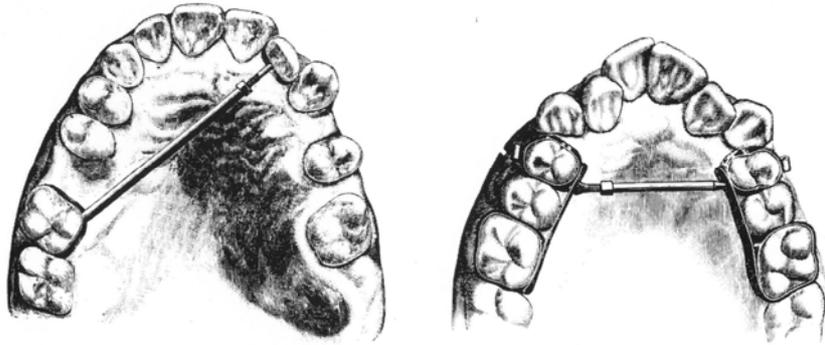


**Figura 1 – Aparelho ortodôntico de Pierre Fauchard de 1728. Graber (12).**

Dwinelle em 1849 inventou o parafuso de regulagem (fig 2), sendo que posteriormente Angle o aprimoraria tornando-o mais delicado (fig 3), mais eficiente e substituindo sua confecção de ouro por prata.(12)



**Figura 2 – Parafuso expansor de Dwinelle de 1849. Graber (12).**



**Figura 3 – Aparelhos expansores de Angle. Graber (12).**

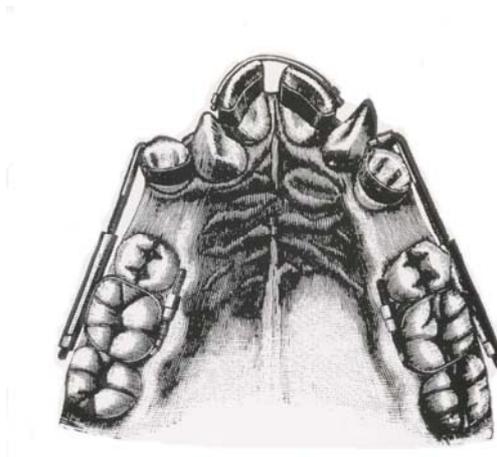
Em 1861 foi um ano importante, Coffin apresentou à ortodontia o primeiro fio flexível confeccionado com fio de piano e Kingsley inventou o aparelho com tração extrabucal (fig 4), aparelho este que devidamente aperfeiçoado, é usado até os dias atuais.(12)



**Figura 4 – Aparelho extrabucal de Kingsley de 1861. Graber (12).**

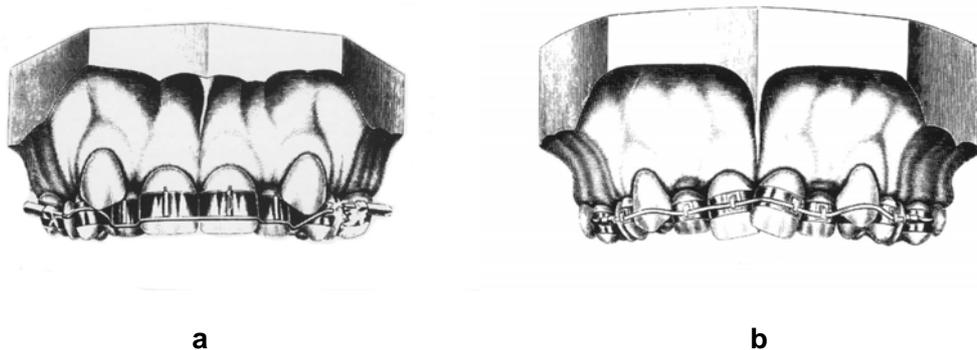
Em 1887, a soldagem começou a ser aplicada na área ortodôntica, permitindo confeccionar o parafuso de retração de Angle. Nesta época a ortodontia contava com arco pré-formado, bandas, cimento para a fixação das bandas, encaixes soldados, parafuso expensor e de retração. Neste mesmo ano Edward H. Angle desenvolveu o protótipo do

primeiro *bracket* com encaixe, um delicado tubo de metal (fig 5) soldado à banda permitindo movimento de rotação do dente. (12)



**Figura 5 – Aparelho de Angle de 1887. Graber (12).**

Edward H. Angle em 1907 aplicava em sua clínica um aparelho chamado Aparelho de Arco E, em que os fios eram de bronze, porém com baixa eficiência nas estabilizações dos dentes no pós-tratamento. Justamente pela dificuldade de realizar movimentação nas raízes, ele introduziu na ortodontia o Aparelho Pino e Tubo no qual a movimentação radicular era possível, permitindo assim o completo controle da movimentação dentária (fig 6a). Porém, a grande dificuldade de adaptação do Aparelho Pino e Tubo à medida que os dentes se movimentam levou Angle a criar o Aparelho com Arco de Cinta (fig 6b). Este por sua vez se fixava aos dentes através de bandas e nestas eram soldados *brackets* com uma abertura vertical por onde o arco ortodôntico passava e era fixado com pinos de bronze. Os dentes ficavam livres para se movimentar ao longo do arco ortodôntico.(12)



**Figura 6 – Aparelho pino e tubo (a) e aparelho com arco de cinta (b) de Angle. Graber (12).**

Em 1928, dois anos antes de seu falecimento, Angle (13) inventou o aparelho Edgewise onde o arco é inserido em 90 graus em relação ao plano de inserção do arco de cinta (14). A forma do *bracket* foi alterada, este ganhou uma abertura no centro e na horizontal, ao contrário do aparelho anterior onde a abertura era vertical. A ligadura de cobre, que prende o arco ortodôntico ao *bracket*, foi substituída pela de aço inoxidável (fig 7) (12).



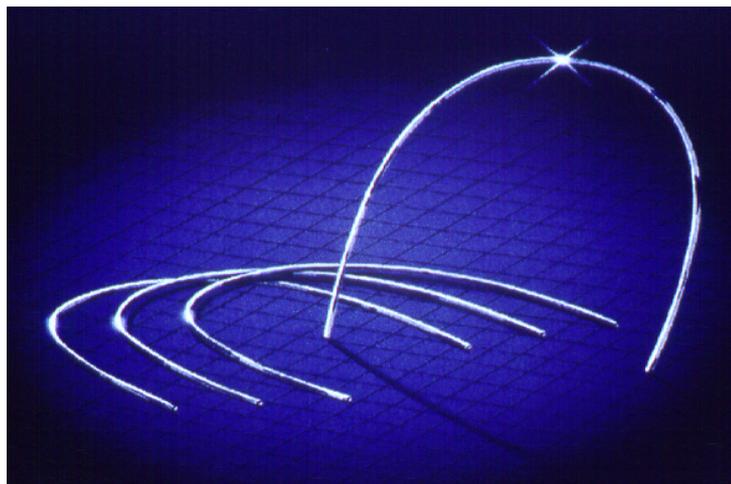
**Figura 7 – Aparelho Edgewise de Angle. Graber (12).**

Para a confecção de arcos ortodônticos o aço inoxidável a ser usado é do tipo austenítico (15). Segundo Proffit (14) antes da década de 50 os aparelhos ortodônticos eram rotineiramente confeccionados com ligas metálicas preciosas, isto porque nenhum outro material toleraria as condições intra-orais. O uso do aço inoxidável austenítico, da classe 304, começaram a ser amplamente comercializados e os ortodontistas observaram que suas propriedades mecânicas e custos apresentavam vantagens em relação às ligas a base de ouro para a finalidade ortodôntica (1). As ligas AISI 304 não magnéticas e resistem à degradação do meio oral com a presença de fluoretos, cloretos, fosfatos. As propriedades dessas ligas são associadas aos elevados teores de cromo e de níquel. Com o desenvolvimento tecnológico, outros tipos de ligas surgiram para a confecção de fios ortodônticos, como as ligas de cromo-cobalto, titânio-molibdênio ( $\beta$ -titânio), níquel-titânio (NiTi) e confecção de fios multitraçados de aço inoxidável austenítico.

Os fios metálicos usados em ortodontia precisam apresentar determinadas propriedades mecânicas que permitam ao ortodontista realizar e controlar os movimentos dentários.

A plasticidade irá permitir que o arco seja dobrado pelo profissional no seu regime plástico sem que ocorra fratura. Com isso, os fios de aço inoxidável austeníticos e cromo-cobalto permitem a criação de molas, tais com em forma de T, em forma de lágrima. Uma segunda grande vantagem da propriedade de ductilidade dos fios ortodônticos é a individualização que pode ser feita para cada paciente. Esta individualização implica em adaptar o arco ortodôntico, a forma de arco dentário de cada paciente Os fios de titânio-molibdênio também permitem dobras, mas se forem muito bruscas ou acentuadas podem levá-los à fratura (3). Ao contrário de todas as outras ligas apresentadas os fios de níquel-titânio não permitem dobras acentuadas e nem a mudança de forma permanente (fig 8).

Sendo assim, o ortodontista é obrigado a escolher dentre os arco fabricados qual o formato que mais se adapte a arcada do paciente. Contudo há uma grande limitação do número de formas de arcos disponíveis, reduzindo assim a possibilidade da manutenção da forma do arco original do paciente, refletindo na estabilidade no pós-tratamento.



**Figura 8 - Arcos de NiTi com contornos definidos pelo fabricante (3M Unitek).**

Os fios cromo – cobalto fabricados para aplicações na odontologia possuem quatro tipos de têmperas e são classificados como: azul (soft), amarelo (dúctil), verde (semi-resiliente) e vermelho (resiliente). O azul (soft) pode ser dobrado com os dedos e recomendado para grandes necessidades de dobras. A facilidade para dobrar o amarelo (dúctil) é menor quando comparado ao anterior. O verde (semi-resiliente) pode ser dobrado através do uso de alicates e o vermelho (resiliente) é o mais resiliente e possui uma flexibilidade compatível com os fios de aço inoxidável austenítico, porém esta propriedade pode ser aumentada através do tratamento térmico. De acordo com o fabricante Rock Mountain Dental Products Company (16) os fios de cromo-cobalto sobrepõem os de aço por terem uma grande resistência a fadiga e serem mais resilientes. Todavia por possuírem características muito próximas dos fios de aço

inoxidável austenítico e terem um custo mais elevado, este tipo de liga é pouco usada na clínica ortodôntica.

Os arcos de aço inoxidável austeníticos possuem o maior módulo de elasticidade, o que vale dizer que são mais rígidos, seguido pelos arcos de cromo-cobalto, titânio-molibdênio e NiTi respectivamente. Isto resulta que para se obter a mesma deformação quando comparadas as diferentes ligas, o fio de aço inox é o que necessita de uma tensão maior, tensão esta que será transmitida aos dentes. Kapila (3) ressalta, por exemplo, que os arcos de NiTi de 0,016” de polegada se compara a um arco multitrançado de aço inoxidável com diâmetro de 0,0175” de polegada formado por 3 fios de 0,008” de polegada. Outros autores como Kusy e Greenberg (17), Kusy e Dilley (18) notaram que um arco multitrançado de aço inoxidável austenítico de 0,015” de polegada demonstrou melhores resultados que os de NiTi e titânio-molibdênio do mesmo diâmetro. Por outro lado West e cols (19) relataram que foi estatisticamente diferente a superioridade dos arcos de NiTi superelásticos sobre os arcos multitrançados de inox, durante o alinhamento e nivelamento.

Kapila (3) concluiu que nas últimas décadas uma variedade de novas ligas foram introduzidas no mercado ortodôntico, apresentando propriedades mecânicas diferentes proporcionando maior versatilidade ao ortodontista. Este autor ressalta também que a correta avaliação do tipo de liga trás uma série de benefícios para os pacientes, melhorando o conforto, reduzindo o tempo de permanência no consultório e reduzindo o tempo de tratamento.

Muitos autores concordam que forças leves e contínuas são fisiologicamente mais aceitáveis que forças que atuam em uma intensidade maior e por um período curto de tempo (19), referindo-se à liga de níquel-titânio e o aço respectivamente (20- 23). Com

efeito, arcos ortodônticos que sejam capazes de proporcionar estas características após a ativação dentária durante as fases de alinhamento e nivelamento, sugerem ser mais eficientes. Para estes casos Miura e cols (24), Oltjen e cols (25) e Mullins e cols (26) indicam os arcos superelásticos e com memória de forma de NiTi que agem mais rapidamente, com mínimo de efeito colateral e maior conforto para o paciente. Sachdeva e Miyazaki (27) observaram que forças incompatíveis com o periodonto causam danos irreversíveis, incluindo extensa hialinização da membrana periodontal e reabsorção radicular. Todavia Acar e cols (28) observaram que forças abaixo das recomendadas para a movimentação dentária podem provocar atraso no tratamento ortodôntico. Os autores puderam verificar também que aplicação de uma força descontínua permitiria que o tecido periodontal se recuperasse no intervalo de cada aplicação de força, resultando em menor reabsorção radicular quando comparado à aplicação de uma força contínua. Com relação aos arcos ortodônticos, estes fenômenos podem ser observados através dos dois principais arcos em discussão; os arcos de aço inoxidável austeníticos e os arcos de NiTi.

Particularmente os arcos de NiTi podem ser de dois tipos em função da composição química da liga e do processo de fabricação, apresentando os fenômenos de memória de forma (arcos termoativados) e pseudoelasticidade (arcos superelásticos) que de acordo com alguns autores são de interesse para a área ortodôntica (24,25,26).

Segundo Shaw e Kyriakides (29) a memória de forma ocorre da seguinte forma: em baixa temperatura a liga possui uma estrutura martensítica (B19' - monoclínica) e pode aparentemente ser deformada plasticamente, em torno de 3% a 8%, como as demais ligas. Porém esta deformação “permanente” pode ser recuperada em função do aumento da temperatura. Este mecanismo de recuperação ocorre pela transformação da estrutura martensítica em uma estrutura austenítica (B2 - cúbica de corpo centrado).

Santoro e cols (30) em 2001 aplicaram o raciocínio da termoativação para fins ortodônticos. A propriedade memória de forma será clinicamente aceitável se o Af da liga estiver ligeiramente abaixo da temperatura oral. Com isso, durante a fase martensítica a liga pode ser deformada e ao atingir a temperatura oral ela já terá passado pela temperatura Af, possibilitando sua completa recuperação.

A pseudoelasticidade, diferentemente da memória de forma, ocorre em temperaturas mais elevadas quando a liga apresenta estrutura austenítica. Sob carregamento essa estrutura se deforma transformando-se em martensita induzida por tensão (MIT). Com o descarregamento ocorre a recuperação da liga e o retorno a estrutura austenítica (31).

Yoneyama e cols (32), mostraram que a maioria dos arcos de NiTi apresentam temperatura de transformação de fase entre 17°C e 32°C. Na prática isso sugere que alguns arcos com a temperatura final de formação de austenita baixa são incapazes de exibir comportamento superelástico durante as aplicações clínicas. Esses autores exemplificam o arco REFLEX da marca TP Orthodontics, que apresenta um Af a 27°C e dois superelásticos Copper NiTi com diferentes concentrações de cobre, da marca Ormco com temperaturas finais de formação da austenita (Af) a 27°C e 35°C, tais ligas podem seguramente serem classificadas como austeníticas ativas.

Bourauel e cols (33) relataram que as propriedades mecânicas das ligas de NiTi podem variar muito, simplesmente com pequenas alterações na sua composição. Estes autores observaram diferenças significativas no comportamento entre os fios submetidos aos testes de tração para fios de NiTi contidos na mesma embalagem. Contudo, para alguns pesquisadores se um material com um custo maior deve tomar o lugar de um outro

já estabelecido, deve ser apropriado submeter este novo material a testes que o validem como tal. Partindo desta idéia Jones e cols.(34) testaram os arcos superelásticos de NiTi e os multitransados de aço inoxidável austeníticos e chegaram a conclusão que não houve vantagem no uso dos arcos de NiTi superelásticos que possuem um custo maior. Os arcos de NiTi ainda são muito polêmicos no que diz respeito as suas reais vantagens no campo da ortodontia. Por isso pesquisas precisam ser realizadas para apurar estas vantagens.

A biocompatibilidade é o principal limitador das ligas usadas intra oralmente. Todas as ligas apresentadas possuem boa biocompatibilidade, embora as ligas de aço inoxidável austenítico liberem níquel e cromo muito abaixo dos níveis da dieta média, podendo mesmo assim sensibilizar o paciente mais propenso à reação alérgica a este tipo de metal.

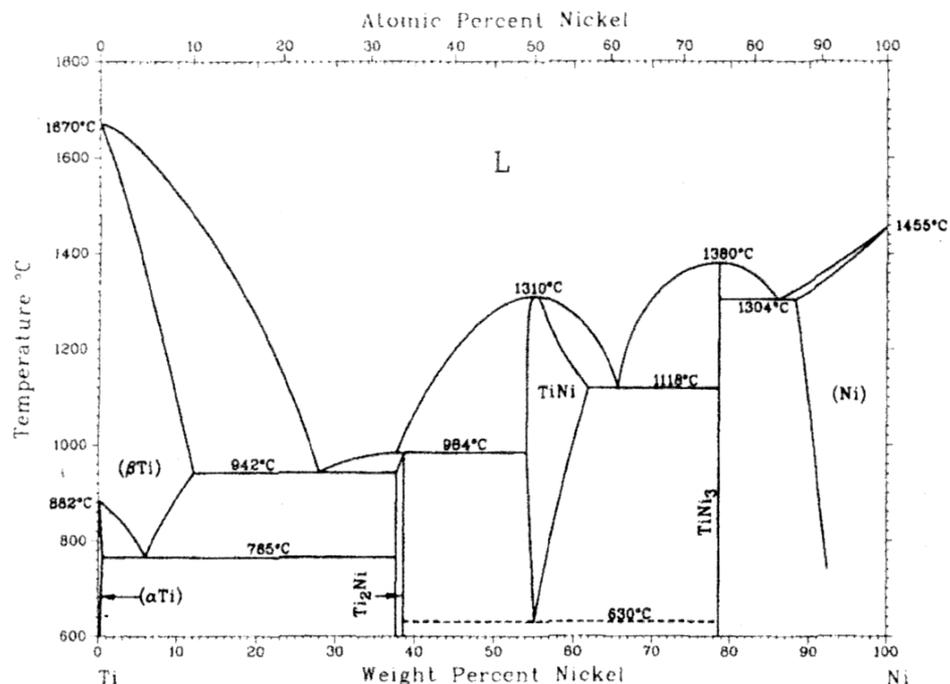
A corrosão e a capacidade de receber solda são outros fatores importantes da estabilidade das ligas e em termos comparativos todas as ligas citadas se equivalem, a não ser pelas ligas de níquel titânio em que há divergência entre os autores com relação à corrosão (35-40) e por não receberem solda.

Um polimento superficial das ligas metálicas influencia também no tratamento ortodôntico, pois irá permitir um movimento dentário mais fácil a partir do momento em que há um menor atrito entre o *slot* do *bracket* e a superfície do fio. Os fios de aço inoxidável austenítico e os de cromo-cobalto, neste aspecto apresentam baixa rugosidade superficial, porém esta rugosidade aumenta nos fios de níquel titânio e nos beta-titânio respectivamente (41,42,43).

As ligas de NiTi, pelas suas características específicas, têm tido larga aplicação na área da bioengenharia. Pode-se ressaltar as molas de fechamento de espaço dentário, *brackets* ortodônticos, stents endovasculares, fios de cerclagem óssea para conectar partes de um osso, fixação intramedular, implantes para distração óssea em crianças, agulhas cirúrgicas, estiletos, cateteres, filtros cirúrgicos para prevenir embolia pulmonar, como tecido de correção e ancoragem óssea, instrumentos de cirurgia nasal, esfínteres artificiais, indicadores de temperatura (44,45). Por isso estas ligas têm sido amplamente estudadas na literatura, contudo suas propriedades mecânicas ainda não são completamente entendidas.

## 2.2 DIAGRAMA DE FASES

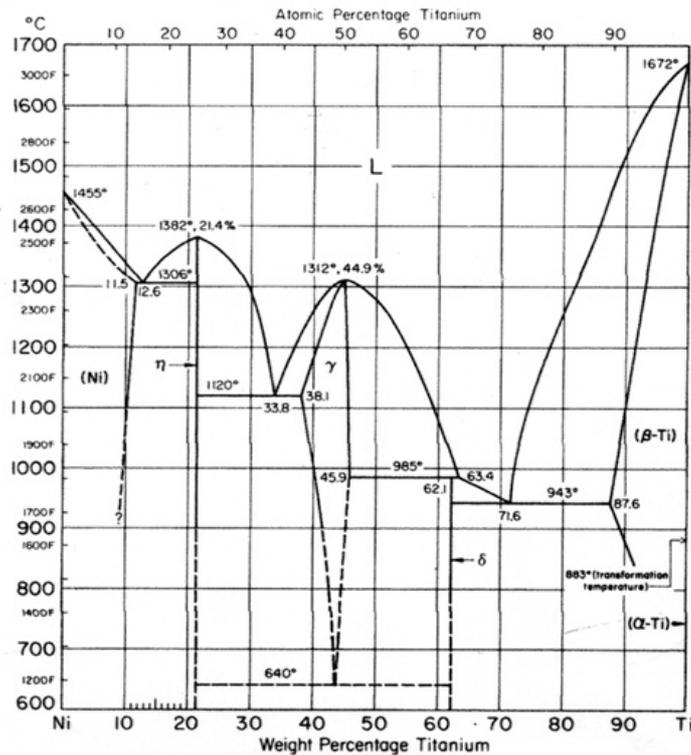
O diagrama de fases da liga de NiTi é um sistema complexo e ainda não completamente consolidado na literatura técnica-científica a temperatura abaixo de 630° C. O ASM Specialty Handbook – Nickel, Cobalt and Their Alloys (46), apresenta um diagrama de equilíbrio em porcentagem em peso de níquel das fases binárias para os elementos NiTi como está apresentado na figura 9.



**Figura 9 – Diagrama de equilíbrio em porcentagem em peso de níquel da liga NiTi - ASM Specialty Handbook – Nickel, Cobalt and Their Alloys (46).**

Pode-se notar que neste diagrama de fase em porcentagem em peso indica para o intermetálico TiNi, em temperatura abaixo de 630°C, uma composição estequiométrica de 55% de níquel e 45% de titânio. Entre 62% de titânio e 45% de titânio, abaixo desta temperatura, fica definido o campo binário TiNi e Ti<sub>2</sub>Ni e entre 45% de titânio e 21,5% de titânio fica definido como campo binário TiNi e Ti Ni<sub>3</sub>. Pouca informação é apresentada

abaixo de 630°C. O diagrama de equilíbrio semelhante foi apresentado por Brooks (47). Neste diagrama em porcentagem em peso o intermetálico TiNi está indicado para a composição estequiométrica em torno de 57% de níquel e 43% de titânio e a temperatura de transformação ocorre a 640°C (figura 10).



**Figura 10 – Diagrama de equilíbrio em porcentagem em peso de titânio da liga de NiTi – Brooks (47).**

Por outro lado Garay e cols. (48) apresentaram um diagrama de equilíbrio onde a composição estequiométrica da fase de NiTi abaixo de 630°C está estabelecida em torno de 49% de níquel e 51% de titânio (fig. 11). Pode-se notar também que há três fases intermediárias distintas no intervalo de 25% de titânio e 67% de titânio. A fase Ni<sub>3</sub>Ti apresenta uma estrutura hexagonal compacta, a fase NiTi<sub>2</sub> uma estrutura cúbica de face centrada e o intermetálico NiTi uma estrutura ordenada cúbica de corpo centrado do tipo B2, em temperaturas elevadas chamada de austenita.

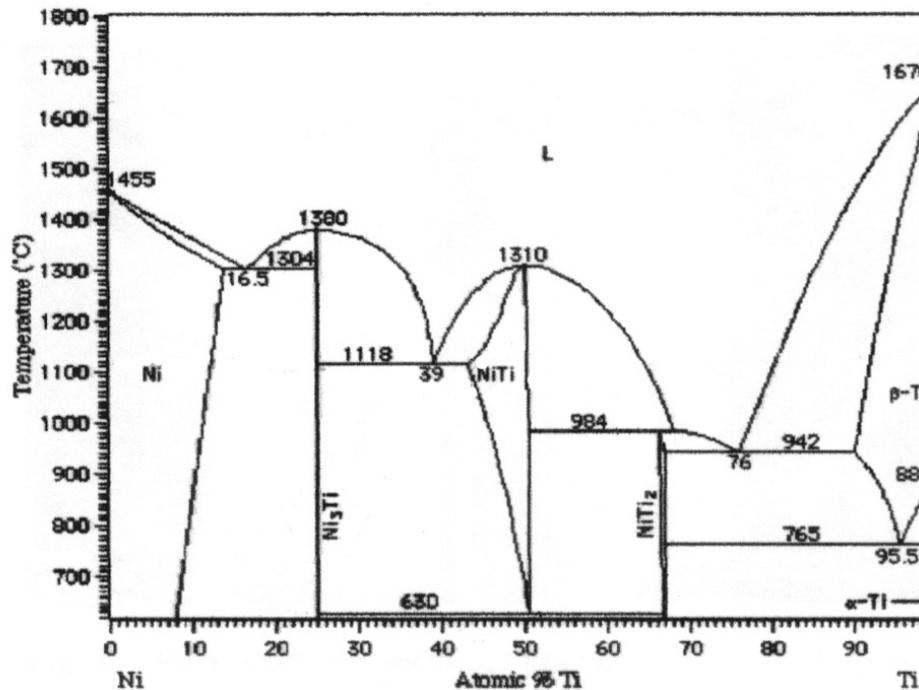
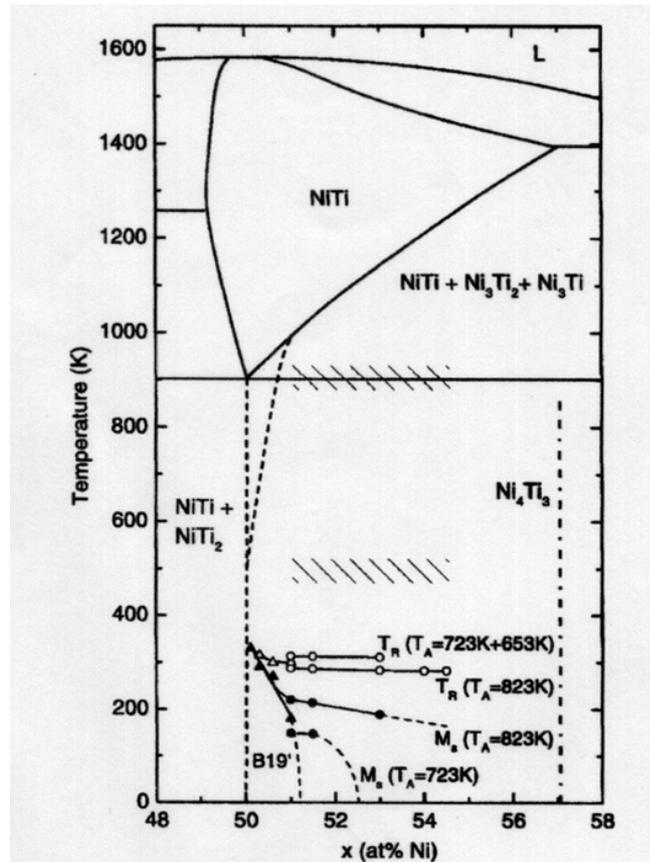


Figura 11 – Diagrama de equilíbrio em porcentagem atômica de titânio da liga de NiTi- Garay e cols (48).

Somsen e cols. (11) apresentaram um diagrama de fases de em porcentagem atômica ampliado na faixa de 48% a 58% de níquel no intervalo de temperatura de – 273°C a 1327°C, figura 12 baseados no gráfico de Nishida e Honma (49) e Murray (50). Neste trabalho a composição estequiométrica a baixa temperatura para o intermetálico NiTi é dado nos precisos 50% de níquel de 50% de titânio em porcentagem atômica. Apresenta também uma linha pontilhada ampliando o campo da estrutura cúbica de corpo centrado ordenada tipo B2, para o lado das regiões mais ricas em níquel e indica a temperatura de transformação para a fase monoclinica tipo B19' nessa estequiometria de 50% níquel e 50% titânio para 57°C. Mostra também que após o resfriamento rápido a partir de diferentes temperaturas de recozimento, para ligas mais ricas em níquel, obtêm-se a ampliação do campo de estabilidade da fase B19' em temperaturas baixas em cerca

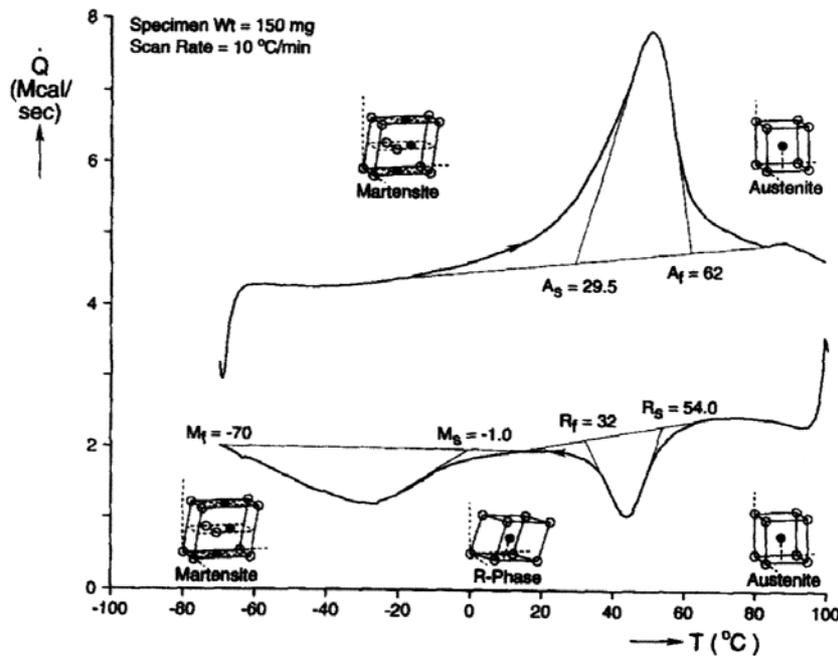
de 1%, como mostrado na figura 12. Essa transformação é conseguida nessas regiões a partir da precipitação de uma fase metaestável  $\text{Ni}_4\text{Ti}_3$  que tem forte influência na transformação da fase B2 para a fase B19' em duas etapas:  $\text{B2} \rightarrow \text{R} \rightarrow \text{B19}'$ , sendo R uma distorção romboédrica da rede B2 e fortemente influenciada pela fase  $\text{Ni}_4\text{Ti}_3$ .



**Figura 12 – Diagrama de equilíbrio em porcentagem atômica de níquel da liga de NiTi- Somsen e cols (11).**

Liu e cols (51) chamam a atenção que tratamentos térmicos causam uma transformação complexa no comportamento para as ligas de memória de forma de níquel-titânio com estequiometria entre 49% e 51% de níquel. Sob certas condições de tratamento térmico de envelhecimento, estas ligas apresentam um estágio simples de transformação entre as temperaturas altas (B2) e baixas (B19'). Contudo sob outras

condições como de trabalho a frio, ciclos térmicos ou um terceiro elemento na liga propicia o aparecimento da fase romboédrica R, que aparece entre as fases austenita e martensita, provocando um segundo estágio de transformação (fig.13). Zhu e Gotthardt (52) em 1988 foram os primeiros autores a apresentarem a fase R sob resfriamento com 51% de níquel na liga e Favier e cols (53) apresentaram a fase R com 50,2% de níquel na liga e a relacionaram esta transformação de fase com a formação de precipitados do tipo  $Ni_4Ti_3$ .



**Figura 13 – Calorímetro de Varredura Diferencial (DSC) para liga de NiTi apresentando a fase R no resfriamento. Shaw e Karyakides (29).**

Kompatscher e cols. (54) apresentam o mesmo diagrama de Somsen e cols (11) em porcentagem atômica ampliado, redefinindo o campo do intermetálico NiTi, como mostrado na figura 14, estendendo a faixa entre 49,8% - 50%. Estabeleceu também a temperatura de transformação B2 para B19' nessa faixa igualmente para 57 $^{\circ}C$  e indica a

diminuição da temperatura  $M_s$  com o aumento de níquel, entrando no campo bifásico de NiTi e  $Ni_2Ti$  até 49% de Ti. Faz as mesmas considerações de temperatura de transformação nas ligas ricas em níquel apresentadas no trabalho de Somsen e cols. (11). Durante o resfriamento a fase  $Ni_4Ti_3$  ocorre na forma de precipitados uniformemente distribuídos e coerentes com a matriz B2 e favorecendo o aparecimento da fase R.

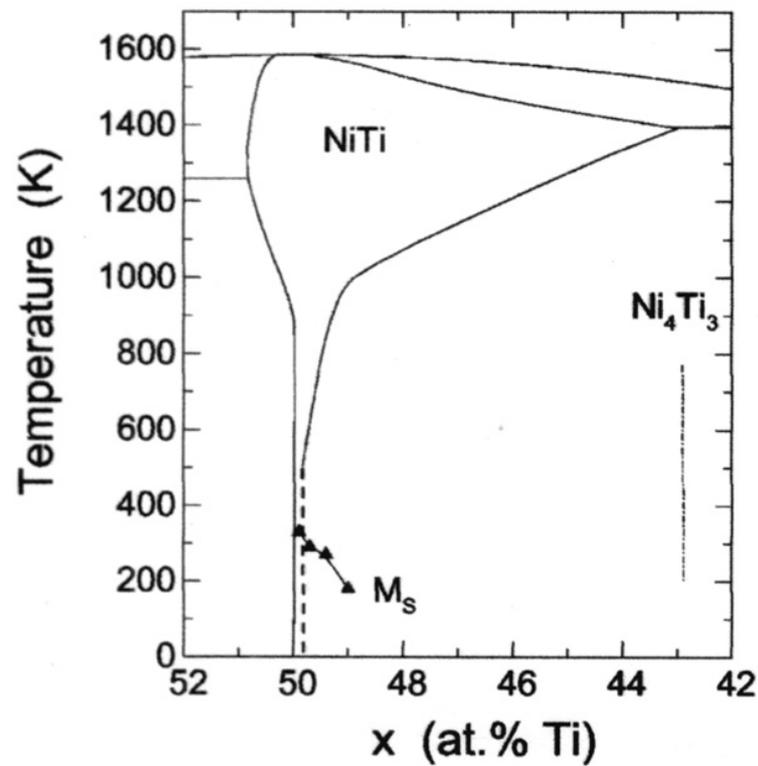


Figura 14 - Diagrama de equilíbrio em porcentagem atômica de titânio Kompatscher e cols (54).

## 2.3 LIGAS DE NÍQUEL-TITÂNIO

O efeito memória é conhecido desde 1932 através do trabalho de Chang e Read em ligas de AuCd (4). Desde essa época outros trabalhos foram publicados incluindo ligas de Cu-Zn mas, apenas em 1962 esse efeito foi observado em ligas de NiTi (6). Desde então várias pesquisas sobre essas ligas foram realizadas considerando os efeitos de composição química e tratamentos termomecânicos.

Em 1975 Honma e Takei (55) mostraram que o  $M_s$  decresce com o aumento da concentração de níquel. Em 1982 Saburi e cols (56) indicaram a presença de uma fase intermediária de estrutura romboédrica entre as fases austenítica e martensítica e indicaram também a participação da precipitação  $TiNi_3$  nesse processo em temperatura de envelhecimento inferiores a  $600^\circ C$ . Mais tarde Nishida e Honma (49) mostraram que a fase intermediária de estrutura romboédrica tem uma natureza termoelástica e contribui para mudar a forma tanto nas ligas superelásticas quanto nas ligas de memória de forma reversível (termoativadas), uma vez que produzem campos de tensões internas que controlam o crescimento das variantes intermediárias e de martensita.

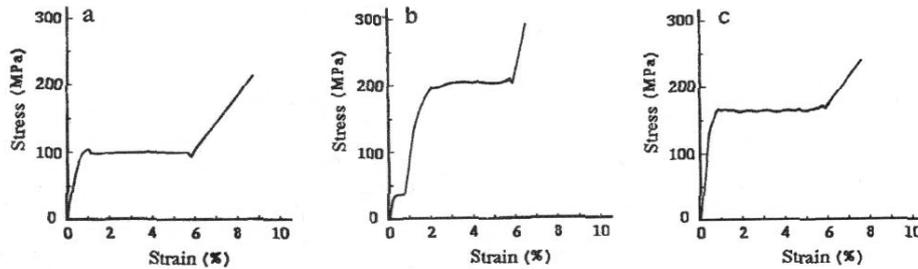
Nishida e Honma (49) trabalhando com ligas com teor crescente de níquel, variando de 50,1% a 51,8%at, concluíram que a precipitação de uma fase  $Ti_{44}Ni_{56}$  no envelhecimento, causa a diminuição da concentração de níquel na matriz e por conseqüência aumenta a temperatura de início de formação da martensita ( $M_s$ ). Enquanto a origem do aparecimento da fase intermediária no envelhecimento não estava clara na literatura, os autores sugeriram que esta estava intimamente associada com a precipitação do precipitado  $Ti_{44}Ni_{56}$ . Os autores indicam que a mudança de forma espontânea nas ligas de NiTi ricas em Ni obtidas por envelhecimento é causada pela

precipitação da partícula  $Ti_{44}Ni_{56}$ , que produz um campo de tensão interna suficiente para controlar o crescimento das fases intermediárias e da martensita.

Esta fase romboédrica referente ao precipitado  $Ti_{11}Ni_{14}$  como definida nos trabalhos de Honma e Takei (55), Nishida e Honma (49), foi caracterizada como fase R por Lin e Kaplow (9 e 57) e a cristalografia de transformação da fase R e da martensita apresentada por vários outros autores (58-63).

Liu e McCormick (64) em 1989 apresentaram um trabalho na liga Ti-50,2%at Ni sobre a influência do tratamento térmico e do trabalho a frio nas curvas de tração em diferentes temperaturas concernentes aos campos de estabilidade de fases como descrito nos trabalhos anteriores, dando uma excelente contribuição para o entendimento do fenômeno. Neste trabalho pode-se destacar as curvas de tração dentro dos intervalos de temperatura abaixo de  $M_f$ , entre  $T_r$  e  $M_s$  de acordo com a definição de  $T_r$  apresentado no trabalho de Miyazaki e Otsuka e acima de  $M_s$  quando a tensão para a transformação requerida para induzir R é maior que aquela para o MIT. A curva (a) na figura 15 representa a deformação da estrutura martensítica que ocorreu pela reorientação das placas de martensita. Este processo é caracterizado pelo platô na curva de tensão deformação que é indicativo da localização do processo de reorientação martensítica. O comportamento de deformação da fase austenita foi dependente da temperatura do teste e do tratamento térmico. Na curva (b) após o tratamento térmico abaixo de  $577^\circ C$  esta exibiu a transformação da fase R ( $T_r > M_s$ ) quando testada na faixa de temperatura  $T_r > T > M_s$ , exibindo dois estágios. O estágio inicial está associado com a reorientação direta da tensão na fase R pelo movimento das bandas de martensita e um segundo estágio com a martensita induzida por tensão.

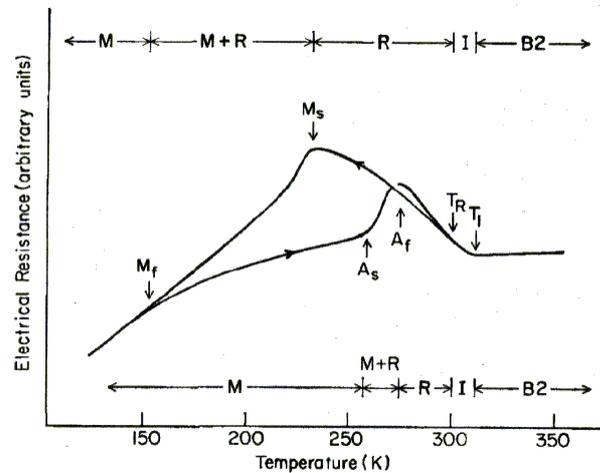
Em (c) a curva foi similar a figura (b) entretanto como a tensão requerida para transformação da fase R induzida por tensão aumenta rapidamente com o aumento da temperatura, somente um único platô associado com MIT ocorreu pois a tensão requerida para induzir a fase R excedeu a MIT.



**Figura (15) – Gráficos tensão deformação em diferentes temperaturas de ensaio. Liu e McCormick (64).**

Com isso, nos anos 80 já havia sido obtido para as ligas de NiTi um entendimento básico do tratamento termomecânico (65,66), o comportamento de deformação (67-71), o mecanismo de memória de forma (72), a natureza da fase R(58,73-78), a cristalografia (59-63) tanto da fase R e da transformação martensítica, o diagrama de fase (79) incluindo a estrutura cristalina das fases metaestáveis (57,79). Somente em 1989 Miyazaki e Otsuka (80) publicaram uma extensa revisão sobre o desenvolvimento de ligas memória de forma onde a origem do efeito foi discutida com base na estrutura cristalina e na cristalografia da transformação martensítica. Estes autores ressaltaram a importância do diagrama de fases para o entendimento da liga. Particularmente devido à presença de muitas fases metaestáveis nas regiões de temperaturas intermediárias sendo que uma delas afeta fortemente o processo de transformação e as características de memória de forma (80). Todavia neste período o diagrama de fases não estava completamente definido. Nishida e cols. (57) já haviam relatado a importância das fases metaestáveis  $Ti_3Ni_4$  e  $Ti_2Ni_3$ . Essas fases metaestáveis passam para a fase de equilíbrio  $TiNi_3$  após um longo período de envelhecimento.

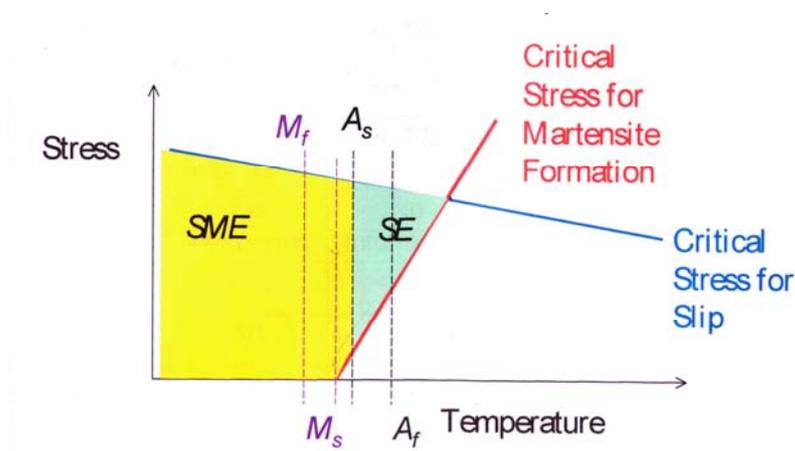
Uma das causas de dificuldade de entendimento neste processo de transformação martensítica, nas ligas de NiTi ricas em níquel solubilizado, é que acontece uma transformação pré-martensítica caso haja um tratamento termomecânico que produza uma alta densidade de discordâncias ou o aparecimento de finos precipitados de  $Ti_3Ni_4$ . Essa fase pré-martensítica foi chamada de fase romboédrica ou fase R e aparece primariamente à transformação martensítica quando  $M_s$  é mais baixo que a temperatura crítica para o surgimento da fase R. Alguns fatores propiciam a redução da temperatura  $M_s$ , tais como, aumento na concentração de níquel, envelhecimento após solubilização, recozimento a temperaturas abaixo da temperatura de recristalização após trabalho a frio, ciclos térmicos e presença de um terceiro elemento, sendo que os fatores de envelhecimento e a presença de um terceiro elemento são mais efetivos para revelarem a fase de transição R como mostrado na figura 16 (80).



**Figura 16- Curva da resistência elétrica versus temperatura da liga de Ti-50,5%Ni (80).**

A transformação martensítica ocorre tanto pela aplicação de tensão quanto pelo resfriamento. Entretanto a martensita pode ser induzida por tensão mesmo em temperaturas entre  $A_s$  e  $A_f$  como mostrado na figura 17. A tensão crítica para induzir

martensita aumenta com o aumento da temperatura e satisfaz a relação de Clausius-Clapeyron, ou seja, a relação direta de tensão crítica e temperatura (80).



**Figura 17- Diagrama representando as regiões de memória de forma e superelasticidade nas coordenadas tensão versus temperatura (80).**

Liu e cols (50) analisaram a liga de Ti-50,9% at Ni, com objetivo de estudar o efeito do tratamento de envelhecimento na natureza da transformação martensítica, mostra que este tema é ainda motivo de muita discussão e uma compreensão completa do fenômeno ainda não foi atingida. Neste trabalho através dos resultados obtidos por DSC, indicaram que essa transformação envolve a fase R, precipitados e múltiplos estágios de transformação martensítica propriamente dita. Os múltiplos estágios foram explicados pela heterogeneidade da precipitação e foi demonstrado que esta ocorre de maneira progressiva em um amplo intervalo de temperatura, descartando a hipótese de uma transformação catalítica como preconizada por Allafi e cols (81).

Está bem consubstanciado neste trabalho que a transformação B2-B19' ocorre em um único estágio quando o material está na condição solubilizada para as ligas perto do equilíbrio equiatômico. Entretanto na condição de encruada, ou seja, na presença de uma densidade de discordâncias elevada, ou quando da ocorrência de ciclos contínuos de

aquecimento e resfriamento que gerem tensões internas no material, ou condição de ocorrência de precipitações de fase ricas em Ni como aquelas citadas por outros autores(57-80) e já reportados nesta revisão, ou ainda quando da presença de um terceiro elemento de liga, mesmo em pequenas concentrações devido as tensões internas geradas, ocorre a transformação em dois estágios com a presença de fase romboédrica R entre a austenita e a martensita, B2 – R – B19’.

Foi reportado por outros autores também (67,68,70) que sob certas condições de envelhecimento múltiplos estágios entre B2 – R e R- M podem ocorrer. No trabalho mais destacado desse tema Batallard e cols observaram por MET em uma liga de Ti-51,2% at Ni dois estágios distintos de transformação R- B19’ relacionados à distribuição heterogênea de precipitados de  $Ti_3Ni_4$  correspondendo a regiões tensionadas e regiões não tensionadas.

No trabalho de Paula e cols. está destacado que a fase martensítica é favorecida não só em baixas temperaturas como também com encruamento. Destaca também que a fase intermediária R não é só uma fase precursora de fase martensítica tendo um caráter independente e apresentando ela própria um comportamento de efeito de memória de forma. A fase R só ocorre quando  $M_s$  é significativamente baixa de forma de se evitar a transformação direta de A – M e ele só será completa também se seu ciclo térmico terminar completando antes de se atingir  $M_s$ . Corrobora o conceito definido que as temperaturas de transformação do efeito memória de forma podem ser significativamente modificado com tratamentos de ciclagem térmica, envelhecimento, encruamento com deformação a quente.

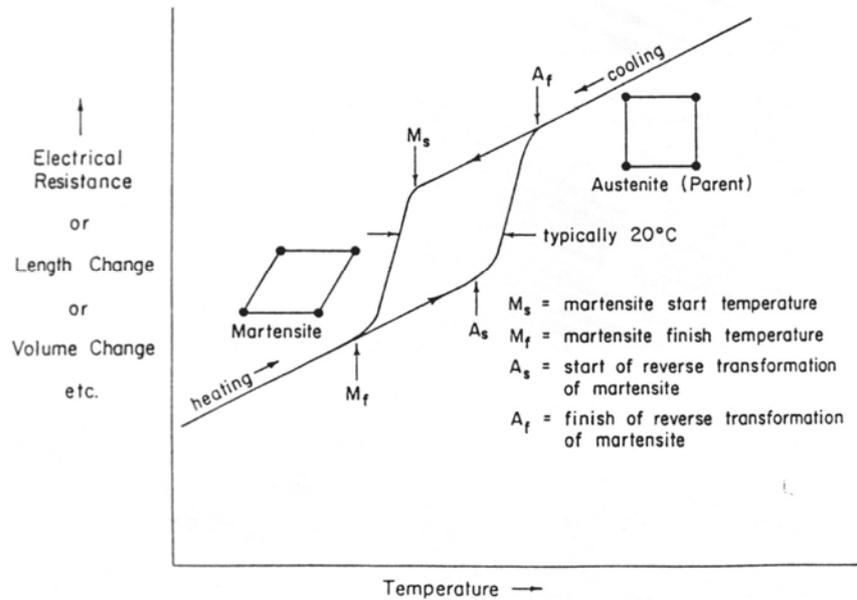
## 2.4 LIGAS METÁLICAS COM EFEITO MEMÓRIA

O efeito memória de forma aparece em algumas ligas que apresentam uma transformação martensítica cristalograficamente reversível. Esse fenômeno depende basicamente de dois fatores, temperatura e tensão.

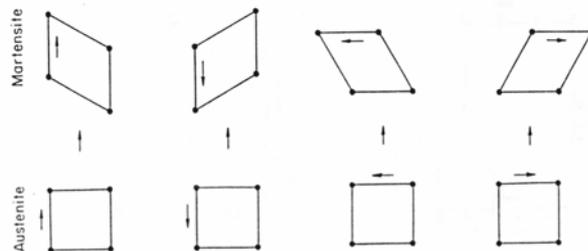
Particularmente as ligas de NiTi quando processado adequadamente apresentam essa transformação em temperaturas muito próximas da temperatura ambiente. Conseqüentemente pode-se ter o aproveitamento dessas alterações estruturais para fins odontológicos. A figura 18 apresenta esquematicamente as temperaturas de transformação e reversão da fase martensítica. Pode-se observar que durante o resfriamento da liga, a partir da temperatura onde a austenita (B2) é estável, atinge-se a temperatura crítica para o início da transformação de martensita que possui a estrutura cristalina monoclinica também chamada do tipo B19', representada na figura como Ms. Pode-se notar que na medida que prossegue o resfriamento maior será a fração transformada de martensita, até uma temperatura em que toda a liga passa a ter essa estrutura, representada por Mf. Com efeito, o fenômeno de memória de forma se dá quando a deformação é aplicada, dentro de certos limites, abaixo de Mf quando a fase B19' está em equilíbrio. Porém durante o aquecimento da liga esta deformação é revertida ocorrendo a conseqüente transformação de martensita para austenita.

A explicação para a recuperação espontânea de forma se dá pela transformação de fase sofrida por essas ligas em baixas temperaturas para uma martensita denominada de "auto-acomodada" ou "termoelástica", que pode ser descrita como uma maclagem ordenada dentro de vinte e quatro variantes martensíticas arranjadas em seis grupos, com quatro variantes por grupo (fig 19) (55). Alguns autores a

classificam como maclada a deformação plástica desta fase martensítica, dentro de certos limites, se dá pela combinação dessas variantes que na reversão espontânea para austenita, por elevação de temperatura, retorna à forma original.

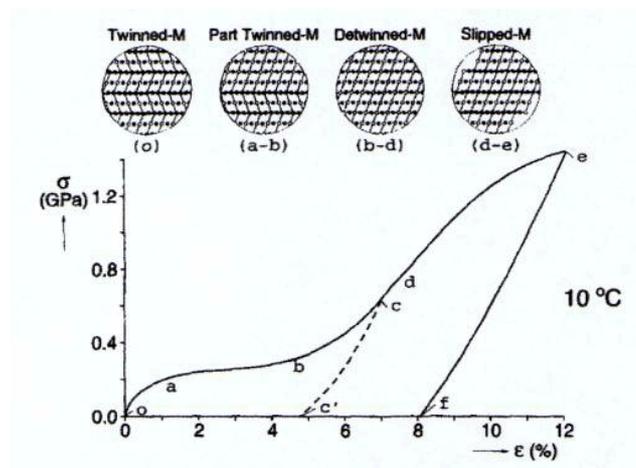


**Figura 18 – Transformação de martensita em austenita em função da temperatura (66).**



**Figura 19– Formas de maclagens (66).**

Na figura 20 o gráfico tensão x deformação da liga de NiTi a 10° C pode exemplificar esta propriedade de memória de forma. Nesta temperatura (abaixo de  $M_f$ ) toda a estrutura da liga está na fase martensítica. Ao se aplicar à tensão pode-se notar que o gráfico forma trechos específicos de curvaturas. No trecho (o-a) obtém-se apenas uma deformação elástica onde havendo o descarregamento a liga volta ao ponto (o). O trecho (a-b) marca o processo de reorientação da martensita maclada (twinned) para martensita não maclada (detwinned). O trecho (b-d) é uma resposta elástica para a contínua aplicação de carga nesta nova martensita. No ponto (c), se o carregamento for removido, a liga terá uma ligeira recuperação, mas continuará com uma deformação aproximadamente de 5% se mantida a temperatura. A partir do momento em que a temperatura aumentar até  $A_f$ , a liga reverterá a forma caracterizando o seu efeito de memória de forma, voltando ao ponto (o) (29). Se a deformação prosseguir além do ponto (d) a liga sofre movimentação das discordâncias e conseqüentemente, deformação permanente.



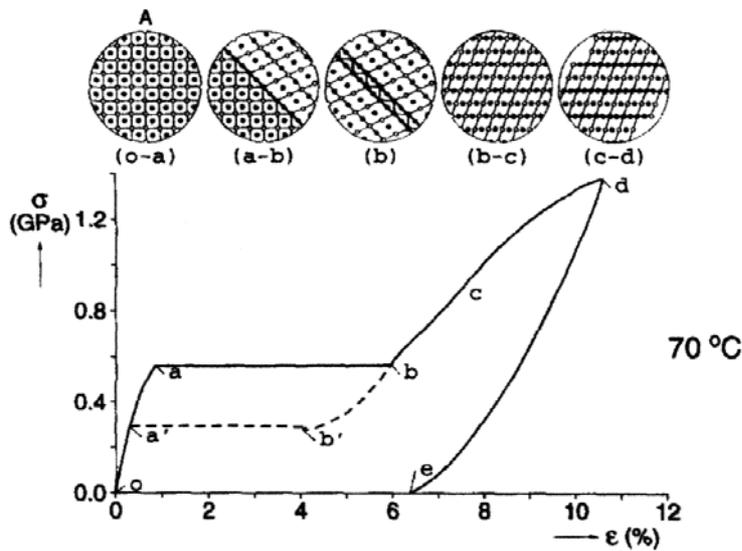
**Figura 20 – Gráfico tensão deformação da liga de níquel titânio a 10°C associado ao esquema de mudanças microestruturais (29).**

## 2.5 FENÔMENO DE SUPERELASTICIDADE OU PSEUDOELASTICIDADE

O fenômeno de superelasticidade está intimamente ligado ao efeito de memória de forma e é uma manifestação ativada pela transformação da austenita em martensita induzida por tensão (MIT). Ou seja, quando a liga encontra-se a uma temperatura onde a austenita é estável a aplicação de uma tensão, dentro de certos limites, provoca uma instabilidade nesta fase, que passa gradualmente para a estrutura martensítica autoacomodada induzida por tensão. Porém à medida que ocorre o descarregamento esta MIT é revertida novamente para austenita, retornando a amostra para sua dimensão original. Com isso, está envolvida uma deformação normalmente muito além daquela esperada para o regime elástico de ligas metálicas. Dessa forma o fenômeno recebe a denominação de superelasticidade ou pseudoelasticidade. A temperatura limite através da qual ocorre a MIT é denominada de  $M_d$ , que em termos práticos é necessariamente superior a  $M_s$  ressaltando que, o intervalo de temperatura  $A_f > T > M_s$  é constituído de uma única fase; a austenita apenas no resfriamento (64). Nesta definição de superelasticidade as condições descritas acima como o campo de estabilidade da austenita podem ser consideradas para a fase R como será discutido mais adiante.

Na figura (21) observa-se o gráfico de tensão x deformação para a liga de NiTi no campo de estabilidade da austenita e abaixo de  $M_d$ . O trecho (o-a) mostra uma deformação elástica da austenita. No ponto (a) a austenita começa a sofrer um alongamento macroscópico se tornando instável, começando assim o seu processo de transformação em martensita induzida por tensão, ficando as duas fases coexistindo até o ponto (b) onde a liga começa a se deformar permanentemente. Havendo a diminuição da tensão no trecho (a-b) a MIT fica instável e começa a se reverter novamente para austenita. A região pontilhada (bb'a') no gráfico revela que a tensão liberada pela liga é

menor que a tensão necessária para o carregamento, embora na maioria dos testes científicos esse ponto é pouco destacado (29). É importante salientar que a plenitude do efeito pseudoelástico só ocorre se a liga estiver em uma temperatura acima de ( $A_f$ ) e abaixo de ( $M_d$ ). Caso a liga seja tracionada na temperatura entre  $A_s$  e  $A_f$  uma pequena deformação residual permanecerá após o descarregamento, não ocorrendo o efeito de pseudoelasticidade em sua plenitude (29).

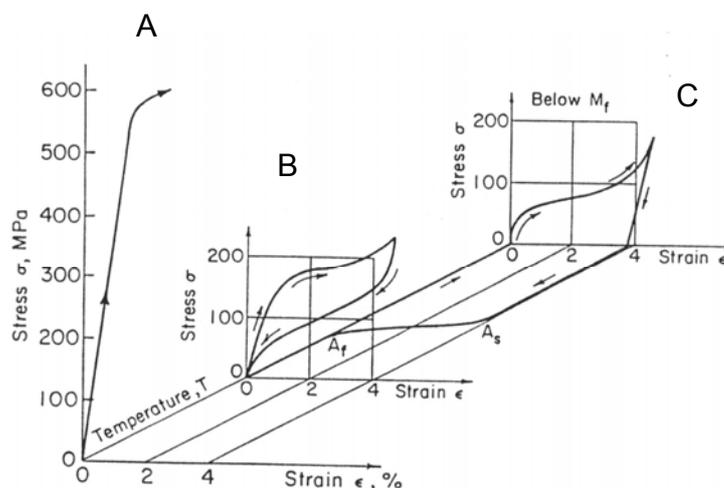


**Figura 21 - Curva tensão deformação da liga de níquel titânio a 70°C associado ao esquema de mudanças microestruturais (29).**

Os gráficos da curva de tensão deformação das ligas de NiTi são apresentados na figura 22 para diferentes temperaturas, mostrando em (A) o comportamento da liga na fase austenítica, onde em maior temperatura, em relação as outras curvas, acima de  $M_d$ , apresenta um comportamento semelhante a curva de tensão deformação clássica dos aços austeníticos por exemplo. Isto porque o fenômeno da alteração cristalográfica de austenita para martensita que caracteriza o fenômeno da superelasticidade e da termoativação já não ocorre mais.

Em (B) a uma temperatura menor que em (A), porém acima de  $A_f$  e abaixo de  $M_d$  e conseqüentemente ainda na fase austenítica, a curva mostra o comportamento superelástico da liga onde esta continua a se deformar sob um carregamento constante. Pode-se notar que após o descarregamento da liga, a tensão não só permanece constante como também menor quando comparada à fase de carregamento. Para que este processo ocorra o  $M_d$  deve ser ligeiramente acima de  $A_f$ . Esta característica de uma tensão constante e menor durante o descarregamento é um dos fatores que levam os ortodontistas a aplicarem esta liga nos tratamentos.

Em (C) apresenta o ensaio de tração da liga em baixa temperatura, estando completamente no campo martensítico abaixo de  $M_f$ . Nota-se que além da deformação ocorrer em uma tensão menor, após o descarregamento ela estará deformada plasticamente nesta temperatura. As setas que indicam os segmentos  $(4 - A_s)$  e  $(A_s - A_f)$  mostram que se após o descarregamento for aumentada a temperatura na liga ela reverterá sua forma da fase austenítica, caracterizando a memória de forma.



**Figura 22- Gráfico tridimensional de tensão deformação e temperatura do comportamento de memória de forma da liga de NiTi deformada abaixo de  $M_f$ , acima de  $M_s$  e acima de  $A_f$  e  $M_d$  (66).**

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS

O material utilizado no presente trabalho foi fornecida pela Empresa Morelli Ortodontia, na forma de fios retangulares 0,43mm x 0,63mm em dois lotes com composição química diferentes

A procedência desses lotes é da empresa Special Metals, New Hartford, USA, sendo este sob a marca registrada Udimet Nitinol Wire<sup>®</sup>. Estes foram fornecidos na condição deformado a frio e decapado (oxide free). A empresa Morelli identificou o lote 1 para a produção de liga codificada como superelástica e o lote 2 como termoativada.<sup>1</sup>

A tabela 1 apresenta a composição química fornecida do lote 1 referente a liga superelástica e do lote 2 referente a liga termoativada.

A tabela 2 apresenta a transformação da composição básica de Ni e de Ti em porcentagem atômica.

Para efeitos de comparação de propriedades com o material de estudo, foram também ensaiadas ligas comerciais obtidas no mercado descritas abaixo.

- Superelástica da marca Morelli Ortodontia com dimensões 0,53mm x 0,63mm.
- Termoativada da marca Morelli Ortodontia com dimensões 0,53mm x 0,63mm.
- Superelástica da marca 3M com dimensões 0,48mm x 0,64mm.

---

<sup>1</sup> Superelastica- liga de NiTi usada para alinhamento e nivelamento dentário quando níveis de deformação elástica não podem ser alcançados pelo aço inox, sendo esperado um comportamento superelástico na temperatura oral.

Termoativada- liga de NiTi usada para alinhamento e nivelamento dentário quando níveis de deformação elevados devem ser alcançados na inserção dos fios no slot, sendo para isso resfriada para o campo martensítico e é esperada a sua reversão para austenita na temperatura oral.

- Termoativada da marca 3M com dimensões 0,48mm x 0,64mm.
- Aço inoxidável da marca 3M com diâmetro 0,43mm x 0,63mm.
- Aço inoxidável da marca Morelli com diâmetro 0,48mm x 0,63mm.

**Tabela1- Composição química dos lotes formados de ligas de NiTi com a marca registrada Udimet Nitinol com porcentagem em peso (wt%)**

<b>ELEMENTO</b>	<b>Lote 1 Superelástica</b>	<b>Lote 2 Termoativada</b>
Níquel	55,89	55,58
Titânio	Balanceado	Balanceado
Oxigênio	Max. 0,05	Max. 0,05
Carbono	Max. 0,05	Max. 0,05
Hidrogênio	<0,05	<0,05
Si, Cr, Co, Mo, W,V	<0,01	<0,01
Nb,Al, Zr, Cu,Ta, Hf	<0,01	<0,01
Ag,Pb,Bi,Ca,Mg,Sn,Cd	<0,01	<0,01
Zn,Sb,Sr,Na,As,Be,Ba	<0,01	<0,01
Fe	<0,05	<0,05
B	<0,01	<0,01

**Tabela2- Transformação da composição do binário NiTi de porcentagem em peso para peso atômico referente à tabela 1.**

<b>Liga de NiTi (M.super-cr)</b>		
Elemento	%wt	%at
Ni	55,89	50,830
Ti	44,11	49,170
Total	100	100
<b>Liga de NiTi (M.termo-cr)</b>		
Elemento	%wt	%at
Ni	55,58	50,516
Ti	44,42	49,484
Total	100	100

### 3.2 CALORÍMETRO DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

Amostras das ligas de níquel-titânio com 25 a 30 mg foram ensaiadas no DSC – Perkin Elmer DSC7. Os testes foram realizados entre -30° e 300°C a uma taxa de aquecimento e resfriamento de 10°C/min. Foram considerados os picos e vales como indicadores das reações exotérmica e endotérmica das transformações. Com efeito, neste tipo de teste pode-se medir a quantidade de calor emitida ou absorvida durante a mudança de fase da liga. Portanto, pode-se obter as temperaturas de Ms, Mf, As e Af de cada amostra de acordo com a norma ASTM-F-2005-00.

### 3.3 ENSAIO DE TRAÇÃO

Os testes de tração foram realizados em máquina de ensaio universal Emic no Laboratório de Propriedades Mecânicas da COPPE-UFRJ. Cada amostra foi submetida ao ensaio de tração com temperaturas de 25°C e 37°C, célula de carga de 500N e a taxa de deformação empregada foi de  $3,1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  até sua ruptura. Para os ensaios à 37°C foi utilizada uma lâmpada de 100watts e confeccionada uma câmara de isopor para isolar as garras de tração e o corpo de prova. Um regulador de corrente foi utilizado para controlar a intensidade de luz da lâmpada que, associada a um termopar junto ao corpo de prova, foi utilizado para manter estável a temperatura de ensaio. Os fios foram fixados em garras de pressão com afastamento de 53mm entre garras.

### 3.4 METALOGRAFIA

Para a análise em microscopia óptica as amostras foram embutidas em resina epóxi fabricante Ciba Geisy DER 331 com endurecedor de cura rápida DHY 24. As amostras foram aplainadas e polidas sob refrigeração com água na politriz, usando lixa d'água com granulação de 100, 220, 320, 400, 600 e polimento fino com pasta de alumina 3 e 2 com ácido oxálico a 10% (56). Os corpos de prova foram atacados com uma solução contendo: 2ml de ácido fluorídrico (HF), 5ml de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) e 30ml de ácido acético glacial por 15 segundos. Foi utilizado o microscópio óptico Olympus BX 60M.

### 3.5 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Os tratamentos térmicos nas ligas de NiTi superelástica e termoativada com diâmetro de 0,43mm x 0,63mm foram feitos em forno tipo mufla com a temperatura controlada com termopar tipo Cromel-Alumel e resfriadas em água.

- Superelástico tratamento térmico de 510°C por 7 minutos
- Termoativada tratamento térmico de 510°C por 10 minutos

### 3.6 CODIFICAÇÃO DA AMOSTRAS

Está apresentado na tabela 3 a codificação das amostras, de acordo com a sua procedência e a sua condição de processamento.

**Tabela 3 – Relação da procedência, condição de tratamento e código das amostras**

<b>Procedência</b>	<b>Condição</b>	<b>Código</b>
Morelli Ortodontia superelástico como recebido sem tratamento térmico (Udimet Nitinol) 0,43mm x 0,63mm	Como recebida laminada a frio. Composição Ti-55,89 Ni %wt	M.Super-cr
Morelli Ortodontia termoativado como recebido sem tratamento térmico (Udimet Nitinol) 0,43mm x 0,63mm	Como recebida laminada a frio. Composição Ti-55,58 Ni %wt	M.Termo-cr
Morelli Ortodontia superelástico como recebido sem polimento superficial (Udimet Nitinol) 0,43mm x 0,63mm	Tratada termicamente pela fábrica 510°C por 7 minutos	M.Super.tt
Morelli Ortodontia superelástica (Udimet Nitinol) 0,43mm x 0,63mm	Tratada termicamente no laboratório da COPPE a 510°C por 7 minutos	M.Lab.super-tt
Morelli Ortodontia termoativada (Udimet Nitinol) 0,43mm x 0,63mm	Tratada termicamente no laboratório da COPPE a 510°C por 10 minutos	M.Lab.termo-tt
Amostra Morelli superelástica comercial 0,53mm x 0,63mm	Como comercializada	M.com.super
Amostra Morelli termoativada comercial 0,53mm x 0,63mm	Como comercializada	M.com.termo.
Amostra 3M superelástica comercial 0,48mm x 0,64mm	Como comercializada	3M.com.super
Amostra 3M termoativada comercial 0,48mm x 0,64mm	Como comercializada	3M.com.termo
Amostra Morelli de aço inoxidável 0,48mm x 0,63mm	Como comercializada	Inox M.com.
Amostra 3M de aço inoxidável 0,43mm x 0,63mm	Como comercializada	Inox 3M.com.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1- CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL COMO RECEBIDO

As figuras 23 e 24 apresentam as curvas obtidas no ensaio DSC, para as amostras como recebidas codificadas como superelásticas (M.super.cr) e termoativadas (M.Terrmo-cr) respectivamente.

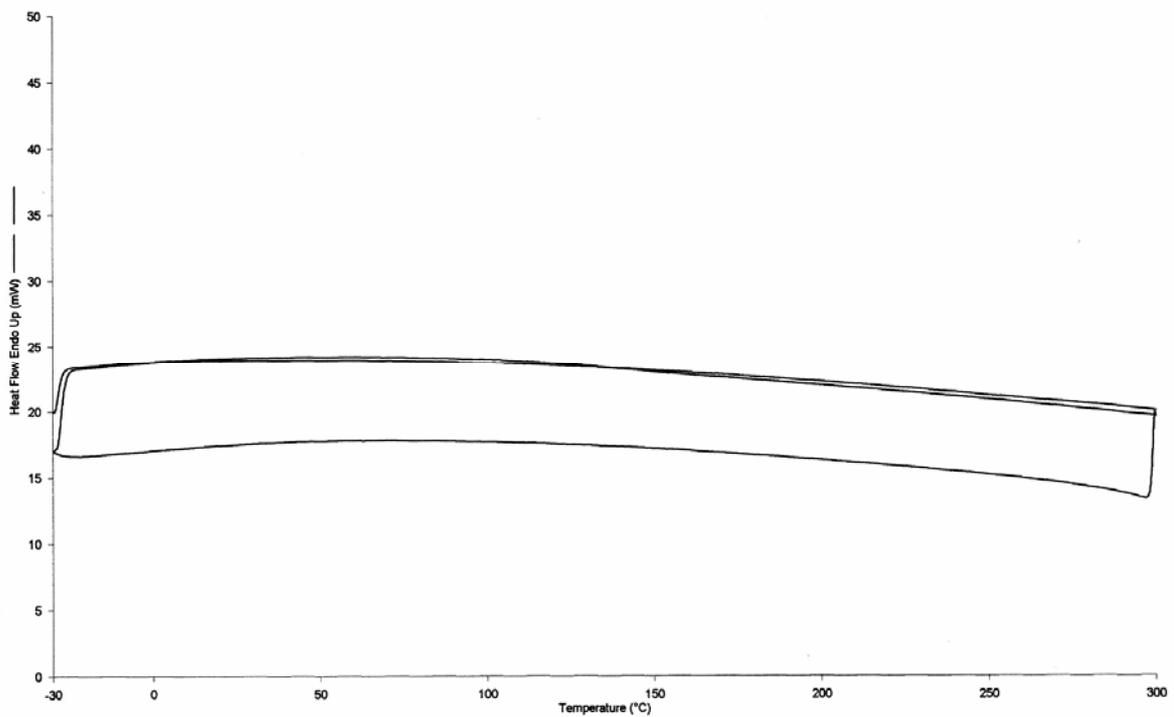
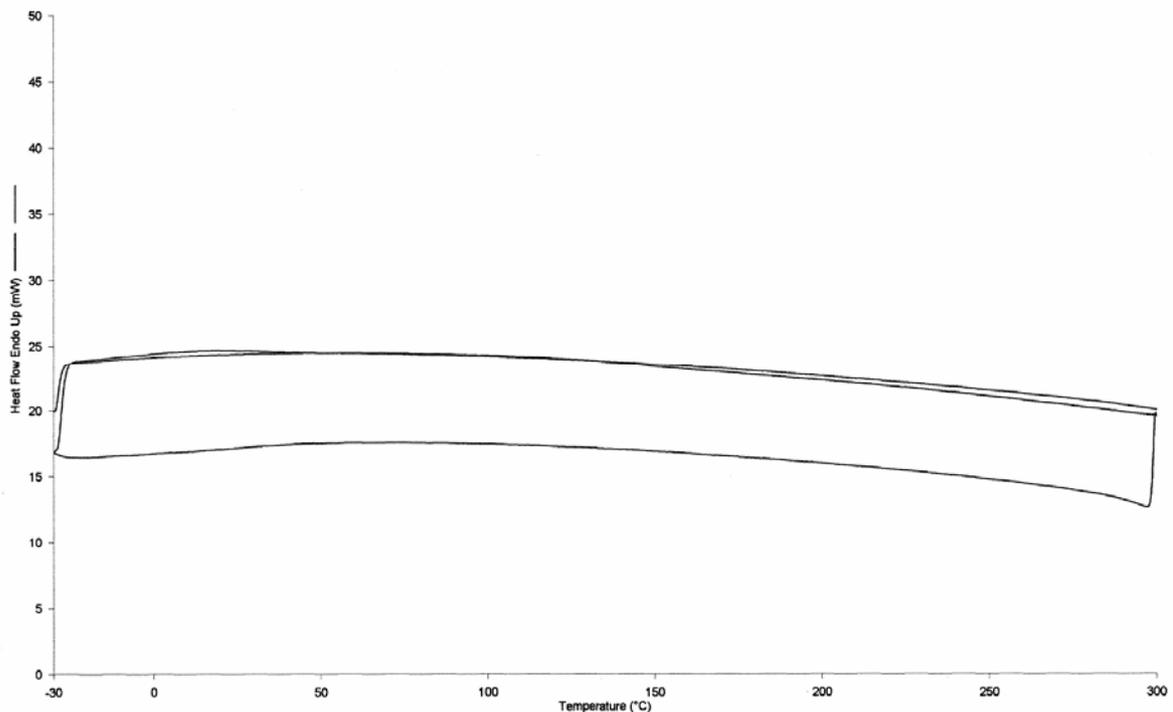


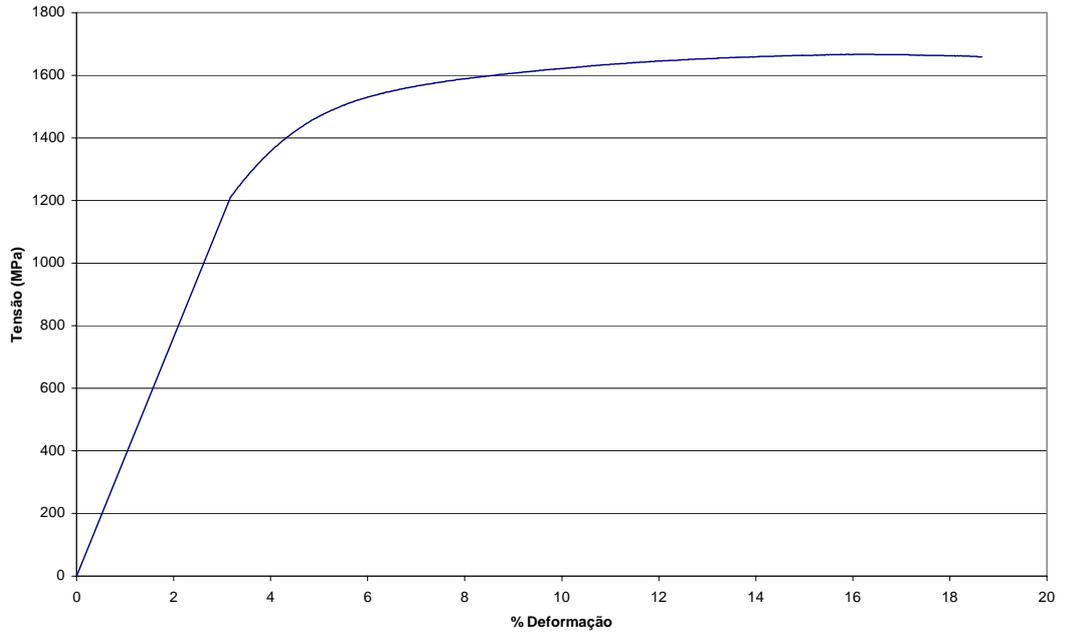
Figura 23- DSC da liga de NiTi superelástica como recebida (M.super.cr).



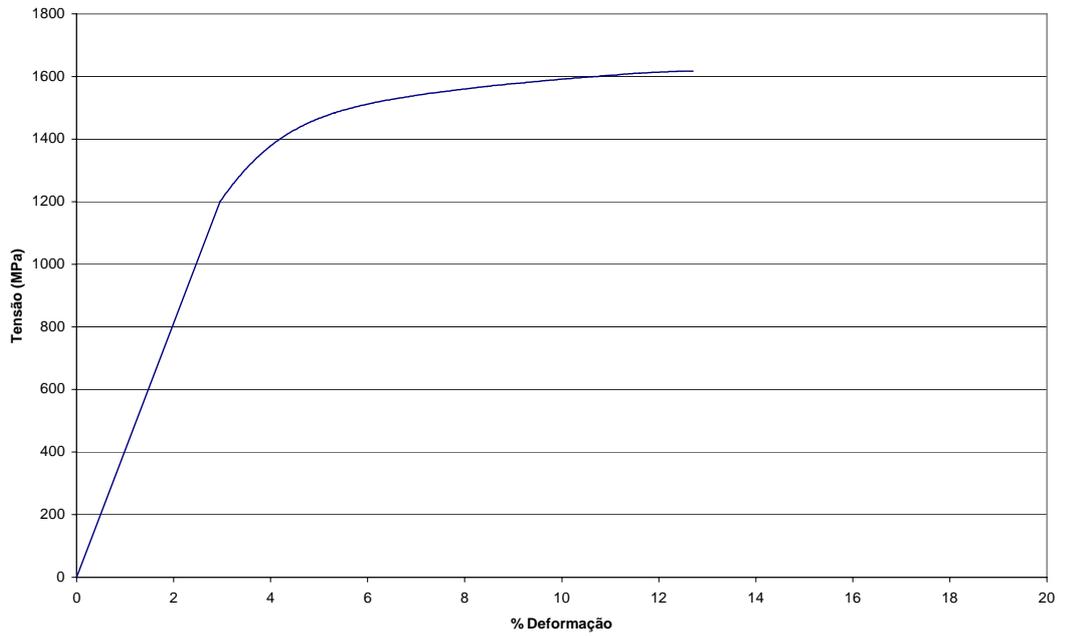
**Figura 24- DSC da liga NiTi termoativada como recebida (M.Termo-cr).**

O ensaio de DSC não mostrou qualquer transformação na faixa de temperatura de  $-30^{\circ}\text{C}$  a  $300^{\circ}\text{C}$  indicando que as condições para a transformação induzida por temperatura de martensita estão em valores muito inferiores uma vez que o tratamento de envelhecimento para elevar o  $M_s$  não realizado.

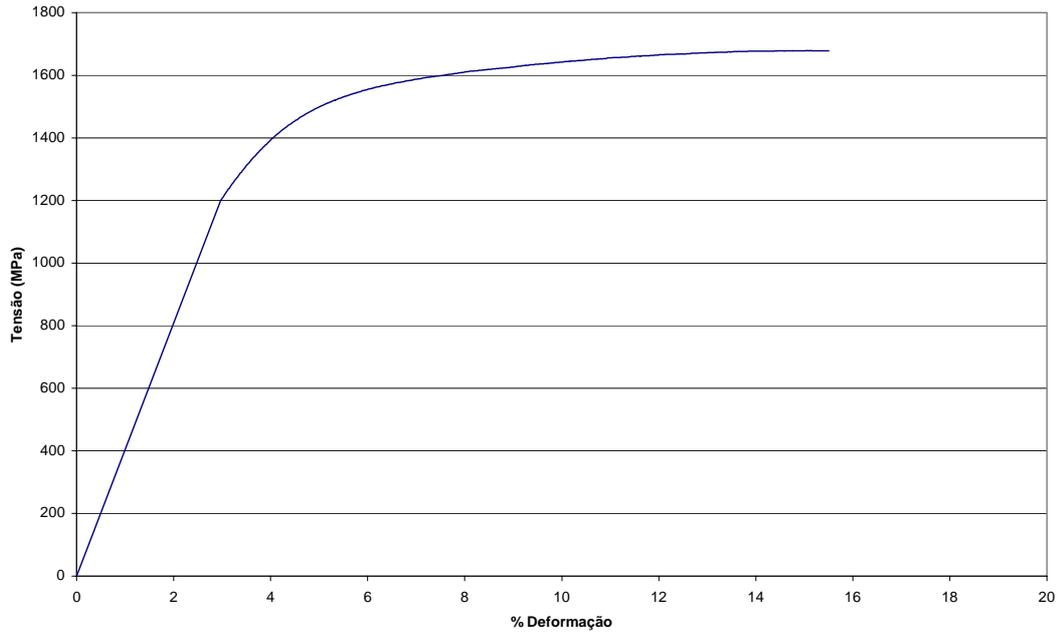
Os ensaios de tração à temperatura de  $25^{\circ}\text{C}$  e  $37^{\circ}\text{C}$ , estão apresentados nas figuras, 25,26,27 e 28. Os ensaios mecânicos foram característicos das deformações inteiramente na fase austenítica, sem o aparecimento do patamar de deformação elástica e com valores elevados de escoamento e resistência máxima quando comparados as ligas termicamente tratadas.



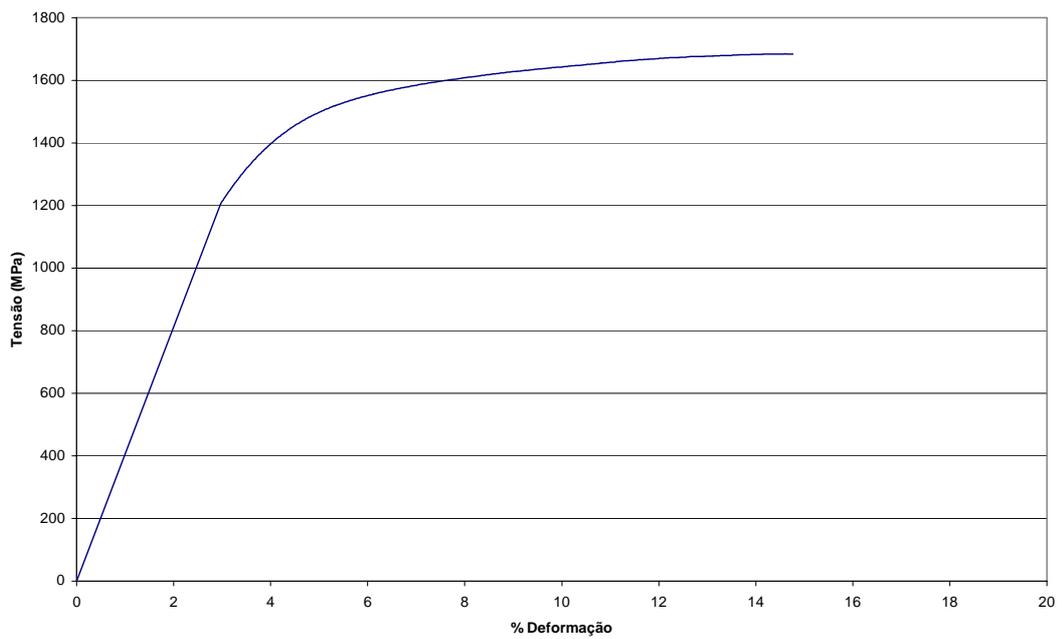
**Figura 25- Curva tensão x deformação a 25° C da liga de NiTi (M.super.cr).**



**Figura 26- Curva tensão x deformação a 37° C da liga de NiTi (M.super.cr).**



**Figura 27- Curva tensão x deformação a 25° C da liga de NiTi (M.termo-cr).**



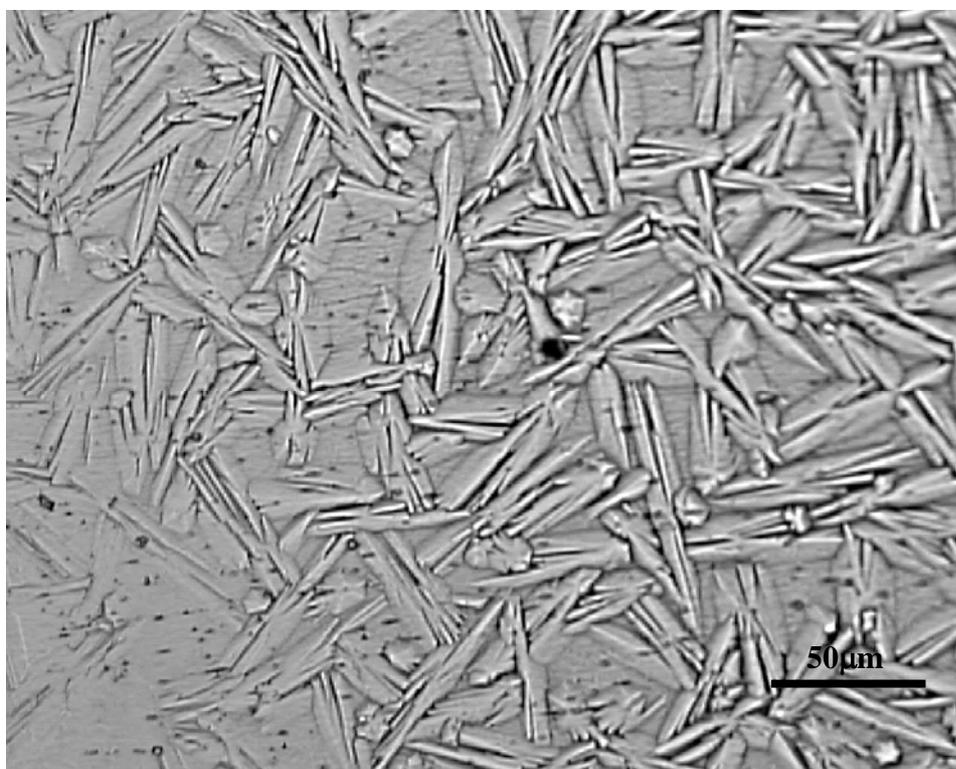
**Figura 28- Curva tensão x deformação a 37° C da liga de NiTi (M.termo-cr).**

Na tabela 4 são apresentados os valores do limite de escoamento de resistência e ductilidade obtidas nos ensaios de tração realizadas a 25°C e 37°C retirados das curvas acima para a tensão limite de escoamento, resistência máxima e ductilidade.

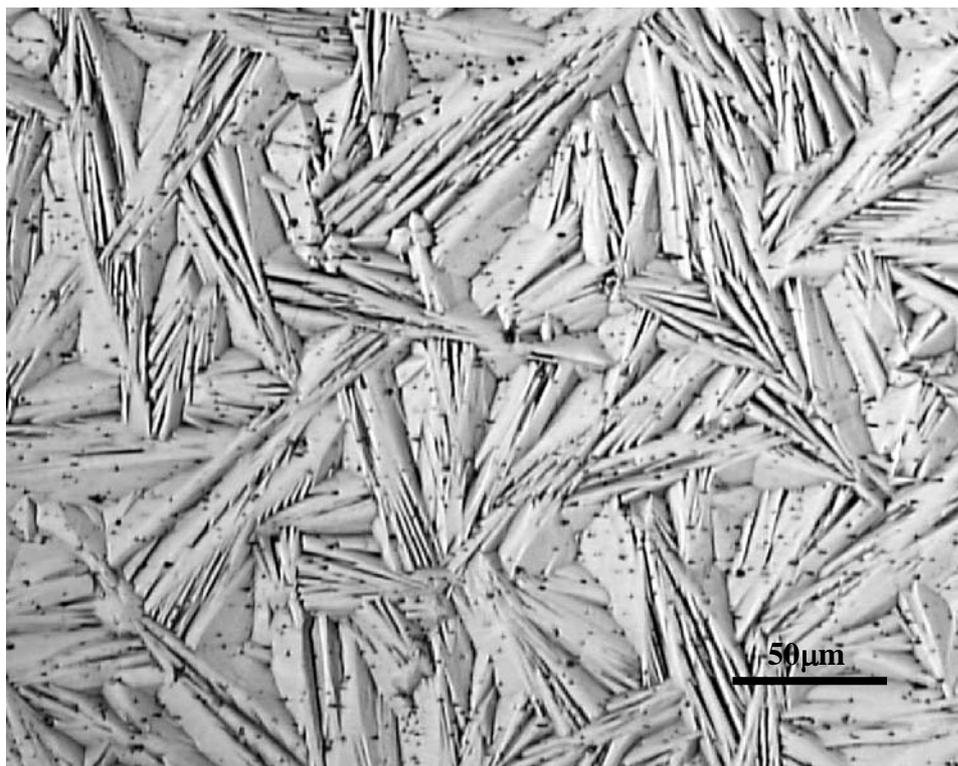
**Tabela 4 - Valores de tensão máxima e deformação máxima em MPa do ensaio de tração a 25°C e 37°C das ligas de NiTi superelástica e termoativada.**

AMOSTRA	(°C)	Tensão escoamento (MPa)	Tensão Máxima (MPa)	Deformação Máxima (%)
M. Super (cr)	25	1209,0	1659,0	18,65
	37	1214,0	1617,0	12,7
M. Termo (cr)	25	1207,0	1678,1	15,5
	37	1209,0	1684,5	14,7

As figuras 29 e 30 apresentam as micrografias das amostras como recebidas e preparadas segundo os procedimentos descritos no item 3.4 (M.super-cr) (M.termo-cr).



**Figura 29 - Fotomicrografia da amostra de NiTi superelástica como recebida (M.super-cr).**



**Figura 30 - Fotomicrografia da amostra de NiTi termotivada como recebida (M.termo-cr).**

A natureza da microestrutura torna a observação metalográfica é complexa e difícil de interpretar. Além disso as tensões geradas devido ao polimento tendem a produzir martensita. O polimento eletrolítico não foi possível realizar devido às dimensões do corpo de prova. Por outro lado as condições de deformação a frio reportadas pelo certificado do fabricante não são conhecidas. A microestrutura consiste de uma complexa distribuição de domínios de sub grãos com cerca de 20 a 30  $\mu\text{m}$  de largura. Em alguns desses domínios, particularmente na figura 30, se apresentam particularmente maclados, podendo indicar a presença de martensita residual.

As figuras 31 e 32 apresentam os resultados do DSC das amostras de NiTi sem tratamento térmico fornecidas pela fabrica Morelli Ortodontia. Estas amostras foram tratadas termicamente no laboratório da COPPE-UFRJ sendo classificadas como superelástica (M.Lab.super-tt) e termoativada (M.Lab.termo-tt) e indicaram as seguintes temperaturas de transição como mostrada na tabela 5.

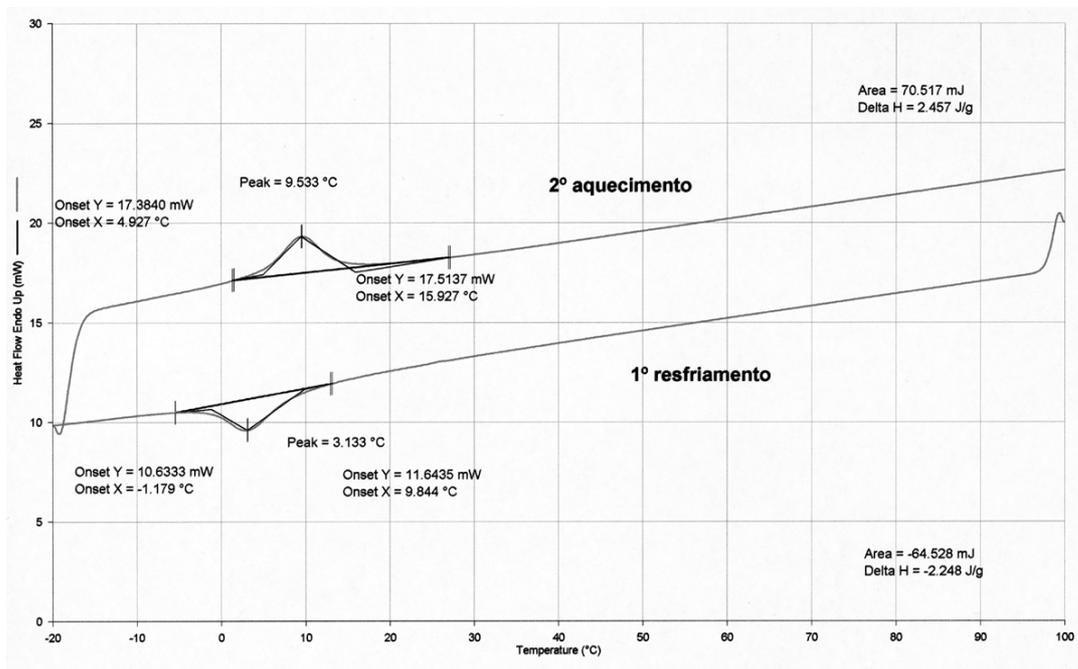
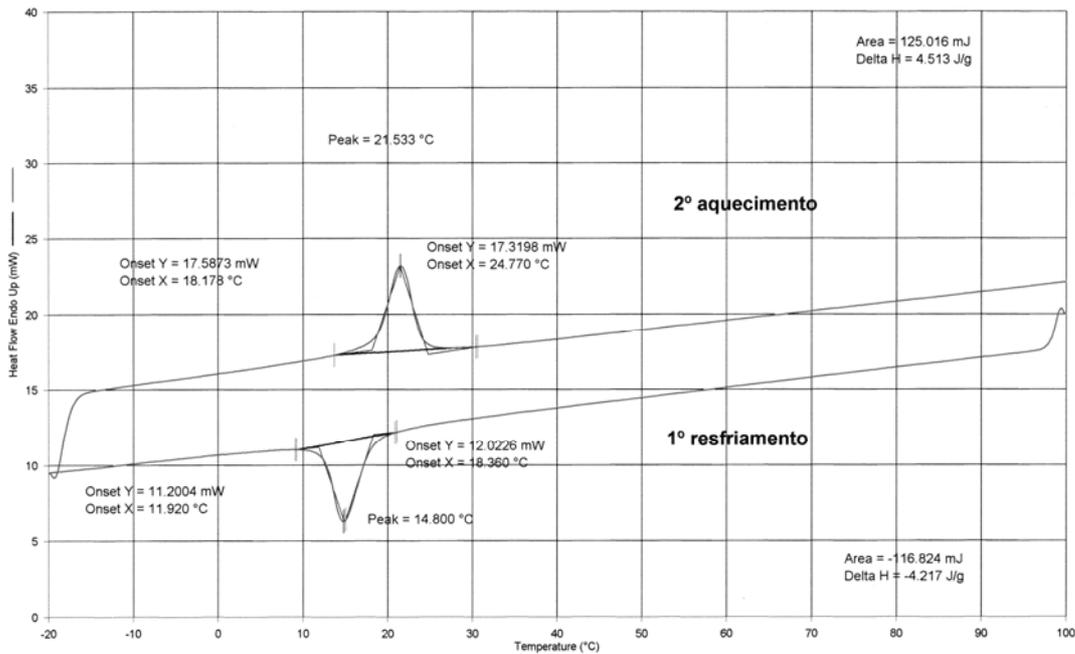


Figura 31- Gráfico obtido no ensaio de DSC para a amostra M.Lab.super-tt no intervalo de temperatura -20°C a 100°C.



**Figura 32- Gráfico obtido no ensaio de DSC para a amostra M.Lab.termo-tt no intervalo de temperatura -20°C a 100°C.**

A tabela 5 apresenta as temperaturas de transição para as ligas M.Lab.super-tt e M.Lab.termo-tt.

**Tabela 5- Temperaturas de transição obtidas através do DSC para as ligas M.Lab.super-tt e M.Lab.termo-tt**

M.Lab.super-tt		M.Lab.termo-tt	
Temperaturas de transição (°C)		Temperaturas de Transição (°C)	
Ms= 9,84	Mf= -1,17	Ms= 18,36	Mf= 11,92
As= 4,92	Af= 15,92	As= 18,17	Af= 24,17

Dados da literatura indicam que com o tratamento de envelhecimento possibilita a precipitação de  $Ni_4Ti_3$  e o conseqüente aumento da temperatura de transformação de fase induzida por temperatura (Ms), o que não foi observado no material como recebido. De fato esse tipo de liga, sem tratamento térmico de envelhecimento e na condição deformada a frio, como mostrou Mc Naney (82) para a

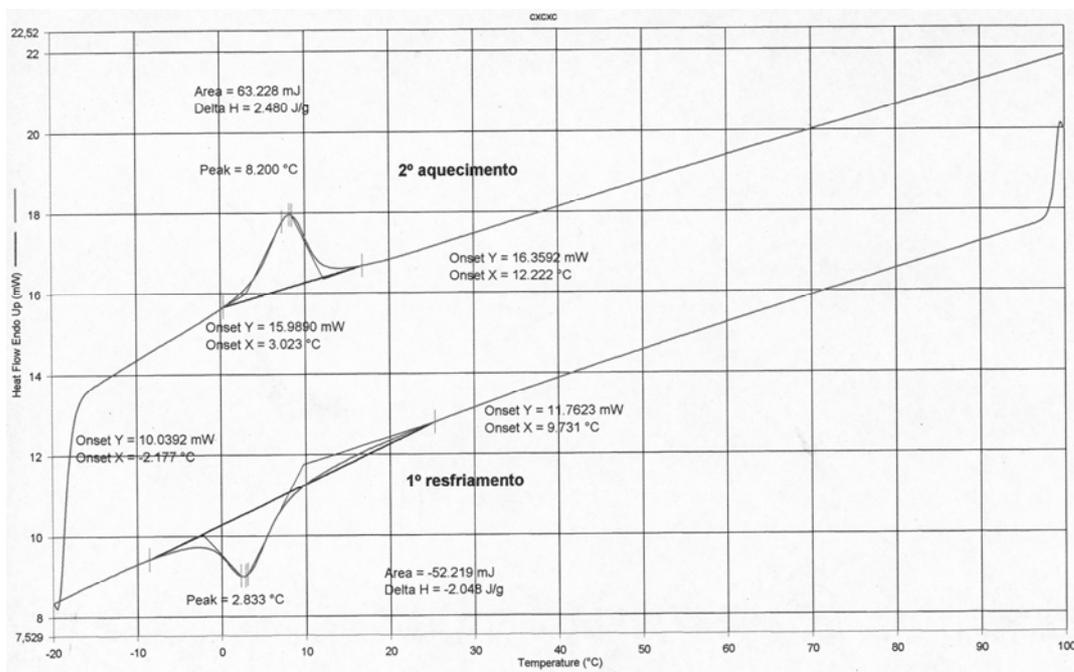
composição Ti-50,8Ni %wt apresenta as temperaturas de transição muito baixas como Ms a  $-51,55^{\circ}\text{C}$  e Mf a  $-87,4^{\circ}\text{C}$ .

Nas ligas M.Lab.termo-tt onde as temperaturas de transformação Ms e Mf foram mais elevadas, o valor de Ms igual a  $18,36^{\circ}\text{C}$  possibilita ao ortodontista, quando a liga resfriada, trabalha-la mais facilmente na região martensítica permitindo com isso imprimir uma maior deformação num nível de tensão mais baixo, com a posterior reversão desta para austenita quando o arco estiver inserido nos *slots* dos *brackets* na temperatura oral.

A liga M.Lab.super-tt tem um Ms mais baixo de forma que, quando utilizado a  $37^{\circ}\text{C}$  trabalha na região entre Md e Ms. Este intervalo amplo de temperatura entre  $9,84$  e  $37^{\circ}\text{C}$  caracteriza um intervalo maior de deformação com um comportamento superelástico.

Os valores de Ms maiores da M.Lab.super-tt em relação a M.Lab.termo-tt, estão de acordo com o maior nível de precipitação da fase  $\text{Ni}_3\text{Ti}_4$ , na medida que o tempo de envelhecimento de 10 minutos permite que isso ocorra de forma mais intensa para a liga M.Lab.termo-tt, a que apresentou o valor de  $18,36^{\circ}\text{C}$ , embora a liga M.Lab.super-tt tenha 0,31at% a mais de Ni.

Na figura 33 é apresentada o DSC da liga de NiTi superelástica (M.super.tt). Pode-se notar que os valores ficaram próximos daqueles obtidos com a liga M.Lab.super-tt, confirmando com isso a validade dos tratamentos térmicos realizados, na medida que os valores obtidos foram: Ms =  $9,73^{\circ}\text{C}$ , As=  $3,02^{\circ}\text{C}$ , Mf=  $-2,17^{\circ}\text{C}$  e Af=  $12,22^{\circ}\text{C}$ .



**Figura 33- Gráfico obtido no ensaio de DSC para a amostra M.super.tt, no intervalo de temperatura -20°C a 100°C.**

A tabela 6 apresenta as temperaturas de transição para a liga M.super.tt.

**Tabela 6- Temperaturas de transição obtidas nos ensaios DSC para a liga M.super.tt.**

M.super.tt	
Temperaturas de transição (°C)	
Ms= 9,73	Mf= -2,17
As= 3,02	Af= 12,22

As figuras 34 e 35 apresentam os resultados do DSC para as ligas comerciais da Morelli Ortodontia (M.com.super e M.com.termo) cujos valores estão apresentados

na tabela 7. Apesar dos valores ligeiramente elevados de Ms e Af no caso da codificação M.com.termo em relação a M.com.super, estas estão ainda de acordo com o preconizado para a sua aplicação na clínica ortodôntica. No caso da classificação M.com.super esses valores estão mais próximos entre si.

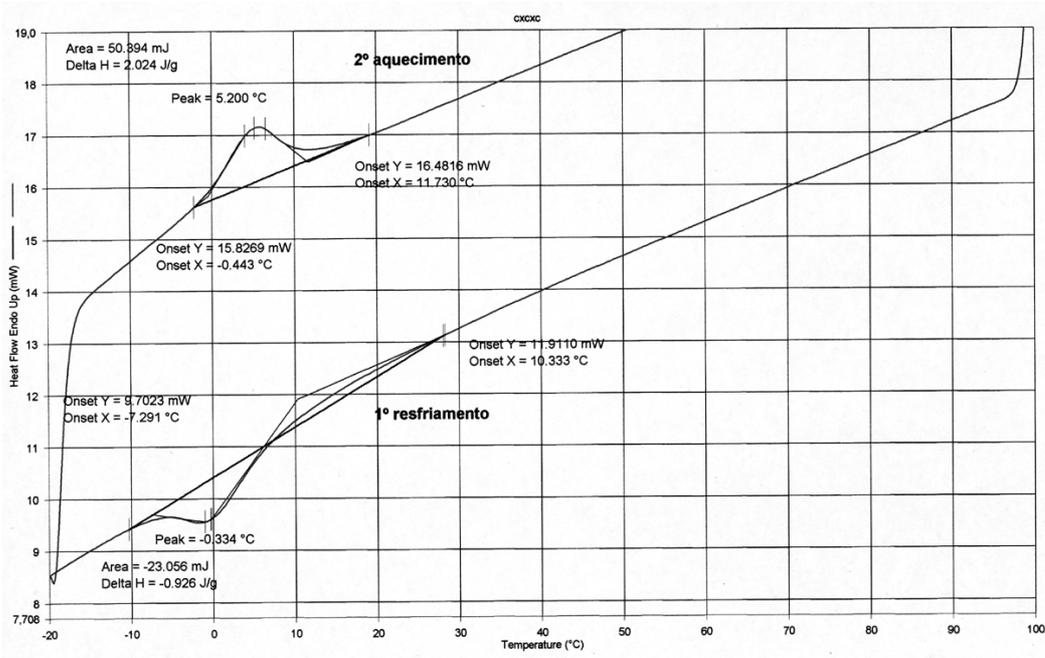


Figura 34- Gráfico obtido no ensaio de DSC para a amostra M.com. super, no intervalo de temperatura -20°C a 100°C.

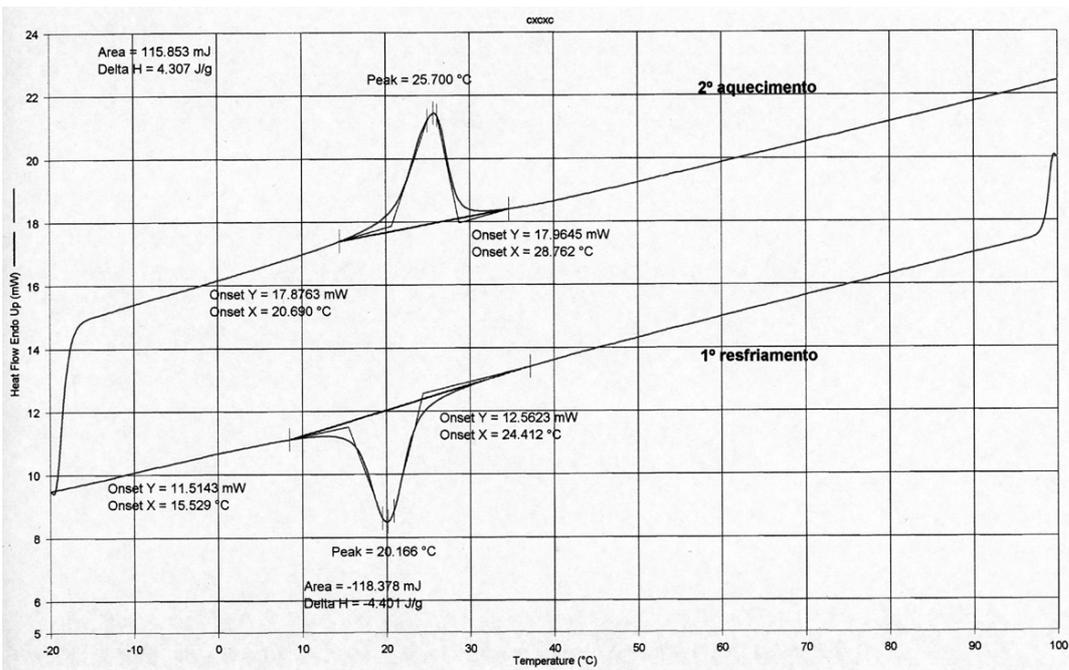
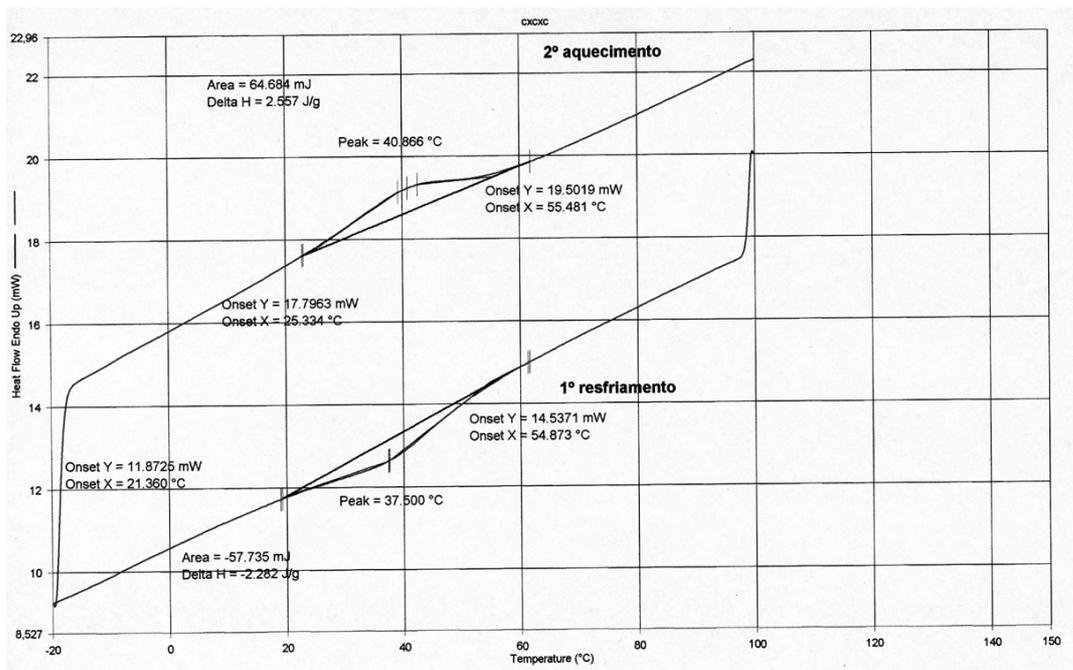


Figura 35- Gráfico obtido no ensaio de DSC para a amostra M.com. termo, no intervalo de temperatura -20°C a 100°C.

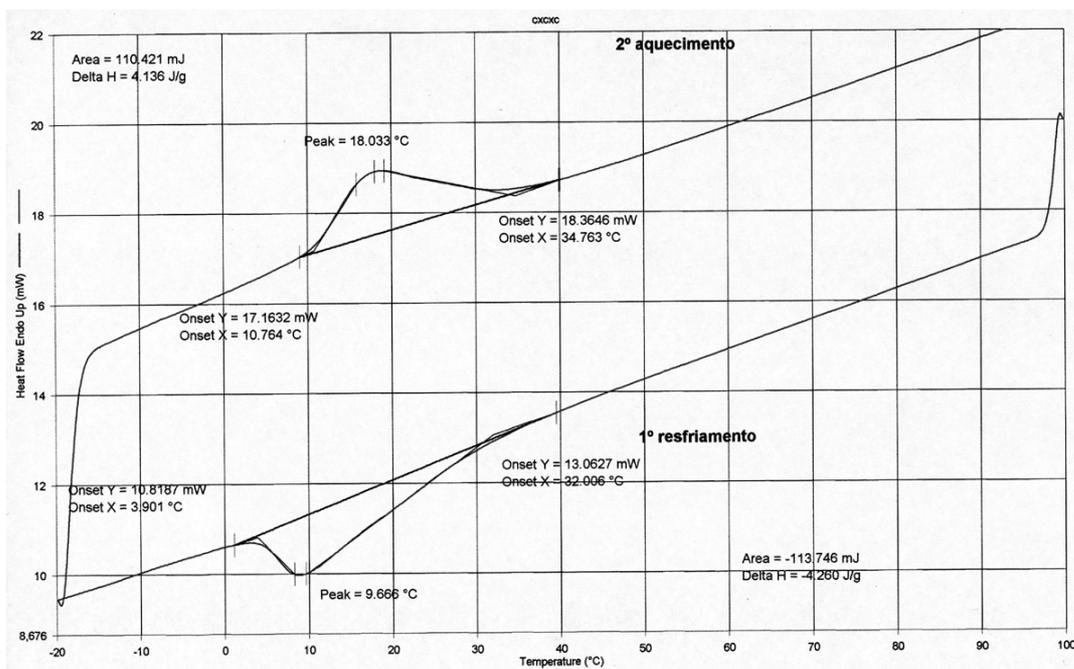
**Tabela 7- Temperaturas de transição obtidas através do DSC para as ligas M.com.super e M.com.termo**

M.com.super		M.com.termo	
Temperaturas de transição (°C)		Temperaturas de Transição (°C)	
Ms= 10,33	Mf= -7,29	Ms= 24,41	Mf= 15,52
As= -0,44	Af= 11,73	As= 20,69	Af= 28,76

As figuras 36 e 37 apresentam os resultados do DSC para as ligas comerciais da 3M (3M.com.super e 3M.com.termo) cujo os valores estão apresentados na tabela 8.



**Figura 36- Gráfico obtido no ensaio de DSC para a amostra 3M.com.super, no intervalo de temperatura -20°C a 100°C.**



**Figura 37- Gráfico obtido no ensaio de DSC para a amostra 3M.com.termo no intervalo de temperatura -20°C a 100°C.**

**Tabela 8- Temperaturas de transição obtidas através do DSC para as ligas 3M.com.super e 3M.com.termo**

3M.com.super		3M.com.termo	
Temperaturas de transição (°C)		Temperaturas de Transição (°C)	
Ms= 54,87	Mf= 21,36	Ms= 32,00	Mf= 3,90
As= 25,33	Af= 55,48	As= 10,76	Af= 34,76

Os valores das temperaturas de transformação das ligas 3M.com.super foram superiores aos da liga M.com.super. Essa diferença significativa nos valores levou a aquisição de novas amostras no mercado sendo que os ensaios destes apresentaram os valores muito próximos dos registrados na tabela 8.

No caso da liga 3M.com.termo o intervalo Ms-Mf foi mais amplo, sendo que esta liga teria que ser trabalhada abaixo de Mf perto de 0°C, porém quando inserida na boca a diferença é de apenas 5°C para a temperatura oral, apresentando um curto

intervalo de temperatura. A da marca Morelli Ortodontia (M.com.termo) o Mf mais elevado permite trabalhos em temperaturas mais elevadas e a diferença de temperatura com o Ms seria superior a 13°C.

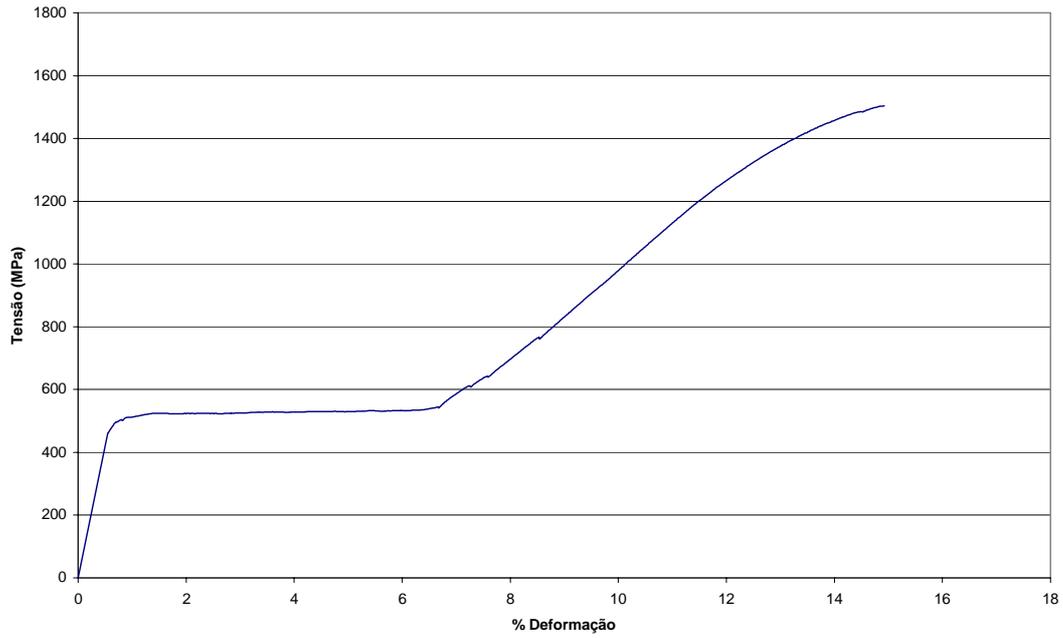
Por sua vez a liga 3M.coM.super.tt estaria trabalhando nos slots dos brackets na metade do intervalo Ms-Mf e de As-Af, enquanto nas de procedência Morelli o Ms fica cerca de 27°C abaixo da temperatura da boca.

As temperaturas de transformação de fase de todas as amostras estão agrupadas em °C na tabela 9.

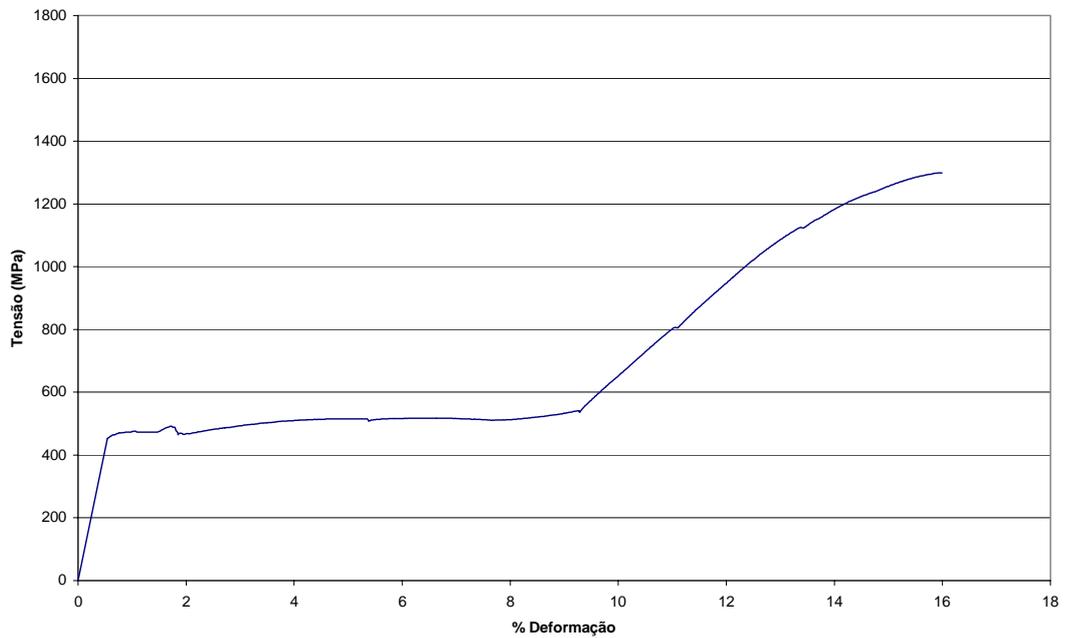
**Tabela 9 – Temperaturas de transformação de fase em °C das amostras analisadas**

<b>AMOSTRA</b>	<b>Ms</b>	<b>Mf</b>	<b>As</b>	<b>Af</b>
M.super.tt	9,73	-2,17	3,02	12,22
M.Lab.super.tt	9,84	-1,17	4,92	15,92
M.Lab.termo-tt	18,36	11,92	18,17	24,17
M.com.super	10,33	-7,29	-0,44	11,73
M.com.termo	24,41	15,52	20,69	28,76
3M.com.super	54,87	21,36	25,33	55,48
3M.com.termo	32,00	3,90	10,76	34,76

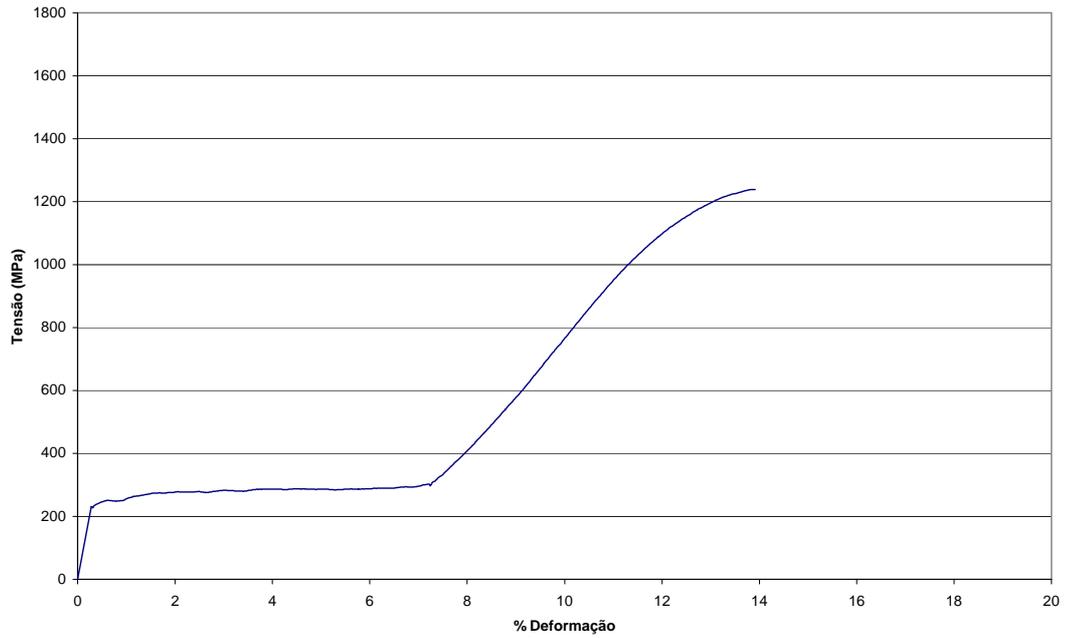
As curvas tensão x deformação dos ensaios de tração estão mostradas abaixo nas figuras 38 a 54 como listadas na tabela 4.



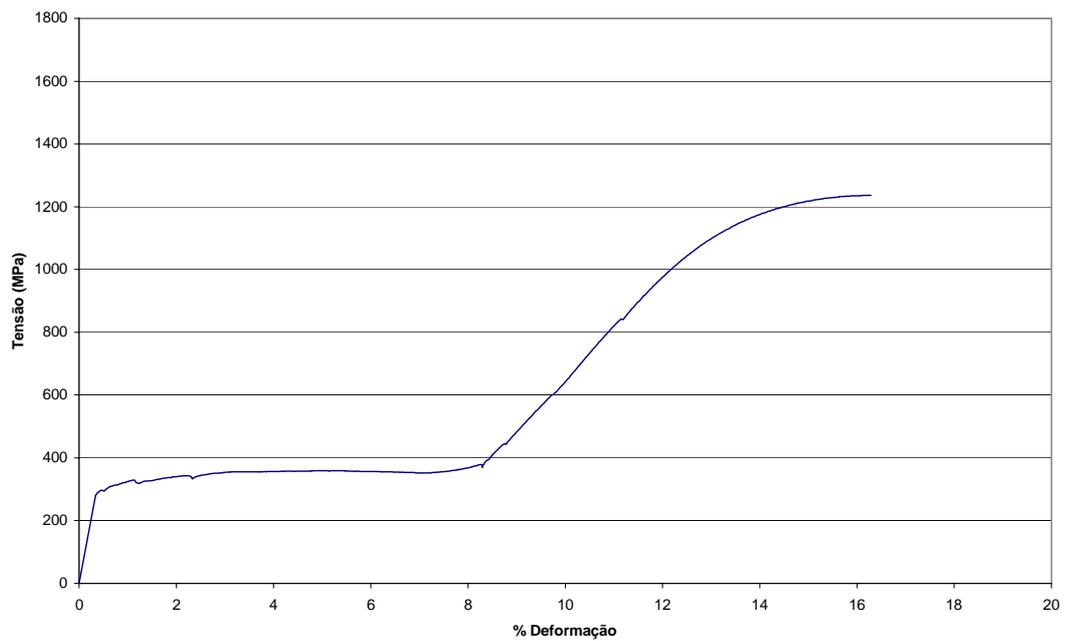
**Figura 38- Curva tensão x deformação a 25°C da liga de NiTi (M.Lab. super-tt).**



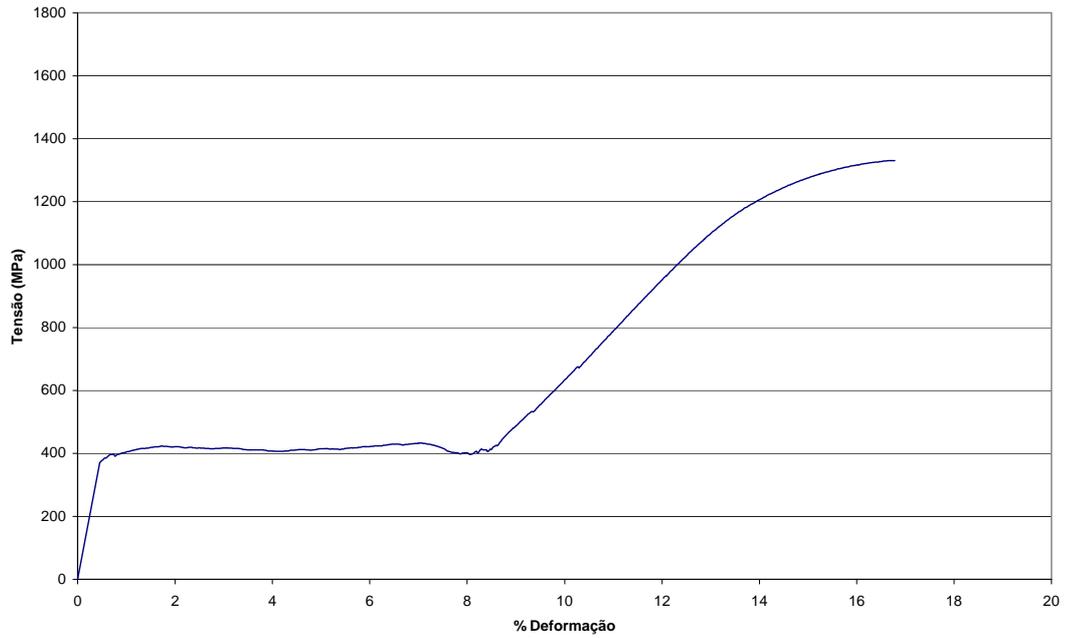
**Figura 39- Curva tensão x deformação a 37°C da liga de NiTi (M.Lab super-tt).**



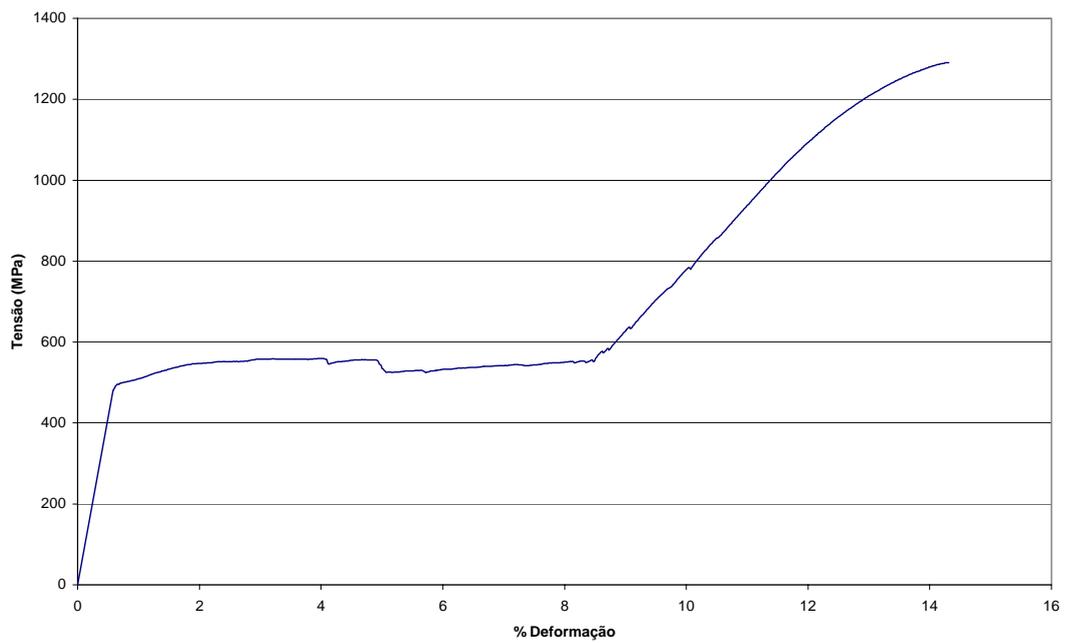
**Figura 40- Curva tensão x deformação a 25°C da liga de NiTi (M.Lab termo-tt).**



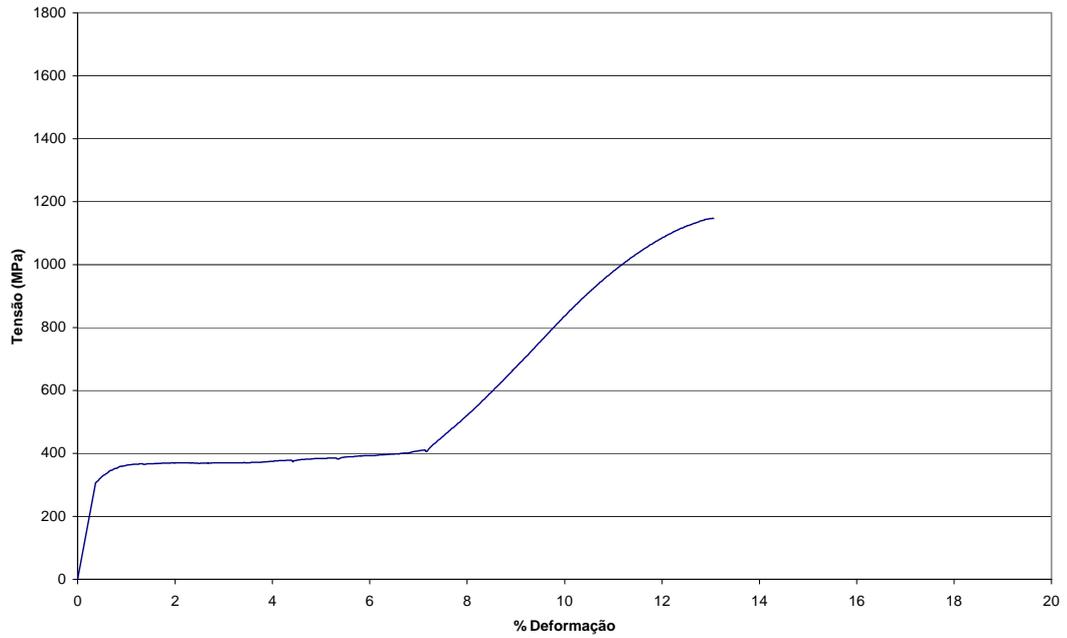
**Figura 41- Curva tensão x deformação a 37°C da liga de NiTi (M.Lab termo-tt).**



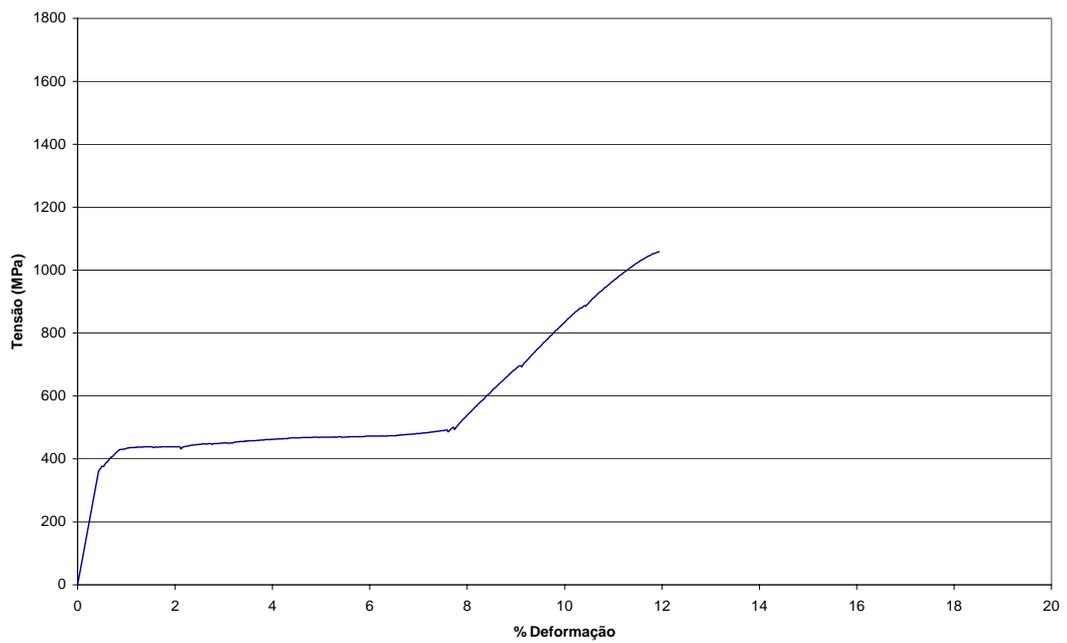
**Figura 42- Curva tensão x deformação a 25°C da liga de NiTi (M.super.tt).**



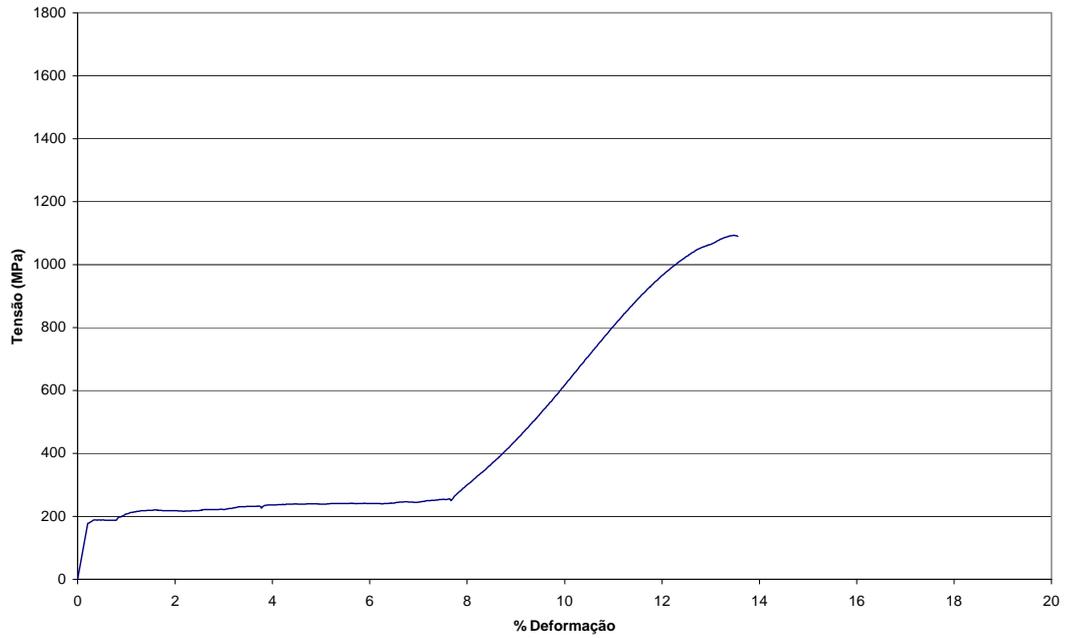
**Figura 43- Curva tensão x deformação a 37°C da liga de NiTi (M.super.tt).**



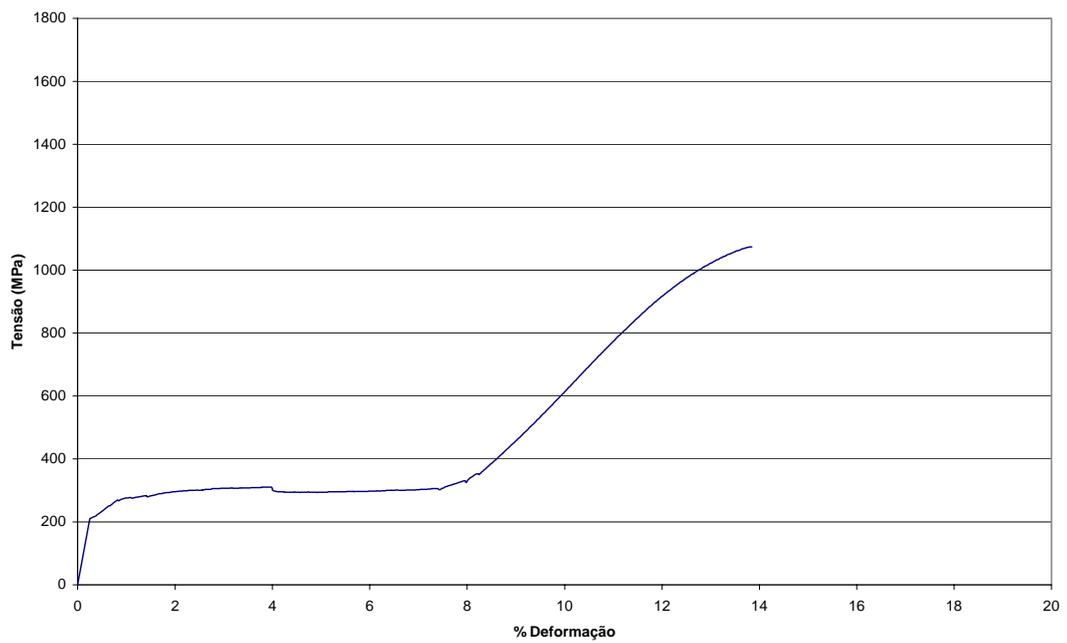
**Figura 44- Curva tensão x deformação a 25°C da liga de NiTi (M.com.super).**



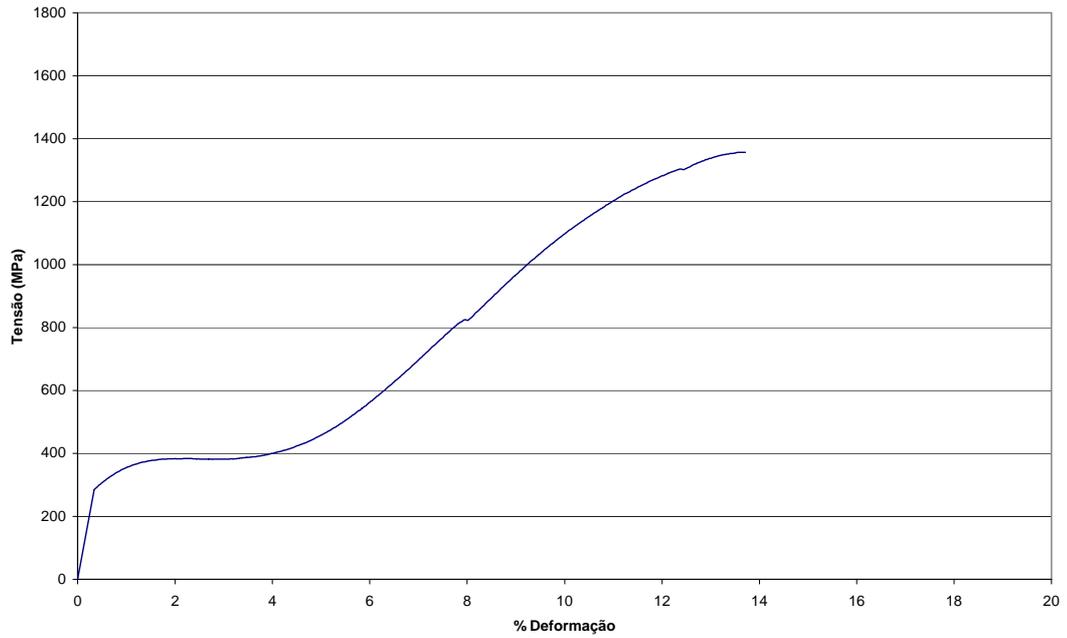
**Figura 45- Curva tensão x deformação a 37°C da liga de NiTi (M.comer super).**



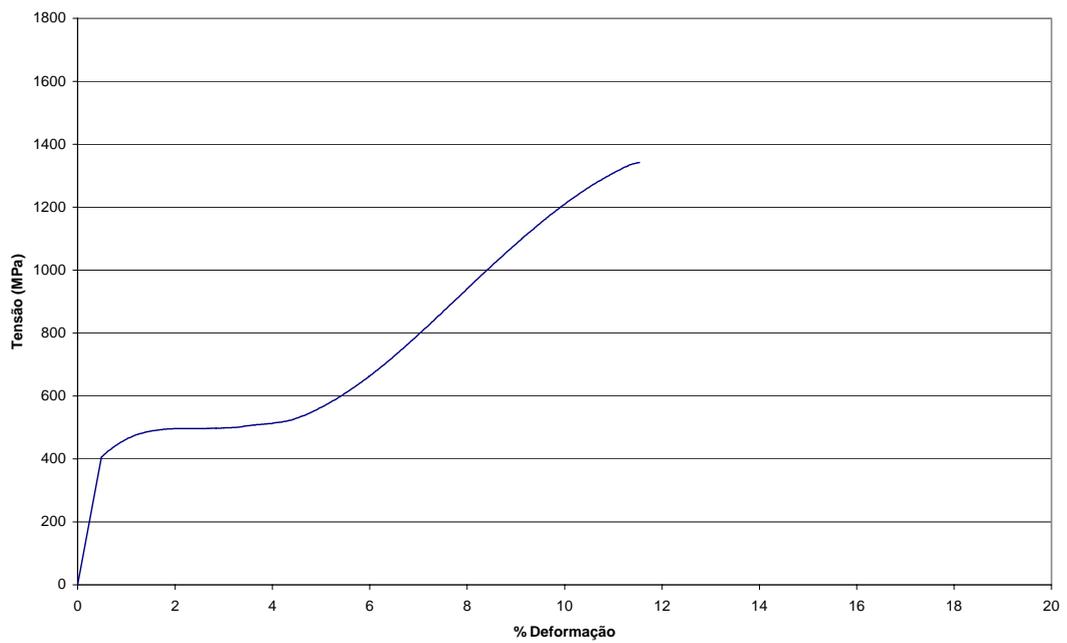
**Figura 46- Curva tensão x deformação a 25°C da liga de NiTi (M.comer termo).**



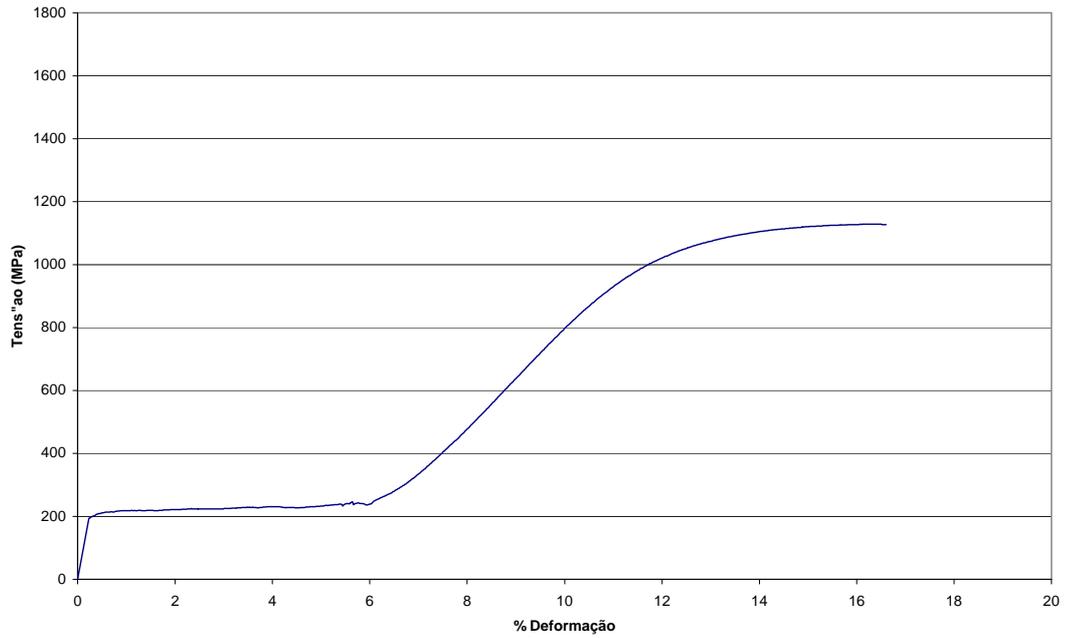
**Figura 47- Curva tensão x deformação a 37°C da liga de NiTi (M.comer termo).**



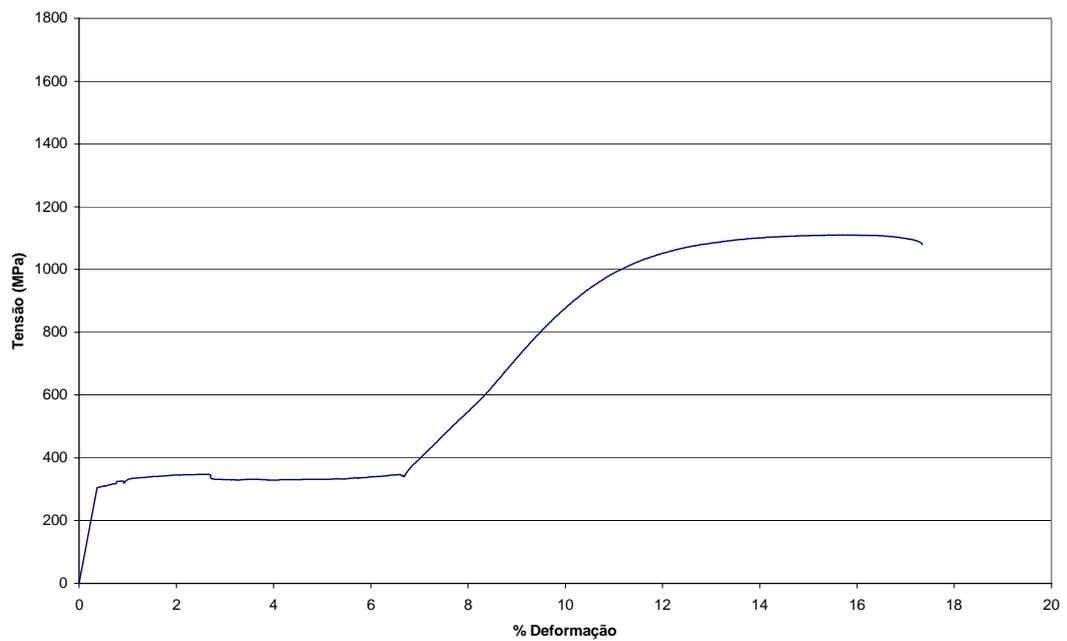
**Figura 48- Curva tensão x deformação a 25°C da liga de NiTi (3M.comer super).**



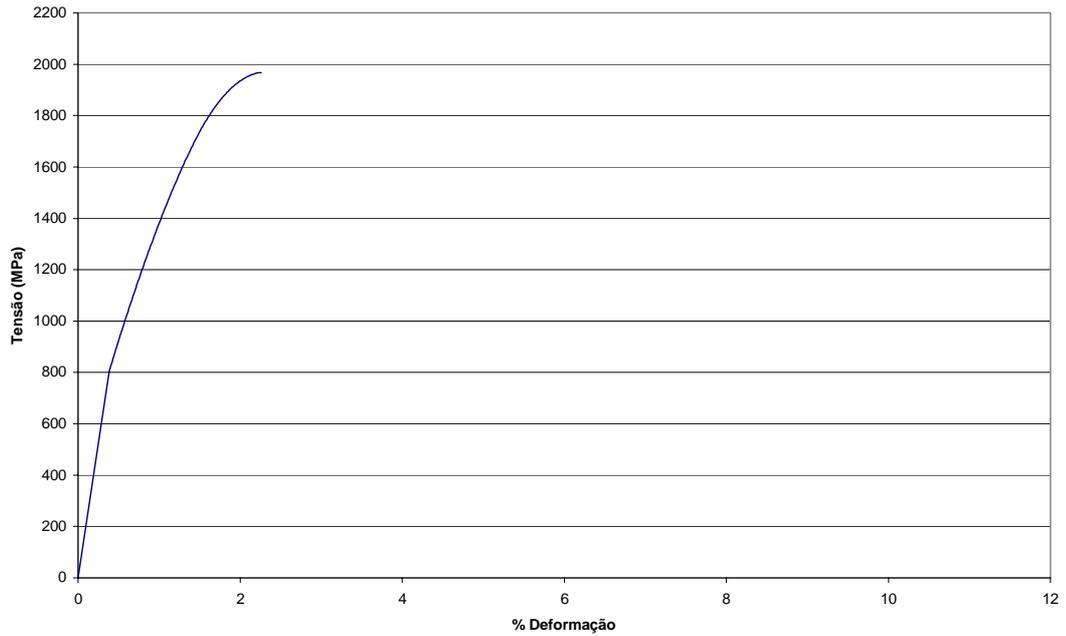
**Figura 49- Curva tensão x deformação a 37°C da liga de NiTi (3M.comer super).**



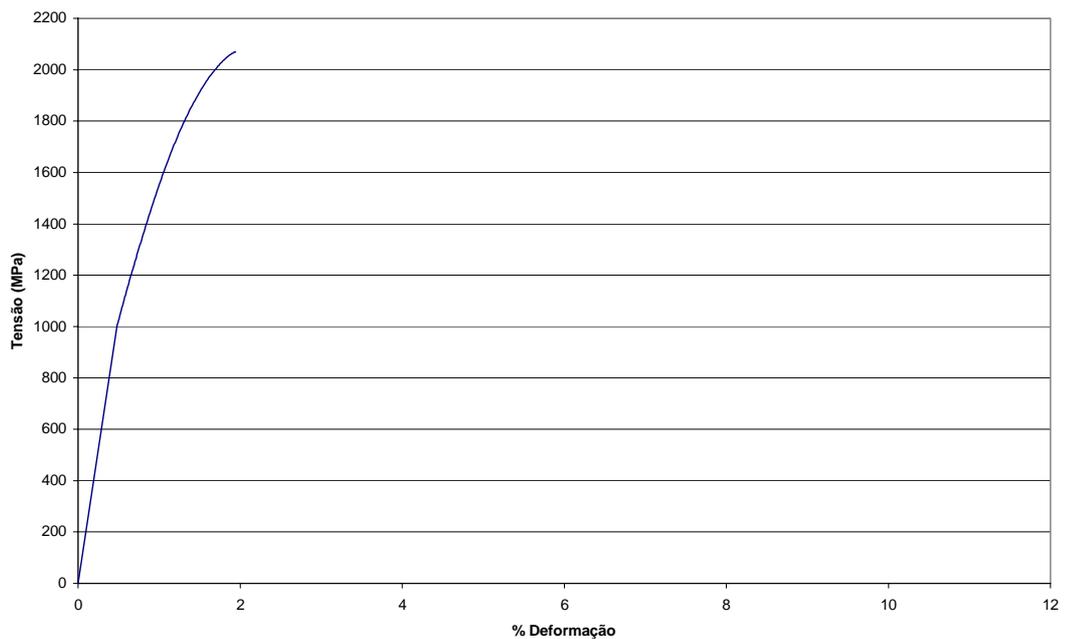
**Figura 50- Curva tensão x deformação a 25°C da liga de NiTi (3M.com.termo).**



**Figura 51- Curva tensão x deformação a 37°C da liga de NiTi (3M.com.termo).**



**Figura 52- Curva tensão x deformação a 37°C da liga de aço inoxidável 3M (Inox3M.com).**



**Figura 53- Curva tensão x deformação a 37°C da liga de aço inoxidável Morelli Ortodontia (Inox M.com).**

Os valores referentes a tensão máxima, deformação máxima (%), tensão no patamar elástico e deformação no patamar (%), das amostras superelásticas e termoativadas ensaiadas a 25°C e 37°C estão agrupadas nas tabelas 10 a 13 respectivamente.

**Tabela 10- Relação da tensão máxima, deformação máxima (%), tensão no patamar superelástico e deformação no patamar superelástico (%), obtidos através do ensaio de tração na temperatura de 25°C das amostras superelásticas**

<b>Amostras</b>	<b>Ms (°C)</b>	<b>Tensão patamar (MPa)</b>	<b>Deformação patamar (%)</b>	<b>Tensão máxima (MPa)</b>	<b>Deformação máxima (%)</b>
M.super.tt	9,73	417	7,4	1223	15,2
M.Lab.super-tt	9,84	420	7,6	1300	14,9
M.com.super	10,33	360	6,0	1147	13,0
3M.com.super	54,87	386	3,0	1357	13,7

**Tabela 11- Relação da tensão máxima, deformação máxima (%), tensão no patamar superelástico e deformação no patamar superelástico (%), obtidos através do ensaio de tração na temperatura de 37°C das amostras superelásticas.**

<b>Amostras</b>	<b>Ms (°C)</b>	<b>Tensão patamar (MPa)</b>	<b>Deformação patamar (%)</b>	<b>Tensão máxima (MPa)</b>	<b>Deformação máxima (%)</b>
M.super.tt	9,73	533	8,0	1320	14,0
M.Lab.super-tt	9,84	520	8,0	1300	16,0
M.com.super	10,33	453	6,8	1051	11,9
3M.com.super	54,87	480	2,5	1342	11,5

**Tabela 12- Relação da tensão máxima, deformação máxima (%), tensão no patamar superelástico e deformação no patamar superelástico (%), obtidos através do ensaio de tração na temperatura de 25°C das amostras termoativadas.**

<b>Amostras</b>	<b>Ms (°C)</b>	<b>Tensão patamar (MPa)</b>	<b>Deformação patamar (%)</b>	<b>Tensão máxima (MPa)</b>	<b>Deformação máxima (%)</b>
M.Lab.termo-tt	18,36	287	7,4	1240	15,0
M.com.termo	24,41	240	7,2	1090	13,5
3M.com.termo	32,0	228	5,5	1127	16,5

**Tabela 13- Relação da tensão máxima, deformação máxima (%), tensão no patamar superelástico e deformação no patamar superelástico (%), obtidos através do ensaio de tração na temperatura de 37°C das amostras termoativadas.**

<b>Amostras</b>	<b>Ms (°C)</b>	<b>Tensão patamar (MPa)</b>	<b>Deformação patamar (%)</b>	<b>Tensão máxima (MPa)</b>	<b>Deformação máxima (%)</b>
M.Lab.termo-tt	18,36	357	7,6	1236	16,8
M.com.termo	24,41	294	6,5	1074	13,8
3M.com.termo	32,0	331	6,2	1091	17,2

**Tabela 14- Relação da tensão máxima, deformação máxima (%), obtidos através do ensaio de tração na temperatura de 37°C das amostras de aço inoxidável.**

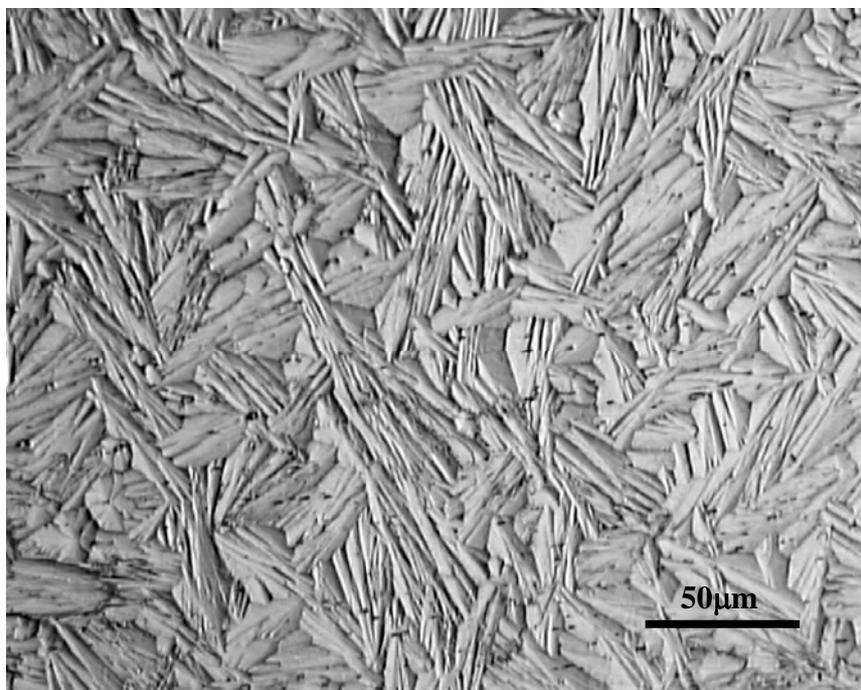
<b>Amostras</b>	<b>Tensão Escoamento (MPa)</b>	<b>Tensão máxima (MPa)</b>	<b>Deformação máxima (%)</b>
Inox3M.com	820	1950	2,1
Inox.M.come	1020	2100	2,0

Pela tabela 10 para as ligas superelásticas testadas a 25°C, pode-se observar que tanto a tensão do patamar quanto a tensão máxima diminuem quanto mais próximo a temperatura de ensaio fica de Ms, em outras palavras quanto mais alto for o valor de Ms. Esse resultado está de acordo com o comportamento geral descrito na figura 22 (66). Isso significa que quanto menor esse intervalo menor é a tensão necessária para induzir a transformação martensítica. Por outro lado a liga 3Mcomer.super cujo Ms apresenta o valor de 54,8°C, não obedece essa tendência, o que significa que o início da deformação no campo B2 + B19', aumenta a resistência mecânica pelo encruamento da martensita já existente ou pela constrição que provoca para a transformação do restante da fase B2. Pode-se observar também nessa tabela que quanto maior o intervalo entre a temperatura de ensaio e Ms, maior é a deformação no patamar superelástico, de acordo como já discutido por Shaw e Kyriakides (29).

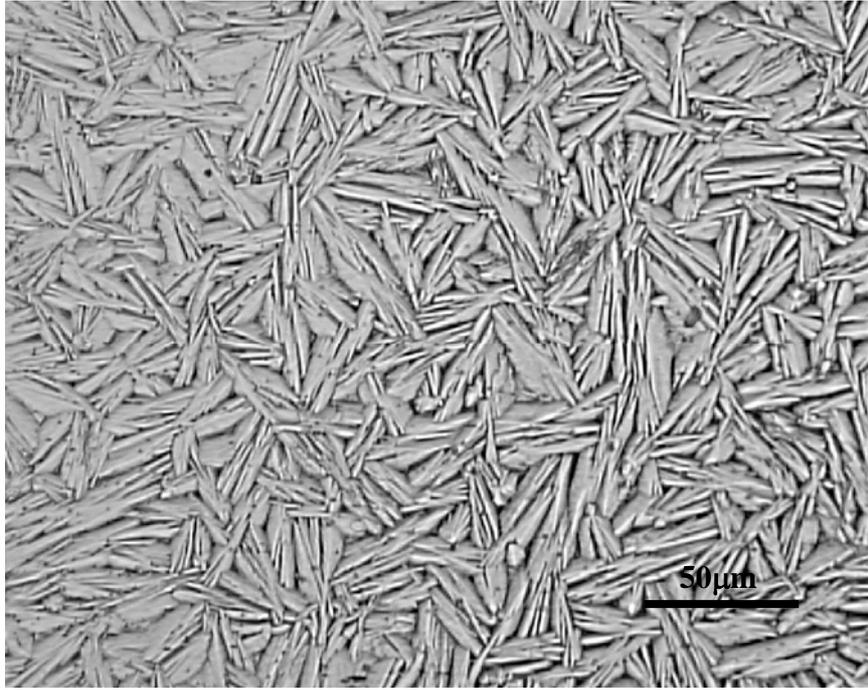
Essas mesmas tendências são observadas também para os ensaios realizados nas temperatura de 37°C, destacando que nesta temperatura a tensão de escoamento é mais alta que 25°C, de acordo com o esperado e em consonância com o conceito descrito acima, pois aumenta o intervalo de temperatura de ensaio e Ms.

As tabelas 12 e 13 para as ligas termoativadas mostram essas mesmas tendências destacando que os valores de tensão do patamar são mais baixos, pois os valores de Ms são mais elevados para este tipo de liga, exceto para a 3M.com.termo. provavelmente devido a martensita residual já que o Ms é muito próximo da temperatura de ensaio.

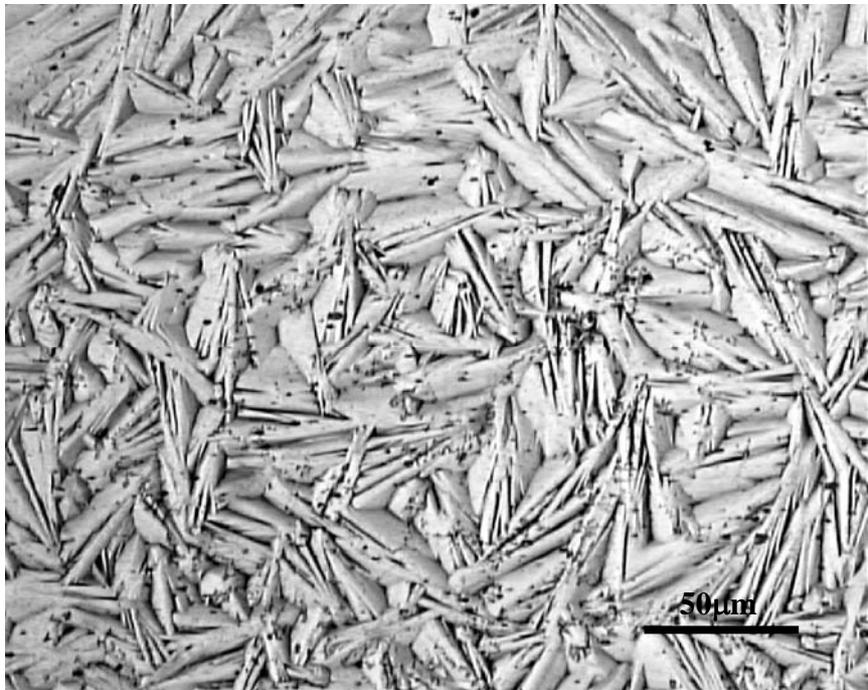
As figuras 54 a 60 mostram fotomicrografias ópticas das amostras de NiTi supererelásticas e termoativadas



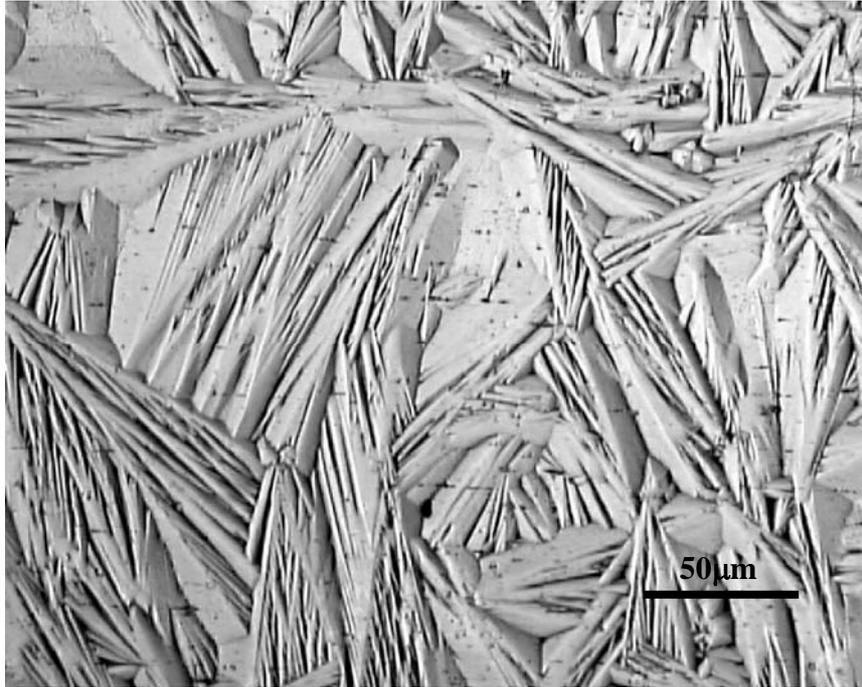
**Figura 54- Fotomicrografia da liga de NiTi (M.Lab super-tt).**



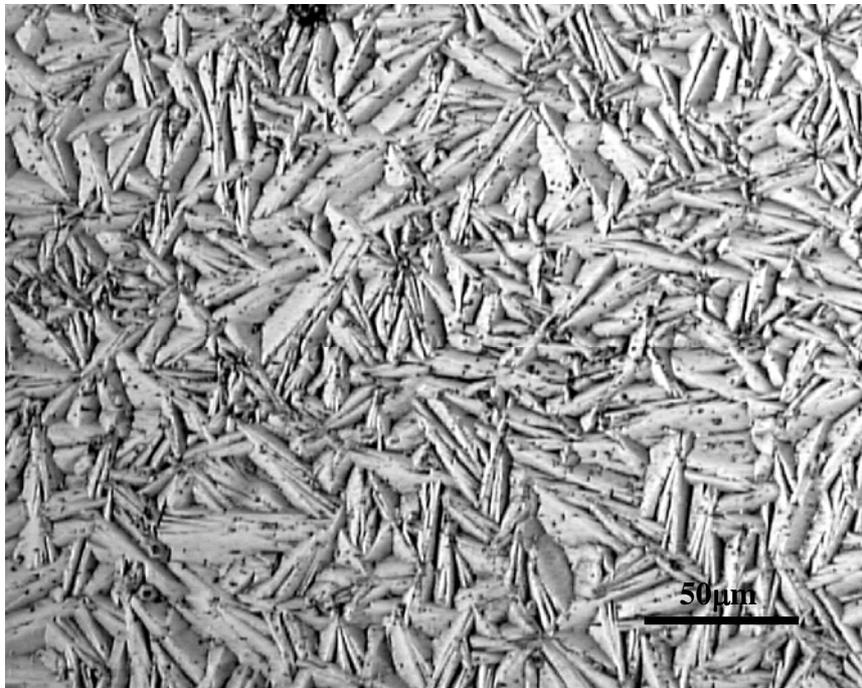
**Figura 55- Fotomicrografia da liga de NiTi (M.Lab termo-tt).**



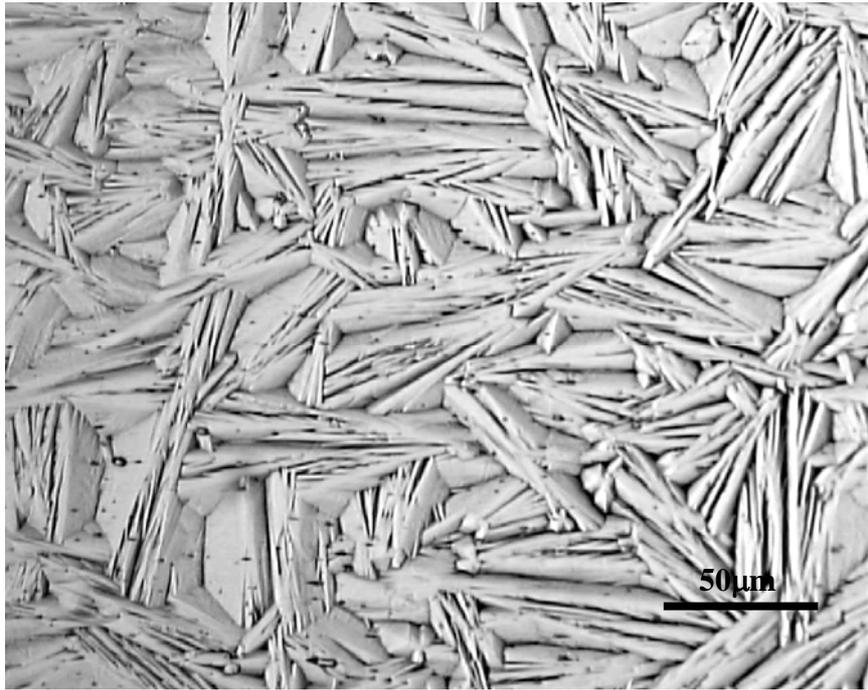
**Figura 56- Fotomicrografia da liga de NiTi (M.super.tt).**



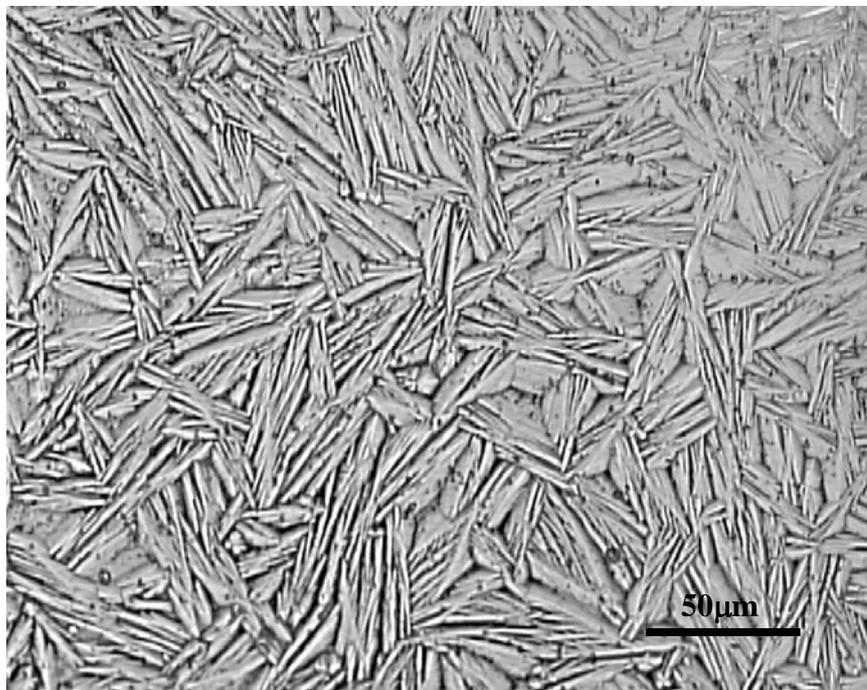
**Figura 57- Fotomicrografia da liga de NiTi (M.com-super).**



**Figura 58 - Fotomicrografia da liga de NiTi (M.com-termo).**



**Figura 59 - Fotomicrografia da liga de NiTi (3M.com.super).**



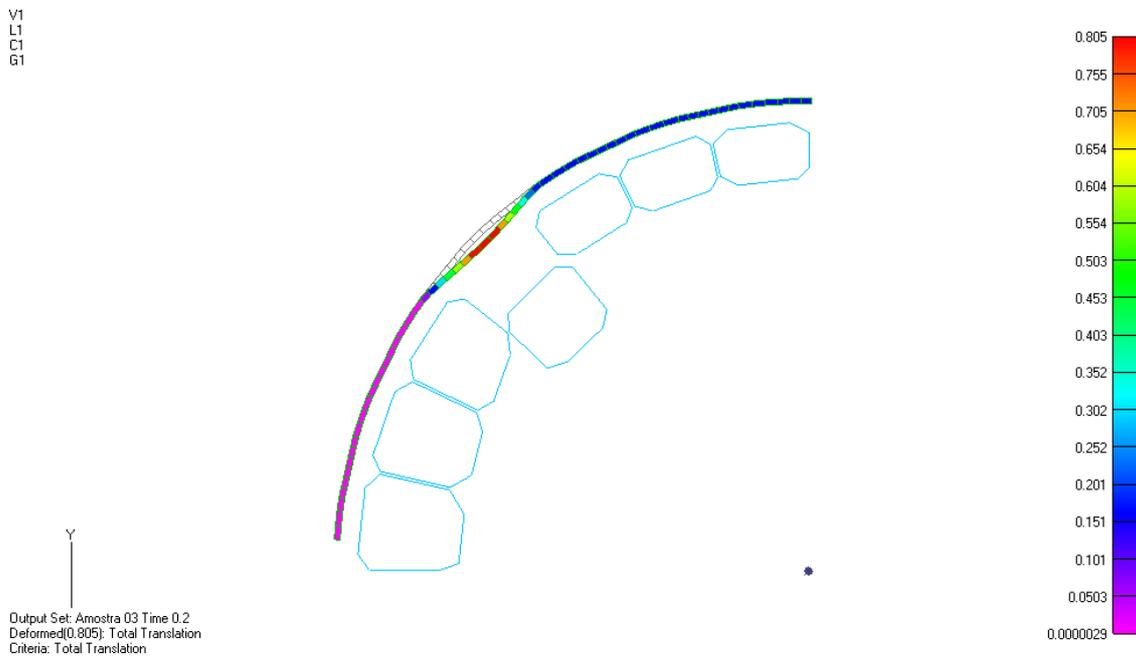
**Figura 60 - Fotomicrografia da liga de NiTi (3M.com.termo).**

As micrografias acima mostraram que existem diferenças significativas dos tamanhos dos domínios cristalográficos entre as amostras, bem como apresentam diferenças no aspecto maclado. Nesse último aspecto a presença de maclas parece mais acentuada na amostra 3M.coM.super.tt. Entretanto essas características, no presente trabalho, não permitem fazer uma relação direta com os resultados de propriedades mecânicas e de determinação das temperaturas de transformação em função das dificuldades de preparação como descritas no capítulo de Materiais e Métodos.

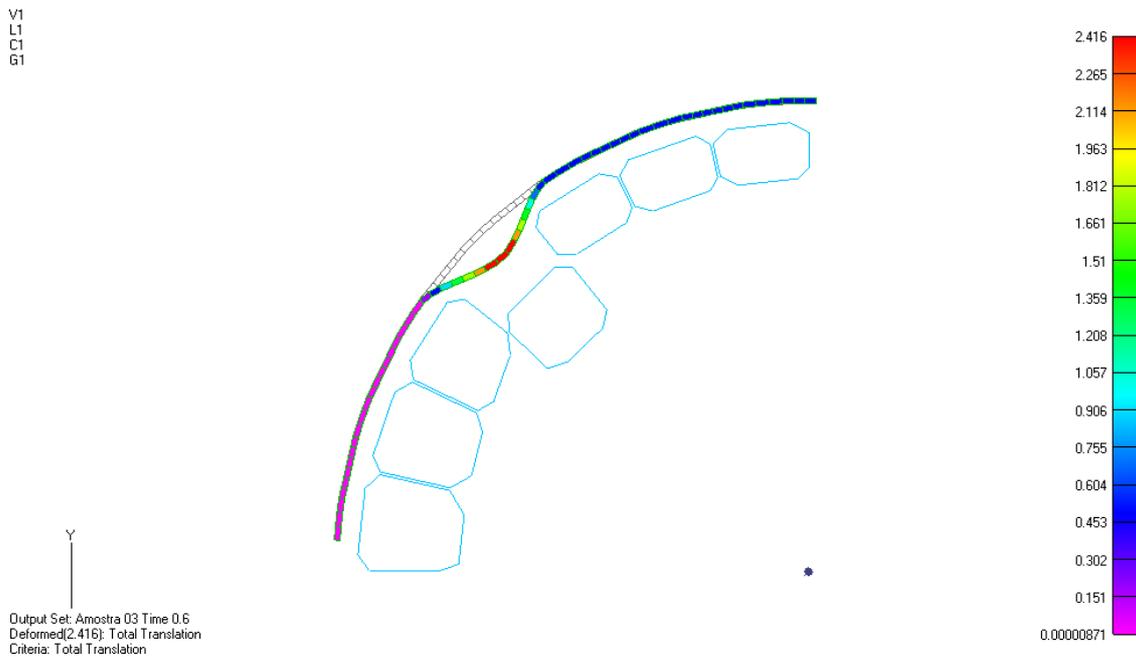
Para fazer uma estimativa das forças envolvidas durante a correção ortodôntica, na fase de alinhamento e nivelamento, utilizando fios de seção retangular e *brackets* de dimensão padrão comercial, fez-se a simulação por elementos finitos da ativação dos dentes considerando-se apenas as forças envolvidas na movimentação em um plano XY horizontal em relação a arcada dentária. Foi utilizado o programa NASTRAN 2003 licenciado para Akaer Engenharia. O objetivo desse modelo simplificado foi fazer a correlação entre os resultados obtidos na simulação com os ensaios de tração.

Nas figura 61 e 62 são apresentados os modelos considerados de um segmento da arcada para sete dentes, estando o fio engastado no dente localizado no topo da figura e livre para deslizar no sentido axial, simulando a movimentação dentária. O dente desalinhado indica aquele que se deseja movimentar. Nestas figuras os fios têm uma deflexão de 0,8mm e 2,4mm, respectivamente. Para esses cálculos tomou-se o módulo de elasticidade de 83GPa para as ligas de NiTi e de 210GPa para as ligas de aço inoxidável. O modelo analisado não levou em consideração a intrusão ou extrusão dos dentes mas somente o sentido transversal. Nesse modelo os elementos de contato não permitiam a movimentação do fio no sentido radial o que é uma restrição muito severa para a abordagem do problema. Entretanto não se

conhece na literatura dados que permitam fazer a simulação do movimento dos fios nos *brackets* durante o deslocamento dos dentes. Dessa forma os valores de tensão e sua relação com as forças resultantes dessa simulação são necessariamente super dimensionados



**Figura 61- Modelo considerado de um segmento da arcada para sete dentes, simulando a movimentação dentária para um deslocamento de 0,8mm. Escala em milímetros.**

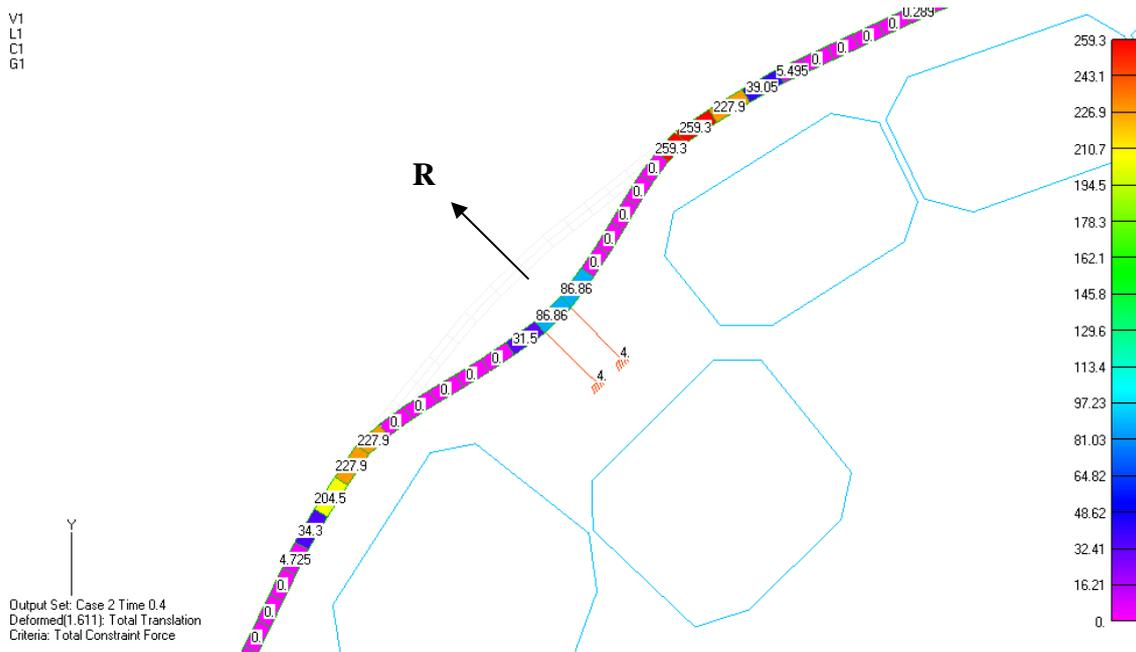


**Figura 62- Modelo considerado de um segmento da arcada para sete dentes, simulando a movimentação dentária para um deslocamento de 2,4mm. Escala em milímetros.**

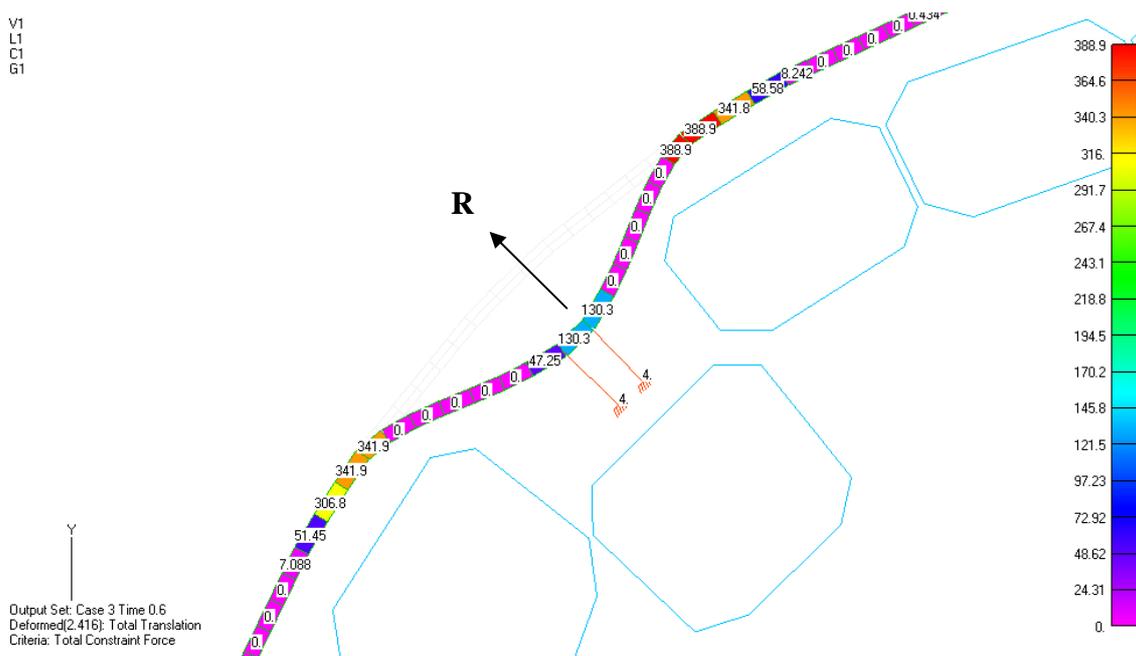
As figuras 63, 64 e 65 apresentam as forças resultantes para uma falta de alinhamento de 0,8mm, 1,6mm e 2,4mm, respectivamente. Os valores indicados nas figuras correspondem a resultante das forças radiais e tangenciais. As forças radiais (R) no plano XY, perpendicular à extensão do fio é aquela que apresenta a força no sentido do movimento do dente cujos valores para as diferentes situações de deslocamento serão apresentadas a seguir na tabela 14. A simulação tomando como referência a curva tensão x deformação a 37°C da liga M.Lab.super-tt apresentada na figura 39.







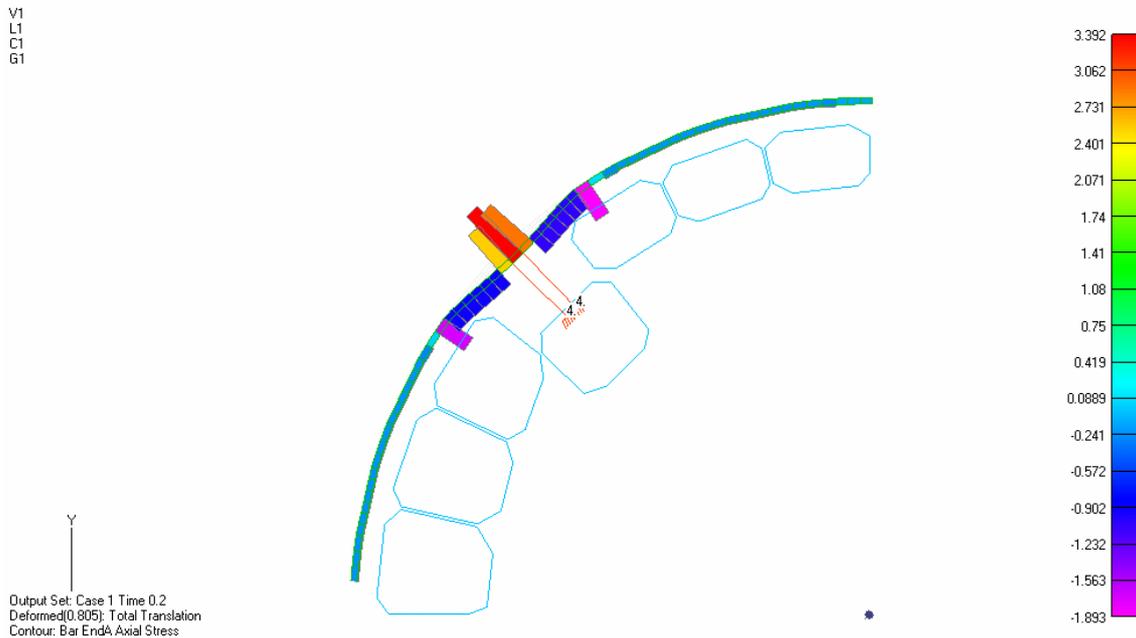
**Figura 67- Representação gráfica da resultante das forças radiais e tangenciais de uma deflexão de 1,6mm do arco ortodôntico de Aço inoxidável. Escala em N.**



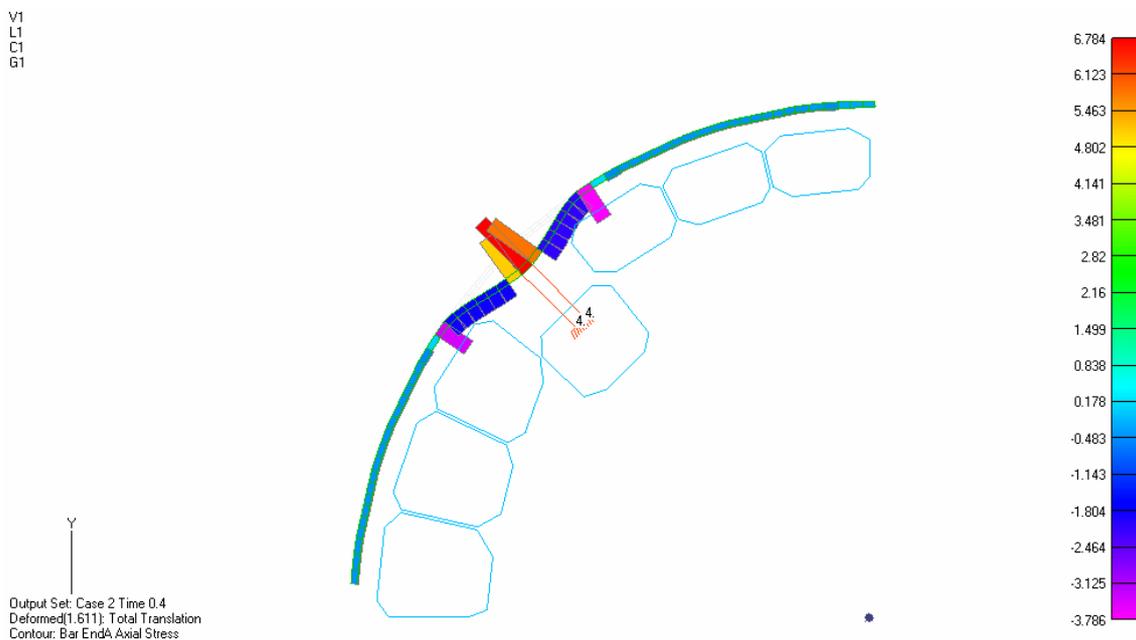
**Figura 68- Representação gráfica da resultante das forças radiais e tangenciais para a deflexão de 2,4mm do arco ortodôntico de Aço inoxidável. Escala em N.**

As figuras 69, 70 e 71 apresentam o resultado da simulação indicando as tensões axiais para as três posições consideradas para a liga de NiTi, indicando valores bem abaixo do que aqueles correspondentes aos valores de limites de

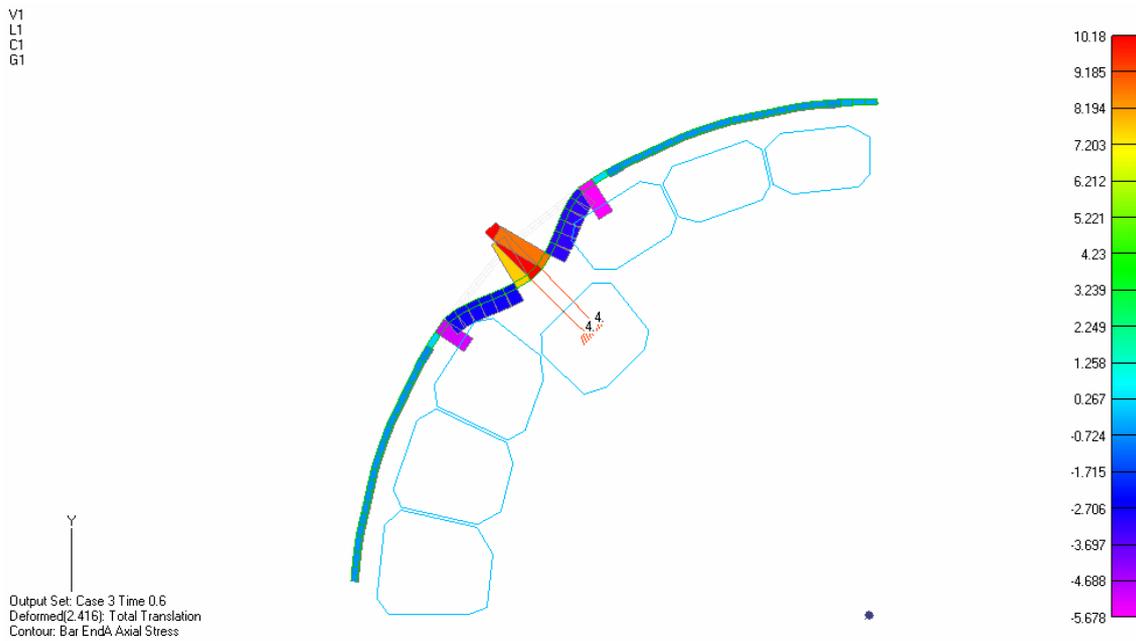
escoamento dessa liga. As figuras 72, 73 e 74 apresentam estas mesmas considerações para a liga de aço inoxidável.



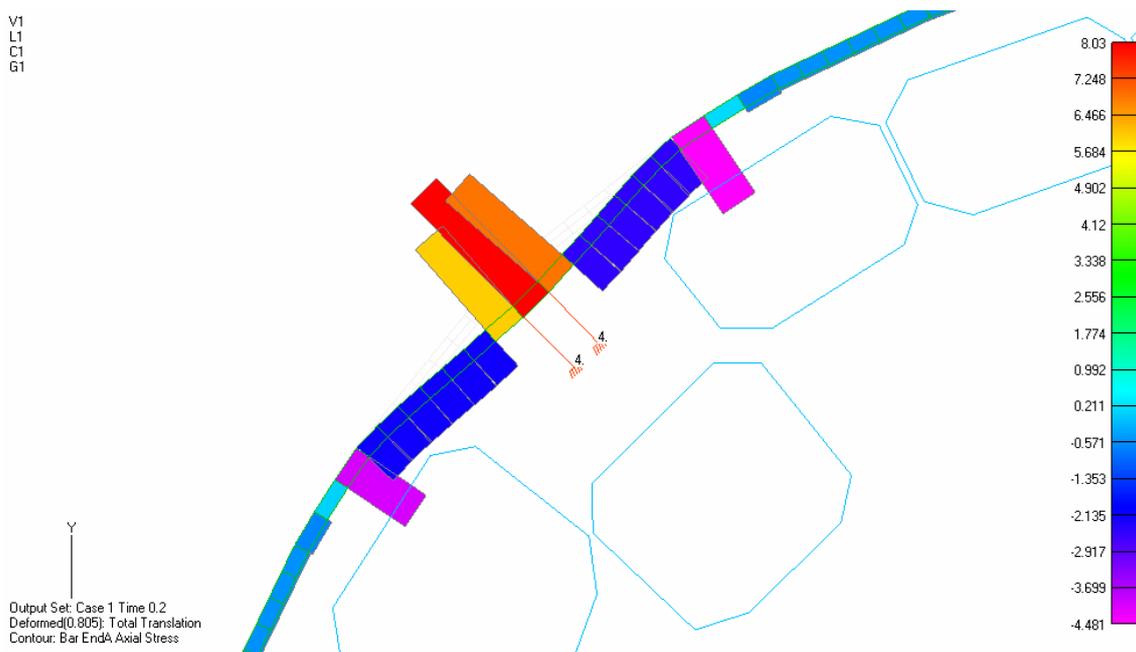
**Figura 69-** Resultado da simulação das tensões axiais para a distância de 0,8mm do arco ortodôntico ao *bracket* para a liga de NiTi. Escala em MPa.



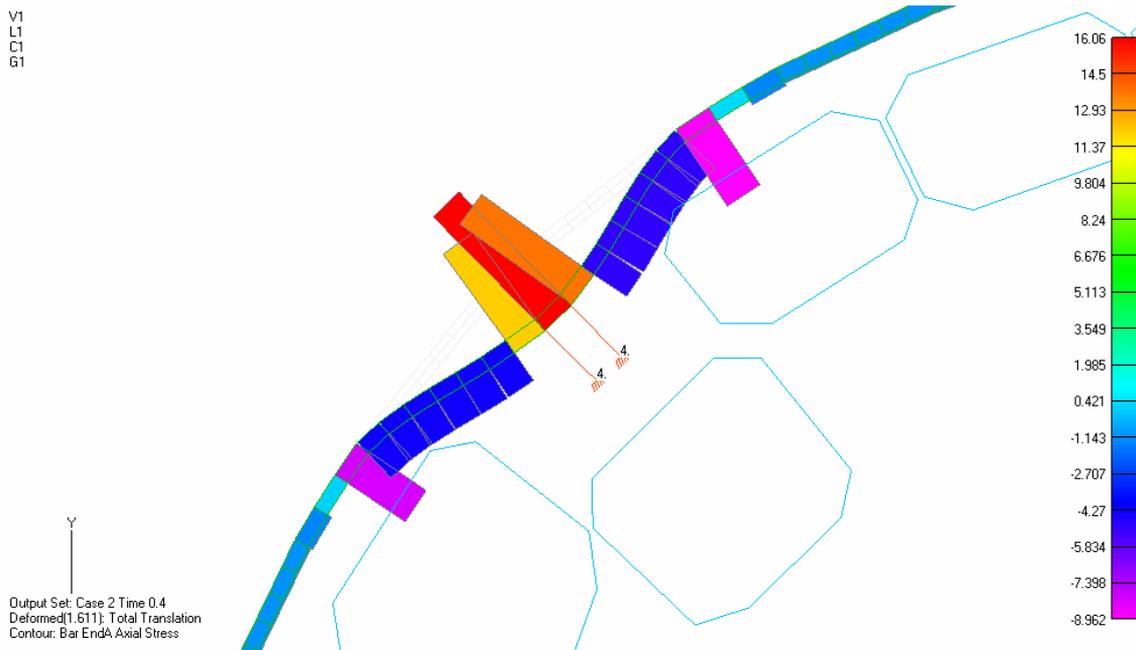
**Figura 70-** Resultado da simulação das tensões axiais para a distância de 1,6mm do arco ortodôntico ao *bracket* para a liga de NiTi. Escala em MPa.



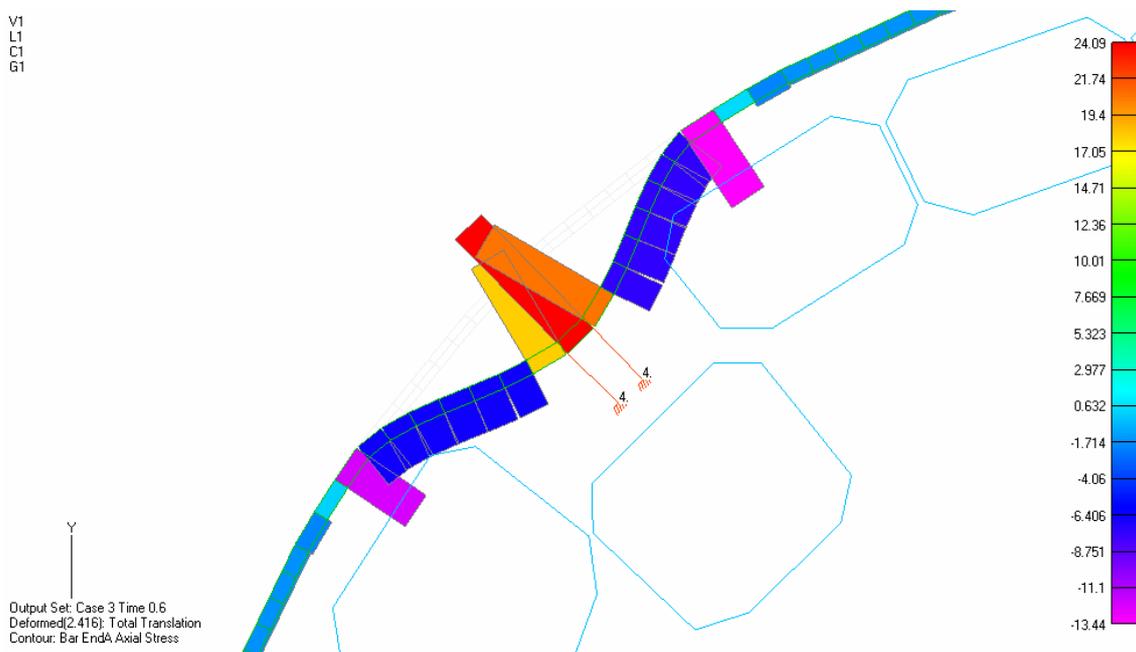
**Figura 71- Resultado da simulação das tensões axiais para a distância de 2,4mm do arco ortodôntico ao *bracket* para a liga de NiTi. Escala em MPa.**



**Figura 72- Resultado da simulação das tensões axiais para a distância de 0,8mm do arco ortodôntico ao *bracket* para a liga de Aço inoxidável. Escala em MPa.**



**Figura 73-** Resultado da simulação das tensões axiais para a distância de 1,6mm do arco ortodôntico ao *bracket* para a liga de Aço inoxidável. Escala em MPa.



**Figura 74-** Resultado da simulação das tensões axiais para a distância de 2,4mm do arco ortodôntico ao *bracket* para a liga de Aço inoxidável. Escala em MPa.

A tabela 14 apresenta os resultados para a amostra de NiTi e para a de aço inoxidável os valores das forças radiais no sentido de deslocamento do dente no plano XY e as tensões axiais, ambas na posição do dente em 0,8mm, 1,6mm e 2,4mm de deslocamento.

**Tabela14- Forças radiais e tensões axiais obtidas na simulação na posição do dente desalinhado.**

	<b>Afastamento do dente</b>	<b>Força tangencial (N)</b>	<b>Tensão axial (MPa)</b>
<b>Liga de NiTi</b>	0,8mm	17,45	3,39
	1,6mm	34,90	6,78
	2,4mm	52,35	10,18
<b>Liga de aço inox</b>	0,8mm	41,31	8,03
	1,6mm	82,63	16,06
	2,4mm	123,93	24,9

As ligas de NiTi superelásticas apresentaram no ensaio de tensão x deformação na temperatura de 25°C o valor mínimo de 360MPa para a liga M.com.super e o máximo de 420MPa para a liga M.Lab.super-tt, na região de superelasticidade. Na temperatura de 37°C os valores para este tipo de liga foram 453MPa para a M.com.super e 533MPa para a M.super.tt. Abaixo desses valores as ligas apresentam simplesmente a região elástica, característica do módulo de elasticidade da liga de NiTi. Portanto nas tensões resultantes das simulações de 0,8mm, 1,6mm e 2,4mm de flexão do arco de NiTi com o fio inserido no *bracket* ortodôntico, no eixo XY, por exemplo no caso do dentes superiores, no sentido transversal que vai da região palatina para a região vestibular, apresentava menos de 3,39MPa, 6,78MPa e 10,18MPa respectivamente para as ligas superelásticas. Essas tensões estão muito abaixo daquelas requeridas para a ocorrência do fenômeno de superelasticidade nessas ligas.

Para as ligas termoativadas os valores obtidos no gráfico tensão x deformação, para o patamar de superelasticidade, foram mais baixos que os obtidos nas ligas superelásticas. Na temperatura de 25°C o valor mais baixo foi da liga 3M.com.termo ficando em 228MPa e o valor mais alto foi da liga M.Lab.termo-tt de 287MPa. Para a temperatura de 37°C a liga M.com.termo apresentou o valor mais baixo de 294MPa e a liga M.Lab.termo-tt o mais alto de 357MPa. Mesmo as ligas termoativadas apresentando valores menores de tensão no patamar de superelasticidade, ainda assim estão muito além daquelas tensões resultantes obtidas no modelo de simulação apresentado.

As forças no sentido de deslocamento do dente em consequência das tensões geradas com a colocação dos fios, apresentado na tabela 14, mostram valores significativamente elevados comparado com aqueles normalmente reportados a partir de ensaios de flexão em três pontos apresentados na literatura (30,83-84). Entretanto os ensaios de flexão em três pontos não representam as restrições que o fio sofre quando em serviço na boca, instalado nos *brackets*, como já considerado por Wilkinson e cols. (84). Por outro lado, a natureza do instrumental utilizado para esse ensaio pode simular um comportamento superelástico mesmo quando o material não apresenta essas propriedades ou não tenha atingido a tensão crítica necessária para ativar a transformação de fase como analisado por Miura e cols e Santoro e cols. (24,30).

O ensaio de flexão através da aplicação do fio em *brackets*, tem sido considerado para apresentar um modelo de simulação das tensões mais próximo da situação real neste caso (30).

Mesmo com a presente simulação sendo considerada conservadora na medida que as forças resultantes possam ser superiores àquelas que acontecem na prática,

os valores das tensões ainda são significativamente baixos para que se considere a ocorrência do fenômeno de superelasticidade como ativo durante o tratamento, não sendo portanto, nas condições aqui colocadas, correto considerar uma força constante agindo sobre o dente até o seu posicionamento próximo do ideal.

## 5 CONCLUSÕES

As ligas comercialmente denominadas de termoelásticas tratadas por 10 minutos a 510°C apresentam valores de  $M_s$  mais elevados, embora tenham 0,31% de níquel a menos que aquelas comercialmente denominadas de superelásticas. Como  $M_s$  depende diretamente do nível de precipitação de  $Ni_3Ti_4$  esses valores mais elevados podem indicar que o nível de precipitação deste é fortemente dependente do tempo de tratamento térmico.

Os valores característicos de  $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$  e  $A_f$  variam em alguns casos significativamente em função da sua origem fabril, sendo em alguns casos considerados inapropriados para a denominação comercial atribuídas a estes.

Os ensaios de tração mostraram que existe uma estreita dependência da tensão de escoamento, tensão máxima e do patamar de deformação com comportamento superelástico, com a temperatura  $M_s$ , diminuindo todos a medida que o valor dessa temperatura aumenta.

Os ensaios de tração a 37°C apresentaram as mesmas dependências para os ensaios a 25°C e mostraram uma tensão do patamar de deformação com comportamento superelástico mais alto em função do aumento do intervalo de temperaturas de ensaio e de transformação  $M_s$ .

A simulação dos esforços sobre os dentes, mesmo feito de forma possivelmente superestimada mostra que, nestas condições, não se pode considerar a ocorrência do fenômeno de superelasticidade durante o tratamento ortodôntico para as ligas de NiTi, diminuindo esta em função do deslocamento do dente e apresentando níveis de tensão mais baixas que aqueles apresentados para o aço inoxidável.

## 6 BIBLIOGRAFIA

- 1- Wilkinson, J. V., "Some metallurgical aspects of orthodontic stainless steel"; Angle Orthod., v.48, p.192-206, 1962.
- 2- Thurow R C, "Edgewise Orthodontics"; 4th., Ed. Samuel Harshberger, Ed. C.V.Mosby Company, p.42-66, 1972.
- 3- Kapila, S. ; Sachdeva, R., "Mechanical properties and clinical applications of orthodontic wires"; Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop., v.96, p.100-09, 1989.
- 4- Chan LC; Read T A . Trans AIME, v.191, p.47, 1951.
- 5- Paula, A .S.; Canejo,J.P.H.G.; Martins, R.M.S.;Braz Fernandes, F.M., " Effect of thermal cyclin on the transformation temperature ranges of a Ni-Ti shape memory alloy"; Mater Sci. Eng. A, v.378, p.92-96, 2004.
- 6- Buehler, W. J.; Gilfrich, J.V.; Wiley, R.C., "Effect of low temperature phase changes the mechanical properties of alloys near composition of NiTi"; Journal of Applied Physics, v.34, p.1475-1484, 1963.
- 7- Wasilewski, R.J; "The effects of applied stress on the martensitic transformation in NiTi"; Metall. Trans. A, p.2973-2981, 1971.
- 8- Jackson, C. M.; Wagner, H.J.; Wasilewski, R.J. "55 Nitinol – the alloy with memory: its physical metallurgy, properties and applications"; NASA – SP5110.
- 9- Ling, H.C.; Kaplow, R.;"Phase transition and shape memory in NiTi"; Metall. Trans. A, v.11A, p.77-83. 1980.
- 10- Andreassen, G.F.; Brandy, P.R., "A use hypotesis for 55 nitinol wire for Orthodontics"; Angle Orthod., v.42, p.172-177, 1972.
- 11- Somsen, C.H.; Zähres, H.; Kastner, J.; Kakeshita, T.; Saburi, T., "Influence of thermal annealing on the martensitic transitions in Ni-Ti shape memory alloys"; Mater. Sci. Eng. A., v.310, p.273-275, 1999.
- 12- Graber, T.M.; Vanarsdall, R.L.; "Ortodontia – Princípios e Técnicas Atuais"; 2 Ed., Ed. Guanabara Koogan S.A, p.579-635, 1996.

- 13- Angle, E.H., "The latest and the best in orthodontic mechanisms"; Dent Cosmos v.70, p.1143-1158, 1928.
- 14- Proffit, W.R. "Ortodontia Contemporânea"; 2 Ed., Editora Guanabara Koogan S.A., p 265-288, 1995.
- 15- Callister, W.D., "Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução"; 5ªEd. LTC, p.108-146, 2002.
- 16- Rock Mountain Dental Products Company, "Orthodontic wires"; 1957.
- 17- Kuzy, R.P.; Greenberg, A.R., "Comparison of the elastic properties of nickel-titanium and beta-titanium arch wires"; Am. J. Orthod, v.82 , p.199-205, 1982.
- 18- Kusy, R.P.; Dilley, G.J.; "Elastic modulus of triple-standard stainless arch wire via three and four point bending"; J. Dent. Res., v.63, p.1232-1240, 1984.
- 19- West, A.E.; Jones, M.L.; Newcombe, R.G., "Multiflex versus superelastic: A randomized clinical trial of the tooth alignment ability of initial arch wires"; Am. J. Orthod. Dentofac Orthop, v.108, n.5, p.464-71, 1995.
- 20- Ricketts, R.M.; Bench, R.W.; Gugino, C.F.; Hilgers, J.J.; Schulhof, R.J., "Bioprogressive therapy"; Book 1, Rock Mountais Communications, 1979.
- 21- Burstone, C.J.; Goldberg, A.J., "Beta- Titanium : a new orthodontic alloy"; Am J. Orthod., v.77, p.121-32, 1980.
- 22- Burstone, C.J., "Variable-modulus orthodontics"; Am. J. Orthod, v.80, p.1-16, 1981.
- 23- Linge, L.; Linge, B.O., "Patient characteristics and treatment variables associated with apical root resorption during orthodontic treatment"; Am. J. Orthod Dentofac. Orthop, v.99, p.35-43, 1991.
- 24- Miura, F.M.; Ohura, Y.; Hamanaka, H., "The super-elastic property of apanese NiTi alloy wire for use in orthodontics"; Am J. Orthod. Dentofac. Orthop., v.90, p.1-10, 1986.
- 25- Oltjen, J.M.; Ducanson, M.G.; Ghosh, J.; Nanda, R.S.; Currier, G.F., "Stiffness deflection behavior of select orthodontic wires"; Angle Orthod, v.67, p.209-214, 1997.

- 26- Mullins, W.S.; Baghy, M.D.; Norman, T.I., "Mechanical behavior of thermo responsive orthodontic archwires"; *Dent Mat.*, v.12, p.308-314, 1996.
- 27- Sachdeva, R.C.; Miyazaki, S., "Superelastic Ni-Ti alloys in orthodontics", Duering, T.W.; Melton, K.N.; Stockel, D.; Wayman, C.M.; Editors; *Engineering aspects of shape memory alloys*, Butterworth-Heinemann, London, p.452-469, 1990.
- 28- Acar, A.; Canyurek, U.; Kocaaga, M.; Everdi, N., "Continuous vs. Discontinuous force application and root resorption"; *Angle Orthod*, v.69, p.159-164, 1999.
- 29- Shaw, J.A.; Kyriakides, S.; "Thermomechanical aspects of NiTi"; *J. Mech. Phys. Solids*; v.43, n.8, p.1243-1281, 1995.
- 30- Santoro, M.; Nicolay, O.F.; Cangialosi, T.J.; "Pseudoelasticity and thermoelasticity of nickel-titanium alloys: A clinically oriented review. Part I: Temperature transitional ranges"; *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, v.119, p.587-593, 2001.
- 31- Sehitoglu, H.; Jun, J.; Zhang, X.; Karaman, I.; Chumlyakov, Y.; Maier, H.J.; Gall, K., "Shape memory and pseudoelastic behavior of 51,5% NiTi, single crystals in solutionized and overaged state"; *Acta Mater*, n.49, p.3609-3620, 2001.
- 32- Yoneyama, T.; Dóí, H.; Hamanaka, H., "Bending properties and transformation temperatures of heat treated NiTi alloy wires for orthodontic appliances"; *J. Biomed Mater Res.*, v.27, p.339-42, 1993.
- 33- Bourauel, C.; Drescher, D.; Ebling, J.; Broome, D.; Kanarachos A.; "Superelastic nickel titanium retraction springs – an experimental investigation of force systems"; *Eur J. Orthod*; v.19; p.491-500, 1997.
- 34- Jones, M.L.; Staniford, H; Chan, C., "Comparison of superelastic NiTi and Multi-stranded stainless wires in initial alignment"; *J. Clin. Orthod*, v.24, p.611- 13, 1990.
- 35- Edie, J. W.; Andreassen, G.F.; Zaytoun, M.P., "Surface corrosion of nitinol and stainless steel under clinical conditions"; *Angle Orthod*, v.51, p.319-24, 1981.
- 36- Clinard, K.; vonFraunhofer, J.A.; Kuflinec, M.M., "The corrosion susceptibility of modern orthodontic spring wires"; *J. Dent Res.*, Abst. 60, p.628, 1981.
- 37- Sarkar, N.K.; Schwaninger, B., "The in-vivo corrosion of nitinol wire"; *J. Dent. Res.*, Abst. 59, p.528, 1980.

- 38- Schawaninger, B.; Sarkar, N.K.; Foster, B.E., "Effect of long term immersion corrosion on the flexural properties of nitinol"; *Am. J. Orthod.*, v.82, p.45-9, 1982.
- 39- Lopez, H.F., "Transformation induced toughening in a NiTi 52 shape memory alloy"; *Mater. Letters*, n.51, p.144-150, 2001.
- 40- Nicholson, J.A., "An analysis of nitinol in a simulated oral environment"; *Am. J. Orthod.*, v.85, p.453, 1984.
- 41- Garner, L.D.; Allai, W.W.; Moore, B.K.; "A comparison of frictional forces during stimulated canine retraction of a continuous edgewise arch wire"; *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.* v.90, p.199-203, 1986.
- 42- Kapila, S.; Angolkar, P.V.; Duncanson, M.; Nanda, R.S. "Evaluation of frictional between edgewise stainless steel brackets and orthodontic wires of four alloys"; *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, v.98, p.117-126, 1990.
- 43- Vaughan, J.L.; Duncanson, M.G.; Nanda, R.S.; Currier, G.F. "Relative kinetic frictional forces between sintered stainless steel brackets and orthodontic wires" *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.* v.107, p.20-27, 1995.
- 44- Humbeeck, J.V.; Stalmans, R.; Besselink, P.A. "Shape memory alloys"; *Metals as Biomaterials*. Ed. Helsen and Breme, 1998.
- 45- JOM; "Shape Memory Alloys: properties and biomedical applications"; Oct. 2000.
- 46- ASM Specialty Handbook, "Nickel, Cobalt and Their Alloys"; Ed. American Society for Metals, p.335, 2000.
- 47- Brooks, Charlie, "Heat Treatment Structure and Properties of Nonferrous Alloys"; Ed. American Society for Metals, p.161, 1982.
- 48- Garay, J.E; Anselmi-Tamburini, U.; Munir, Z.A., "Enhance growth of intermetallic phases in the NiTi system by current effects"; *Acta Mater.*, v.51, p.4487– 4495, 2003.
- 49- Nishida, M.; Honma, T., "All-round shape memory effect in Ni-Rich TiNi alloys generated by constrained aging"; *Scripta Metall*, v.18, p.1293-98, 1984.
- 50- Murray, J.L, in: P. Nash (Ed), "Phase Diagrams of Binary Nickel Alloys"; ASM, Materials Park, p.342, 1991.

- 51- Liu, Y.; Yang, H.; Voigt, A. "Thermal analysis of the effect of aging on the transformation behaviour of Ti- 50.9at.% Ni"; *Mat. Science and Engineering A* n.360, p.350-355, 2003.
- 52- Zhu, J.S.; Gotthardt, R.; "New phase transition peak in NiTi alloy"; *Phys. Lett. A*, v.132, n.5, p.279-282, 1988.
- 53- Favier, D.; Liu, P.G.; McCormick, "Three stage transformation behaviour in aged NiTi"; *Scripta Metall*, v.28, n.6, p.669-672, 1993.
- 54- Kompatscher, M.; Demé, B.; Kostorz, G.; Somsen, Ch.; Wassermann, E.F, "Small angle neutron scattering of precipitates in NiTi shape memory alloys"; *Acta Mater.*, v.50, p.1581-1586, 2002.
- 55- Honma, I.; Takei, H.; *J. Japan Inst. Met*, v.39, p.175, 1975.
- 56- Saburi, T.; Tatsumi, T.; Nenno, S.; *Proc. Int. Conf. on Martensitic Transformations (ICOMAT)*, p. C4- 261; 1982.
- 57- Ling, H.C.; Kaplow, R, "Stress-induced shape changes and shape memory in the R and martensite transformations in equiatomic NiTi"; *Metall. Trans. A*, v.12A, p.2101-2111, 1981.
- 58- Knowles, K.M.; Smith, D.A.; "The crystallography of the martensitic transformation in equiatomic nickel-titanium"; *Acta Metall.*, v.29, p.101-110, 1981.
- 59- Saburi, T.; Yoshida M.; Nenno, S.; "Deformation behavior of shape memory Ti-Ni alloy crystals"; *Scripta Metall.*, v.18, n.4, p.363-366, 1984.
- 60- Miyazaki, S.; Kimura, S.; Otsuka, K.; Suzuki, Y., "The habit plane and transformation strains associated with the martensitic transformation in Ti-Ni single crystals"; *Scripta Metall*, v.18, n.9, p.883-888, 1984.
- 61- Kudoh, Y., Tokonami, M.; Miyazaki, S.; Otsuka, K., "Crystal structure of the martensite in Ti-49.2 at.%Ni alloy analyzed by the single crystal x-ray diffraction method"; *Acta Metall.*, v.33, n.11, p.2049-2056, 1985.
- 62- Matsumoto, O.; Miyazaki, S.; Otsuka, K.; Tamura, H.; "Crystallography of martensitic transformation in Ti-Ni single crystals"; *Acta Metall.*, v.35, n.8, p.2137-2144, 1987.

- 63- Nishida, M.; Wayman, C.M.; Kainuma, R.; Honma, T.; "Further electron microscopy studies of the Ti<sub>11</sub>Ni<sub>14</sub> phase in an aged Ti<sub>52</sub> at% Ni shape memory alloy"; Scripta Metall. v.20, p.899-904, 1986.
- 64- Liu, Y.; McCormick, P.G.; "Influence of heat treatment on the mechanical behaviour of a NiTi Alloy"; ISIJ, v.29, n.5, p.417-422, 1989.
- 65- Miyazaki, S; Ohmi,Y; Otsuka,K; Suzuki,Y J.Phys.Colloq, v.43, C4-255, 1982
- 66- Saburi,T; Tatsumi,T e Nenno,S. J.Phys Clooq, 43, C4 261, 1982
- 67- Miyazaki, S; Otsuka,K; Suzuki,Y; "Transformation pseudoelasticity and deformation behavior in a Ti-50.6at%Ni alloy"; Scr. Metall, v.15, p.287-292, 1981.
- 68- - Miyazaki, S.; Imai,T; Otsuka,K; Suzuki,Y; "Lüders-like deformation observed in the transformation pseudoelasticity of a Ti---Ni alloy"; Scr. Metall v.15, p.853-56, 1981.
- 69- Takei,F.; Miura, T; - Miyazaki, S; Kimura,S.; Otsuka,K; Suzuki,Y,"Stress-induced martensitic transformation in a Ti-Ni single crystal"; Scr. Metall., v.17, p.987-992, 1983.
- 70- Miyazaki, S Kimura,S Takei,F.; Miura, T; Otsuka,K; Suzuki,Y, "Shape memory effect and pseudoelasticity in a Ti---Ni single crystal"; Scr. Metall, v.17, p.1057-1062, 1983.
- 71- Miyazaki, S; Imai,T; Igo, Y; Otsuka,K;"Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of NiTi alloys"; Metall Trans A, v.11A, p.115-120, 1986.
- 72- Miyazaki, S ; Wayman, C.M., "The R-phase transition and associated shape memory mechanism in NiTi single crystals"; Acta Metall., v.36, p.181-192, 1988.
- 73- C.M.Hwang, Meichle, M; Salamon, M.B ; Wayman, C.M. Phil Mag A, v.47, p.31. 1983.
- 74- Salamon, M.B; Meichle, M; Wayman, C.M; Phys. Rev B, v.31, p.7306, 1985.
- 75- Ling, H.C. ; Kaplow,R.; "Phase transitions and shape memory in NiTi"; Metall Trans A, v.11a, p.77-83, 1980

- 76- Miyazaki, S; Otsuka,K; Phil Mag A; v.50, p.393, 1984,
- 77- Miyazaki, S; Otsuka,K; "Deformation and transition behavior associated with the R-phase in NiTi alloys"; Metall Trans A, v.17A , p.53-63, 1986.
- 78- Miyazaki, S; S Kimura; Otsuka,K; Phil Mag A; 57, p.467, 1988.
- 79- Nishida, M.; Wayman, C.M; Honma,T; "Precipitation process in near equiatomic Ti-Ni shape memory alloys"; Metall Trans A 17 A, p.1505-1515, 1986.
- 80- Miyazaki, S; Otsuka, K., "Development of shape memory alloys"; ISIJ International, v.29, n.5, p.353-377, 1989.
- 81- Allafi, J.K.; Dlouhy, A .; Eggeler, G.; "Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>- precipitation during of NiTi shape memory alloys and its influence on martensitic phase transformation"; Acta Mater. V.50, p.4255-4274, 2002.
- 82- McNaney, J.M.; Imbeni, V.; Jung,Y.; Papadopoulos,P.; Ritchie, R.O "An experimental study of the superelastic effect in a shape-memory nitinol alloy under biaxial loading"; Mech. Mater, v.35, p.969-986, 2003.
- 83- Taneja,P.;Duncanson,M.G.; Khajotia, S.S; Nanda, R. "Deactivation force-deflection behavior of multistranded stainless steel wires" Am J. Orthod. Dentofac. Orthop. v.124, p.61-68, 2003.
- 84- Wilkinson, P.; Dysart, P.S.; Hood, J. A .A .; Herbison, G.P. "Load-deflection characteristics of superelastic nickel-titanium orthodontic wires"; Am J. Orthod. Dentofac. Orthop. v.121, p.483-495, 2002.