

MINISTÉRIO DA DEFESA
SECRETARIA DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

Ten QEM WIDSON PORTO REIS

CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS DE NÍQUEL -
TITÂNIO PARA ORTODONTIA

RIO DE JANEIRO

2001

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Ten QEM WIDSON PORTO REIS

**CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS DE NÍQUEL -
TITÂNIO PARA ORTODONTIA**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências dos Materiais.

Orientador: Prof. Carlos Nelson Elias
D.C.

RIO DE JANEIRO

2001

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 - Praia Vermelha

Rio de Janeiro - RJ

CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmar ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Reis, Widson Porto
Caracterização de Ligas de Ni-Ti para Ortodontia, no Rio de Janeiro/ Widson Porto Reis - Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2001.

146 f. : il., graf., tab. : - cm.

Dissertação (mestrado) - Instituto Militar de Engenharia, 2001.

~~1. Ligas Metálicas. 2. Materiais Ortodônticos~~

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Ten WIDSON PORTO REIS

**CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS DE NÍQUEL - TITÂNIO PARA
ORTODONTIA**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências dos Materiais.

Orientador: Prof. Carlos Nelson Elias D.C.

Aprovada em 18 de dezembro de 2001 pela seguinte Banca Examinadora:

Prof. Carlos Nelson Elias - DC do IME- Presidente

Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão - PhD do IME

Prof. Eduardo Homem de Siqueira Cavalcanti - PhD do INT

Prof. Ana Maria Bolognese - CD da UFRJ

RIO DE JANEIRO

2001

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto Militar de Engenharia, meus primeiros agradecimentos. Muito do que me orgulho ser, como pessoa e como profissional, devo a esta instituição, aos seus professores e instrutores, à sua história e tradição. Espero pelo dia em que possa retribuir à altura a honra de ter estudado nesta casa.

Ao meu orientador, Prof. Elias, seguem meus agradecimentos mais efusivos. Ninguém contribuiu diretamente mais do que ele para o sucesso deste trabalho. Sua orientação clara, segura, objetiva e também exigente define o papel do verdadeiro "orientador" e me inspirou a tentar fazer sempre o melhor.

No IME meus agradecimentos ao Leonardo do LEM, amigo e camarada, que muito me auxiliou nos ensaios mecânicos. Tivesse eu sido mais atencioso aos seus ensinamentos e teria terminado este trabalho alguns meses mais cedo. No Laboratório de Metalografia minha dívida é com o Carlos Gomes, cuja experiência e dicas certeiras foram o segredo por trás da eficiência com que consegui preparar as amostras para microscopia.

O que há sobre os trabalhos experimentais que faz com que estejamos sempre atrasados nos cronogramas? Não sei a resposta, mas acredito que seja um fato da ciência desde Galileo. Por isso agradeço ao Sr. Cristovão da seção de Usinagem, que apesar de estar todo o tempo muito ocupado, foi sempre atencioso em atender meus pedidos desesperados, confeccionando "para ontem" as peças necessárias aos experimentos.

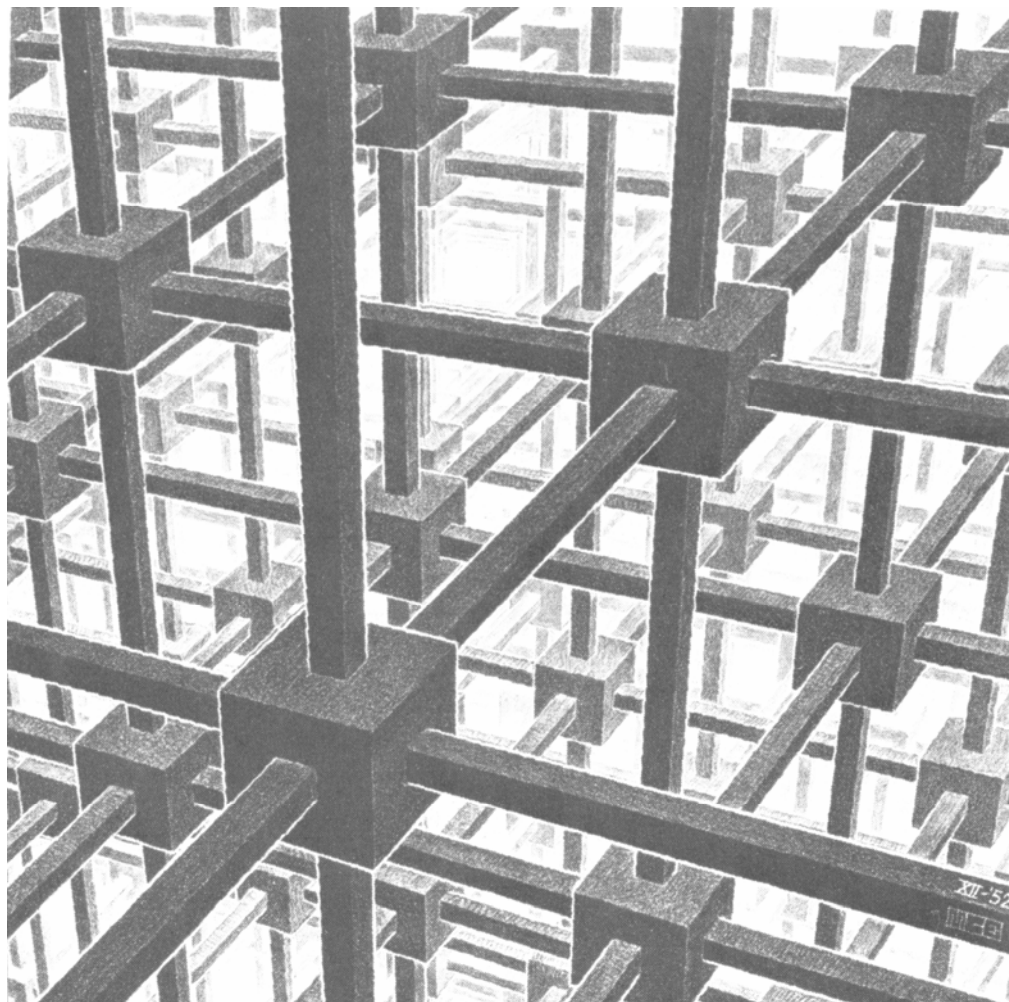
No IPD, quase extensão do IME, meus agradecimentos ao dedicado Anderson, seguro na teoria e na prática, que me prestou inestimável e sobretudo imediata ajuda no experimento que foi o ponto de partida deste trabalho, o DSC. Graças a sua ajuda, o

que estava previsto em meu cronograma para um mês, foi feito em apenas dois dias. Infelizmente nem sempre dedicação é suficiente para garantir o sucesso de um experimento, especialmente quando optamos por uma caminho errado. Pois é certo que dedicação não faltou à Prof. Glória do IPE, a quem devo ter importunado mais do que a qualquer outro, porém os resultados da técnica utilizada para a análise química não corresponderam às expectativas nem foram proporcionais à sua imensa boa vontade, e por isso não foram utilizadas neste trabalho. À Prof. Glória meus agradecimentos são redobrados.

Alguns agradecimentos especiais aos meus grandes amigos de farda: Andrade e Heringer. Ao primeiro por me ensinar a usar o MATLAB e ao segundo por ter me incluído na lista de agradecimentos de sua própria dissertação quando tudo que fiz foi retribuir sua grande amizade. Também agradecimentos muito especiais ao amigo e ex-professor Cel Júlio. Como um daqueles mestres Zen, o Cel Júlio tem sempre o aconselhamento certo na hora certa.

Por fim, meus agradecimentos carinhosos à minha companheira, também mestranda, Josy, que pacientemente suportou minhas noites em claro na frente do computador e dias trocados por noites. É verdade que falta agora apenas um ano para que a situação se inverta e eu possa merecer a mesma menção nos agradecimentos de sua tese.

Widson Porto Reis, 03/12/2001.



"*Divisão Cúbica do Espaço*", litografia, 1952. **M.C. Escher**

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS.....	13
1 INTRODUÇÃO.....	18
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	22
2.1 Conceitos básicos do efeito memória de forma e da superelasticidade.....	22
2.2 Transformações martensíticas - Princípios gerais.....	28
2.2.1 Características básicas da transformação martensítica nos aços.....	31
2.3 Transformações martensíticas nas ligas de Ni-Ti.....	37
2.4 Efeito Memória de Forma e Superelasticidade.....	41
2.4.1 Mecanismos de deformação e pré-requisitos para o efeito memória de forma e superelasticidade.....	44
2.4.2 Observações metalográficas em materiais com memória de forma e superelasticidade.....	47
2.4.3 Relação entre temperatura e tensão.....	52
2.4.4 As temperaturas de transformação - Ensaio de DSC...	53
2.4.5 Diagrama de fases do Ni-Ti.....	56
2.5 Emprego das ligas de Ni-Ti na odontologia.....	57
2.5.1 Propriedades mecânicas básicas.....	58
2.5.2 Outras propriedades de interesse nas ligas de Ni-Ti.	64
2.5.3 Emprego das ligas de Ni-Ti na Ortodontia.....	65
2.5.4 Propriedades comparativas de outros materiais utilizados na ortodontia.....	70
2.5.5 Aplicações clínicas.....	72
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	73
3.1 Ensaio de DSC.....	74

3.2	Microscopia Óptica e Eletrônica.....	75
3.3	Ensaio mecânicos.....	75
4	RESULTADOS.....	83
4.1	Ensaio de DSC.....	83
4.2	Microscopia Óptica.....	84
4.3	Microscopia Eletrônica.....	90
4.4	Ensaio Mecânicos.....	95
4.4.1	Ensaio de Flexão.....	97
4.4.2	Ensaio de Torção.....	103
4.4.3	Ensaio de Tração.....	111
5	DISCUSSÃO.....	117
5.1	Ensaio de DSC.....	117
5.2	Microscopia Óptica e Eletrônica.....	122
5.3	Ensaio Mecânicos.....	123
6	CONCLUSÕES.....	135
7	SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS.....	139
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	140

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

EMF	-	Efeito memória de forma
M_s	-	Temperatura na qual ocorre o início da transformação martensítica durante o resfriamento da liga
M_f	-	Temperatura na qual ocorre o final da transformação martensítica durante o resfriamento da liga
A_s	-	Temperatura na qual ocorre o início da transformação austenítica durante o aquecimento da liga
A_f	-	Temperatura na qual ocorre o final da transformação austenítica durante o aquecimento da liga
R'_s	-	Temperatura na qual ocorre o início da transformação da fase R durante o resfriamento da liga
R'_f	-	Temperatura na qual ocorre o final da transformação da fase R durante o resfriamento da liga
R_s	-	Temperatura na qual ocorre o início da transformação da fase R durante o aquecimento da liga
R_f	-	Temperatura na qual ocorre o final da transformação da fase R durante o aquecimento da liga
gf	-	grama-força
kgf	-	quilograma-força
MPa	-	Megapascal (newton/m ²)
E	-	Módulo de Elasticidade
α'	-	Fase martensítica
γ	-	Fase austenítica
G	-	Energia livre de Gibbs
G^γ	-	Energia livre de Gibbs da fase austenítica
$G^{\alpha'}$	-	Energia livre de Gibbs da fase martensítica
$DG^{\gamma \rightarrow \alpha}$	-	Energia livre da transformação martensítica

- $DG^{\alpha \rightarrow \gamma}$ - Energia livre da transformação austenítica
- DSC - Differential Scanning Calorimeter
- ΔH - Variação de Entalpia de formação
- J_p - Momento de inércia polar
- M_{Te} - Momento de torção de escoamento
- τ_e - Tensão de escoamento em torção

RESUMO

REIS, Widson Porto. **Caracterização de ligas de Ni-Ti para Ortodontia**. Orientador: Prof. Carlos Nelson Elias. Rio de Janeiro, IME, 2001. 146p. Monografia.

No presente trabalho foi feita a caracterização e comparação de seis fios ortodônticos comerciais de Ni-Ti: *Aditek Nitinol* da **Aditek**; *GAC, GAC Sentalloy Medium, GAC Neo Sentalloy F200* da **GAC International Inc**; *3M Superelástico* e *3M Termoativado* da **3M Unitek Dental Products**. As ligas foram escolhidas devido a sua disponibilidade no mercado nacional em contraste com os poucos dados técnicos existentes na literatura que possibilitem ao profissional a escolha mais adequada. Para a caracterização dos fios primeiramente foram realizados ensaios de DSC (*Differential Scanning Calorimeter*) entre -20 e 80°C a fim de se determinar as temperaturas de transformação das ligas. Em seguida a seção transversal dos fios foi observada através de microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura, a fim de se observar a estrutura existente à temperatura ambiente. Para a determinação e comparação das propriedades mecânicas foram então realizados ensaios de flexão em três pontos, torção e tração em seis corpos de prova preparados a partir dos arcos de cada uma das seis ligas, conforme recebidos pelos fabricantes, tanto a 25 °C quanto à 37 °C. Todos os ensaios mecânicos foram conduzidos de maneira a se ensaiar o corpo de prova até um limite de deformação previamente escolhido e em seguida descarregá-lo até a carga zero. Com as curvas de carregamento obtidas foi possível calcular o módulo de elasticidade e a tensão de escoamento em flexão e tração bem como comparar a rigidez destes fios em torção. Os ensaios de DSC mostraram que, dentre as ligas estudadas, a liga Aditek é a única completamente austenítica à temperatura ambiente (25 °C) enquanto todas as outras são completa ou parcialmente martensíticas. Além disso na temperatura bucal (37 °C) todas as ligas, exceto a 3M Superelástica, são completamente austeníticas. Em temperatura próxima à ambiente a microscopia óptica mostrou a estrutura martensítica típica das ligas de Ni-Ti enquanto a microscopia eletrônica revelou grande quantidade de partículas de segunda fase precipitadas de maneira homogênea. Os ensaios mecânicos de flexão e tração permitiram observar o efeito superelástico através da formação do patamar de tensão com recuperação quase total da deformação ao se descarregar os corpos de prova. Por outro lado, os ensaios de torção, até 120° de ângulo de torção, não mostraram comportamento superelástico em nenhum dos fios

ensaiados. O fio que apresentou as forças mais suaves e constantes durante o descarregamento entre 0,5 mm e 1,5 mm de flecha foi o 3M Termoativado, seguido pelos fios GAC Sentalloy, GAC, Aditek e 3M Superelástico. Em torção o fio 3M Termoativado também apresentou o menor momento de torção para uma ativação de 90°. Nenhum dos fios apresentou em flexão forças maiores que 400 gf para ativações de até 3 mm.

ABSTRACT

REIS, Widson Porto. **Caracterização de ligas de Ni-Ti para Ortodontia**. Orientador: Prof. Carlos Nelson Elias. Rio de Janeiro, IME, 2001. 146p. Monografia.

In the present work it has been made a comparative study of six different brands of comercial Ni-Ti orthodontic wires: *Aditek Nitinol* da **Aditek**; *GAC, GAC Sentalloy Medium, GAC Neo Sentalloy F200* da **GAC International Inc**; *3M Superelástico* e *3M Termoativado* da **3M Unitek Dental Products**. The alloys were choosen for it avaliabilitly in the national market and lack of technical information. For wire characterization, DSC tests have been performed between -20 and 80 °C in order to determine the alloy transformation temperatures. After that, the wires transversal section have been observed on optical microscope and scanning eletronic microscope. Then, three-point bending, tension and torsion tests have been performed in six specimens prepared from the as received arcs, at 25 and 37°C. All mechanical tests have been performed loading the specimen untill a deformation limit pre-choosen and then unloading it untill the zero load. From the bending and tension load-unload curves, modulus of elatsticity and yeld stress were calculated, and from torsion curves it was possible to compare the stiffness of the alloys. DSC tests have shown that, among the studied alloys, Aditek is the only one wich is completely austenitic at ambient temperature, while all the others are total or parcially martensitic. Besides, all of them but superelastic, are completely austenitic at mouth temperature (37 °C). Near ambient temperature, optical microscopy have shown the typical Ni-Ti martensitic structure, while SEM have shown great number of second fase precipates. Bending and tension tests have demonstrated the fully superelastic effect. On the other hand, torsion tests have not shown, untill 120° of torsion, superelastic efecct at all. The wire wich have shown the smoother and more constant forces at 0,5 to 1,5 mm was 3M Heat-activated, followed by: GAC Sentalloy, GAC, Aditek and 3M Superelastic. 3M Heat-activated also have demontrated minor torsional moment for 90° torsion activation. None of the wires have demonstrated forces greater than 400 gf for ativactions up to 3 mm.

1 INTRODUÇÃO

Dentre as diversas ligas com memória de forma e superelasticidade identificadas até o momento, as ligas de níquel-titânio se destacam pelo baixo custo pois com exceção das ligas de cobre, todas as demais têm em sua composição metais nobres tais como ouro e platina.

A biocompatibilidade das ligas de Ni-Ti as tornam ideais para aplicações na área biomédica onde a partir da década de 70 vêm progressivamente substituindo materiais tradicionalmente utilizados como o aço inoxidável. Especificamente na Ortodontia, o principal motivo pelo qual as ligas de Ni-Ti têm recebido crescente aceitação reside no fato destas ligas proporcionarem forças mais leves e constantes ao longo do tratamento ortodôntico, uma característica desejável para que se evitem danos ao tecido periodontal do paciente (LIBENSON et al. 1993;). Outras vantagens que são consequências diretas desta última são menores tempos de tratamentos e menor desconforto para o paciente (KAPILA & SACHDEVA, 1989).

O estudo das propriedades das ligas de Ni-Ti em tração, flexão e torção permite a comparação das características destes materiais, (KAPILA & SACHDEVA, 1989). A elevada elasticidade das ligas de Ni-Ti, que é verificada nos ensaios mecânicos através da determinação do módulo de elasticidade, permite que os arcos desta liga sejam manipulados e dobrados com grande facilidade durante o manuseio necessário ao encaixe nos *brackets* sem se deformarem plasticamente. Além disso a energia armazenada da região de deformação elástica do Ni-Ti, neste caso revelada pela propriedade de resiliência, é consideravelmente maior que a do aço inoxidável o que reflete um maior trabalho disponível para

mover o dente e conseqüentemente uma menor necessidade de troca de arcos.

Além de um grande número de fabricantes de fios ortodônticos de Ni-Ti com diferentes especificações e objetivos clínicos, existem outros materiais disponíveis no mercado tais como fios de titânio-molibdênio, cromo-cobalto e o tradicional aço inoxidável na forma de fios multifilamentados com propriedades melhoradas. Se por um lado esta variedade de ligas permite ao profissional uma vasta gama de opções que lhe permitem atingir o tratamento mais eficiente possível - do ponto de visto de custo, tempo e qualidade de tratamento - por outro a seleção ótima de um material exige conhecimento além do básico das propriedades mecânicas deste material. Aí surgem dois problemas: primeiramente estas propriedades não são normalmente reveladas por seus fabricantes, pois que são altamente dependentes dos processamentos térmico e mecânico, considerados propriedade industrial. Além disso, os ensaios para levantamento das propriedades mecânicas ainda não são normalizados (ou não existe consenso sobre as normas existentes) o que torna a comparação desses dados entre diferentes trabalhos muito difícil. Como resultado, a divergência entre os dados encontrados na literatura é grande; vários trabalhos divergem por exemplo se os fios ditos superelásticos o são de fato, ou se sendo, se realmente representam uma relação custo-benefício que justifique seu uso. Por conseqüência, a despeito de tantas opções, a escolha de um ou de outro material está ainda baseada na experiência empírica de cada profissional.

Tendo em vista estes problemas, são objetivos deste trabalho: realizar a caracterização e comparação de seis diferentes tipos de ligas de Ni-Ti utilizadas na Odontologia, todas disponíveis no mercado nacional e sobre as quais há muito pouca informação

técnica, determinando suas temperaturas de transformação, microestrutura e propriedades mecânicas sob tração, flexão em três pontos e torção tanto à temperatura ambiente (25°C) como na temperatura bucal (37°C). As propriedades mecânicas de especial interesse na análise dos resultados são o módulo de elasticidade, resiliência e a tensão de escoamento, visto que são as propriedades utilizadas pelos profissionais para a seleção destes materiais. As ligas comerciais estudadas são denominadas como se segue: *Aditek, GAC, GAC Sentalloy, GAC Neo Sentalloy, 3M Superelástico e 3M Termoativado.*

Espera-se ainda observar, durante os ensaios mecânicos, a ocorrência do efeito de memória de forma e a superelasticidade que estes fios clamam possuir e fazer a correlação destes efeitos com as respectivas estruturas metalográficas e temperaturas de transformação levantadas.

Com a execução deste trabalho espera-se fornecer ao profissional da área odontológica dados que não estão disponíveis na literatura atualmente e conseqüentemente subsídios para a escolha mais adequada entre os fios ortodônticos analisados disponíveis comercialmente. Espera-se ainda que este trabalho sirva como base para outros trabalhos similares, na forma de uma fonte de consulta acessível e didática.

O desenvolvimento da Revisão Bibliográfica discorre da seguinte maneira: A primeira seção (2.1) apresenta os conceitos *básicos* do efeito memória de forma e do efeito superelástico e alguns conceitos necessários de cristalografia. As duas seções seguintes a estas (2.2 e 2.3) apresentam os conceitos envolvidos nas transformações martensíticas, que conforme será visto, são o fenômeno chave nos dois efeitos estudados; para isso primeiramente são descritos os conceitos gerais das

transformações martensíticas, comuns a diversos materiais (2.2), e em seguida (2.3) estes conceitos são desenvolvidos especificamente para as ligas de Ni-Ti com memória de forma. À luz do conhecimento das transformações martensíticas, os mecanismos do efeito memória de forma e superelasticidade são detalhados na seção 2.4. Finalmente a seção 2.5 trata especificamente do uso das ligas de Ni-Ti na Ortodontia: para isso, em primeiro lugar (2.5.1 e 2.5.2) são listadas as propriedades mecânicas de interesse para o emprego na Odontologia (e também na área médica de forma geral), em especial aquelas que foram investigadas por este trabalho; logo depois (2.5.3) é visto como os efeitos da memória de forma e superelasticidade influenciam estas propriedades e finalmente porquê as ligas de Ni-Ti vêm encontrando emprego crescente na Ortodontia.

Esta dissertação foi escrita de maneira didática e segmentada de tal modo que suas seções possam ser lidas independentemente tanto por profissionais da área de engenharia quanto da área médico-odontológica. As seções 2.1 e 2.5 que tratam da ligação dos materiais estudados com a área odontológica, devem bastar para aqueles que desejarem apenas uma introdução ao assunto e queiram analisar diretamente os resultados. As outras seções, que tratam das transformações martensíticas, transformações martensíticas termoelásticas e dos mecanismos de deformação são necessárias para o aprofundamento no tema sob o aspecto da Ciência dos Materiais.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Quando um material aparentemente deformado plasticamente recupera total ou parcialmente sua forma quando aquecido em uma temperatura adequada diz-se que este material possui *memória de forma*.

Apesar do efeito memória de forma (EMF) ter sido observado pela primeira vez nos anos 30, sua utilização comercial deve ser remetida ao início dos anos 60, quando o pesquisador Willian F. Buehler desenvolveu uma liga metálica com memória de forma de composição aproximadamente equiatômica de níquel e titânio. Esta liga foi denominada *Nitinol*, um acrônimo relativo à sua composição (Ni-Ti) e ao *Naval Ordnance Laboratory* (NOL), nos EUA, onde a liga foi criada (ANDREASSEN, 1978; BARRAS & MYERS, 2000). Imediatamente, o Nitinol demonstrou um grande potencial comercial, principalmente, devido ao baixo custo comparado ao de outras ligas com memória de forma então existentes, a maioria constituída de metais nobres. Mas foi somente no final da década de 70 que o Nitinol e outras ligas de Ni-Ti com melhores propriedades desenvolvidas por pesquisadores chineses e japoneses começaram a se popularizar, especialmente nas áreas médica e odontológica como alternativas viáveis a outros materiais biocompatíveis largamente utilizados, como o aço inoxidável (QUINTÃO, 2000).

2.1 CONCEITOS BÁSICOS DO EFEITO MEMÓRIA DE FORMA E DA SUPERELASTICIDADE

A maior parte dos materiais metálicos apresenta um comportamento elástico no qual, dentro de certos limites, a

deformação causada é diretamente proporcional à força aplicada. Toda deformação provocada por uma força em um material é totalmente recuperada assim que a força é retirada desde que não se exceda um determinado valor máximo; tal deformação é denominada por *deformação elástica*. Acima deste limite máximo entretanto, a força provoca no corpo uma deformação permanente, que na maioria dos materiais não pode ser recuperada; deformação conhecida por *deformação plástica*.

O efeito memória de forma acontece quando o corpo é capaz de recuperar completamente sua forma original, meramente sendo aquecido acima de uma determinada temperatura, sendo tal temperatura característica de sua composição química. É um efeito que tende a deslumbrar o observador, já que não se espera normalmente que corpos metálicos se deformem por si mesmos sob a ação de uma força aparentemente "invisível" (FIG 2-1).

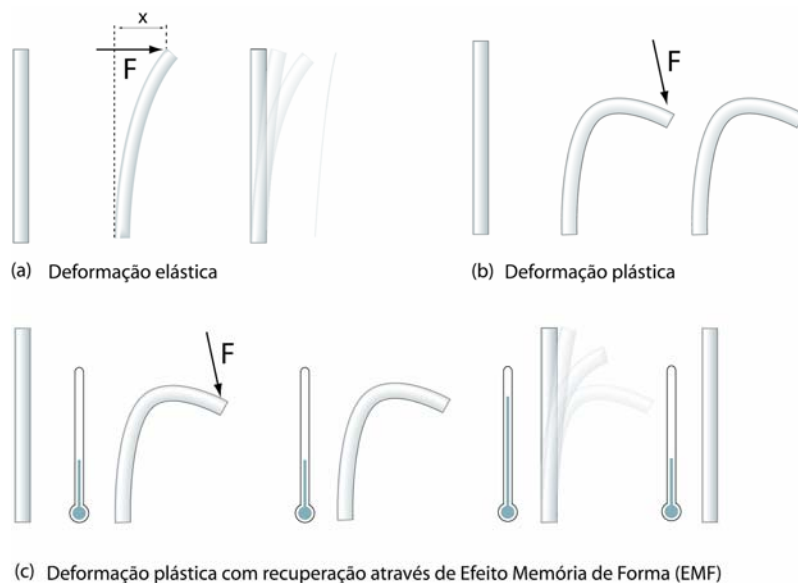


FIG 2-1- Em (a) o corpo é deformado elasticamente e recupera sua forma tão logo a força é retirada; em (b) a deformação é maior do que o limite elástico do material e a deformação é permanente; em (c) o corpo é deformado, também plasticamente, abaixo de certa temperatura e ao ser aquecido recupera totalmente sua forma; este é típico efeito memória de forma (EMF).

Diversas ligas metálicas apresentam EMF embora a maioria apresente uma recuperação apenas parcial de sua forma quando aquecidas. A maior parte das ligas EMF é formada ou por metais preciosos (AuCd) ou por metais de transição, um à esquerda e outro à direita do elemento cromo na tabela periódica. Este é o caso das ligas de Ni-Ti. Somente umas poucas destas, incluindo o Ni-Ti, apresentam o *efeito memória de forma total* e nestas residem o interesse da engenharia (WASILEWSKI, 1975).

Mas o efeito memória de forma não é a única característica peculiar apresentada pelas ligas de Ni-Ti, seu comportamento elástico também é atípico. A maior parte dos materiais metálicos pode ser deformada elasticamente em até 0,5%; ligas de Ni-Ti, contudo, podem ser deformadas em até 8% ou 10% de seu comprimento inicial e ainda retornar completamente à sua forma original (RODRIGUEZ & BROWN, 1975). Nestas ligas, a partir de certo grau percentual de deformação elástico, usualmente em torno de 2% segundo MIURA (1986), a relação entre a tensão e a deformação não é mais linear e a força, em vez de aumentar à medida que o material se deforma, permanece praticamente constante, num comportamento mais parecido com o de algumas borrachas (daí o emprego do termo inglês "*rubberlike*") do que com outros metais. Além disso, como se vê na FIG. 2-2 o material responde de maneira diferente conforme a deformação aumenta ou diminui, num comportamento chamado de *curva de histerese*, novamente pouco comum em metais, mas típico dos tecidos humanos como cabelo e ossos (LI, RONG, GJUNTER, 2000).

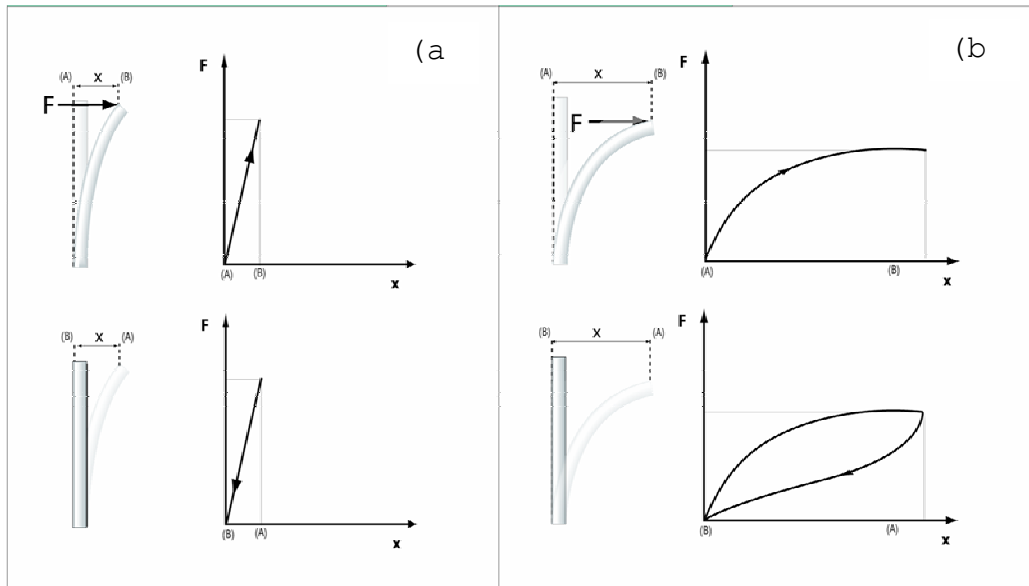


FIG. 2-2 - Comparação entre o comportamento elástico de um material metálico sem superelasticidade (a) com uma liga superelástica (b). Note-se a curva de histerese incomum em materiais metálicos mas típica dos tecidos humanos.

A superelasticidade e a memória de forma são dois aspectos do mesmo efeito, ambos resultados de um tipo peculiar de transformação cristalina denominada *transformação martensítica termoelástica* que será revista com detalhes nas próximas seções (2.2 e 2.3). Antes entretanto devem ser compreendidos os princípios da estrutura atômica dos materiais; como se arranjam os átomos, as imperfeições cristalinas e as mudanças de fase.

Em um metal os átomos do material se encontram em posições ordenadas e bem definidas em vez de se disporem aleatoriamente como em um gás ou em um sólido *amorfo*. Esta grade onde cada átomo ocupa uma posição específica é chamada de rede cristalina. A menor porção desta rede cristalina, que ainda guarda as propriedades de todo o cristal, ou seja, a unidade fundamental, que empilhada e arrumada repetitivamente permite construí-la, é chamada de *célula unitária*. Existem 14 tipos de células

unitárias classificadas em sete grupos (dois tipos são mostrados na FIG. 2-3). As propriedades mecânicas de um material, como dureza, resistência mecânica e ductilidade são conseqüências, numa primeira análise, do arranjo cristalino e do tipo de célula unitária. Contudo, mais de um tipo de célula unitária pode estar presente no mesmo material. Neste caso diz-se que o material apresenta *polimorfismo* e cada estrutura é uma *fase cristalina*, onde por fase cristalina se entende uma região do cristal que apresenta a mesma estrutura cristalina e que, por isso, guarda propriedades físicas semelhantes. Fornecendo-se energia aos átomos, na forma de calor por exemplo, a rede é capaz de se modificar e por conseqüência mudar também a célula unitária. Neste caso diz-se que ocorre uma mudança de fase. Numa liga de Ni-Ti existem duas fases cristalinas presentes de acordo com a temperatura do material: *austenita* e *martensita*. A austenita possui estrutura *cúbica de corpo centrado* (ccc ou B2), onde os átomos ocupam as posições dos vértices e do centro de um cubo, ao passo que a martensita, nas ligas de Ni-Ti é *monoclínica* uma distorção da estrutura denominada B19, em que o maior lado é inclinado em relação à base da célula (SEHITOGLU, 2001; JACOBUS, SEHITOGLU & BALZER, 1996; NISHIYAMA, 1978, p. 107). A transformação da austenita em martensita, ou *transformação martensítica*, se inicia quando a liga passa, no resfriamento, por uma temperatura crítica, denominada M_s (*martensite start*), e se completa em M_f (*martensite finish*), quando o material é totalmente martensítico (menos a austenita que por algum motivo não tenha conseguido se transformar, e que por isso é chamada de *austenita retida*). No sentido oposto, a transformação reversa, ou *transformação austenítica*, se inicia, no aquecimento, na temperatura A_s (*austenite start*) e termina em A_f (*austenite finish*), quando então o material é completamente austenítico.

Uma transformação de fase pode ser difusional ou não-difusional. No primeiro caso um átomo, ativado pelo calor, percorre longas distâncias dentro do cristal se decompondo numa fase e se recombinando em uma outra fase distante. Na transformação não-difusional, os átomos não têm tempo para se recombinar e percorrem distâncias muito pequenas, ou de curto alcance. A transformação martensítica se inclui neste último tipo.

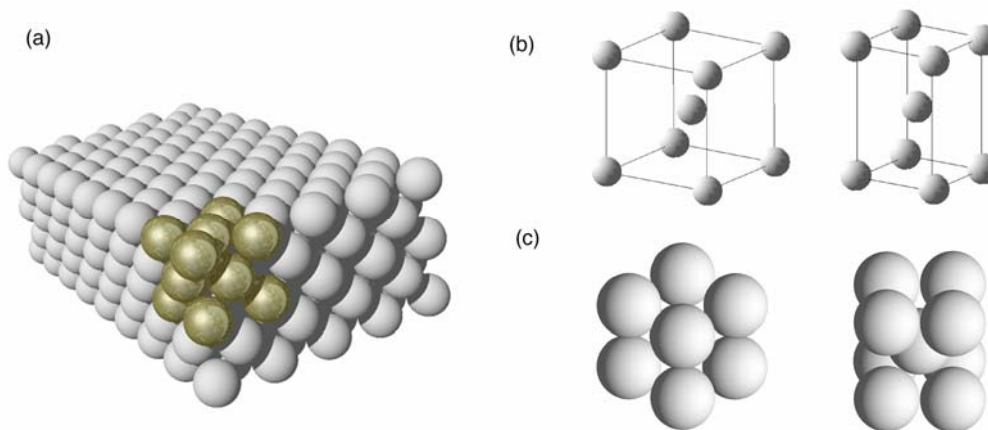


FIG. 2-3 - (a) Um cristal esquematizado. Os átomos ocupam posições bem definidas e repetitivas. Em destaque está uma célula unitária cúbica de face centrada (cfc), a unidade fundamental da estrutura. Em (b) estão esquematizadas dois tipos de células unitárias: cúbica de corpo centrada (ccc), e tetragonal de corpo centrado (tcc). A figura esquematizada é útil para se visualizar as dimensões e o volume da célula, porém uma representação mais realista é o caso (c) onde os átomos se tangenciam tentando ocupar da melhor maneira possível o volume disponível.

Na transformação martensítica o movimento dos átomos não é de maneira nenhuma livre nem individual, como num gás ou líquido ou mesmo como numa transformação sólida difusional, mas absolutamente coordenado com o movimento dos átomos vizinhos.

Uma transformação de fase envolve a formação de uma célula unitária de volume diferente daquela existente, que para se acomodar precisa deformar a rede cristalina existente. Se esta acomodação acontece com deformação elástica da estrutura, parte da energia será armazenada, assim como a energia que é armazenada em uma mola comprimida. Por outro lado, se a deformação da rede é plástica ocorrerá geração de defeitos e movimentação daqueles já existentes. Ambas as transformações têm papel fundamental na reversibilidade da transformação martensítica, reversibilidade que conduz ao efeito memória de forma.

Por fim: a martensita ao se formar pode apresentar seis orientações diferentes em relação a um sistema de referência posicionado na fase original. Cada possível orientação da martensita é chamado de *variante*. Como a ocorrência de cada variante é aleatória, a alteração de volume provocada por uma variante em uma direção é balanceada pela variação de volume de outra variante que se forma em uma outra direção, de tal maneira que não há apreciável variação volumétrica do corpo (NiTi SMART Sheet, HODSON, WU, BIERMANN). A disposição destas variantes no material é determinante no efeito memória de forma e superelasticidade das ligas de Ni-Ti, o que será visto no capítulo seguinte.

2.2 TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS - PRINCÍPIOS GERAIS

Alguns metais se resfriados adequadamente a partir de altas temperaturas apresentam uma estrutura fina na forma de lâminas ou agulhas de elevada dureza. Esta estrutura recebe o nome de

martensita em homenagem ao seu descobridor, o metalografista alemão A. Martens, sendo a transformação de fase que lhe dá origem denominada *transformação martensítica*. No início, o termo martensita foi aplicado apenas às estruturas encontradas em certos tipos de aço endurecidos e mais tarde generalizou-se para estruturas similares encontradas também em materiais não ferrosos. Entretanto, nem toda a estrutura que parece ao microscópio ser martensita pode de fato ser assim classificada; uma estrutura precisa possuir certas características bem definidas para ser denominada martensita assim como uma transformação deve satisfazer certos critérios para ser apropriadamente chamada de transformação martensítica (NISHIYAMA, 1978, p.1). Nesta seção serão apresentados alguns destes aspectos fundamentais da transformação martensítica, comuns a diversos materiais, e na seção seguinte serão descritas as características particulares destas transformações nas ligas de níquel-titânio com memória de forma.

Por ter sido observada primeiramente nos aços, muitos dos conceitos das transformações martensíticas foram desenvolvidos a partir deles, sendo interessante utilizá-lo didaticamente para o estudo das características básicas destas transformações.

O aço passa por sucessivas transformações cristalinas quando aquecido a partir da temperatura ambiente: À temperatura ambiente possui um arranjo cristalino ccc (denominado de fase α , ferrita). Quando aquecido a 910°C sua estrutura se transforma em cfc (fase γ , austenita) e novamente em ccc (fase δ) à 1400°C . A transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ (austenita \rightarrow ferrita) é bastante semelhante à transformação martensítica (NISHIYAMA, 1978, p.2).

A estrutura martensítica no aço é tetragonal de corpo centrado (tc), ou seja, é bastante similar à estrutura α (ccc) mas com o

eixo vertical alongado em relação à base, conforme indicado na FIG. 2-4. A razão c/a (FIG. 2-4.b) é chamada de *fator de tetragonalidade* da estrutura e varia conforme a composição química da liga, neste caso, do teor de carbono do aço. Por ser derivada da estrutura α , a estrutura martensítica é normalmente designada pelo símbolo α' . Além de guardar semelhança com a fase α , α' pode ser relacionada à fase γ através de uma transformação adequada dos eixos de referência, como indicado na FIG. 2-4: se os eixos xyz forem rotacionados de 45° em torno do eixo vertical z a estrutura cfc passa a ser considerada como tc com um fator de tetragonalidade de $\sqrt{2}$ (FIG. 2-4.a); Ou seja, a estrutura cfc em relação a xyz é tc em relação à $x'y'z'$. Desta maneira α' pode ser considerada como uma fase de transição entre $\gamma \square \alpha$. A correspondência entre a rede cristalina γ no eixos xyz e α nos eixos $x'y'z'$ é chamada de *correspondência de Bain* (NISHIYAMA, 1978, p. 5).

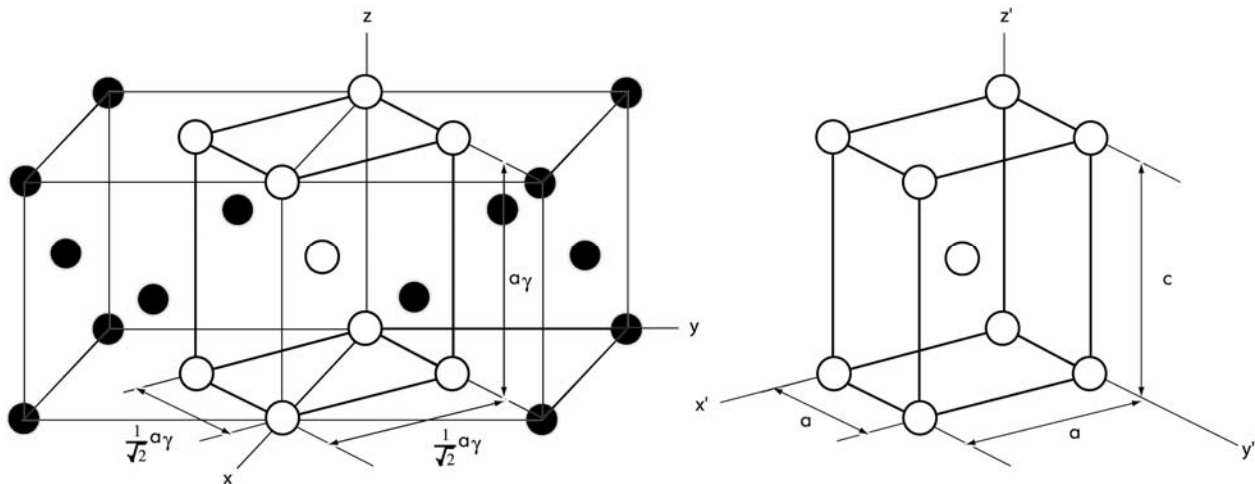


FIG. 2-4 – Duas células unitárias vizinhas, cfc () em relação aos eixos xyz , podem ser entendidos como um cristal tcc (') em relação aos eixos $x'y'z'$ obtidos por rotação de 45° em torno do eixo z .

2.2.1 CARACTERÍSTICAS BÁSICAS DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA NOS AÇOS

Natureza não difusional - Após a transformação martensítica existem duas fases presentes no metal: a fase transformada, martensítica, α' , e alguma fase residual (não transformada) de γ . Como é possível verificar que a fase γ retida possui a mesma composição química e a mesma estrutura cristalina que a fase γ original é uma conclusão inevitável que a transformação martensítica ocorre sem decomposição química e sem difusão atômica (que aqui significa difusão de longo alcance) (NISHIYAMA, 1978, p. 6).

A condição necessária, *mas não suficiente*, para que ocorra a transformação martensítica é de que a *energia livre* de α' (martensita) seja menor do que a de γ (austenita). No gráfico da FIG. 2-5 é apresentado um esboço da variação da energia livre das fases α' e γ de acordo com a temperatura na qual a diferença de energia livre entre as duas fases é zero, o que significa que ambas são estáveis nesta temperatura. Em qualquer temperatura abaixo desta temperatura de equilíbrio a fase γ está sujeita à uma força motriz de origem química que tende a transformá-la na fase α' . No entanto, a transformação não acontece imediatamente pois para que a martensita se forme é necessário que esta força química seja maior do que as forças não químicas existentes no cristal. As forças não químicas são portanto barreiras à transformação e representam principalmente a *energia de distorção* da rede e a *energia superficial* do metal.

Assim, a transformação martensítica somente se iniciará quando o corpo for resfriado a uma temperatura inferior a T_0 , chamada M_s , quando a força motriz química para a transformação se torna

maior do que a menor força não-química existente no metal e a primeira martensita pode se formar. Como em outras partes do cristal estas forças podem ser maiores, a transformação só estará completa numa temperatura M_f , menor que M_s . A diferença entre T_0 e M_s representa o grau de *subresfriamento* necessário para a transformação (sendo de até 200°C em alguns aços) e depende, como se viu, das forças que se opõem à transformação.

Na transformação reversa, ou seja, no aquecimento, a situação é praticamente simétrica (embora aqui exista uma importante diferença no caso das ligas com memória de forma, como será visto posteriormente) e a temperatura de início de formação da fase γ está acima de T_0 , sendo designada por A_s e o final da transformação por A_f . Uma boa aproximação para T_0 seria $1/2(A_s+M_s)$ embora alguns autores, entre eles, WAYMAN (1975), sugerem que o valor mais correto seria $1/2(A_f+M_s)$.

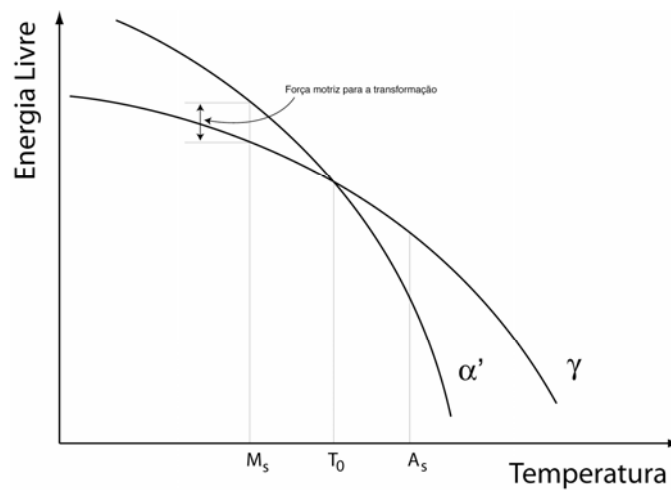


FIG. 2-5 – Gráfico esquemático da Energia livre x Temperatura de e '

Alívio superficial - Quando o cristal de martensita se forma, pode-se observar na superfície de um metal que tenha sido previamente polido uma série de elevações cristalinas. Este efeito é atribuído a mudança da estrutura cristalina que passa, nos aços, de cfc (ccc na ligas de Ni-Ti) para tetragonal (monoclínica nas ligas de Ni-Ti). Esta transformação de fase envolve a formação de uma célula unitária de volume diferente daquela existente, que para se acomodar precisa deformar a rede cristalina ainda não transformada existente ao seu redor; a única exceção é o caso particular de um material formado por um único cristal que neste caso envolverá o movimento de uma única interface separando a região não-transformada da transformada (LIEBERMAN, WECHSLER & READ, 1954). Este "empurra-empurra" cristalino é aliviado na superfície do metal onde os cristais não têm outros que lhe façam fronteira (FIG. 2-6).

O relevo formado pelo alívio superficial não é aleatório mas se dispõe em ângulos bem definidos relativamente ao cristal original. Esta pode ser considerada a mais importante característica na determinação de uma transformação martensítica já que várias das outras propriedades são compartilhadas por outros tipos de transformação, mas não esta.

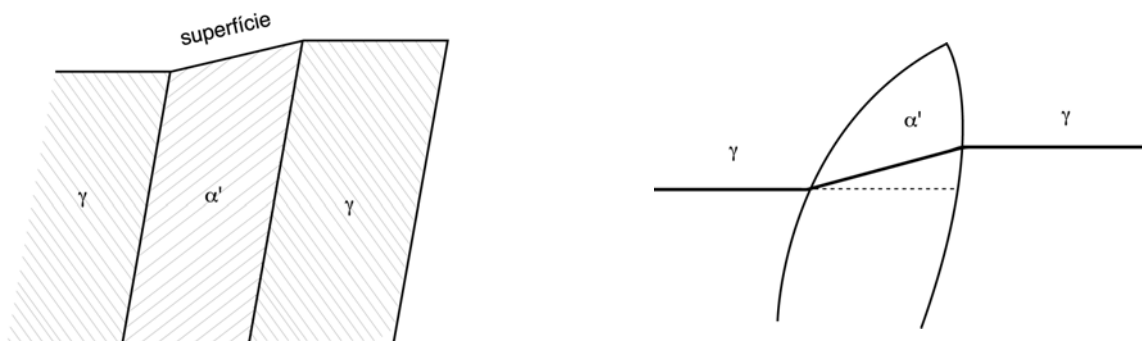


FIG. 2-6 - Alívio superficial em (a). Em (b) uma linha reta traçada na superfície do corpo continua reta após a transformação

Transformação por movimento cooperativo de átomos - A transformação martensítica é não-difusional e portanto a mudança de volume que ocorre na transformação de γ para α' se dá sem movimento atômico. O fato de que o cristal formado possui um plano de hábito definido, com orientações bem definidas em relação à γ e com alívio superficial também bem definido leva a conclusão que a martensita se forma através de um movimento coordenado e ordenado dos átomos da rede cristalina. De fato, na transformação martensítica o movimento de um átomo não é livre nem individual mas coordenado com o movimento dos átomos vizinhos; existe um "plano diretor" para o movimento da rede, daí o motivo de alguns autores chamarem este tipo de transformação gerado por uma movimentação atômica disciplinada e coordenada de *transformação militar*, numa alusão ao movimento de uma tropa formada. Porém esta analogia pode levar a crença de que todos os átomos se movem de uma só vez, o que não é verdade. O movimento atômico se propaga como uma onda à medida que a interface de transformação percorre o material num efeito mais parecido com o de uma fileira de dominós que cai.

Relações de orientação - O eixos cristalográficos dos cristais de α' produzidos possuem uma relação definida com os cristais não transformados de γ . Nos aços esta orientação é, segundo NISHIYAMA (1978, p.7):

$$[111]_{\gamma} \parallel [011]_{\alpha} , [\bar{1}01]_{\gamma} \parallel [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$$

Geração de defeitos na rede cristalina - A geração de defeitos na rede cristalina é considerada inevitável na transformação martensítica; na verdade desempenha um papel fundamental nela, um papel negligenciado nos primeiros estudos sobre a martensita (NISHIYAMA, 1978, p. 11). Durante a transformação o volume de uma porção do cristal de γ se altera de acordo com o esquema da FIG. 2-7. Se o volume aumenta mas a massa permanece a mesma, uma quantidade de vazios deve ser criada; este é o primeiro tipo de defeito gerado numa transformação martensítica. Além disso, como já foi citado, o volume da região transformada aumenta e exerce tensão na região circunvizinha não transformada. Esta tensão, em geral, não pode ser acomodada somente pela deformação elástica dos cristais vizinhos e gera uma considerável quantidade de deformação plástica com conseqüente geração e movimento de discordâncias, o segundo tipo de defeito presente. As discordâncias perfeitas que se movimentam geram *deslizamento* (FIG. 2-7.b) e as discordâncias parciais geram *falhas de empilhamento* ou *maclas* (FIG. 2-7.c), estas que são o terceiro tipo de defeito gerado.

A quantidade de cada tipo de defeito gerado durante a transformação martensítica depende da composição química do metal. No caso dos aços haverá predominância de discordâncias no interior dos grãos de martensita em aços com menor teor de carbono. Em aços com maiores teores de carbono as maclas são o defeito dominante. Além disso o movimento de discordâncias em um material, como todo movimento atômico, é tanto mais fácil quanto maior a temperatura. Nas ligas de Ni-Ti, onde a temperatura de transformação martensítica é baixa, muitas vezes abaixo de zero graus celsius, a deformação da rede é acomodada preferencialmente pela formação de maclas no interior dos grãos

de martensita. Como se verá, este é um dos efeitos que torna possível o efeito memória de forma.

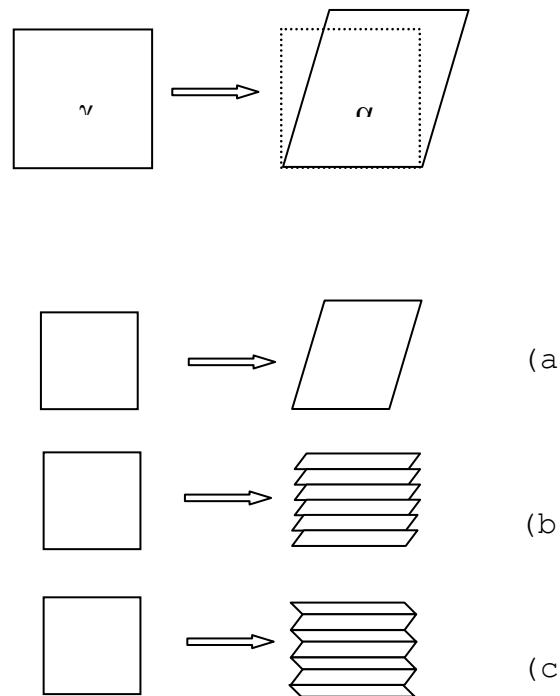


FIG. 2-7 – Na transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ o volume do cristal se altera conforme o esquema representado em (a). No caso (b) a tensão cisalhante gera discordâncias e falhas de empilhamento. Em (c) a tensão cisalhante provoca o aparecimento de maclas.

Existem outras características de uma transformação de fase observáveis em um metal que podem ser indicativas da existência de martensita mas não provas dela. A rapidez da transformação,

que nos aços é de 10^{-7} s, já foi utilizada como um critério da transformação martensítica até que foram encontradas em algumas ligas transformações martensíticas tão lentas que são possíveis de serem acompanhadas num microscópio óptico. Também elevada dureza não é considerada um critério satisfatório, já que existem martensitas de baixa dureza.

Na próxima seção serão vistas as características peculiares das transformações martensíticas em ligas de Ni-Ti que tornam possíveis os efeitos memória de forma e a superelasticidade.

2.3 TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS NAS LIGAS DE NI-TI

O fato de que transformações martensíticas ocorrem em ligas de Ni-Ti pode ser comprovado por microscopia óptica, que revela o alívio superficial esperado para este tipo de transformação. A FIG. 2-8 (NISHIYAMA, 1978, p.105) por exemplo mostra o progressivo crescimento do alívio superficial à medida que se resfria uma amostra de Ni-Ti abaixo da temperatura M_s e seu subsequente desaparecimento quando se aumenta a temperatura. As setas mostram o crescimento com o resfriamento e depois o desaparecimento com o aquecimento, das agulhas de martensita no interior do grão em destaque no centro da amostra. É possível observar como se intensifica o alívio superficial, ou seja, como a fase martensítica que progressivamente se forma altera a superfície da amostra à medida que a temperatura é reduzida, e como o efeito se reverte indicando o desaparecimento da martensita quando a temperatura aumenta.

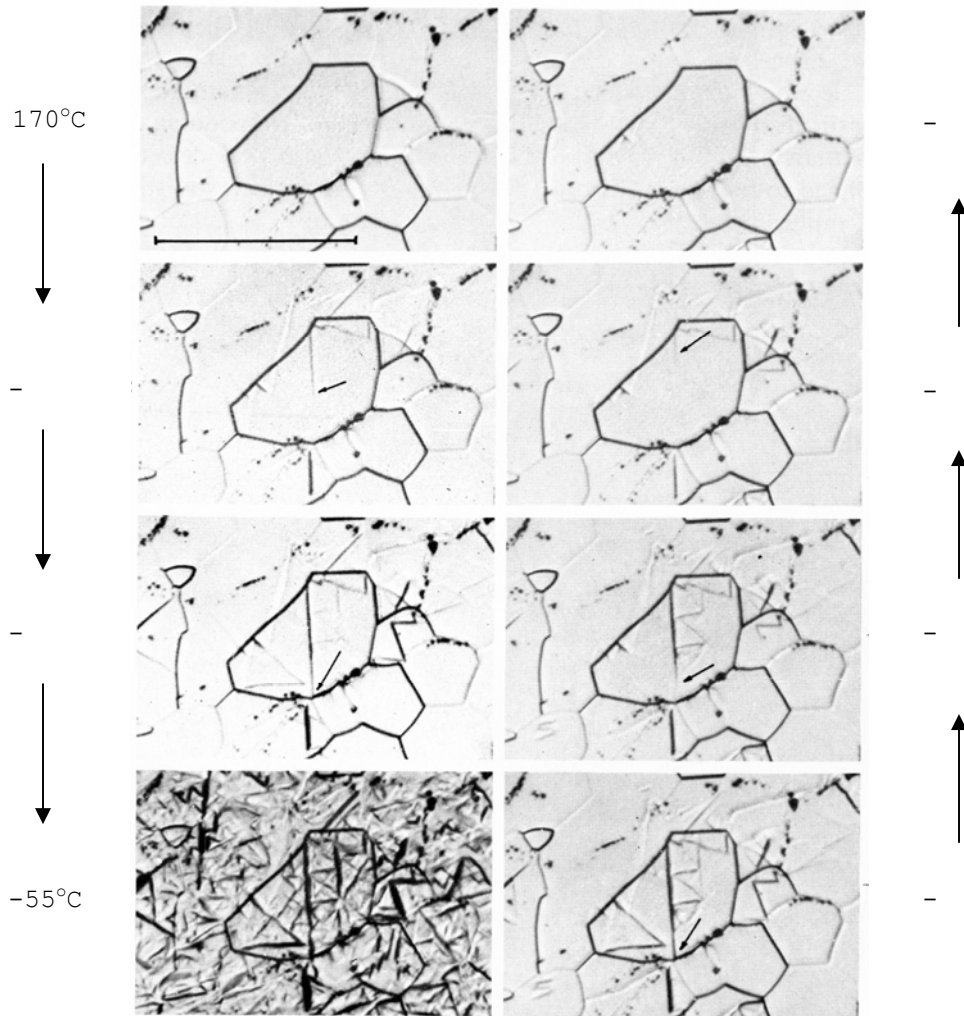


FIG. 2-8 - Observação progressiva do alívio superficial em uma amostra de liga Ni-Ti (49,75% de Ti). A esquerda ocorre o resfriamento e à direita aquecimento da amostra. (NISHIYAMA, 1978, p.105).

Análises de difração de raios-X revelam que a fase de alta temperatura nas ligas de Ni-Ti equiatômicas é ccc (tipo B2) com parâmetro de rede $a=3\text{Å}$ enquanto a martensita se apresenta sob a forma da estrutura *monoclínica* (distorção de uma estrutura B19) mostrada na FIG. 2-9 (JACOBUS, SEHITOGLU & BALZER, 1996; NISHIYAMA, 1978, p. 107),

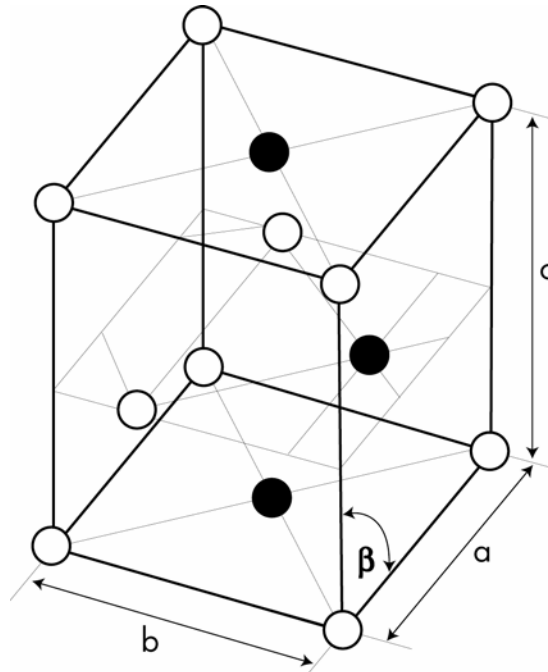


FIG. 2-9 – Estrutura monoclinica da martensita em ligas Ni-Ti equiatômica $a=2,889\text{\AA}$; $b=4,120\text{\AA}$; $c=4,622\text{\AA}$; $\beta=96,8^\circ$

A transformação martensítica que ocorre nas ligas com efeito memória de forma envolve um mecanismo um pouco diferente no que diz respeito à transformação reversa (austenítica). Nestas ligas, a transformação reversa $\alpha' \rightarrow \gamma$ é favorecida pela energia elástica armazenada na rede durante a transformação martensítica $\gamma \rightarrow \alpha'$ (assim como a energia elástica armazenada em uma mola comprimida favorece o retorno à sua posição inicial) e este é motivo pelo qual nestas ligas frequentemente a temperatura A_s é menor do que M_s (diferentemente do gráfico da FIG. 2-5). Mas para conciliar esta condição, sabendo que M_s deve ser menor do que T_0 e A_s maior que T_0 , uma nova temperatura de equilíbrio T_0' deve existir para a transformação reversa. Assim para as ligas com memória de forma, geralmente $T_0=1/2(A_f+M_s)$ e $T_0'=1/2(A_s+M_f)$ e $A_f>T_0>M_s>A_s>T_0'>M_f$ (FIG. 2-10).

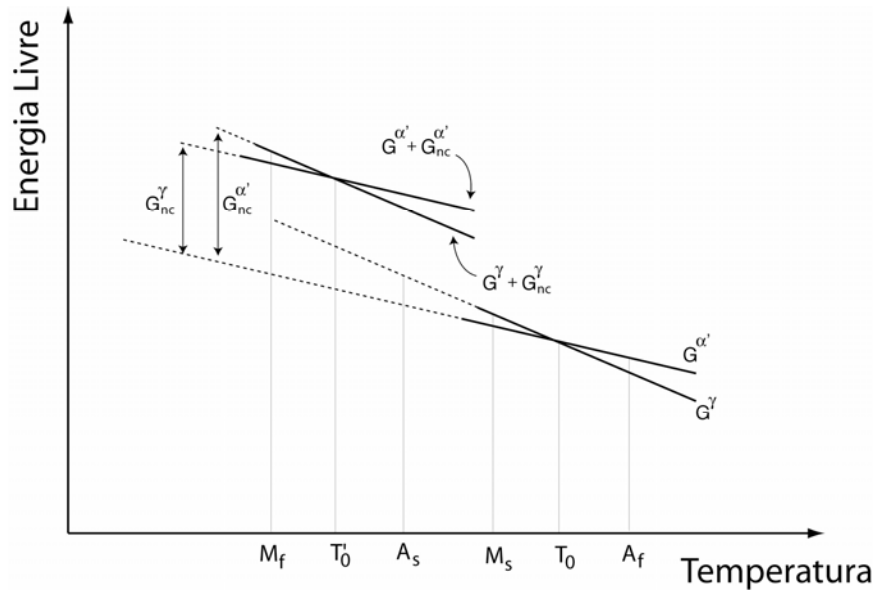


FIG. 2-10 – Gráfico esquemático da Energia Livre x Temperatura próprio das ligas de Ni-Ti

Como anteriormente para o caso dos aços, no Ni-Ti T_0 é a temperatura em que a energia livre (G) da austenita é igual à da martensita ($G^\gamma = G^{\alpha'}$ ou seja $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'} = 0$); T_0' entretanto, é a temperatura em que a energia livre da austenita *mais* sua energia livre devido às forças não químicas é igual a energia livre da martensita *mais* sua energia livre devido às forças não químicas ($G^\gamma + G^{\gamma}_{nc} = G^{\alpha'} + G^{\alpha'}_{nc}$, ou seja $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'} + \Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}_{nc} = 0$). Esta energia livre não química corresponde nas transformações martensíticas das ligas com memória de forma, basicamente à energia armazenada devido a deformação elástica da rede (WAYMAN, 1975; LOPEZ, SALINAS & CALDERÓN, 2000).

A segunda importante diferença da transformação martensítica que tem lugar nas ligas de Ni-Ti com superelasticidade e efeito memória de forma é que incrementos ou decrementos de temperatura são acompanhados de incrementos ou decrementos proporcionais de fase transformada, ao contrário da transformação martensítica

típica que tem lugar nos aços, que ocorre de uma só vez, descontroladamente ou num efeito "avalanche". Em outras palavras, em uma transformação martensítica termoelástica a transformação de fase ocorre uniformemente em um intervalo de temperatura bem definido entre M_s e M_f , sem mudanças bruscas nas propriedades do material neste intervalo.

Uma outra fase além da austenita e da martensita pode estar presente em certas ligas de Ni-Ti, dependendo do teor de níquel e do histórico térmico da liga. Esta fase é considerada uma fase intermediária entre a austenita e a martensita e apresenta um célula unitária romboédrica, sendo por isso chamada de *fase-R*. Suas temperaturas de início e fim de transformação durante o resfriamento e aquecimento são denominadas respectivamente R_s , R_f , R'_s , R'_f (BRADLEY & BRANTLEY, 1996; HODGSON & BROWN, 2000). Apesar de contribuir com um pequeno ganho de memória de forma, em torno de 0,75% de deformação, ela é praticamente ignorada nas ligas comerciais.

2.4 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA E SUPERELASTICIDADE

Na seção inicial deste capítulo (2.1) foram revistos alguns conceitos básicos sobre os efeitos memória de forma e superelasticidade. Cabe agora aprofundar estes conceitos somando-se a eles o conhecimento visto nas seções anteriores sobre transformações martensíticas. Antes entretanto, são necessárias algumas definições mais formais dos termos que serão usados daqui em diante (WASILESKI, 1975; ASTM F2005-00):

Efeito Memória de Forma: Um material que *aparentemente* tenha sido deformado plasticamente em uma determinada temperatura é capaz de recuperar, total ou parcialmente, sua forma original quando aquecido a uma temperatura adequada, não muito superior à temperatura ambiente. Cabe observar que a palavra *aparentemente* é grifada para salientar a diferença que existe entre a deformação plástica clássica conforme definida pela Ciência dos Materiais (deslizamento dos planos cristalinos) e a deformação que tem lugar nas ligas com memória de forma (reorientação dos variantes). Os mecanismos internos pelos quais os átomos se arranjam para provocar a deformação visível são diferentes. Deformações de até 10% podem ser totalmente recuperadas, dependendo da composição da liga, do tamanho de grão, da textura do material, do histórico mecânico e térmico e das condições nas quais a deformação é aplicada. Um material que tenha recuperado sua forma depois de aquecido, *não* tornará à sua forma anterior (deformada) quando resfriado àquela temperatura em que se deu a deformação

Efeito memória de forma de duas vias: Um material que tenha sido deformado em uma certa temperatura é capaz de recuperar sua forma original quando aquecido e *também* retornar a sua forma deformada quando resfriado até a temperatura em que se deu a deformação. Ou seja, a recuperação da forma se dá em duas vias, no aquecimento e no resfriamento. A magnitude deste efeito é 10 a 20 vezes menor do que o efeito memória de forma de uma via. Deformações da ordem de 1% podem ser recuperadas em ambos os sentidos no efeito memória de forma de duas vias. É importante frisar que nenhuma das ligas estudadas no presente trabalho possuem EMF de duas vias.

Superelasticidade: Um material deformado bastante além de seu ponto de escoamento aparente recupera totalmente sua forma inicial quando a carga é retirada. Normalmente é observada uma grande histerese de tensão-deformação. A superelasticidade acontece em uma temperatura em que a fase presente seja predominantemente austenítica ($T > A_f$).

Ferroelasticidade: Comportamento indistinguível da superelasticidade mas que ocorre em temperatura na qual o material é completamente martensítico ($T < M_f$).

Ainda segundo WASILEWSKI (1975), de acordo com o comportamento típico exibido pelo material sob tensão e temperatura o gráfico tensão *versus* deformação mostrará uma deformação macroscópica que pode ser dividida para fins de estudo nas seguintes deformações (FIG. 2-11):

- *Deformação anelástica*, ϵ_{an} , resultante de uma pequena recuperação ocorrida durante o descarregamento, e que é mais acentuada em baixas tensões.
- *Deformação de transformação*, ϵ_{tr} , que pode ser recuperada por subsequente aquecimento do material e representa o efeito memória de forma.
- *Deformação plástica*, ϵ_p , não recuperável por aquecimento e cuja extensão depende, entre outros fatores, do tipo de carregamento: tensão ou compressão.

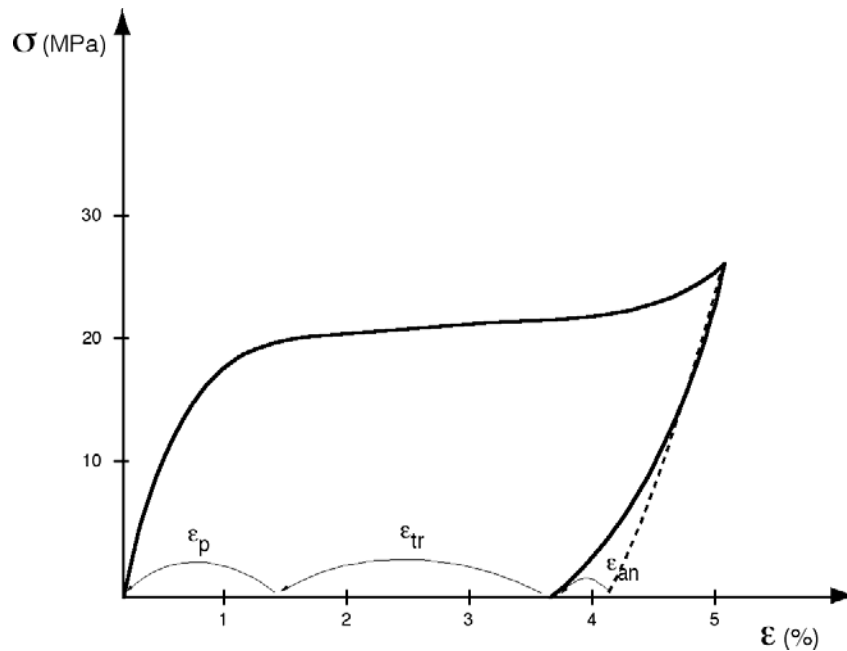


FIG. 2-11 - Curva Tensão-Deformação em tração de uma amostra de Ni-Ti policristalina obtida abaixo da temperatura M_f .

2.4.1 MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO E PRÉ-REQUISITOS PARA O EFEITO MEMÓRIA DE FORMA E SUPERELASTICIDADE

Já foi citado que para que uma célula de martensita se forme e cresça é necessário que o cristal de austenita ao seu redor se deforme para acomodar a mudança de volume que ocorre. Se uma tensão externa é aplicada ao material, total ou parcialmente transformado, a martensita (e a austenita caso reste alguma) serão ainda mais deformadas. Para que seja possível a completa recuperação de toda esta deformação acumulada é preciso que os mecanismos que a originaram sejam mecanicamente reversíveis. Caso parte desta deformação tenha se dado por mecanismos não reversíveis, o corpo apresentará uma recuperação apenas parcial de sua forma.

Alguns dos processos de deformação reversíveis que podem ocorrer nas ligas com memória de forma são: deformação elástica, crescimento reversível de martensita, formação e transformação de maclas, movimento de falhas de empilhamento parciais e deslocamento de discordâncias em cristais com ordem de longo alcance. Dentre aqueles mecanismos de deformação irreversíveis mecanicamente citam-se: deslizamento não-planar, crescimento irreversível de martensita, fluência e vários processos que resultam em relaxação das configurações de discordâncias (MENDELSON, 1975).

Além do mecanismo de deformação ser reversível ele deve ser tal que o produto da deformação seja estável à temperatura em que ela se processe, sendo liberado numa temperatura mais alta, quando ocorre a recuperação da forma. Se não fosse assim, o corpo simplesmente retornaria à sua forma quando a força fosse retirada, tal qual uma mola.

O primeiro pré-requisito básico para o efeito memória de forma é que durante o carregamento o limite elástico do material não seja excedido. Isto pode ser verificado experimentalmente por estudos que mostram pequeno aumento (no máximo duas vezes) na densidade de discordâncias ao final de um ciclo de carregamento de ligas com memória de forma. Para a ocorrência desta condição é necessário que as discordâncias que eventualmente sejam geradas durante a transformação sejam eliminadas durante sua reversão, o que elimina a possibilidade da movimentação das discordâncias por deslizamento cruzado. Como uma das consequências do deslizamento cruzado é a dissociação de discordâncias isso implica na necessidade de baixa energia de falhas de empilhamento para a ocorrência do efeito memória de forma. O decréscimo na energia de falha de empilhamento também parece influenciar no decréscimo da temperatura M_s e no aumento

da tendência para maclagem na fase austenítica. Outro pré-requisito para o efeito memória de forma é que a fase austenítica (fase-pai) seja altamente ordenada. Normalmente esta condição está relacionada à baixa densidade de discordâncias e à vetores de Burgers maiores que os de fases não ordenadas (MENDELSON, 1975).

As discordâncias servem como locais potencialmente favoráveis à nucleação de uma nova fase, seja ela difusional ou não. Acrescentando outros elementos à liga, a energia de falha de empilhamento pode ser abaixada e a "fase pai" estabilizada, com a consequente estabilização das discordâncias. A dissociação das discordâncias as imobilizam e limitam sua capacidade de servirem como pontos de nucleação difusionais à altas temperaturas. Com a "fase-pai" estabilizada ela somente pode ser transformada com a aplicação de uma grande força motriz cisalhante.

É observado que numa liga com memória de forma, as primeiras agulhas de martensita que se formam, o fazem nos locais das discordâncias mais favoráveis e portanto requerem uma força motriz relativamente menor. A partir daí, com o crescimento e coalescimento das placas de martensita, a força exigida é maior pois é preciso que as discordâncias mais distantes se movam (MENDELSON, 1975; OWEN, 1975).

É geralmente aceito portanto, que a superelasticidade e o efeito memória de forma podem se desenvolver por (1) crescimento de placas de martensita e contração de outras, (2) maclagem no interior das placas de martensita e desmaclagem de outras e (3) transformação para uma nova estrutura martensítica (MENDELSON, 1975).

2.4.2 OBSERVAÇÕES METALGRÁFICAS EM MATERIAIS COM MEMÓRIA DE FORMA E SUPERELASTICIDADE

A melhor maneira de se entender os mecanismos envolvidos na deformação dos materiais com memória de forma é visualizar a mudança que ocorre em sua microestrutura à medida que ele se deforma.

Deformação da martensita abaixo de M_f . A FIG. 2-12 (WAYMAN, 1975) mostra um conjunto de micrografias mostrando o desenvolvimento do alívio superficial de um corpo de prova sendo deformado abaixo da temperatura M_f , completamente martensítico portanto. Cada uma das regiões assinaladas na figura - A, B e C - consiste em um determinado número de variantes, neste caso 4, segundo WAYMAN. Durante a deformação o variante na região A orientado na direção da tensão cisalhante, ou seja, com um fator de Schmid favorável, cresce, enquanto aqueles orientados na direção contrária desaparecem; o mesmo acontecendo na região B. Em C há pouca mudança. Interrompendo-se o ensaio e aquecendo-se o corpo a uma temperatura superior a A_f (apenas 10°C acima) todas as regiões de martensita desaparecem durante a transformação reversa e a deformação do corpo é totalmente recuperada; este é o efeito memória de forma. Se em vez de interromper o ensaio, a tensão é progressivamente aumentada provocando deformações maiores, observa-se que os variantes continuam a crescer até que toda a superfície se revele praticamente um único cristal. A partir deste ponto observa-se o aparecimento de bandas paralelas de coloração rósea que se alargam e coalescem à medida que prossegue a deformação. Diferentemente da martensita deformada que se reverte durante o aquecimento pouco acima de A_f , estas

bandas são estáveis, revertendo-se apenas ligeiramente, segundo o autor, a temperatura de 200°C.

Formação de martensita sob tensão acima de M_s - Acima de M_s o mecanismo de deformação é similar ao visto anteriormente com a diferença de que agora o material é total ou parcialmente austenítico e a fase martensítica surge induzida pela tensão e não pela variação do temperatura. A FIG. 2-13 mostra a mesma área observada na FIG. 2-12 sendo as regiões A, B, C as mesmas. A deformação agora ocorre a temperatura acima de M_s . A medida que a deformação aumenta, as placas de martensita induzida por tensão crescem e se coalescem e da mesma maneira que a martensita termicamente formada no caso anterior: as primeiras placas de martensita a se formar são as primeiras a desaparecer quando a tensão é retirada e continuam a crescer até formarem um único cristal. Assim como antes, a deformação acima de um certo limite provoca o aparecimento de bandas de deformação de coloração rósea que indicam uma deformação permanente do material. Se no entanto, ao invés de aumentar a tensão até um nível que a deformação não possa ser recuperada, a tensão é liberada, as placas de martensita induzidas por tensão não poderão continuar existindo e se reverterão à fase austenítica com conseqüente recuperação da forma original do material. Este é o comportamento superelástico. Note-se que o mesmo processo de reversão ocorreu, somente que agora a variável externa causadora do retorno não foi o aumento da temperatura mas sim o decréscimo da tensão. Esta relação entre temperatura e tensão será revista na seção 2.4.3.

Apesar de guardarem semelhanças, a martensita induzida por tensão (acima de M_s) apresenta comportamento diferente da martensita térmica deformada (abaixo de M_f): a martensita que se

forma sob tensão não continua a crescer se a temperatura é abaixada até M_s , como se poderia esperar, e nem atua, no resfriamento, como local favorável à nucleação e crescimento da martensita térmica. Na verdade a martensita térmica não é influenciada de forma alguma pela presença anterior de martensita induzida por tensão (WAYMAN, 1975).

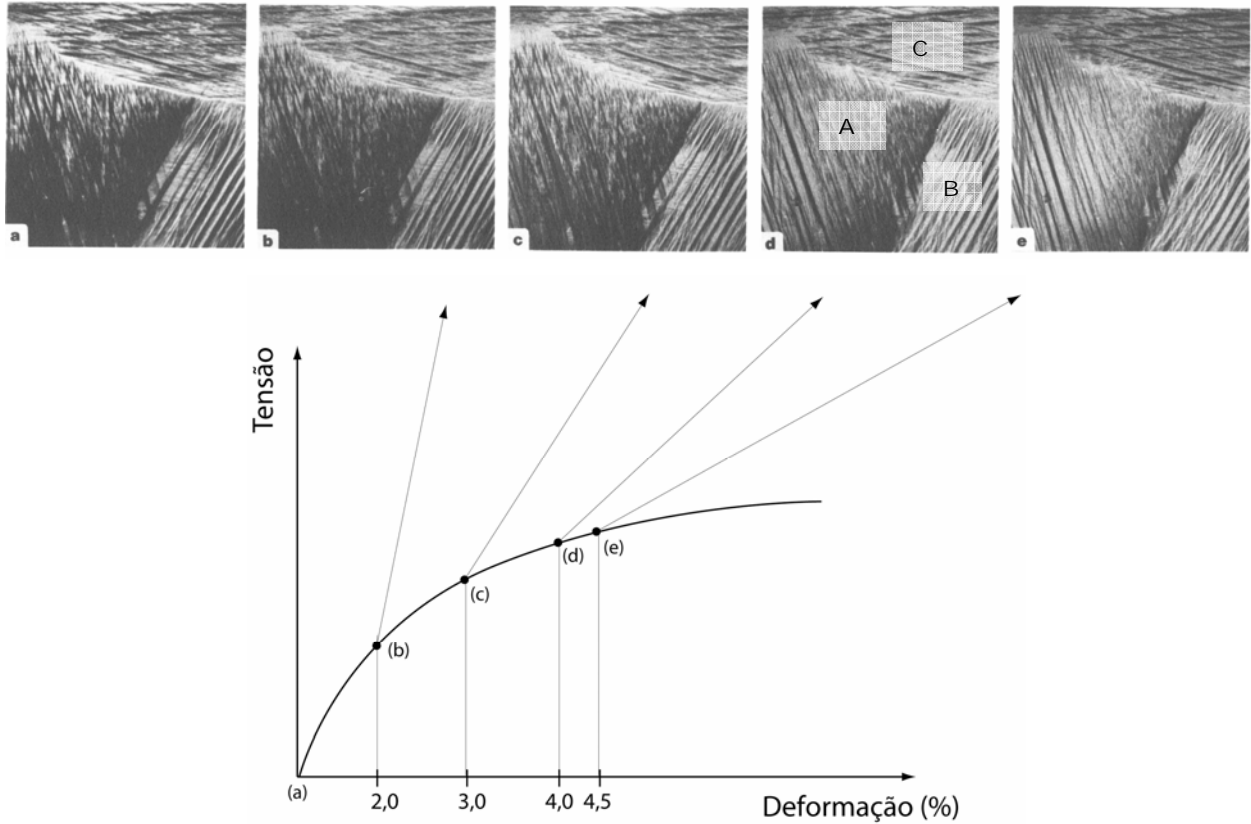


FIG. 2-12 – O gráfico relaciona os vários estágios da deformação com a microestrutura correspondente de uma liga policristalina Cu-Zn (39,8% Zn) com memória de forma. A liga é deformada até 4,5% em uma temperatura abaixo de M_f (WAYMAN, 1975).

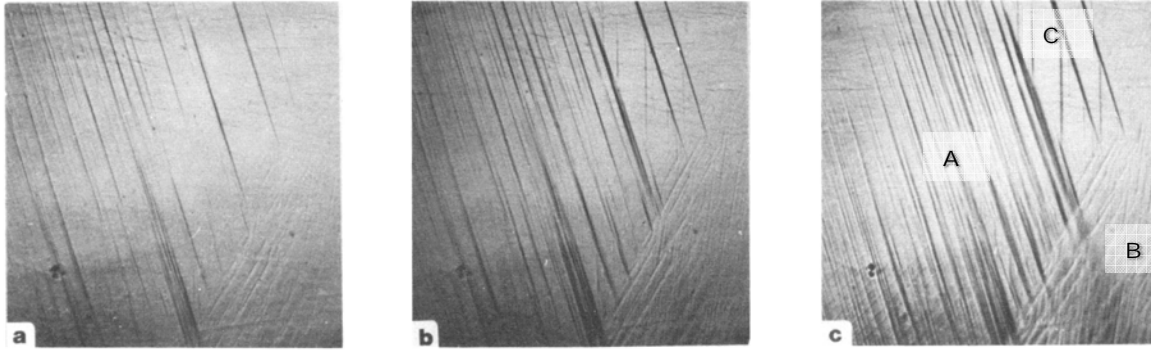


FIG. 2-13 – Micrografias mostrando a formação da martensita induzida por tensão em um ensaio acima de M_s (a) 3%; (b) 4%; (c) 4,5%. As regiões indicadas por A, B e C são as mesmas da FIG. 2-12

A FIG. 2-14 resume o comportamento da liga em uma temperatura acima de M_s . Num primeiro estágio percebe-se a formação de um patamar de tensão, onde ocorre a formação da martensita induzida por tensão e, que se deforma elasticamente a medida que a deformação prossegue. Com maiores deformações a tensão é suficiente para que os variantes de martensita se reorganizem resultando num segundo patamar de tensão. Até este ponto, se se descarrega o material, haverá recuperação completa do forma do corpo. Além deste ponto entretanto, se a tensão continua a aumentar, a martensita se deforma plasticamente e a recuperação total da forma não será possível.

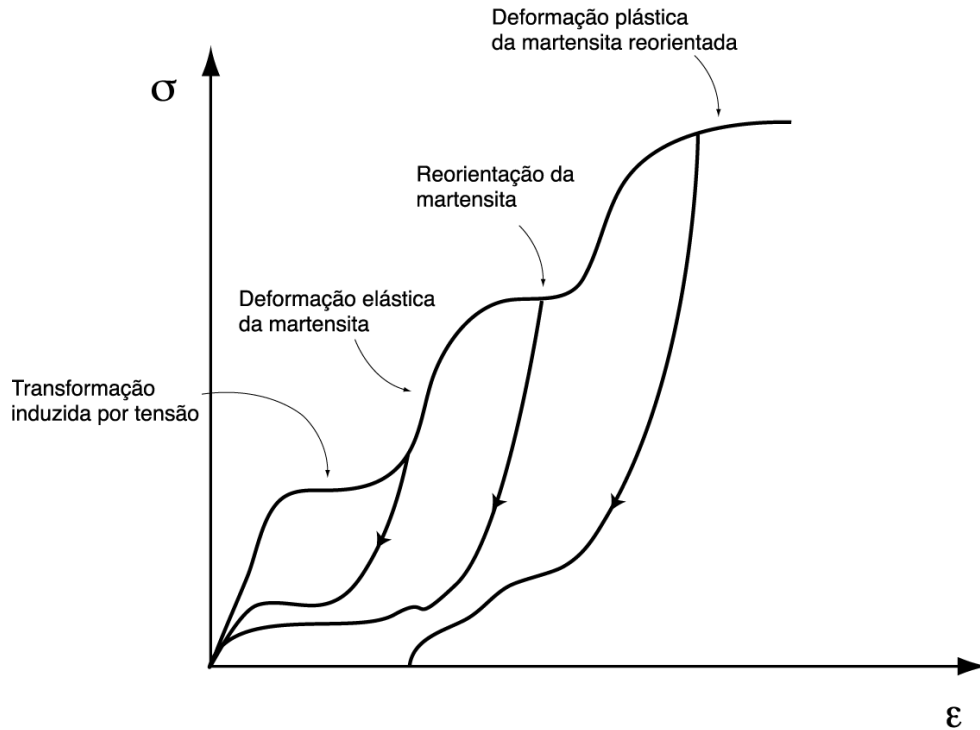


FIG. 2-14 – Representação esquemática da deformação isotérmica de uma liga Ni-Ti a $A_s < T < M_s$

A FIG. 2-15 mostra a reorientação dos variantes que ocorre quando o material é tensionado e que resulta no patamar de tensão ilustrado na FIG. 2-14. Em (a) acima de A_f o material é completamente austenítico e nenhum variante de martensita está presente. Quando o material é resfriado (b) a martensita se forma com os variantes ocorrendo aleatoriamente de tal maneira que não há mudança de volume do corpo. Com a tensão sendo aplicada (c) os variantes com fator de Schmidt mais favorável tendem a crescer às custas dos outros com relação menos favorável. Com a predominância de um variante sobre os demais a forma do corpo se altera resultando na deformação macroscópica observada. Esta situação permanece quando a força é retirada (já que a martensita existente foi termicamente criada) enquanto a temperatura se mantiver abaixo de M_s . Quando o corpo é resfriado

o material recupera sua forma original na medida que todos os variantes se reverterem.

FIG. 2-15 – Reorientação dos variantes com a deformação

2.4.3 RELAÇÃO ENTRE TEMPERATURA E TENSÃO

Como foi visto, nas ligas de Ni-Ti a transformação martensítica tanto pode ser iniciada pela variação da temperatura quanto pela aplicação de tensão. É natural então imaginar que exista uma relação entre as duas grandezas. Na verdade o efeito da tensão pode ser entendido como o de aumentar a temperatura de transformação M_s . Desta maneira, numa temperatura acima de M_s , em que há a presença de austenita, existe uma tensão tal que faz com que a temperatura M_s seja a própria temperatura de trabalho (FIG. 2-16). Quando esta tensão é atingida a transformação martensítica tem início e a martensita permanece estável enquanto a tensão se mantiver neste nível, revertendo-se à fase austenítica assim que a tensão desaparece ou cai abaixo do valor

limite. É importante notar que para toda liga haverá alguma temperatura em que a tensão necessária para a formação da martensita será maior que a própria tensão limite da austenita (a tensão de escoamento); neste caso a austenita deforma-se plasticamente e nenhuma recuperação de forma será possível (HOGDSON & BROWN, 2000; GIL, MANERO & PLANELL, 1996).

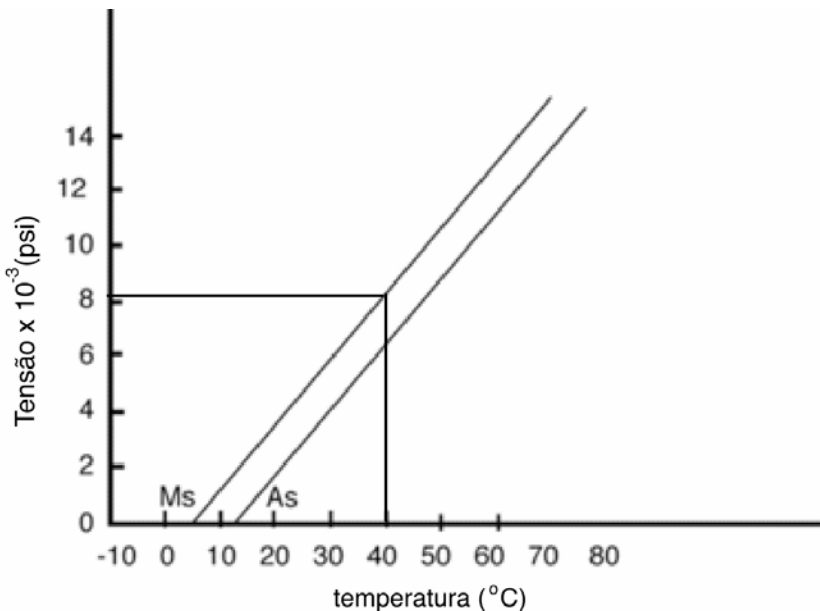


FIG. 2-16 - A figura mostra a relação linear entre tensão e temperatura dada pela equação de Clausius-Clapeyron para uma liga de CuZnSi com memória de forma. Na temperatura de 40°C, uma tensão um pouco maior do que 8×10^{-3} psi faz com que se inicie a transformação martensítica. A martensita assim formada, permanecerá estável somente nesta tensão, revertendo-se se ela for abaixada. Isto gerará na curva tensão-deformação um patamar nesta tensão.

2.4.4 AS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO - ENSAIOS DE DSC

A primeira preocupação ao se trabalhar com ligas com memória de forma é conhecer as temperaturas de transformação (M_s , M_f , A_s e A_f

e da fase-R caso ela ocorra). As propriedades físicas de uma liga de Ni-Ti variam de acordo com a quantidade de cada fase presente no material e esta por sua vez é função da temperatura da liga. Logo, uma maneira de se medir a temperatura em que uma fase dá lugar a outra é medir alguma propriedade física do material diretamente relacionada à quantidade da fase presente, ao longo de uma determinada faixa de temperatura. Existem pelo menos dez propriedades diferentes que podem ser relacionadas à transformação de fase embora nem todas sejam de fácil medição ou suficientemente precisas para o fim científico (HOGDSON & BROWN, 2000).

A maneira mais simples para estimar-se as temperaturas de transformação é simplesmente variar a temperatura do corpo enquanto se aplica a ele uma força constante. Quando o alongamento do corpo começa a diminuir é o momento do início da transformação austenítica e também quando o corpo tende a recuperar sua forma original anterior à deformação. Outra maneira bastante utilizada nos primórdios dos estudos das ligas com memória de forma para a determinação das temperaturas de transformação foi a medida da resistividade elétrica da liga. No entanto, devido à baixa precisão dos resultados e da dificuldade de preparação da amostra este ensaio foi substituído por outros, particularmente pelo ensaio de DSC (*Diferencial Scanning Calorimeter*). Outras vantagens do DSC sobre o ensaio de resistividade são que ele fornece resultados com muito maior resolução e ainda permite o cálculo do ΔH da reação. Por último é bom lembrar que os dois ensaios não podem ser comparados entre si pois não fornecem temperaturas de transformação coincidentes (BRADLEY & BRANTLEY, 1996).

O DSC mede a quantidade de calor emitida ou absorvida durante a mudança de fase, em relação a uma amostra de comportamento

conhecido. A martensita se forma no resfriamento com emissão de calor (reação exotérmica) e isto assinala um pico (ou vale, dependendo do sentido convencionado pelo aparelho) na curva de resfriamento. As amostras para este ensaio são pequenas e sua preparação não exige cuidados especiais; por isso o ensaio de DSC é largamente utilizado na determinação das temperaturas de transformação de ligas com memória de forma (BRADLEY & BRANTLEY, 1996). A FIG. 2-17 retrata uma curva de DSC típica de uma liga de Ni-Ti utilizada como fio ortodôntico.

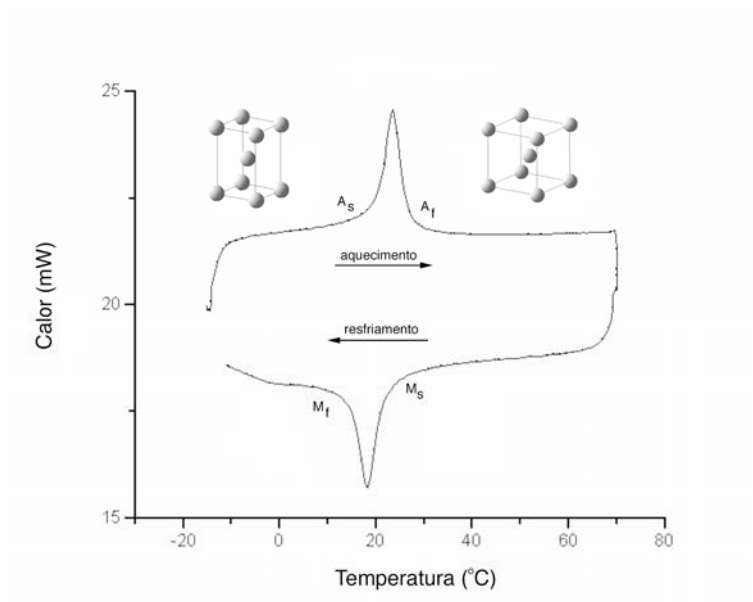


FIG. 2-17 - Dependendo do sinal convencionado pelo aparelho de DSC, os picos e vales poderão representar reações exo ou endotérmicas, características respectivamente da transformação martensítica e austenítica

As temperaturas de transformação das ligas de Ni-Ti estão extremamente ligadas à composição da liga e aos tratamentos térmicos sofridos durante o processo de fabricação (THOMPSON, 2000). Qualquer adição de níquel até o limite de 50%, em peso atômico, tem pouco efeito na temperatura de transformação, mas acima deste valor, pequenas adições de níquel podem mudar drasticamente a temperatura de transformação e por conseguinte as propriedades mecânicas da liga (HODGSON & BROWN, 2000;

LIBENSON et al., 1993). Como exemplo, uma adição de níquel suficiente para variar a composição da liga Ni-Ti de 50-50 para 51-49 em percentual atômico faz abaixar a temperatura A_s em aproximadamente 100°C e, praticamente, triplicar a tensão de escoamento (HODGSON & BROWN, 2000).

2.4.5 DIAGRAMA DE FASES DO NI-TI

Segundo o diagrama de fases (FIG. 2-18), o TiNi sofre a $630^\circ\text{C} \pm 15^\circ\text{C}$ a seguinte decomposição eutética: $\text{TiNi} \rightarrow \text{Ti}_2\text{Ni} + \text{TiNi}_3$. O METALS HANDBOOK (p. 2874) alerta que esta reação eutética não é um consenso entre os pesquisadores; de fato, ela é defendida por LOPEZ, SALINAS & CALDERÓN (2001) mas recusada por NISHIDA, WAYMAN & HONMA (1986).

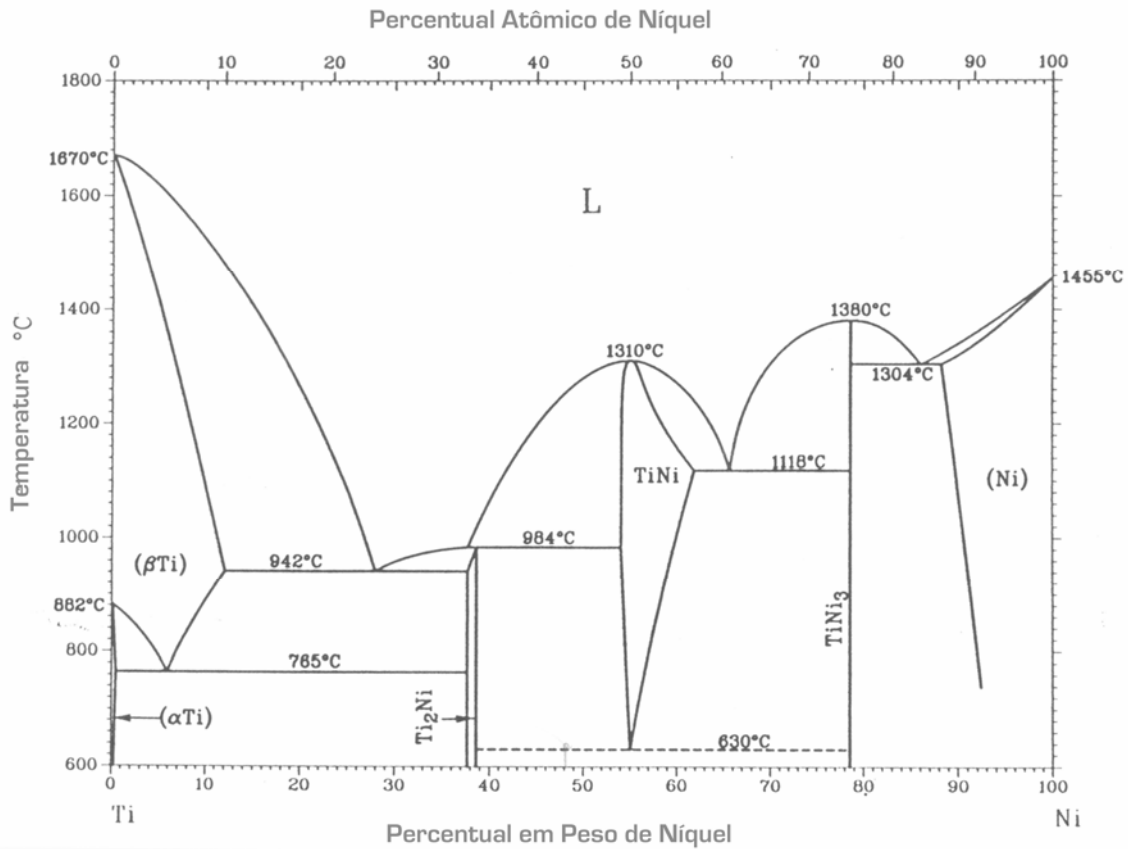


FIG. 2-18 - Diagrama de fases do TiNi

2.5 EMPREGO DAS LIGAS DE NI-TI NA ODONTOLOGIA

Fios ortodonticos trabalham transformando sua deformação em trabalho mecânico distribuindo-o aos dentes em direções determinadas (FIG. 2-19). Para determinar a intensidade, direção e qualidade das forças transmitidas aos dentes pelos fios de Ni-Ti é necessário conhecer as propriedades mecânicas destes materiais (GRAVINA, 2001 p1).

Na próxima seção são apresentadas as definições das propriedades mecânicas das ligas de Ni-Ti de interesse especial

na área ortodôntica e a terminologia empregada para descrever estas propriedades. Além de identificar as propriedades que são o alvo deste trabalho, espera-se também esclarecer-se possíveis divergências que existam nos termos técnicos utilizados na Engenharia e Odontologia.

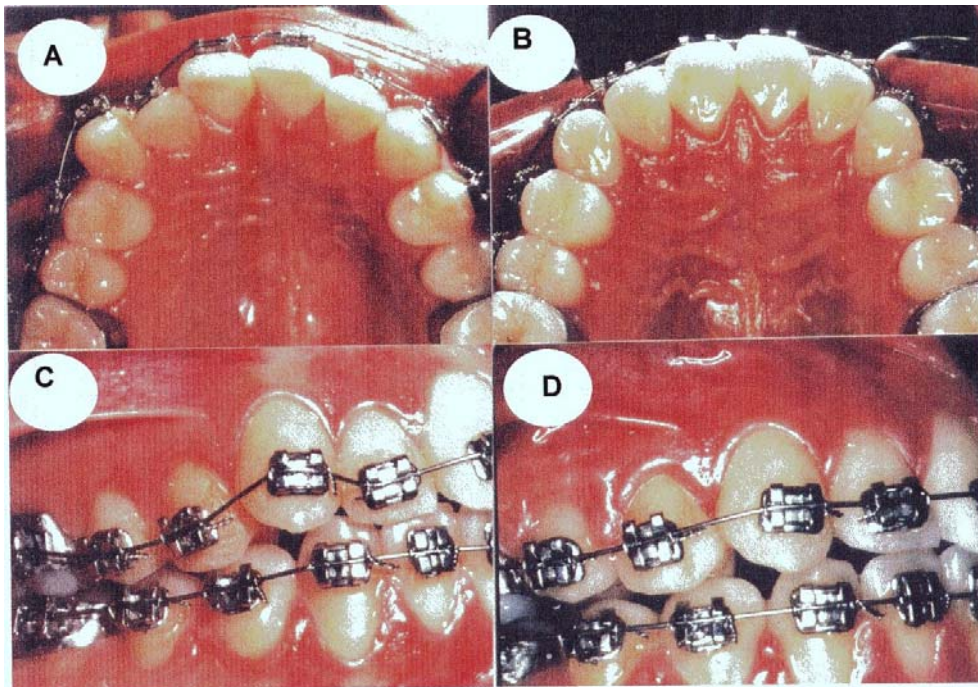


FIG. 2-19 – Fio ortodôntico em ação. Em(a) e (c) o início do tratamento com o fio consideravelmente flexionado. Em (b) e (d) o mesmo paciente 2 meses depois. QUINTÃO (2000).

2.5.1 PROPRIEDADES MECÂNICAS BÁSICAS

Uma mola distendida ou comprimida exerce uma força (F) diretamente proporcional à deflexão, ou *ativação*, (x) que sofre.

Esta relação é conhecida como *lei de Hooke* e se representa matematicamente pela equação $F = k \cdot x$

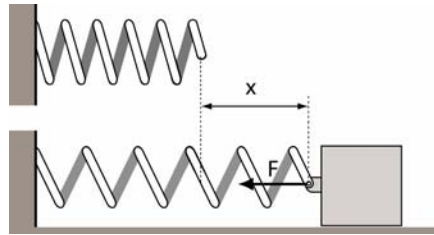
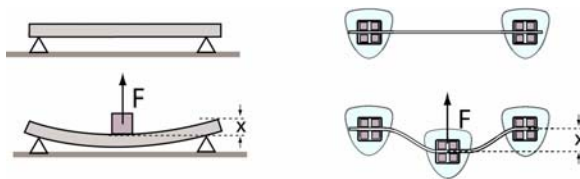


FIG. 2-20 - O corpo preso à mola sofre uma força diretamente proporcional à ativação da mola.

A constante de proporcionalidade (k) entre a força e a deflexão é chamada de *constante elástica da mola* ("spring rate", "load-deflection rate", "spring constant" ou "spring gradient"). Quanto maior a constante elástica mais "dura" a mola ou seja, maior sua *rigidez*. Isto significa que uma mola mais rígida exerce uma força maior quando submetida a mesma deflexão de uma outra menos rígida.

A lei de Hooke não se aplica somente a molas mas a quaisquer corpos que se deformem de maneira diretamente proporcional à força aplicada. Este é o caso de um corpo apoiado submetido a uma força que o flexione (FIG. 2-21); caso em que alguns autores preferem falar em *resistência à deflexão* em vez de constante elástica de mola (FERREIRA).



$$F = k \cdot x$$

FIG. 2-21 - A figura mostra a analogia entre a deflexão de uma viga e um fio ortodôntico preso aos dentes por meio de *brackets*. Em ambos os casos a força sobre o corpo, que no caso do fio ortodôntico consiste no *bracket*, é proporcional à ativação.

A resistência à deflexão de um corpo é função de seu comprimento inicial e de sua seção transversal, características macroscópicas representadas pelo *momento de inércia* (I). Assim, para um corpo de seção transversal circular, a resistência à deflexão varia com a quarta potência do diâmetro enquanto que para corpos de seção retangular varia diretamente com a largura e com o cubo da altura. Em ambos os casos a resistência a deflexão é inversamente proporcional ao cubo do comprimento.

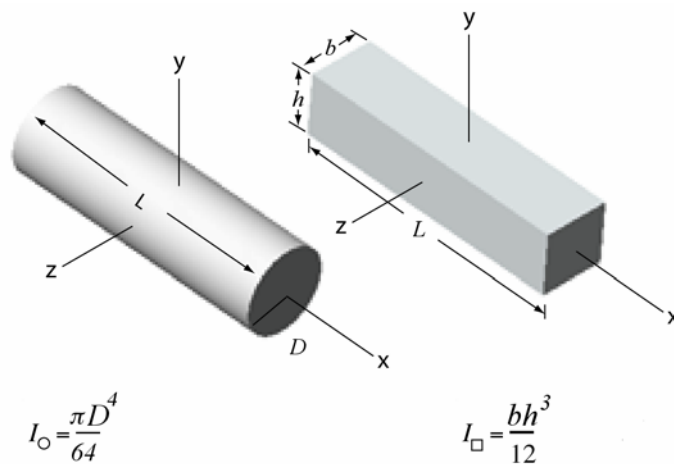


FIG. 2-22 - Na figura são mostrados os momentos de inércia em relação ao eixo z de sólidos de diferentes seções.. Neste caso supõe-se o carregamento na direção y .

Assim um mesmo corpo pode apresentar resistência à deflexão diferente dependendo do sentido em que for defletido ou da distância entre os apoios. Num fio ortodôntico isto se reflete na maneira como o fio (se retangular) é encaixado nos *brackets* ou da distância entre estes.

Na FIG. 2-23 o mesmo corpo é submetido à uma mesma deflexão x . As alturas das seções transversais são diferentes, fazendo com que a força para fletir o corpo na posição (b) seja maior. Logo abaixo ilustra-se o efeito do comprimento do corpo, considerado como a distância entre os apoios e que num fio ortodôntico é a distância entre os *brackets*. Quanto menor a separação entre os apoios maior a resistência à deflexão.

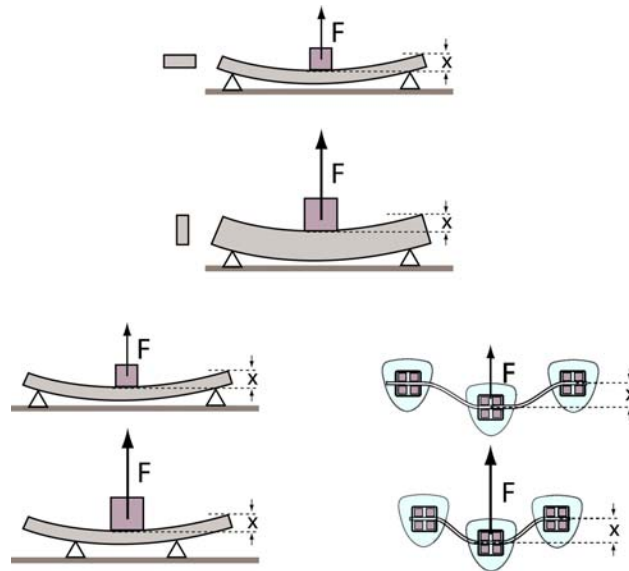


FIG. 2-23 – Diferença nas forças desenvolvidas sobre a barra variando-se (a) altura da seção transversal e (b) distância entre os apoios e (c) idem ao caso (b) substituindo-se a barra pelo fio ortodôntico e o bloco pelo bracket.

Existe um limite de força para o qual a lei de Hooke é válida. Se este limite é extrapolado a mola não mais retorna a sua forma inicial quando a força é retirada mas guarda uma deformação residual ou permanente chamada de *deformação plástica*. Tal limite é chamado de *limite elástico*. Chama-se *força elástica máxima* a maior força que se pode realizar em uma mola sem que se cause nenhuma deformação permanente à ela, ou seja a maior força

para que ainda se trabalhe no limite elástico. *Recuperação elástica* é a maior deformação elástica possível em uma mola ou fio e logicamente corresponde a deformação causada pela força elástica máxima.

A terminologia vista até aqui é empregada quando se deseja comparar diretamente as forças e deflexões geradas por molas ou fios de diferentes materiais, seções transversais e comprimentos. No entanto, quando se deseja examinar as propriedades dos *materiais* em si faz-se necessária uma normalização destas grandezas. A deformação passa a ser considerada percentualmente (mm/mm) e não mais em distâncias absolutas (mm) e a força é transformada em tensão, ou seja, força por unidade de área da seção normal à sua aplicação (kg/mm^2). Neste caso a lei de Hooke passa a expressar a proporcionalidade entre a tensão (σ) e a deformação (ϵ) e não mais entre força e deflexão e a constante de proporcionalidade passa a ser chamada de *módulo de elasticidade* (E): $\sigma = E \epsilon$.

Microscopicamente, o módulo de elasticidade é a força necessária para deslocar os átomos da rede cristalina de suas posições de equilíbrio: um átomo da rede cristalina está perfeitamente equilibrado pelas forças de atração e repulsão de todos os outros átomos vizinhos. Quanto mais fortes estas forças, maior a força externa necessária para afastá-los (ou aproximá-los) uns dos outros e se a força é retirada os átomos retornam às posições iniciais. O módulo de elasticidade depende apenas da natureza das ligações atômicas da liga e portanto é uma propriedade do material e não do objeto.

Macroscopicamente, o módulo de elasticidade representa a tensão necessária para deformar o material elasticamente e é representado pela inclinação da parte elástica da curva tensão x deformação, obtida através dos ensaios mecânicos (FIG. 2-24).

A maior tensão que pode ser aplicada ao material sem deformá-lo permanentemente é chamada de *tensão de escoamento*. Para tensões maiores do que esta diz-se que o material *escoa* ou seja, em vez dos átomos se deslocarem de suas posições de equilíbrio e retornarem à elas tão logo a tensão externa seja retirada, planos atômicos inteiros deslizam uns sobre os outros em um movimento de longo alcance tornando impossível haver recuperação da forma do corpo pela simples liberação da tensão. O material deixa o regime elástico e entra no regime plástico e a relação entre a tensão e a deformação deixa de ser linear (a lei de Hooke não é mais válida). A *máxima deformação elástica* ("springback"), também chamada de *máxima flexibilidade, faixa de ativação, faixa de deflexão ou faixa de trabalho* é a deformação que ocorre com a aplicação da tensão de escoamento, é obtida pela razão entre a tensão de escoamento e o módulo de elasticidade (KAPILA & SACHDEVA, 1989).

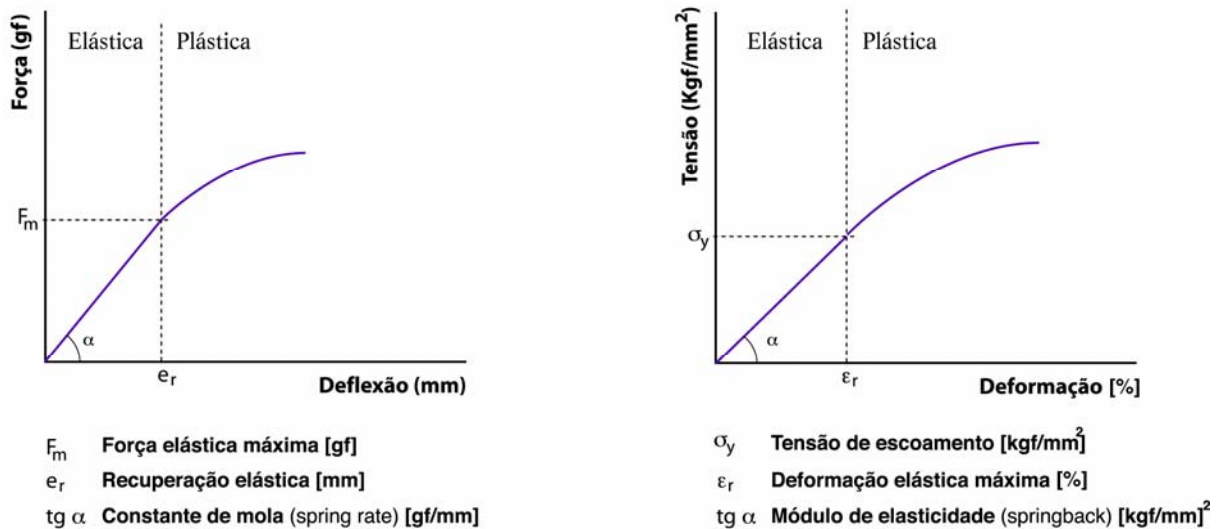


FIG. 2-24 - Gráficos comparando as propriedades mecânicas encontradas através das curvas de Tensão-Deformação e Força-Deslocamento..

A área sob a curva tensão x deformação é a *resiliência* do material e representa a energia elástica que se converte em trabalho durante a deformação. Fios com alta resiliência exercem maior trabalho durante a desativação.

2.5.2 OUTRAS PROPRIEDADES DE INTERESSE NAS LIGAS DE NI-TI

Há outras propriedades que são normalmente consideradas secundárias, seja porque todos os materiais as apresentam em um nível satisfatório ou porque não comprometem diretamente o emprego do material, mas que podem assumir importância fundamental dependendo do caso clínico e da sensibilidade do paciente. São elas:

Biocompatibilidade é basicamente a capacidade dos materiais em não se decompor sob condições ambientais próprias do corpo humano, assegurando suas propriedades mecânicas por longos períodos de tempo após a fabricação. Também significa que os materiais não liberam íons, ou que o fazem dentro de limites aceitáveis pelo corpo e que não geram respostas alérgicas pelo paciente (QUINTÃO 2000).

Formabilidade é a capacidade do material em ser ajustado na forma desejada sem que ocorra fratura; está diretamente relacionada à *ductilidade* que é a propriedade do material sofrer considerável deformação plástica, absorvendo grande quantidade de energia antes da ruptura.

Soldabilidade é a maior ou menor capacidade que um material possui para ser soldado. No caso dos fios ortodônticos pode ser vantajoso dispor desta propriedade a fim de se implementar modificações no sistema de forças.

Coefficiente de atrito. Existem situações em que o atrito entre o fio e o bracket se torna tão elevado que o *bracket*, e por consequência o dente, é impedido de se movimentar pelo próprio fio. Nesta situação o *bracket* pode não resistir ao aumento da força e se descolar (KAPILA & SACHDEVA, 1989).

2.5.3 EMPREGO DAS LIGAS DE NI-TI NA ORTODONTIA

Um fio ortodôntico trabalha pelo acúmulo de energia elástica. Assim como uma mola deflectida, o fio vai liberando sua energia à medida que se desativa, transformando-a em trabalho para movimentar o dente. Enquanto o dente se move e a deflexão diminui, a força exercida pelo fio diminui acompanhando a curva de desativação do material. É importante notar que se presume que o fio trabalhe todo o tempo dentro de seu limite elástico.

A força mais adequada ao tratamento ortodôntico é aquela que produz movimento do dente no menor espaço de tempo sem danificar o tecido periodontal (ROCK & WILSON, 1988). Embora a definição seja clara não existe conformidade na literatura em torno do valor ideal desta força e qual o seu limite máximo e mínimo. Algumas evidências apontam para 70 gf como um valor que não deve ser excedido para premolares e incisivos enquanto 17 gf seria a menor força capaz de mover um dente. Outros trabalhos entretanto apoiam o uso de forças maiores, de 150-200 gf para a

retração de caninos e 300-500 gf para movimento dos molares. Apesar desta dissonância todos os autores são unânimes em afirmar que forças suaves e constantes são preferíveis às forças elevadas e bruscas (WALTERS et al., 1975) - embora mais uma vez a própria definição de forças "suaves" e "pesadas" ainda seja discutível (NAKANO et al., 1999). Um exemplo é dado por WARITA et al. que estudando o movimento ortodôntico em ratos puderam demonstrar que forças contínuas e suaves geradas por um arco de níquel-titânio resultaram em movimento 1,8 vezes mais rápido do dente num período de 39 dias do que o gerado por forças maiores de um arco mais rígido do mesmo material.

As propriedades mecânicas dos fios ortodônticos são levantadas através de ensaios de tração, flexão e torção. Estes ensaios são eficazes na comparação entre os desempenhos dos fios de diversos materiais e diferentes seções transversais mas dificilmente são capazes de refletir a realidade clínica. Existem diversos fatores presentes na boca do paciente que normalmente não são reproduzidos nos ensaios mecânicos e que afetam significativamente o comportamento local dos fios sendo eles: a distância entre os *brackets*, tamanho dos slots dos *brackets* em relação ao fio, a angulação relativa do *bracket*, a direção de ativação, a forma curva do arco e principalmente a curvatura do fio e o atrito entre o arco e o bracket. Cientes destas variáveis, ROCK & WILSON (1988) construíram um aparato visando reproduzir o mais perfeitamente possível a situação clínica do fio e concluíram que quase sempre as forças na boca do paciente são maiores do que os resultados dos ensaios tradicionais levam a crer.

A FIG. 2-25 mostra curvas típicas de tensão x deformação para ensaios de flexão e torção comparando as performances de fios de aço inoxidável, titânio-molibdênio e níquel-titânio. Desta

figura pode-se deduzir que a grande vantagem do Ni-Ti sobre os outros materiais empregados na ortodontia é seu menor módulo de elasticidade que se traduz em excelente flexibilidade. Quando comparados ao fios de aço inoxidável, os fios de Ni-Ti são muito mais difíceis de se deformarem permanentemente pela manipulação normal o que dá ao profissional grande liberdade para ajustar o fio aos *brackets*. Entretanto grande flexibilidade não deve ser confundido com grande formabilidade; na verdade os fios de Ni-Ti são frágeis e não podem ser dobrados sobre si mesmos e conformados em pontas agudas com o risco de fraturarem-se (ANDREASSEN & MORROW, 1978).

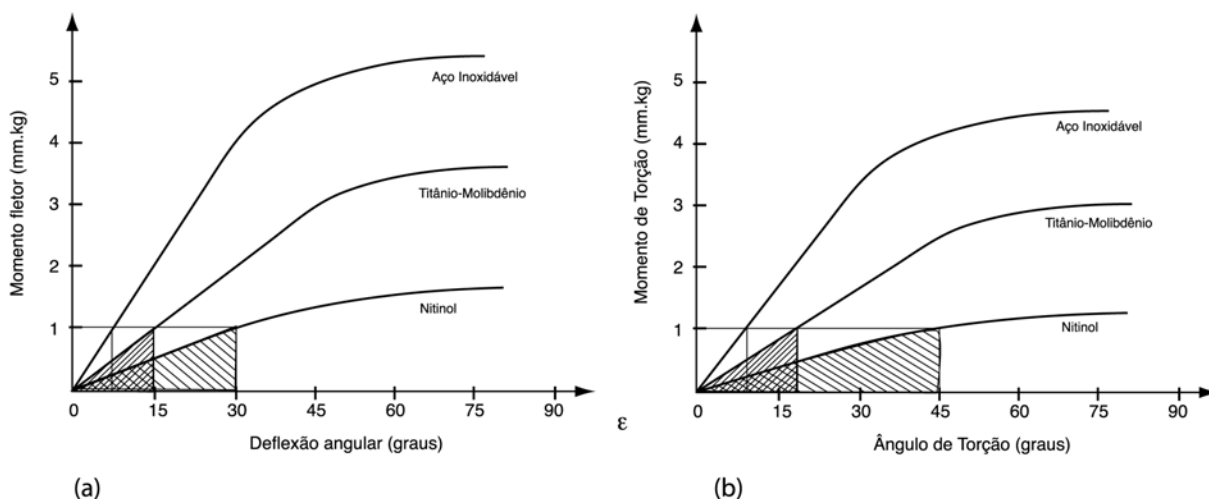


FIG. 2-25 – Representação esquemática de gráficos obtidos em (a) flexão e (b) torção demonstrando a diferença entre fios de Ni-Ti, Titânio-Molibdênio e aço inoxidável. O momento fletor é o momento necessário para fletir um corpo de prova engastado; da mesma maneira, o momento de torção é o momento necessário para torcer um corpo de prova que possui uma das extremidades fixa A área hachurada representa a resiliência do fio. Adaptado de KAPILA & SACHDEVA (1989).

Conforme foi citado, a curva tensão x deformação dos fios de Ni-Ti não apresenta um comportamento elástico linear como o de

outros materiais metálicos mostrando ao invés disto uma histerese de tensão típica dos tecidos humanos onde a curva de carregamento (ativação) é diferente da curva de descarregamento (desativação). Esta última é a de maior interesse para o ortodontista pois é onde se desenvolve o trabalho sobre os dentes. A suave inclinação da curva de tensão observada na FIG. 2-25 mostra que a desativação de um fio de Ni-Ti ocorre com liberação de força de maneira mais constante do que os demais materiais. MARTINS e SELAIMEN (1998) citam como exemplo da grande elasticidade destas ligas molas helicoidais de Ni-Ti (com lúmem de 0,030", fio de 0,009" de diâmetro e 10 mm de comprimento) que podem ser defletidas em até 500% sem guardarem praticamente nenhuma deformação permanente e liberando uma força praticamente constante, em torno de 100 gf, durante a desativação. Esta superelasticidade dos fios de Ni-Ti com forças menores, praticamente constantes ou pelo menos bastante suaves e grande energia armazenada durante a ativação (resiliência) se reverte em menor tempo de cadeira, redução do tempo para alcançar rotação e nivelamento e menor desconforto do paciente.

Entretanto é bom salientar que SEGNER & IBE (1995), estudando as propriedades de diversos fios superelásticos, concluíram que nem todos os fios cujos fabricantes dizem ser superelásticos podem de fato ser classificados assim e o patamar de força é inexistente na maioria deles. Além disso, é um fato que estes fios somente mostram suas vantagens comparativas se sua faixa de trabalho correspondente ao patamar de força e não ao final da curva. QUINTÃO (2000) por exemplo, afirma não haver vantagens em se utilizar fios de Ni-Ti superelásticos ao invés de fios de aço inoxidável multifilamentado.

Fios de níquel-titânio *termoativados* que apresentam o efeito memória de forma se tornaram disponíveis somente a partir da

década de 1990. Um fio ortodôntico termoativado pode ser conformado livremente pelo ortodontista, ajustado da melhor maneira aos *brackets*, e uma vez ativado pelo calor bucal recuperar sua forma original de arco realizando trabalho sobre o dente no processo.

A austenita e a martensita são fases com propriedades mecânicas diferentes e portanto de acordo com a quantidade de cada fase existente na liga também serão diferentes as propriedades mecânicas da liga. Isto quer dizer que fios de Ni-Ti com mesmo diâmetro podem ter propriedades diferentes e mais adequadas a cada caso clínico: em função do tratamento termomecânico prévio realizado pelo fabricante, a mesma liga pode ser indicada a pacientes com alto limiar de dor e periodonto normal até outros com baixo limiar de dor ou periodonto comprometido, quando se exige forças menores. Isto os difere dos fios de aço inoxidável onde a variação da força só pode ser obtida pela variação na seção transversal do fio.

Fios de Ni-Ti apresentam desvantagens, entre elas: não podem ser soldados, o coeficiente de atrito com os *brackets* é maior do que os dos fios de aço inoxidável - um problema acentuado quando utilizados com *brackets* cerâmicos - e sua baixa rigidez, sua grande vantagem sobre os outros materiais, pode tornar-se desvantagem nos estágios finais do nivelamento quando os baixos níveis de força gerados por pequenas ativações podem não ser mais suficientes para mover o dente (ANDREASSEN, 1980). Outro problema a ser considerado é a possibilidade de reação da liga em contato com a saliva, liberando íons e provocando hipersensibilidade do paciente. Embora a liberação de íons de níquel e titânio esteja abaixo da dose diária tolerável - GIL, MANERO & PLANELL (1996) reportaram taxas de liberação de 33.8 $\mu\text{g/l}$ e 5,65 $\mu\text{g/l}$ respectivamente de Ni e Ti em saliva artificial

num período de 48 semanas - pacientes muito sensíveis podem ser afetados.

2.5.4 PROPRIEDADES COMPARATIVAS DE OUTROS MATERIAIS UTILIZADOS NA ORTODONTIA

Fios de aço inoxidável - Pela inclinação da parte elástica das curvas da FIG. 2-25 conclui-se imediatamente que os fios de aço inoxidável possuem os maiores módulos de elasticidade dos materiais analisados o que equivale a dizer que são os mais rígidos. Isto faz com que para uma mesma ativação estes fios causem forças maiores sobre o dente, que dependendo do caso clínico podem se revelar inadequadas ou mesmo não serem suportadas pelo paciente. ROCK & WILSON (1988) mostraram que fios de aço inoxidável chegavam a exercer força de até 400 gf para ativações menores do que 1,0 mm. Para os casos em que o desalinhamento é grande, como é o caso no início do tratamento, é necessário utilizar fios de seção menor para reduzir a força a níveis compatíveis, o que entretanto reduz a resistência do fio às forças de mastigação e impacto de alimentos e dificulta seu ajuste ao bracket. A razão entre a tensão de escoamento e o módulo de elasticidade, a máxima deformação elástica (springback), é baixa sendo a energia armazenada pelo fio durante a ativação pequena; em outras palavras as altas forças produzidas pelo fio se dissipam em curtos períodos de tempo implicando em maior necessidade de troca de arcos.

Limitados por sua excessiva rigidez mas ainda atraentes por seu baixo custo, o aço inoxidável parecia destinado a ser substituído nas duas últimas décadas por novas e mais caras ligas metálicas de propriedades mais vantajosas. O surgimento dos fios de aço inoxidável multifilamentados, compostos de um

número específico de fios enrolados juntos provendo uma seção circular ou retangular, foi uma maneira de aproveitar o baixo custo do aço, eliminando ou reduzindo suas desvantagens. De fato ROCK & WILSON (1988) ressaltam a grande faixa de ativação e baixa rigidez dos fios multifilamentados e afirmam que estes seriam os únicos capazes de gerar forças menores do que 400 gf em casos extremos de desalinhamento, com ativações de até 2,5 mm. Um fio de aço inoxidável trifilamentado de 0,0175" (3x0,008") mostra a mesma rigidez de um fio único de 0,010", sendo 25% mais resistente que ele. QUINTÃO (2000) observou que fios de aço inoxidável multifilamentados apresentam resiliência comparável aos fios de Ni-Ti.

Fios de aço inoxidável possuem excelente formabilidade, baixo coeficiente de atrito, podem ser soldados e apresentam muito boa resistência à corrosão exceto na região das soldas.

Fios de titânio-molibdênio - Fios de TMA (titanium-molibdenium alloy) ou beta-titânio, possuem módulo de elasticidade menor do que o aço inoxidável e aproximadamente duas vezes maior do que os de Ni-Ti. Um fio de titânio-molibdênio pode ser deformado quase duas vezes mais que um fio de aço inoxidável e exerce praticamente metade da força que este. Isso os coloca em uma faixa intermediária entre estes dois materiais e o faz ideal para situações onde a grande rigidez do aço inoxidável não é aplicável mas onde as pequenas forças geradas pelos fios de Ni-Ti não são suficientes para completar o nivelamento.

Ligas de beta-titânio possuem uma melhor formabilidade do que as ligas de Ni-Ti, uma deformação elástica máxima superior - portanto uma maior faixa de ativação - e são de fácil soldagem. Seu coeficiente de atrito se situa entre o dos aços inoxidáveis e do Ni-Ti e sua resistência a corrosão é excelente.

2.5.5 APLICAÇÕES CLÍNICAS

Infelizmente não existe um consenso na literatura sobre os fios mais adequados em cada etapa do tratamento ou uma sequência de uso ideal. Alguns resultados ainda são conflitantes o que faz com que o ortodontista ainda se guie mais por impressões clínicas e pela aparente ausência de danos no periodonto do que por dados obtidos na literatura.

De maneira geral os autores apontam que quanto maior for o desalinhamento dos dentes e mais o fio tiver que ser defletido para ser ligado ao bracket mais adequado será o fio de níquel-titânio em lugar do fio de aço inoxidável. Isto recomendaria os fios de níquel-titânio, especialmente os superelásticos, para os estágios iniciais do tratamento. Apesar disto, muitos autores têm relatado as boas qualidades dos fios multifilamentados de aço inoxidável com faixas de trabalho até mais amplas do que as dos fios de níquel-titânio colocando-os como uma alternativa viável a estes fios mais caros mesmo no início do tratamento. Nos estágios intermediários do tratamento os fios de titânio-molibdênio são os mais indicados por possuírem rigidez adequada e uma faixa de ativação maior que a dos aços inoxidáveis.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho foram investigadas seis diferentes tipos de ligas Ni-Ti com as seguintes denominações comerciais: *Aditek Nitinol* da **Aditek** (16-651-3000); *GAC, GAC Sentalloy Medium* (REF 02-511-13) e *GAC Neo Sentalloy F200* (REF 02-523-18) da **GAC International Inc** (Central Islip, NY USA, 1-800-645-5530); *3M Superelástico* (REF 203-809) e *3M Termoativado* (REF 4296-937) da **3M Unitek Dental Products** (2724 South Peck Road, Monrovia, CA 91016 USA). Esta ordem será utilizada para a apresentação dos resultados. Todos os fios têm seção redonda de 0,46 mm (0,018") com exceção do GAC Neo Sentalloy de seção retangular 0,55 x 0,71 mm (0,0215" x 0,028").

Para a determinação das temperaturas de transformação das fases austenítica e martensítica foram realizados ensaios de DSC. A análise da morfologia da superfície e das microestruturas dos fios foram feitas por meio de microscopia óptica e eletrônica de varredura. As propriedades mecânicas foram determinadas mediante ensaios de tração, flexão e torção, tanto a 25 quanto a 37 °C. Todos os ensaios e observações metalográficas foram realizados nos fios conforme recebidos de fábrica.

3.1 ENSAIOS DE DSC

Os ensaios de DSC foram realizados no Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento do Exército (IPD) empregando-se equipamento PERKIN-ELMER com módulo de subresfriamento controlado e atmosfera protetora de nitrogênio.

As amostras foram preparadas repetindo-se o seguinte procedimento para cada liga ensaiada: dos arcos, conforme recebidos, eram cortados cuidadosamente (a fim de evitar encruamento do material) vários segmentos retilíneos de fio (3 a 5) com aproximadamente 5 mm de comprimento de tal maneira que o peso total correspondesse a aproximadamente 20 mg; estes pedaços eram pesados em balança analítica, limpos com álcool, secos e colocados em um cadinho de alumínio. Este cadinho, que em seguida era tampado e selado, constituía uma amostra. As taxas de aquecimento e resfriamento foram fixadas em 10°C por minuto e as temperatura inicial e final do ensaio foram fixadas em -20°C e 80°C para que os picos de transformação, esperados entre 0 e 50°C, se apresentassem bem definidos. Como referência inerte foi utilizado um segundo cadinho de alumínio vazio e para evitar condensação de água e oxidação do material, a câmara de aquecimento era preenchida com gás nitrogênio. O aparelho foi calibrado momentos antes da realização dos ensaios com padrão de índio e zinco.

O procedimento seguido para preparação da amostra bem como para calibração do equipamento foi realizado de acordo com a norma ASTM F2004-00 *"Standart Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys by Thermal Analysis"*.

3.2 MICROSCOPIA ÓPTICA E ELETRÔNICA

As amostras para microscopia óptica e eletrônica foram preparadas no Laboratório de Metalografia do IME. O procedimento foi o seguinte: vários segmentos de fios (no estado recebido pelo fabricante) foram cortados e dispostos em resina (curada à frio); a superfície da amostra assim preparada foi polida até a lixa 1200 sendo depois atacada com mistura de ácidos hidrofluorídrico, nítrico e acético (1:5:5) durante 10 s. A superfície observada das amostras foi a seção transversal dos fios. As imagens da microscopia óptica foram obtidas no Laboratório de Metalografia da Universidade Federal Fluminense em Volta Redonda utilizando-se o Sistema de Análise de Imagem "Image Pro" enquanto as microscopias eletrônicas foram obtidas no Microscópio Eletrônico de Varredura do IME.

3.3 ENSAIOS MECÂNICOS

Os ensaios mecânicos foram conduzidos no Laboratório de Ensaios Mecânicos do IME empregando-se a máquina de ensaio mecânico Universal EMIC modelo DL1000.

Foram preparados 6 corpos de prova a partir dos fios de cada liga para cada ensaio de flexão, torção e tração. Cada corpo de prova foi ensaiado primeiramente a 25 °C e depois a 37 °C. O comprimento do corpo de prova foi escolhido de maneira a se trabalhar com a parte mais retilínea do fio parabólico (conforme recebido do fabricante), sempre em torno de 2,5 cm (1"), o que

está de acordo com a literatura (ASGHARNIA & BRANTLEY, 1986). Como o objetivo dos ensaios era trabalhar na região elástica ou superelástica dos fios, tal qual eles devem atuar na boca (WALTERS et al, 1975), todos os ensaios foram feitos escolhendo-se o limite máximo de deformação que não superasse o limite de escoamento do material. Alcançando-se este limite previamente escolhido o fio era descarregado. Assim os limites de deformação em cada tipo de ensaio foram selecionados conforme dados existentes na bibliografia (MIURA, 1986; YONEYAMA et al., 1993, SEGNER & IBE, 1995, ROCK & WILSON, 1988; NAKANO et al., 1999; TONNER & WATERS, 1994; DRAKE, WAYNE & POWER 1982; QUINTÃO, 1999), ou em alguns casos conforme ensaios mecânicos preliminares de teste.

Os ensaios de flexão foram realizados com o fio apoiado em três pontos com distância entre os apoios de 14 mm (FIG. 3.1c). Esta distância é utilizada pela quase totalidade dos trabalhos similares existentes na literatura. Isto permite uma comparação imediata dos valores encontrados. O procedimento para o ensaio foi o seguinte: os fios eram simplesmente apoiados no dispositivo, conforme mostra a FIG. 3.1c; sob a ação de um punção estes eram carregados até a flecha máxima de 3 mm quando o ensaio era interrompido por 30 segundos para permitir a dissipação do calor gerado na transformação martensítica, e em seguida descarregado. Neste aspecto este ensaio difere do realizado por alguns pesquisadores (QUINTÃO, 1999; SEGNER & IBE, 1995; MIURA, 1986) onde o fio foi fixado aos *brackets* e não somente apoiado. A escolha por este tipo de ensaio foi feita porque embora o fio preso ao bracket simule melhor o esforço real na boca do paciente ao considerar também as forças de atrito existentes, ele pode dar a impressão de superelasticidade para fios que não são superelásticos mas que apresentam alto

coeficiente de atrito com os brackets. Este é o caso dos fios de TMA (titânio-molibdênio), segundo NAKANO et al. (1999). Como o principal objetivo deste trabalho é a verificação da alegada superelasticidade e a comparação das propriedades superelásticas de várias marcas de fios, preferiu-se o ensaio de flexão em três pontos simplesmente apoiado, similar aos de YONEYAMA et al. (1993), NAKANO et al. (1999) e TONNER & WATERS (1994). O limite de 3 mm de flecha máxima para os fios de seção circular e 2 mm no caso do fio de seção retangular foram escolhidos por corresponderem a casos clínicos extremos já que segundo SEGNER & IBE (1995) somente dentições bastante irregulares necessitam de ativações de mais de 1,0 mm. A célula de carga utilizada foi de 2 kgf e a taxa de deformação 0,5 mm/min.

Nos ensaios de torção, cada extremidade do corpo de prova era presa a dois mordentes especialmente confeccionados em latão, onde a fixação do fio era feita pelo aperto de parafusos. Fixado o fio nos mordentes, estes eram fixados em mandris; um fixo e outro giratório o qual se fazia girar através de um fio de nylon enrolado a seu eixo e amarrado ao travessão da máquina. A máquina ao tracionar o fio girava o mandril, torcendo o corpo de prova. Conhecendo-se a medida do eixo do mandril, o deslocamento em milímetros da máquina podia ser transformado em ângulo de torção, e a força transformada em momento. Antes do início do ensaio entretanto, era necessário esticar o fio aplicando-se nele um pré-carga mas sem com isso torcer o corpo de prova. Isto era conseguido através de um contra-peso (FIG. 3.1b) preso a um segundo fio que corria por uma roldana, cuja única função era manter o fio esticado e igualmente tracionado durante todo o tempo do ensaio. Para examinar a influência do atrito da roldana e do mandril nos resultados, foram realizados cerca de 10 ensaios com exatamente os mesmos parâmetros do ensaio efetivo

mas sem o corpo de prova preso ao dispositivo. Depois disso o fio de nylon usado para girar o mandril também foi ensaiado sozinho a fim de se determinar se ele se deformaria permanentemente na faixa de trabalho dos ensaios. O limite de deslocamento dos ensaios de torção foi escolhido como sendo o correspondente a um pouco mais de 90° de torção, considerado um limite prático, esperando-se observar o patamar de força característico destes materiais. Foi utilizada a célula de carga de 2 kgf e taxa de deformação de 1,0 mm/min.

Para os ensaios de tração os fios foram presos a mordentes de latão especialmente confeccionados, à exemplo dos utilizados nos ensaios de torção. A fixação do fio aos mordentes foi feita por meio de parafusos. No ensaio de torção, a carga introduzida pelo aperto podia ser desprezada, pois estando o corpo de prova submetido a forças pequenas (200 gf no geral) o aperto do parafuso podia ser suave. No caso de tração entretanto, frente a forças consideravelmente maiores que tendiam a fazer o fio escorregar (o que de fato aconteceu algumas vezes), o aperto do parafuso precisava ser mais severo o que introduzia pré-cargas de até 0,5 kgf e tendia a deformar o fio alterando sua retilinidade. Este efeito teve que ser muito bem controlado em todos os ensaios. Assim como nos dois ensaios anteriores, uma vez fixado o corpo de prova, este era carregado até o limite de deformação previamente determinado e depois descarregado. Entre o carregamento e o descarregamento havia uma pausa de 30 segundos para dissipação do calor. O limite de deformação foi escolhido de acordo com o comprimento útil ensaiado, de maneira a não exceder o limite de deformação recuperável destes materiais (em torno de 8 a 10%); assim foi utilizado o limite de deslocamento de 1 mm, um pouco menos do que 10% do comprimento útil médio dos corpos de prova, que variou em torno de 15 mm.

Para os ensaios de tração foi utilizada a célula de carga de 50 kgf e taxa de deformação de 1,0 mm/min.

Devido ao pequeno diâmetro dos fios ensaiados, em nenhum dos ensaios mecânicos foi utilizado extensômetro.

Apesar de haver uma norma reguladora para execução dos ensaios mecânicos em fios ortodônticos, a *"New American Dental Association Specification n° 32 for Orthodontic Wires Not Containing Precious Metals"* de 1977, não há um consenso em torno dela. Segundo MIURA et al. (1986) por exemplo, os ensaios de flexão preconizados por esta norma podem mostrar superelasticidade mesmo para materiais que não apresentem o efeito como é o caso dos fios de titânio-molibdênio. ASGHARNIA et al. (1986) vão além e concluem que o teste de flexão estabelecido pela ADA n° 32 não fornece valores de módulo de elasticidade confiáveis, e que os valores encontrados variam bastante de acordo com a seção do fio. No presente trabalho portanto, os ensaios foram baseados nas normas para ensaios de flexão e torção de fios da ASTM, respectivamente E558-83 *"Standard Test Method for Torsion Testing of Wire"* e E855-90 *"Standard Test Method for Bend Testing of Metallic Flat Materials for Spring Applications Involving Static Loading"*, e principalmente nas indicações da literatura de outros pesquisadores (MIURA, 1986; YONEYAMA et al., 1993, SEGNER & IBE, 1995, ROCK & WILSON, 1988; NAKANO et al., 1999; TONNER & WATERS, 1994; DRAKE, WAYNE & POWER 1982; QUINTÃO, 1999).

Para o acompanhamento da temperatura dos ensaios foi utilizado um termômetro digital posicionado todo o tempo o mais próximo possível do corpo de prova. Para manter a temperatura em torno de 37°C, foi utilizada uma lâmpada de 100 W incidindo diretamente sobre o dispositivo de fixação, enquanto a máquina foi isolada do meio externo com folhas de isopor, mantendo-se uma espécie de

estufa em torno da área do ensaio (FIG. 3-1). O arranjo se mostrou eficiente, com a temperatura variando no máximo em 1 °C.

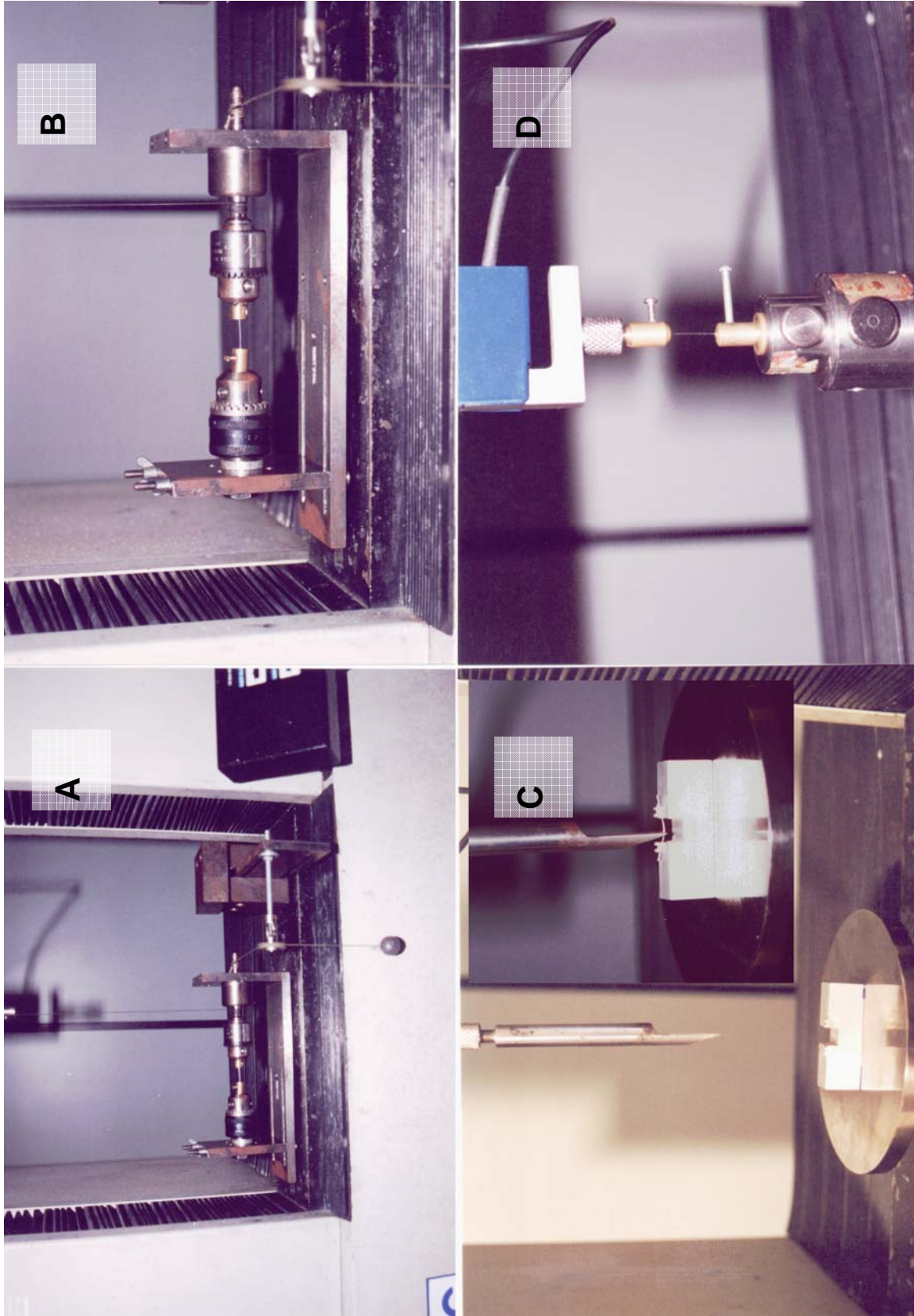


FIG. 3-1 - Fotos ilustrativas dos ensaios mecânicos. (A) Ensaio de torção. (B) Ensaio de torção em detalhe. (C) Ensaio de flexão com um fio sendo ensaiado em detalhe. (D) ensaio de tração.

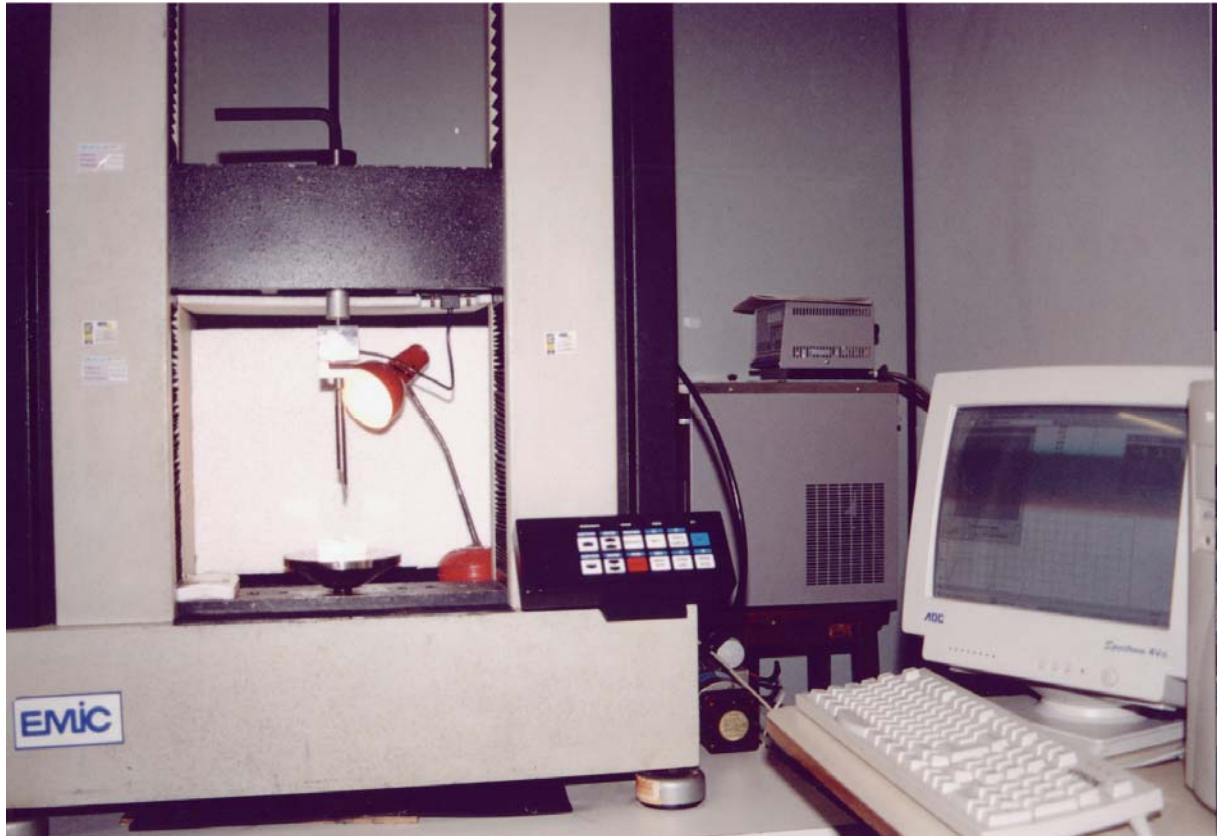
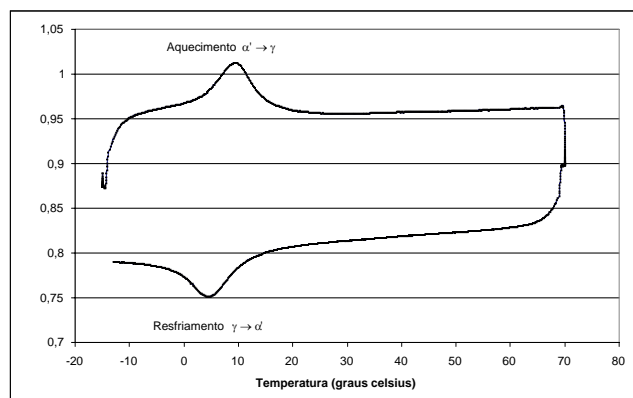


FIG. 3-1 – Máquina utilizada para os ensaios mecânicos e dispositivo utilizado para aquecimento da amostra. No fundo e acima, folhas de isopor isolam a câmara de ensaios.

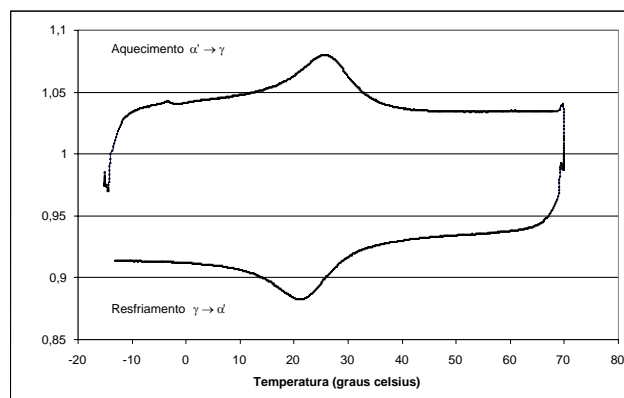
4 RESULTADOS

4.1 ENSAIOS DE DSC

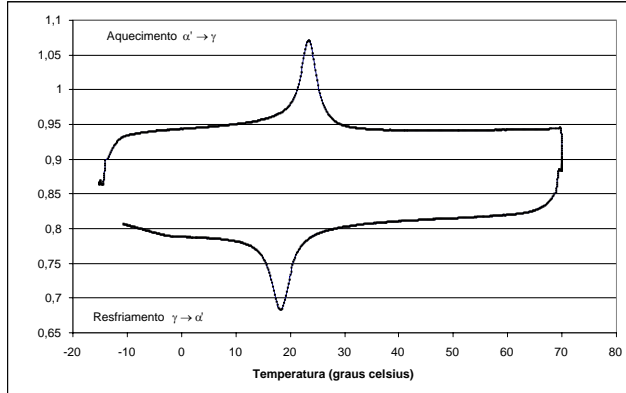
A seguir são listados os gráficos obtidos nos ensaios de DSC. De acordo com os dados fornecidos pelo aparelho, a parte superior de cada curva corresponde, conforme indicado nos gráficos, ao aquecimento da amostra e a inferior ao resfriamento; os picos positivos indicam transformação endotérmica e caracterizam a transformação austenítica, enquanto os picos negativos indicam transformação exotérmica e caracterizam a transformação martensítica.



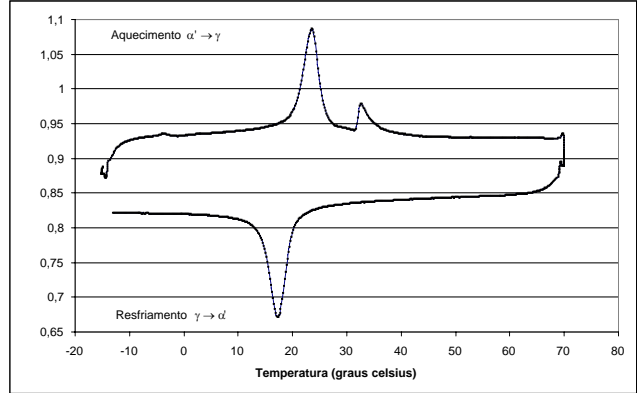
(a) Aditek



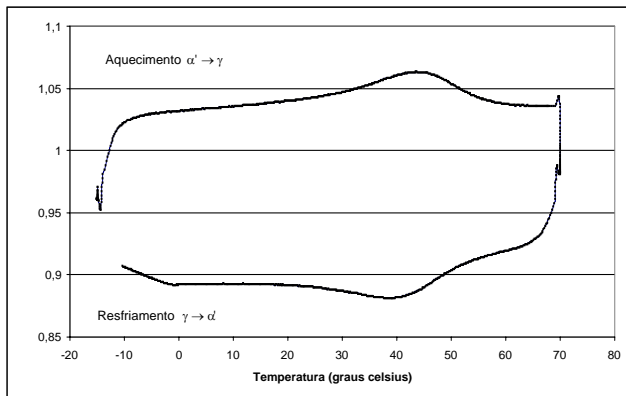
(b) GAC



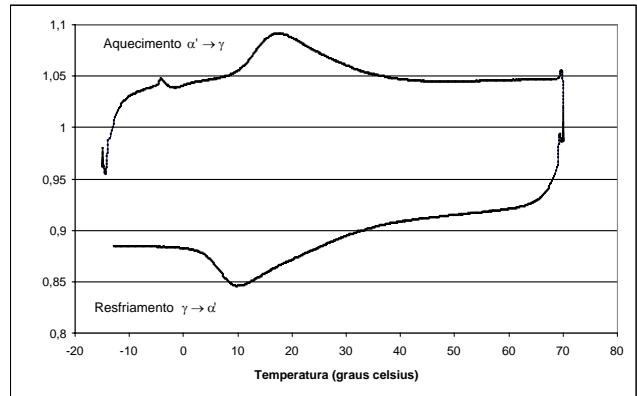
(c) GAC Sentalloy



(d) GAC Neo Sentalloy



(e) 3M Superelástica



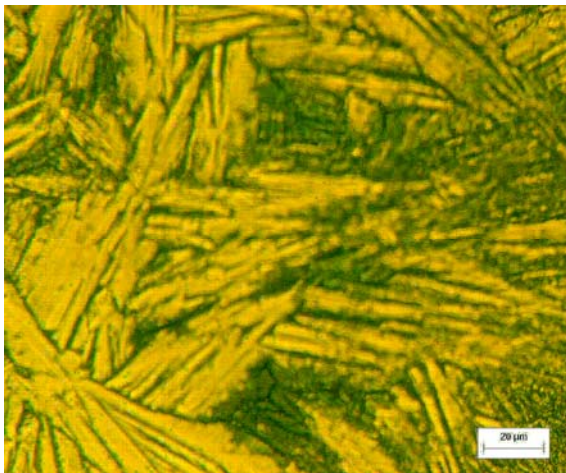
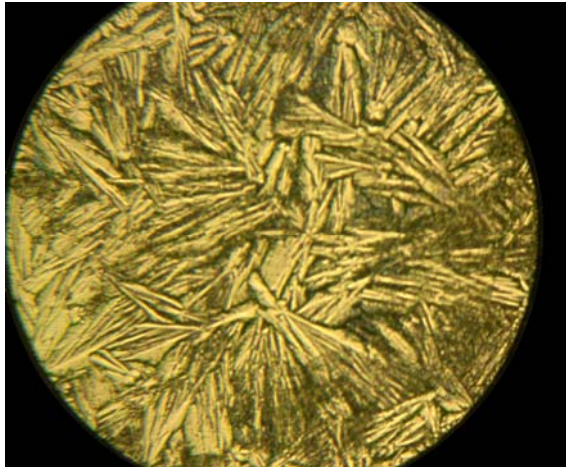
(f) 3M Termoativada

FIG. 4-1 – Gráficos de DSC obtidos para as diversas ligas.

4.2 MICROSCOPIA ÓPTICA

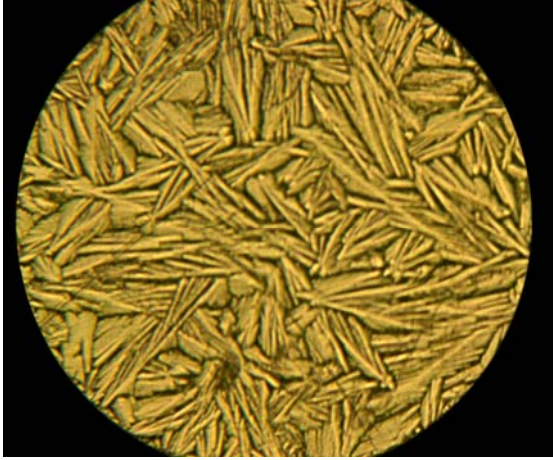
A seguir são listados as fotografias obtidas por meio da microscopia óptica em aumentos de até 500 vezes. Conforme citado anteriormente, as fotografias correspondem a superfície de

amostras preparadas a partir da parte retilínea dos fios em seu estado de recebimento do fabricante.

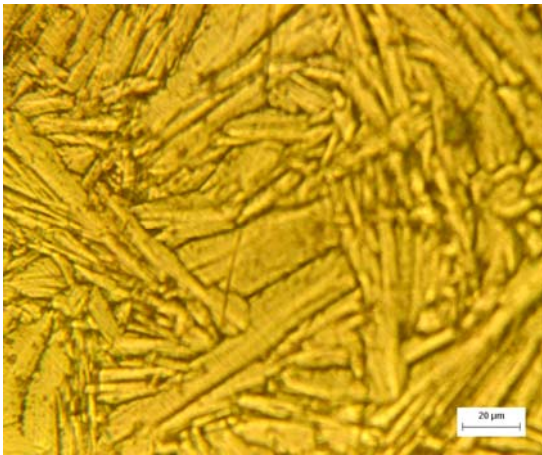


(a) Aditek (x200)

(b) Aditek (x500)



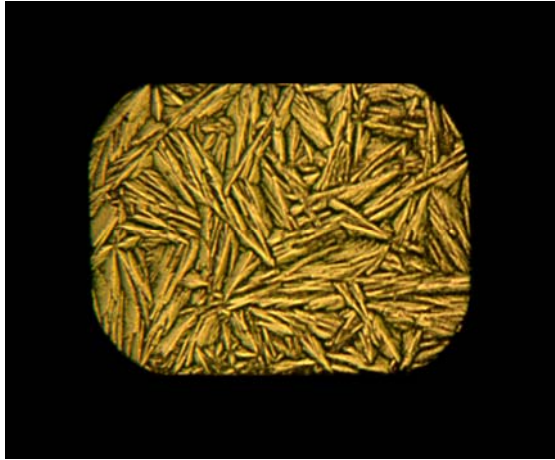
(c)



(d) GAC (x500)

GAC

(x200)



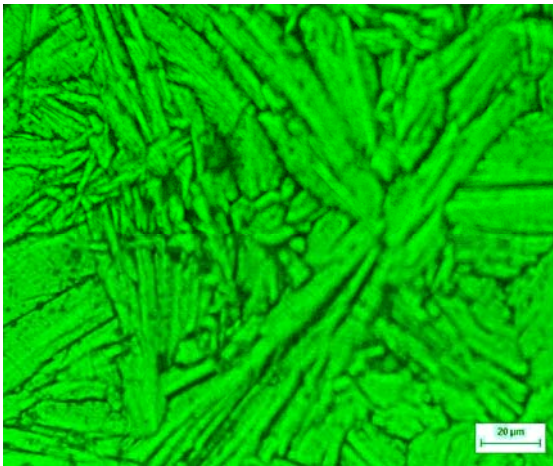
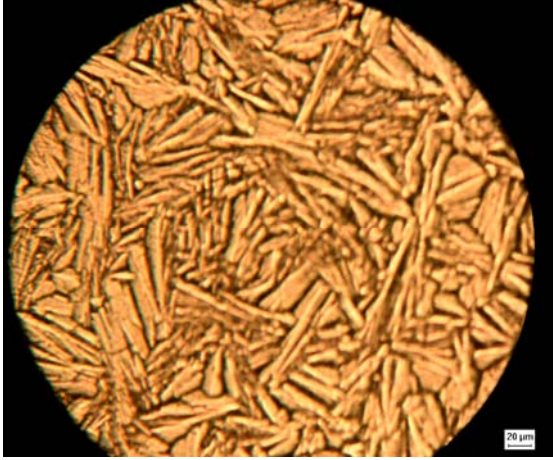
(e) GAC

Neo

Sentalloy

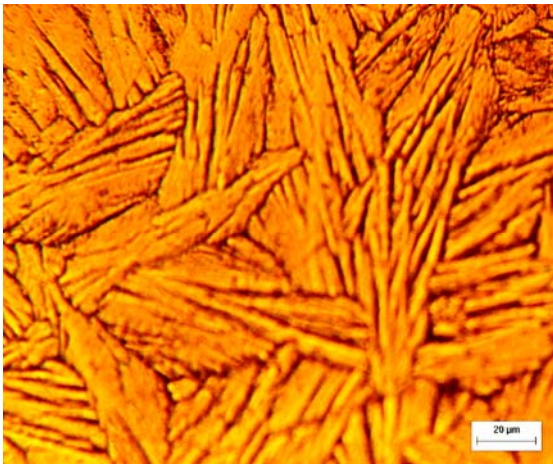
(x100)

(f) GAC Neo Sentalloy (x500)



(g) GAC Sentalloy (x200)
GAC Sentalloy (x500)

(h)



(i) 3M Superelástico x200
3M Superelástico x500

(j)

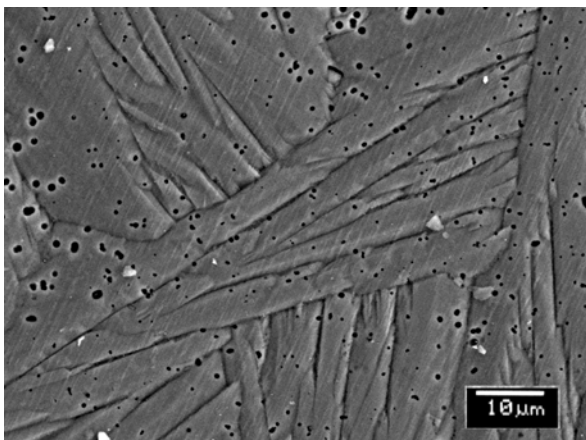
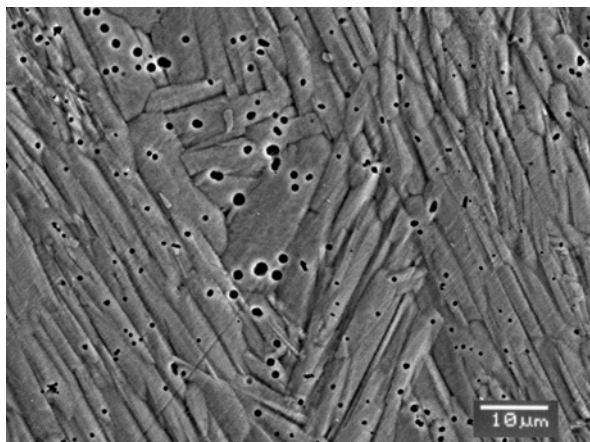


(k) 3M Termoativado x200

FIG. 4-2 – Micrografias ópticas das diferentes ligas. Ataque: mistura de ácidos hidrofúorídrico, nítrico e acético (1:5:5) durante 10 s

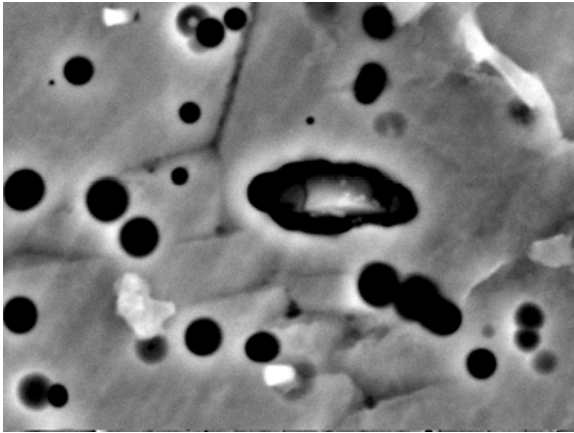
4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA

A seguir são mostradas as imagens obtidas através da microscopia eletrônica de varredura. Conforme citado anteriormente, as fotografias correspondem a superfície de amostras preparadas a partir da parte retilínea dos fios em seu estado de recebimento.

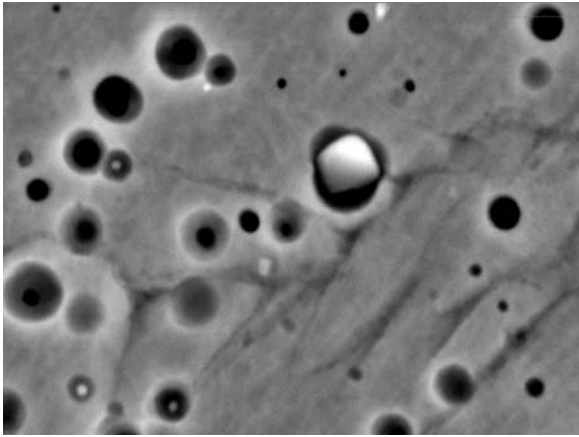
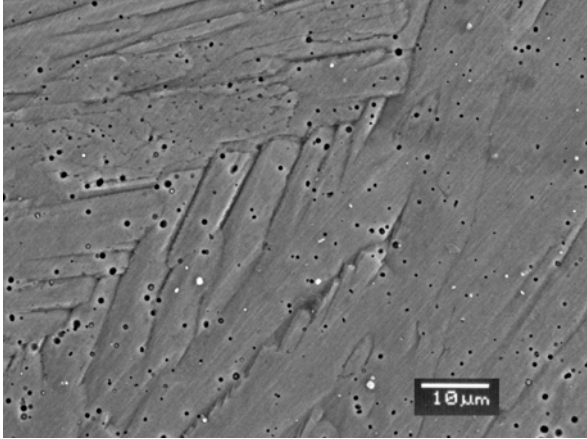


(a) Aditek (x1500)

(b) GAC (x1500)

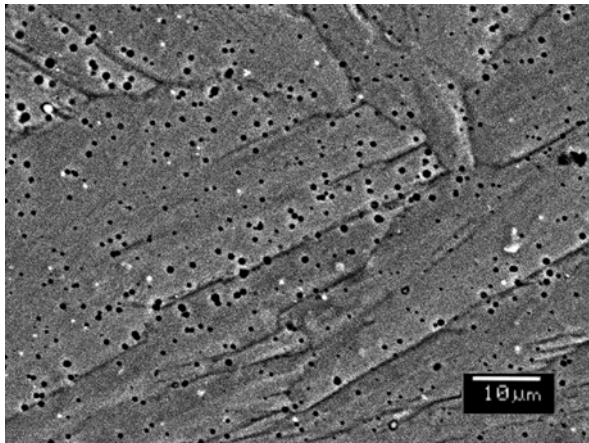
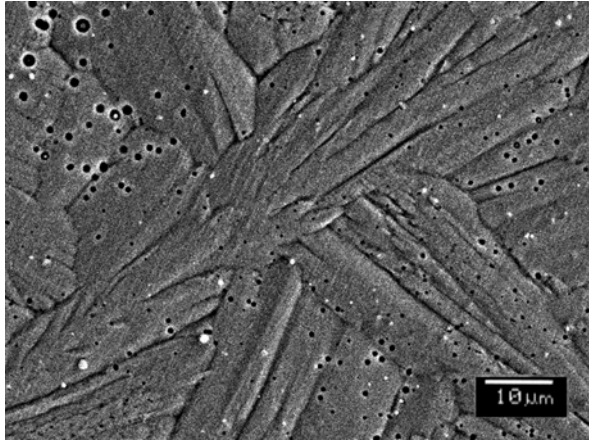


(c) GAC Sentalloy (x6500)



(d) GAC Neo Sentalloy (x1500)
GAC Neo Sentalloy (x6500)

(e)



(f) 3M Superelástico (x1500)

(g) 3M Termoativado (x1500)

FIG. 4-3 – Micrografias das diferentes ligas no estado conforme recebido. MEV.

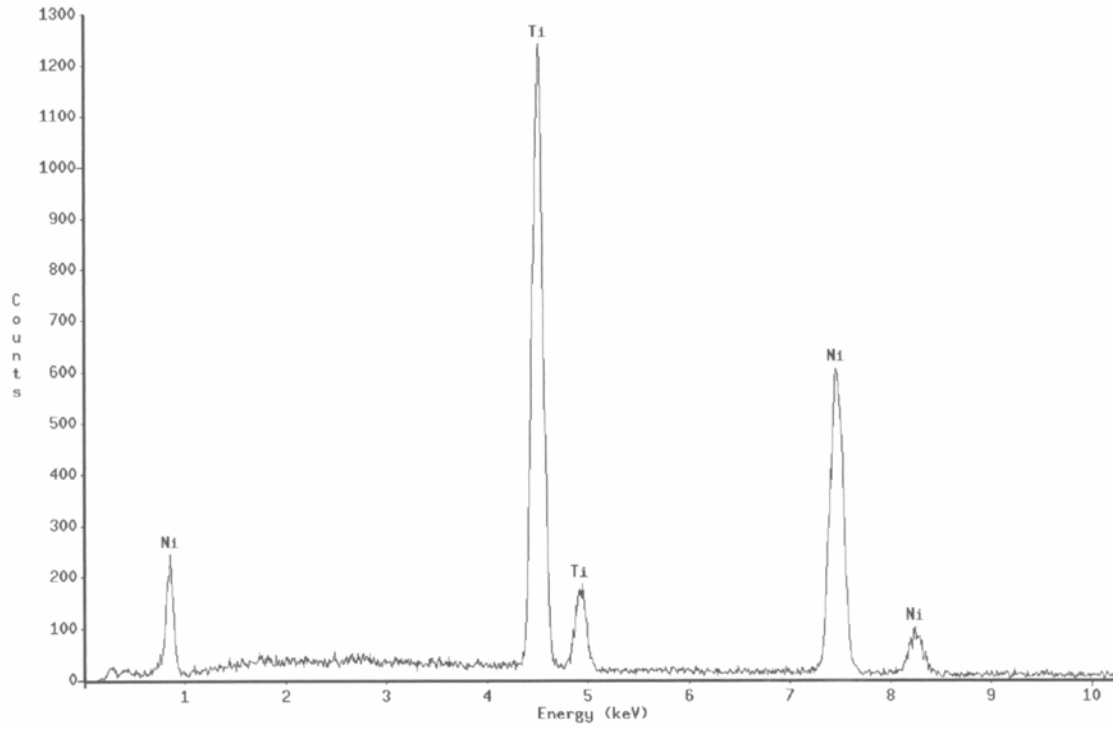


FIG. 4-4 – Difratoograma típico das partículas de segunda fase encontradas na liga Aditek. EDS

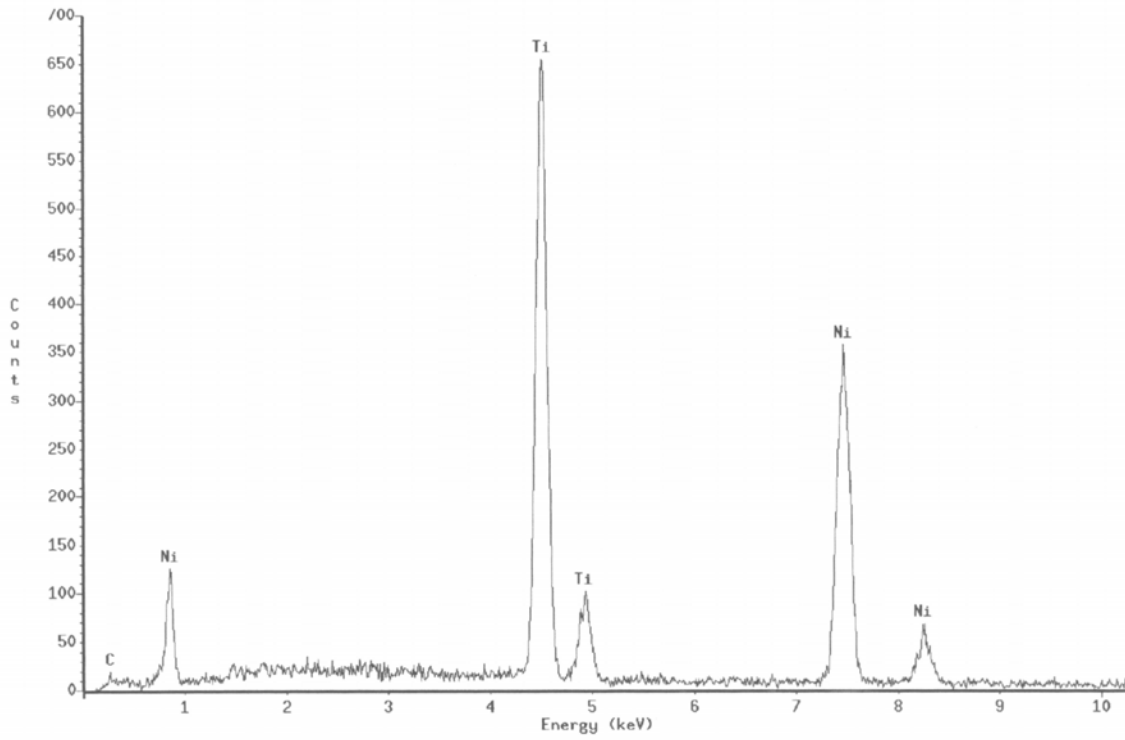


FIG. 4-5 – Difratoograma típico das partículas de segunda fase encontradas na liga GAC Sentalloy. EDS.

4.4 ENSAIOS MECÂNICOS

Na apresentação dos resultados dos ensaios de flexão e tração os gráficos indicam tanto a força nominal aplicada aos corpos de prova em gf ou kgf com o correspondente deslocamento (ou ativação) em mm, quanto a força por unidade de área em MPa com a deformação percentual, já que a primeira é uma informação mais utilizada pelos dentistas do que a segunda mas pouco expressiva para engenheiros. Pelo mesmo motivo, permitir a comparação direta com outros trabalhos da área odontológica, as unidades de força não foram apresentadas no Sistema Internacional de Unidades mas mantidas em gf ou kgf, conforme o caso.

O programa TESC da máquina de tração empregada nos ensaios mecânicos exportava uma tabela de pontos onde a primeira coluna correspondia a força em N e a segunda coluna ao deslocamento do travessão da máquina em mm. Estes pontos tiveram que ser exportados para um editor de planilhas e transformados para tensão e deformação percentual através de equações apropriadas. Para o cálculo da tensão nos ensaios de flexão em três pontos foram utilizadas as seguintes expressões, todas obtidas de SOUZA (1982):

$$\sigma = \frac{2,546FL}{D^3}, \quad (\text{seções circulares})$$

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2}, \quad (\text{seções retangulares})$$

onde F é a força, L a distância entre os pontos de apoio, D o diâmetro, b e h respectivamente a base e a altura da seção retangular. Todos os fios tinham diâmetros de 0,46 mm (0,018"),

exceto o GAC Neo Sentalloy, que tinha seção retangular de 0,71 x 0,55 mm (0,0215 x 0,028").

Nos ensaios de torção o momento de torção foi calculado por $M = Fd$ onde F é a força aplicada pela máquina ao eixo e d a distância do ponto de aplicação da força ao centro do eixo: 3,80 mm.

Nos ensaios de tração a tensão foi calculada dividindo-se a força pela área do fio:

$$\sigma = \frac{F}{\pi r^2} \quad (\text{seções circulares}) \quad \text{e} \quad \sigma = \frac{F}{bh} \quad (\text{seções retangulares})$$

enquanto a deformação de engenharia foi calculada como a deformação total dividida pelo comprimento inicial do corpo de prova, ou seja:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$$

Como ao todo foram realizados cerca de 250 ensaios entre flexão, torção e tração, serão mostrados a seguir apenas um gráfico representativo dos resultados de cada amostra ensaiada para cada tipo de ensaio e em cada temperatura.

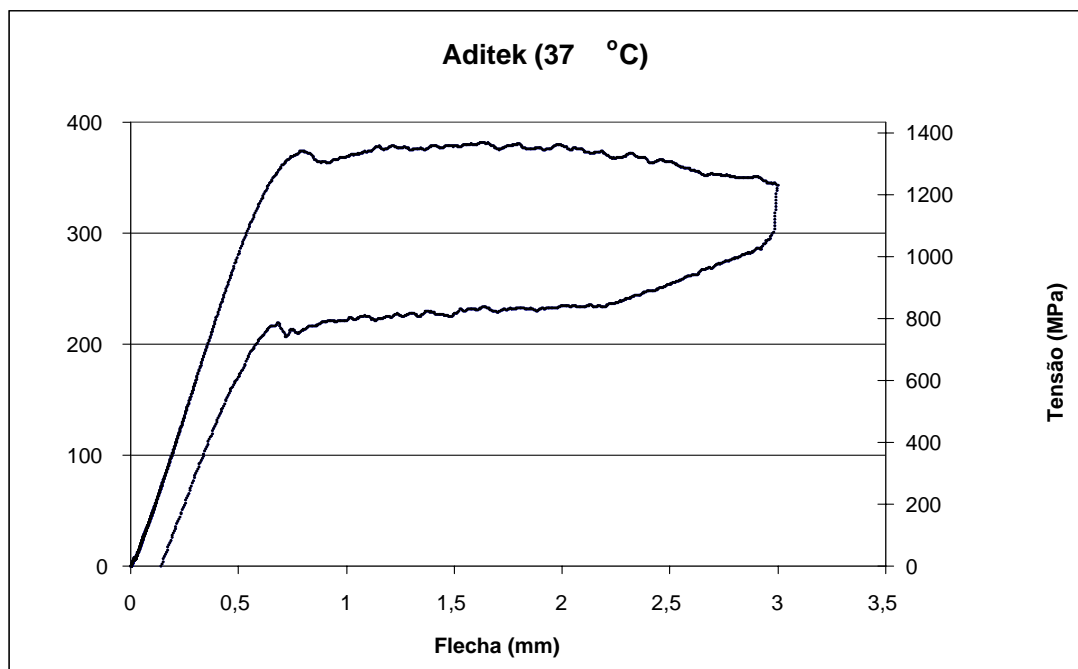
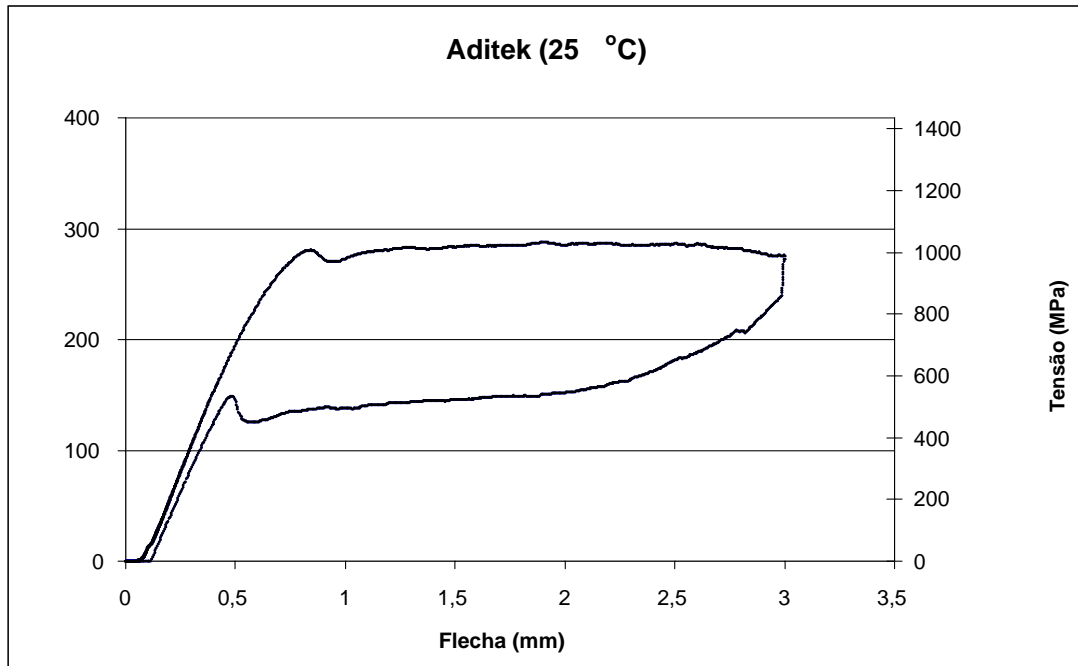


FIG. 4-6 - Curvas dos ensaios de flexão da liga Aditek

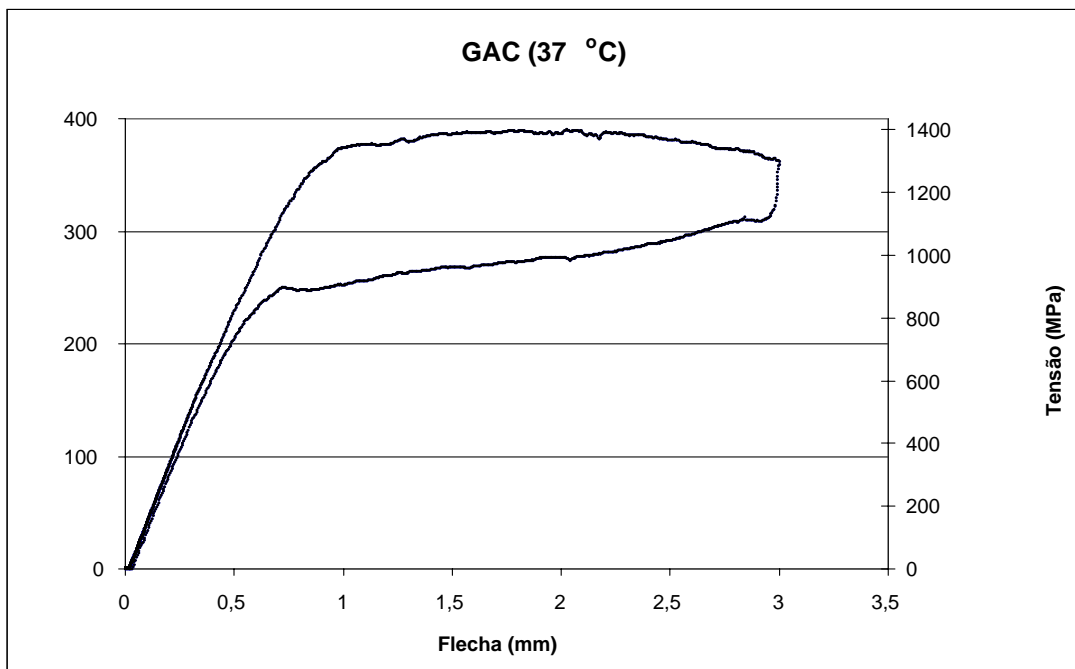
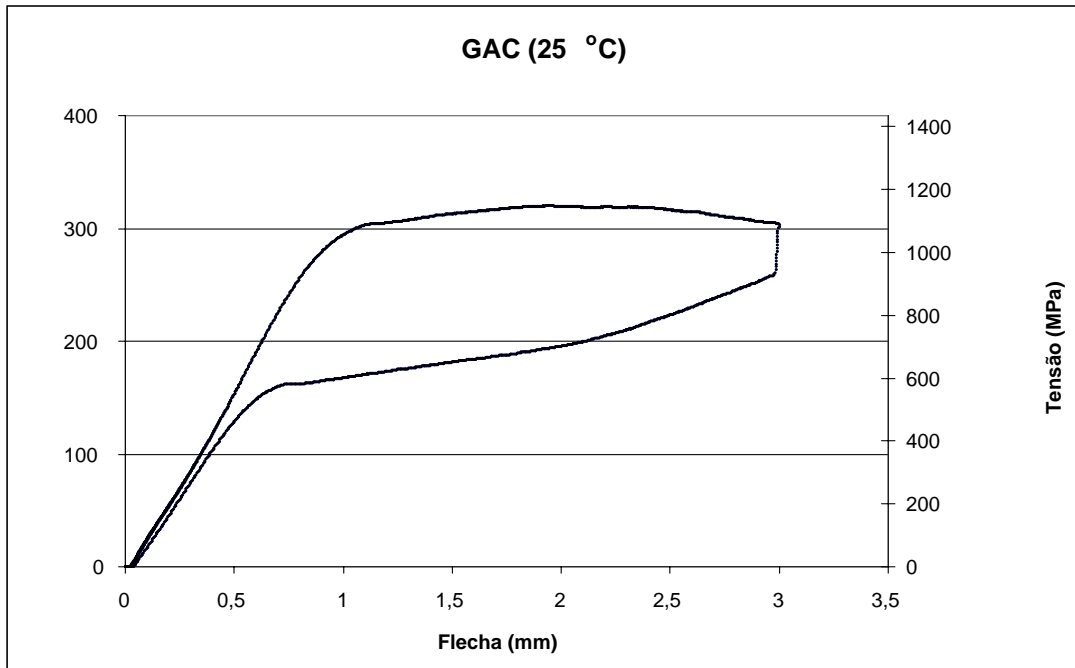


FIG. 4-7 - Curvas dos ensaios de flexão da liga GAC

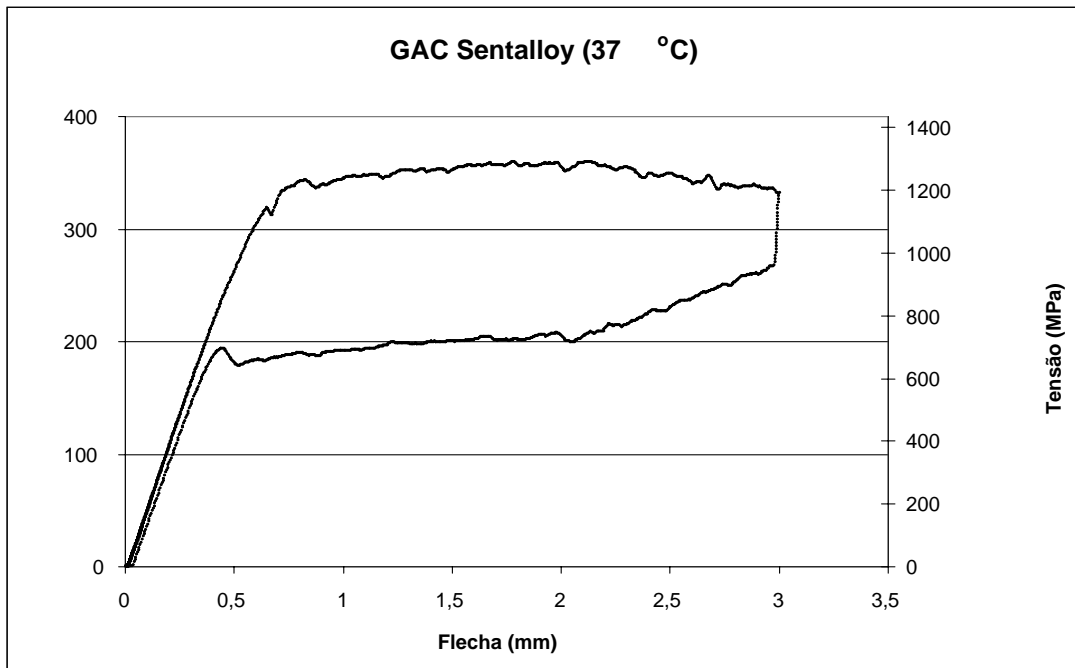
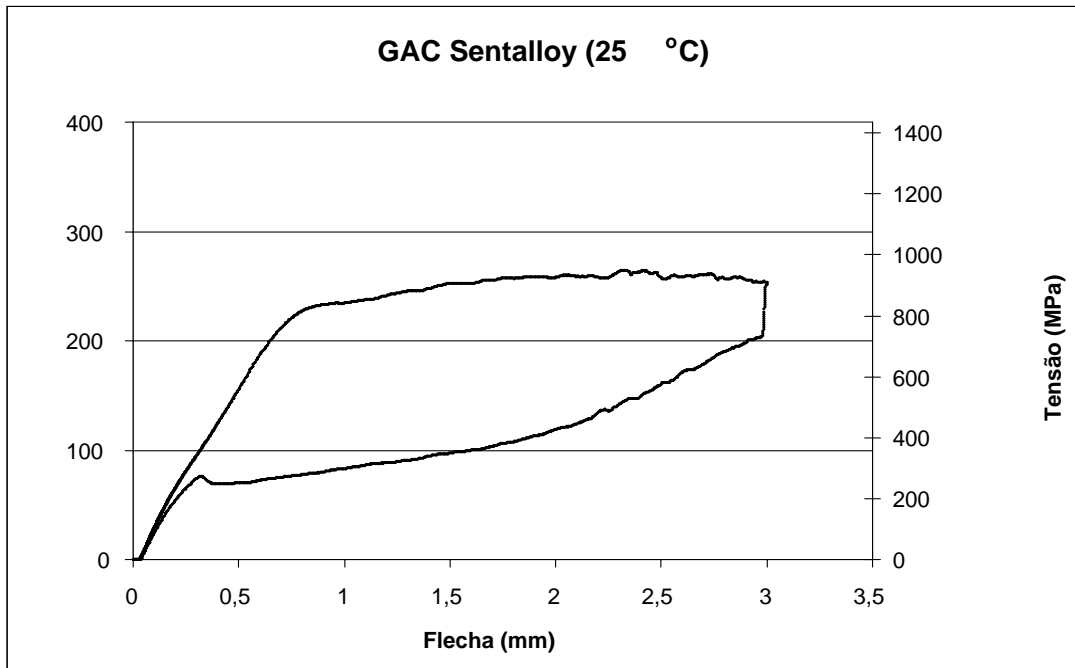


FIG. 4-8 - Curvas dos ensaios de flexão da liga GAC Sentalloy

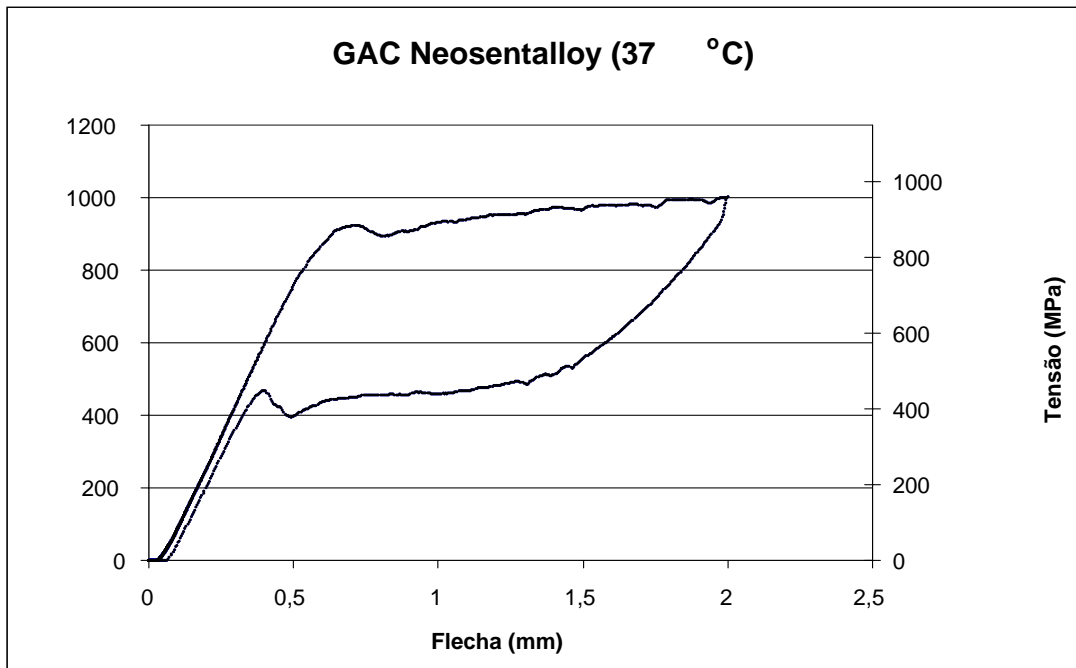
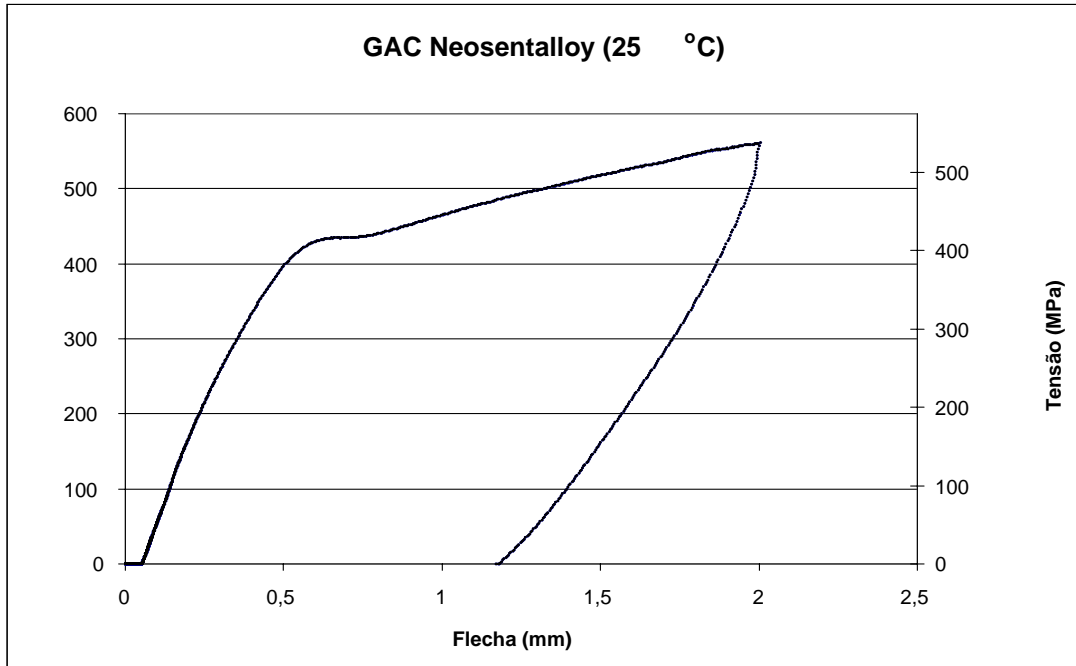


FIG. 4-9 - Curvas dos ensaios de flexão da liga GAC NeoSentalloy

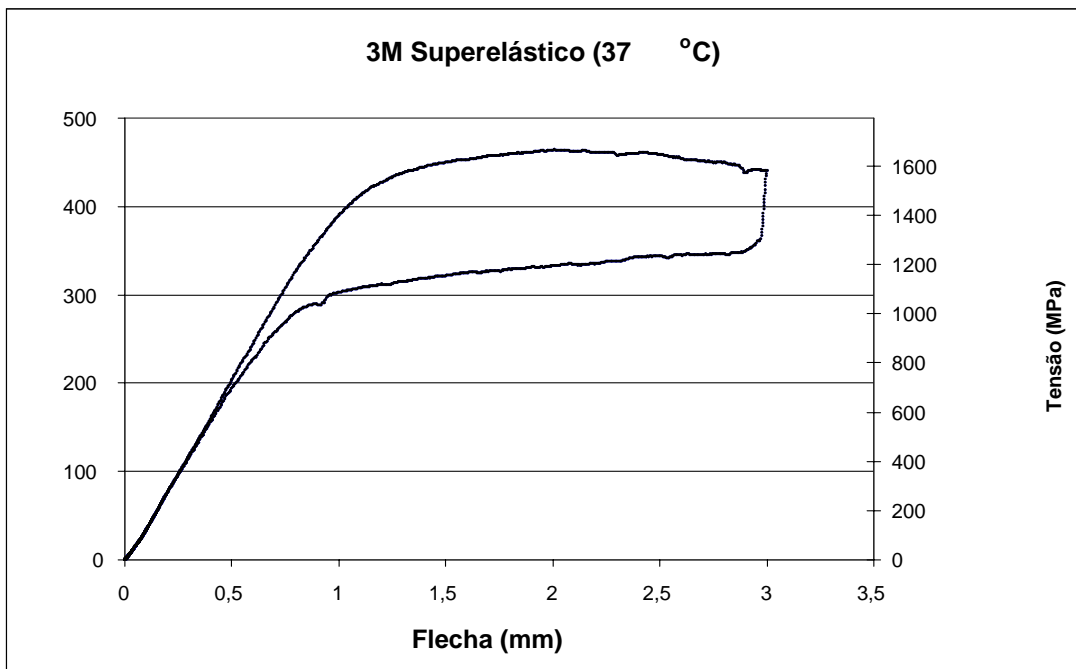
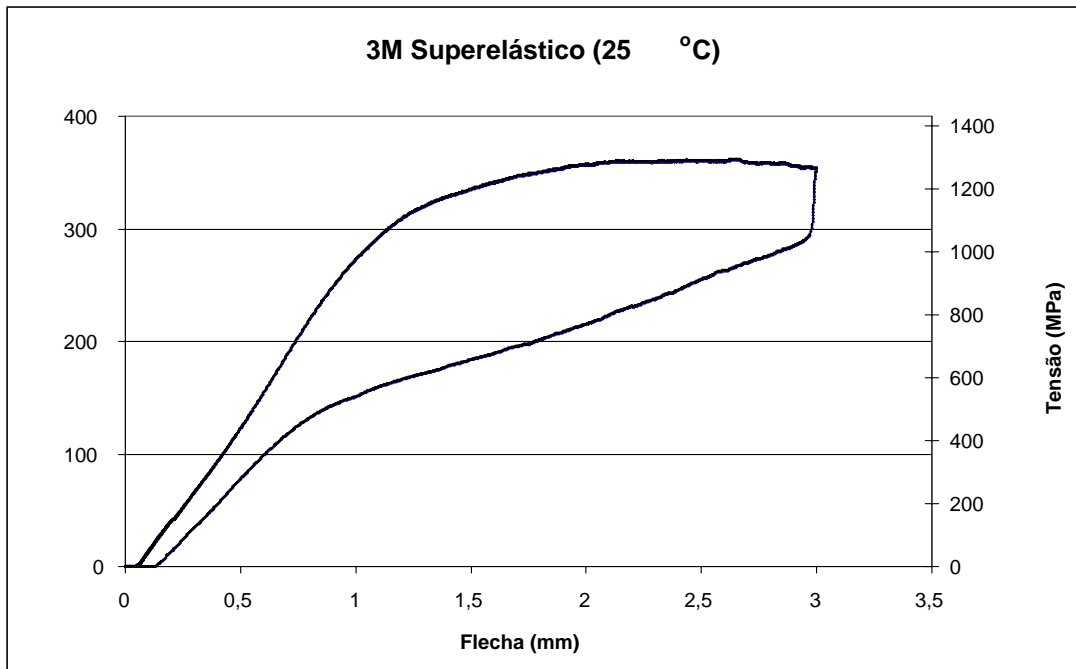


FIG. 4-10 - Curvas dos ensaios de flexão da liga 3M Superelástica

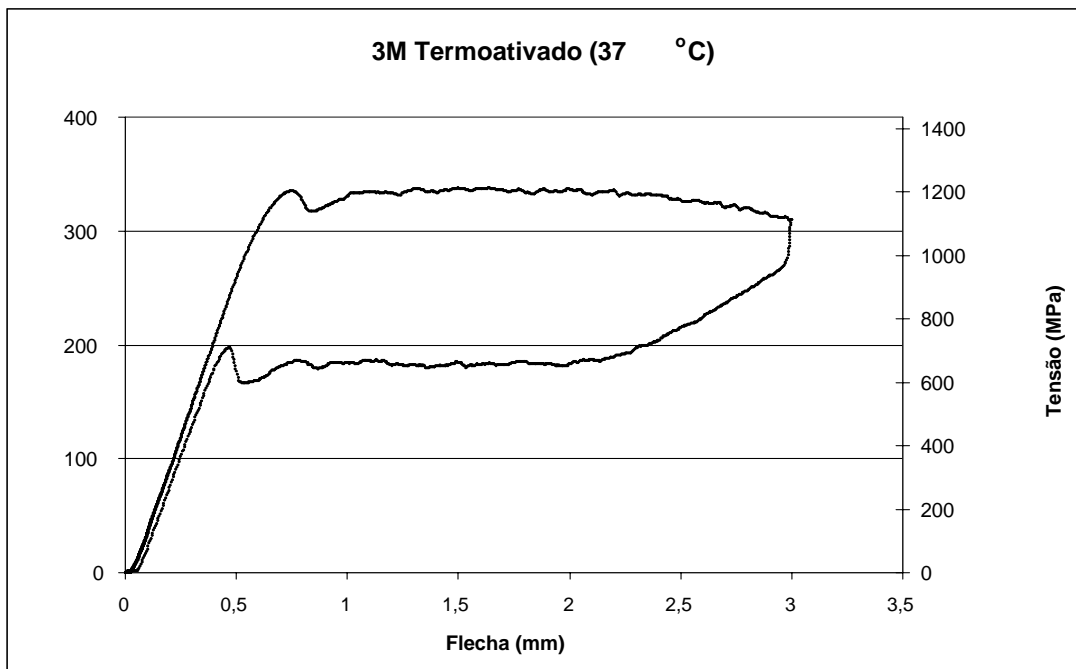
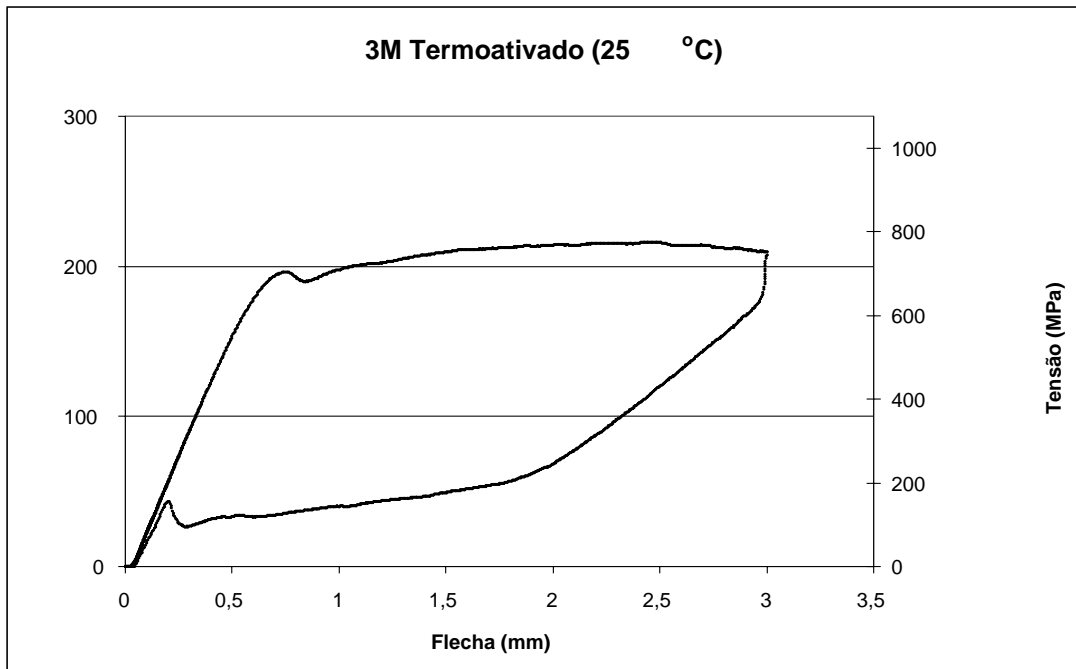
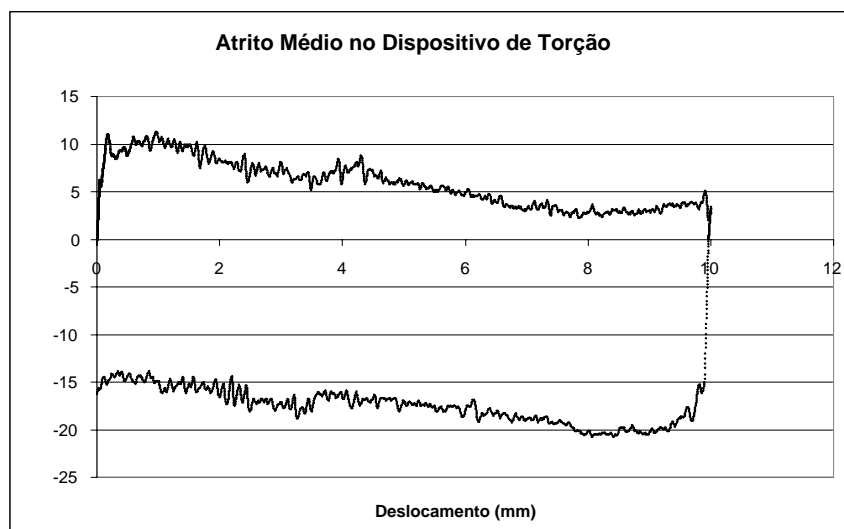


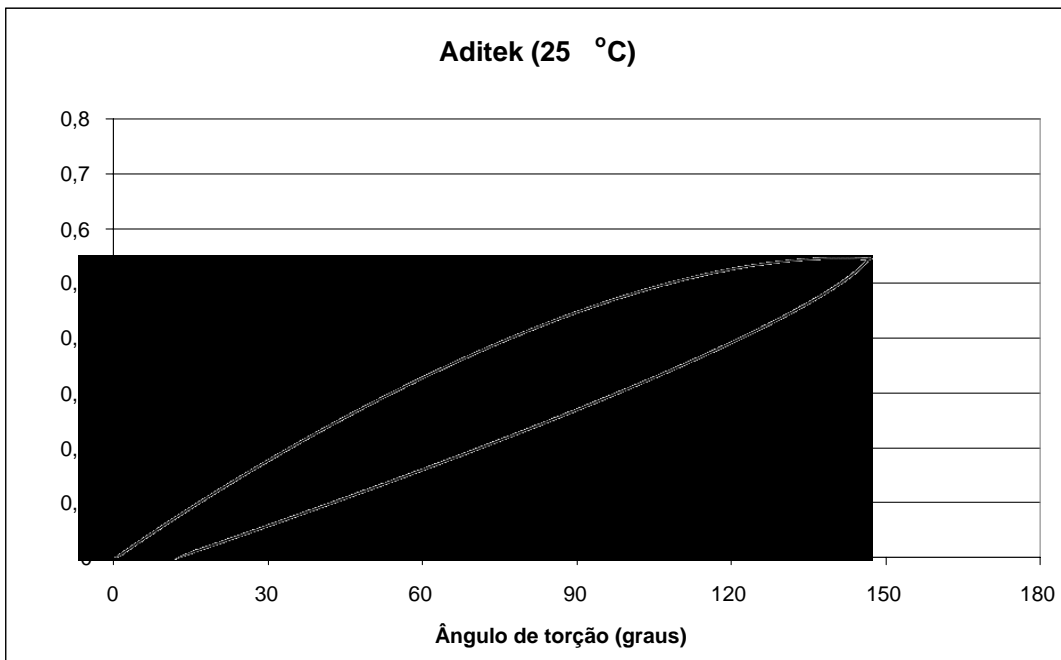
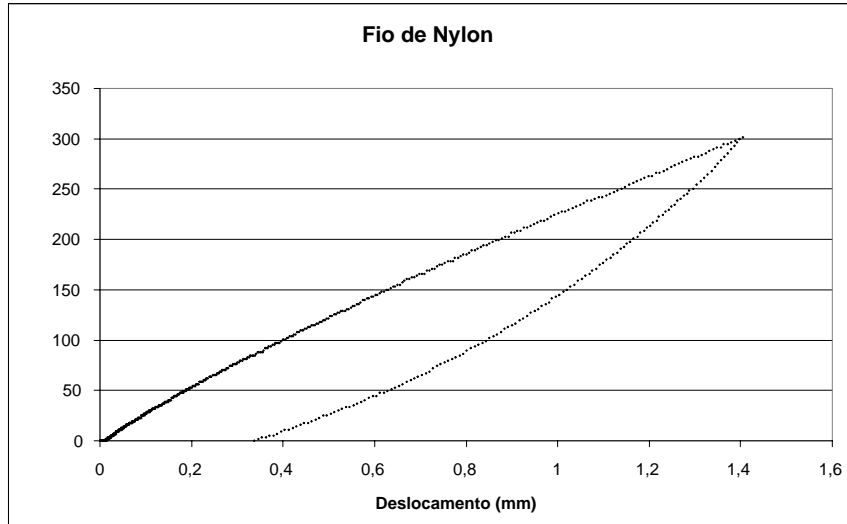
FIG 4-11 - Curvas dos ensaios de flexão da liga 3M Termoativada

4.4.2 ENSAIOS DE TORÇÃO

O primeiro gráfico apresentado corresponde ao atrito médio do dispositivo utilizado para torção do fio. Este gráfico é a média de 10 ensaios obtidos fazendo-se girar o mandril sem o corpo de prova fixado nele, ou seja, corresponde à resistência média ao giro do mandril mais a roldana por onde passava o fio do contra-peso. Os gráficos subsequentes de torção já apresentam os resultados dos ensaios subtraídos deste gráfico de atrito médio.

O segundo gráfico que se apresenta é o ensaio do fio de nylon usado para transmitir a força ao mandril, dentro do limite de força típico dos ensaios.





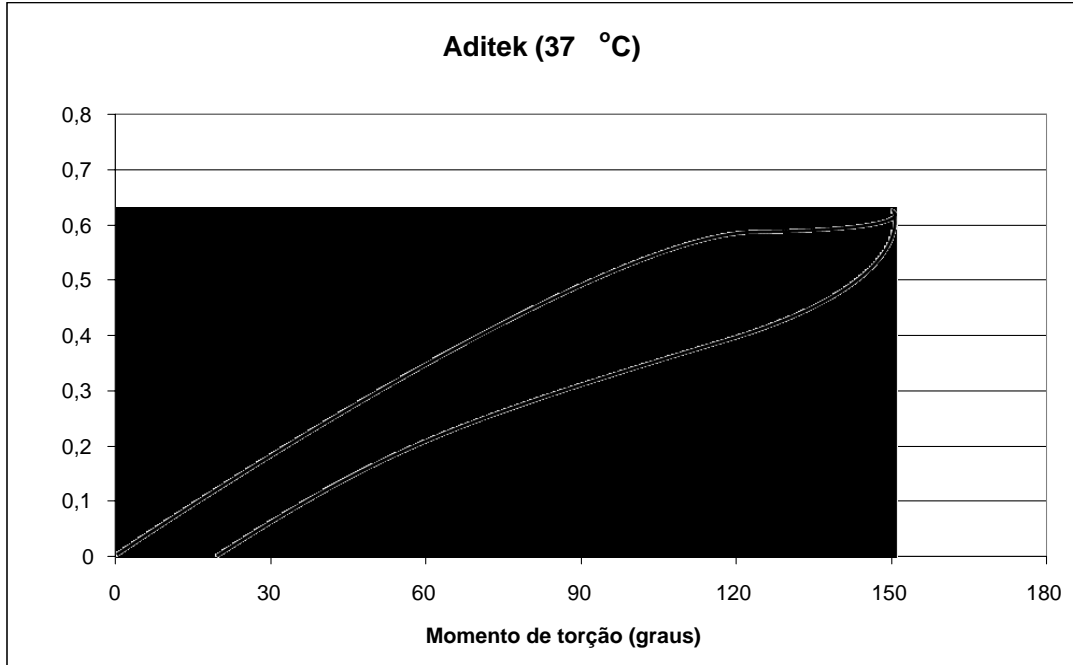
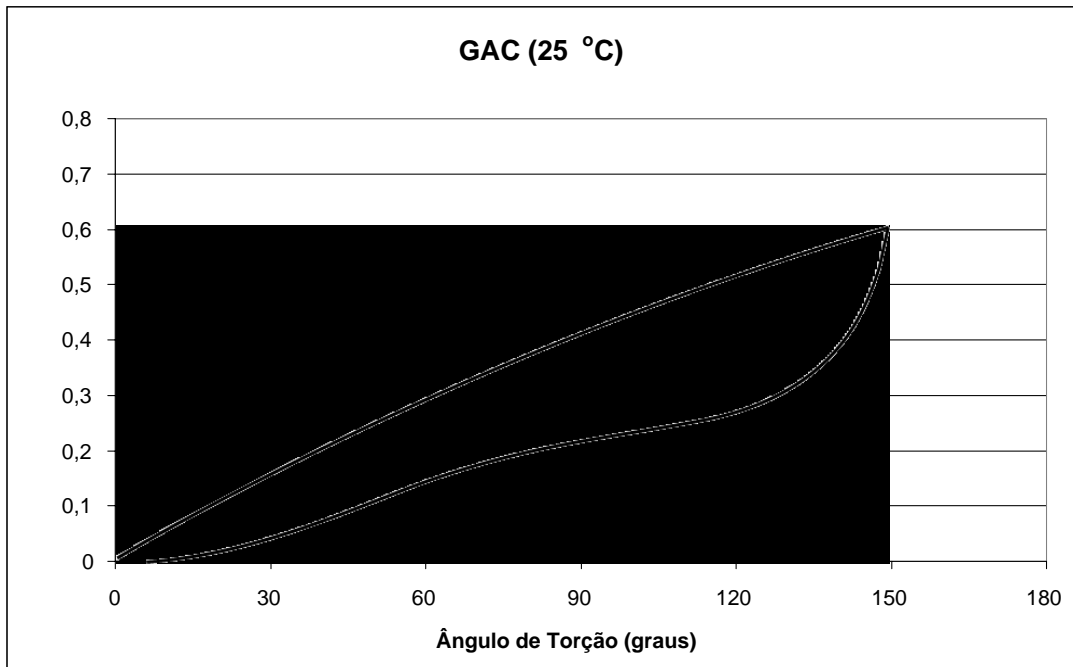


FIG. 4-12 - Curvas dos ensaios de torção da liga Aditek



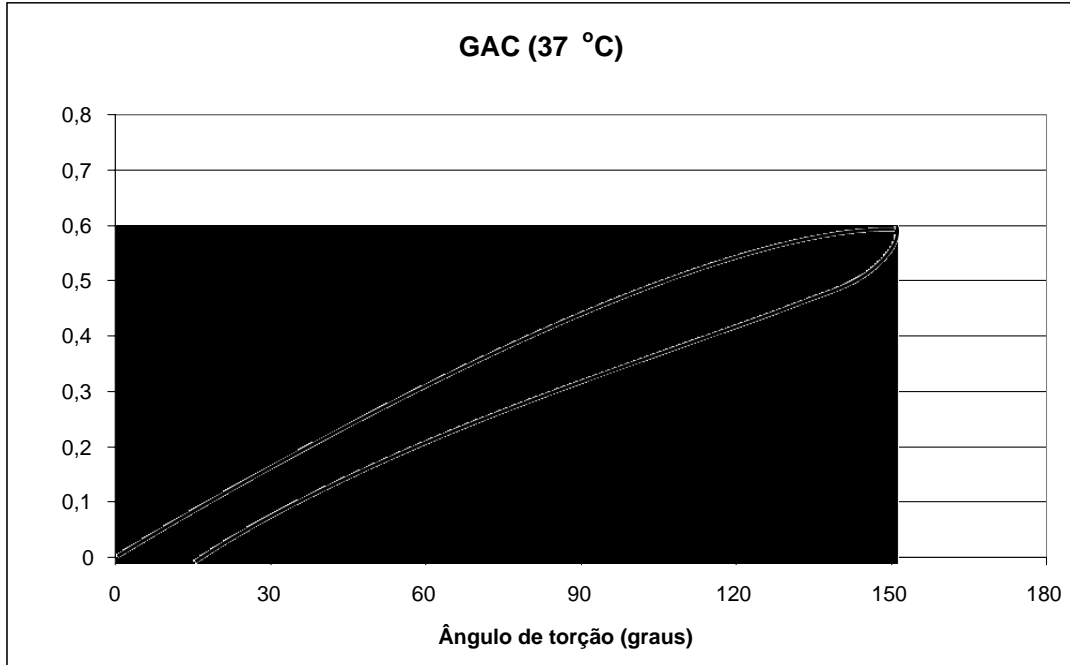
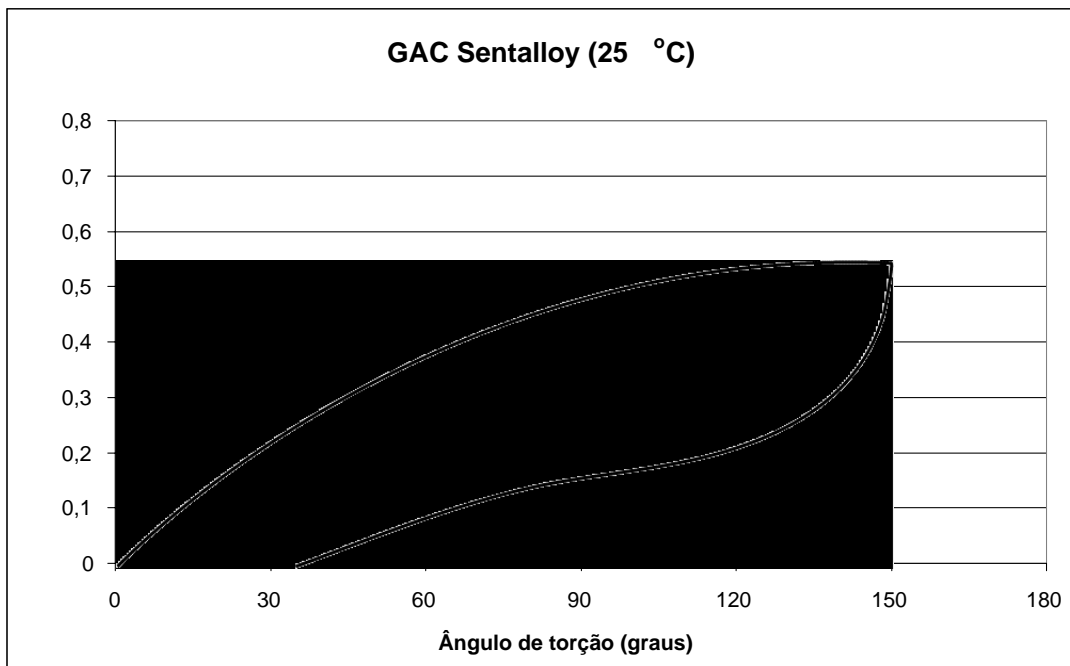


FIG. 4-13 - Curvas dos ensaios de torção da liga GAC



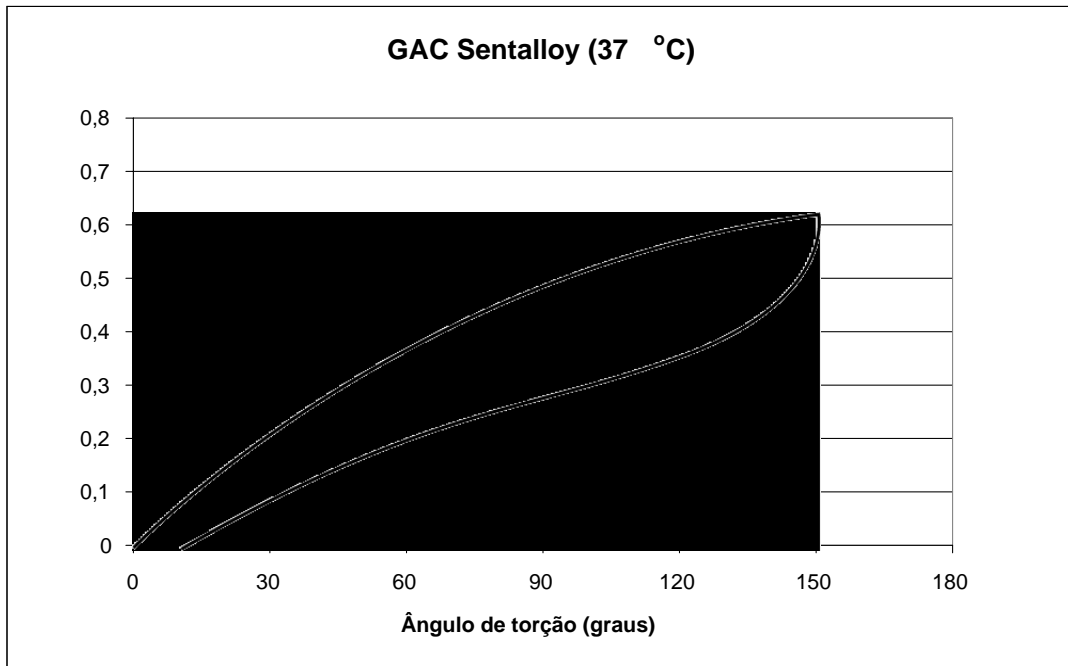
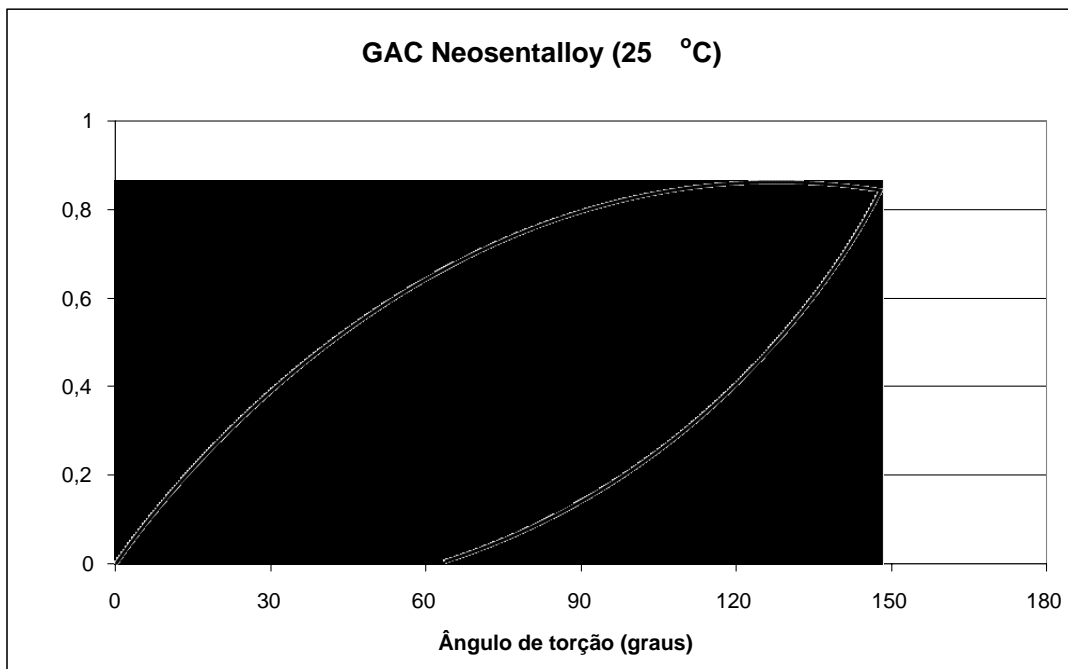


FIG 4-14 - Curvas dos ensaios de torção da liga GAC Sentalloy



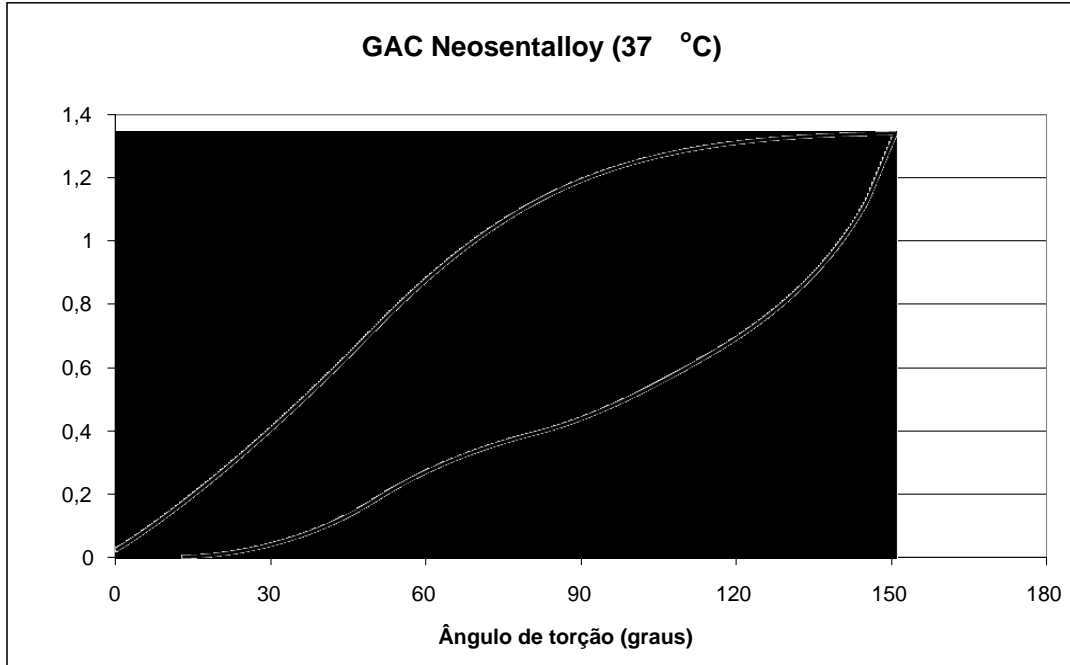
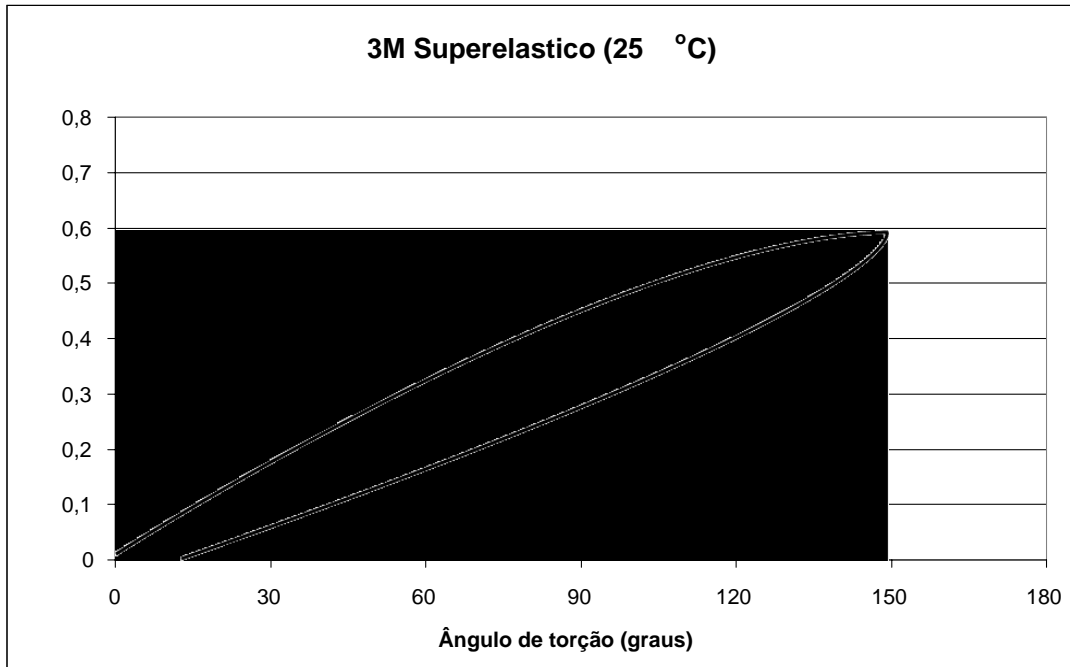


FIG. 4-15 - Curvas dos ensaios de torção da liga GAC NeoSentalloy



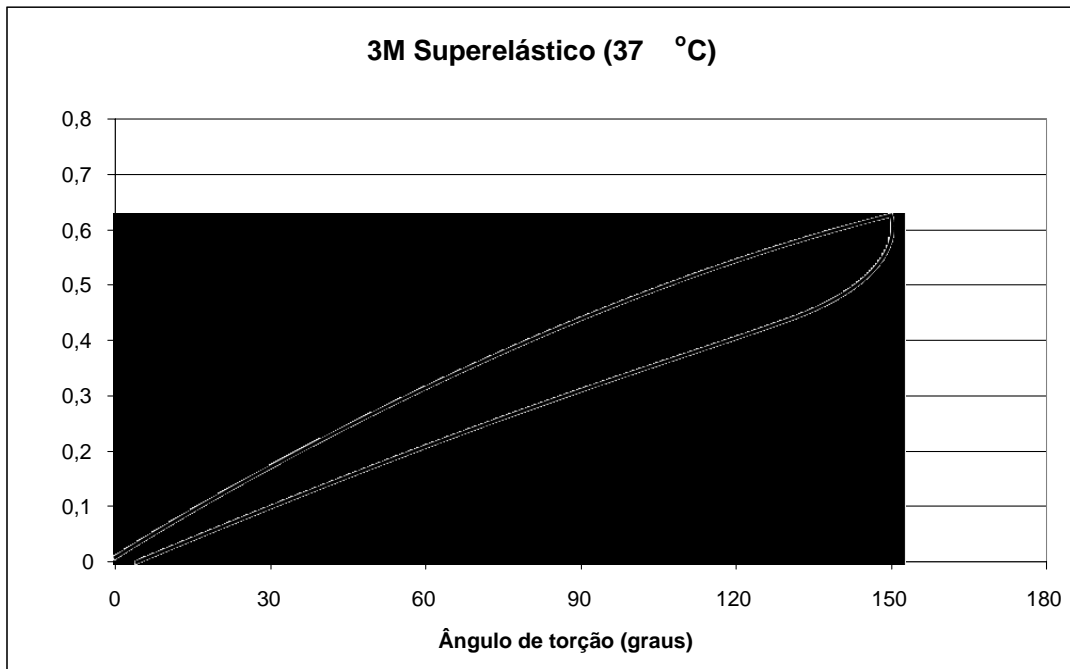
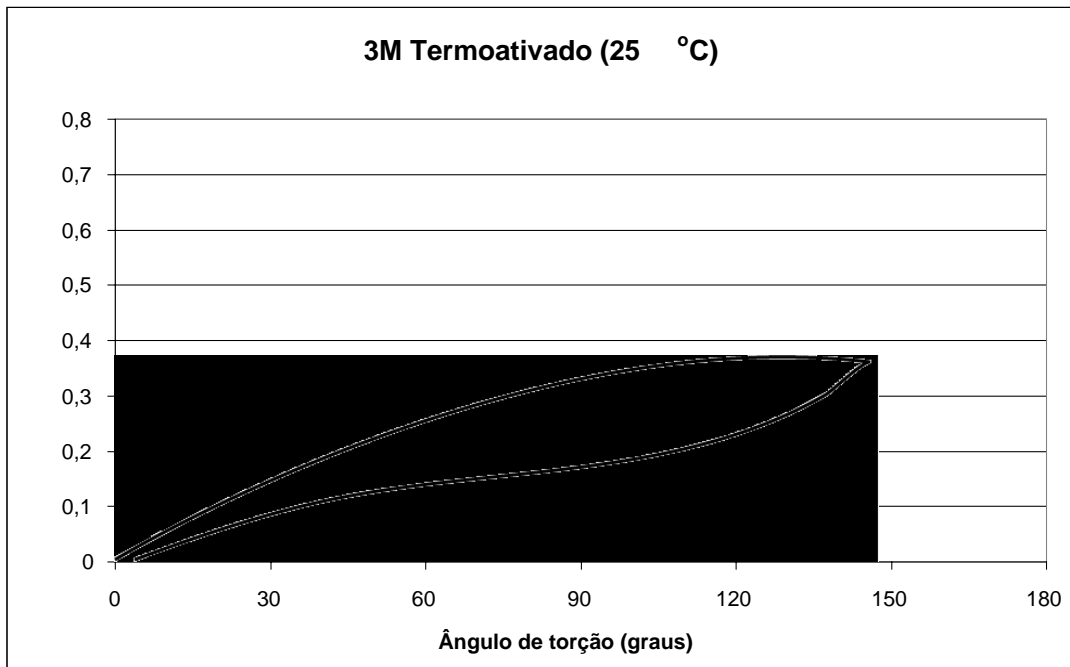


FIG. 4-16 - Curvas dos ensaios de torção da liga 3M Superelástica



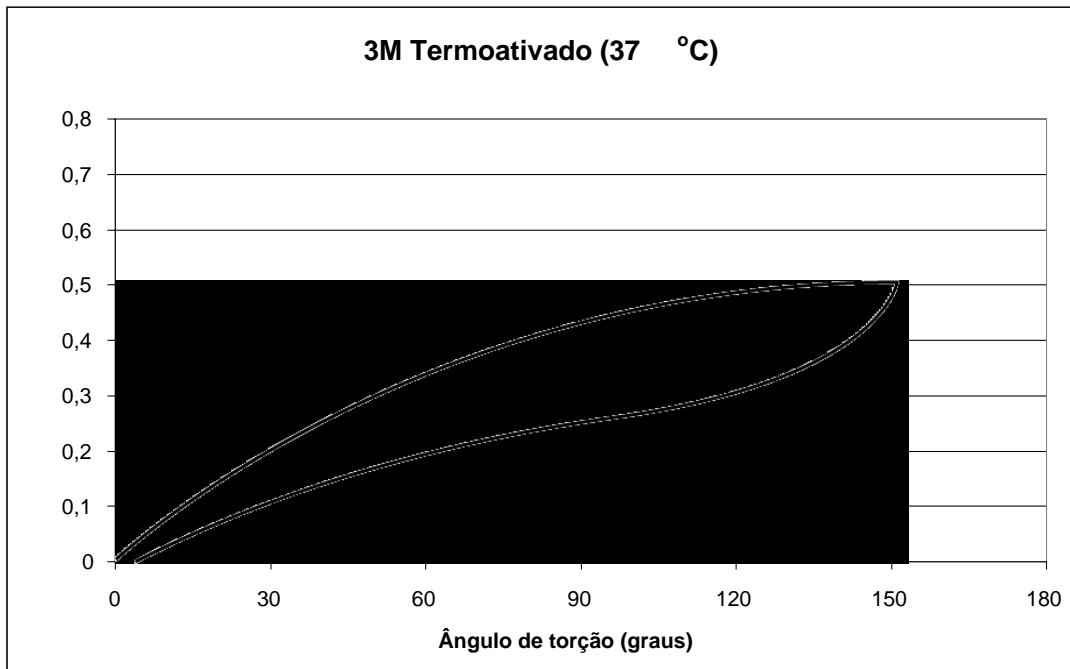


FIG. 4-17 - Curvas dos ensaios de torção da liga 3M Termoativada

4.4.3

ENSAIOS DE TRAÇÃO

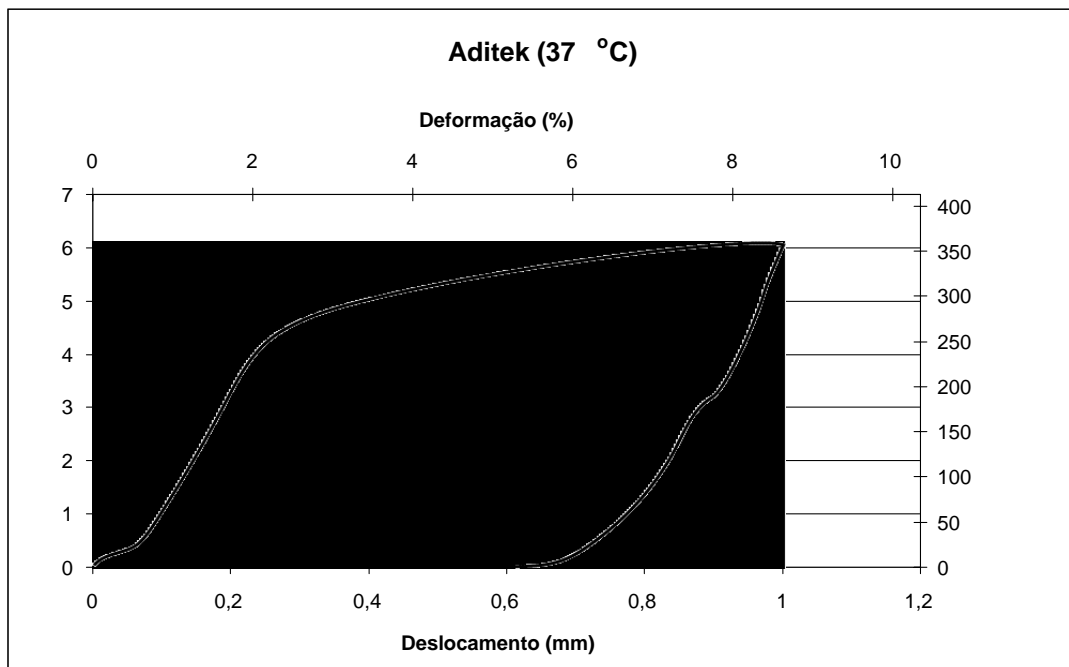
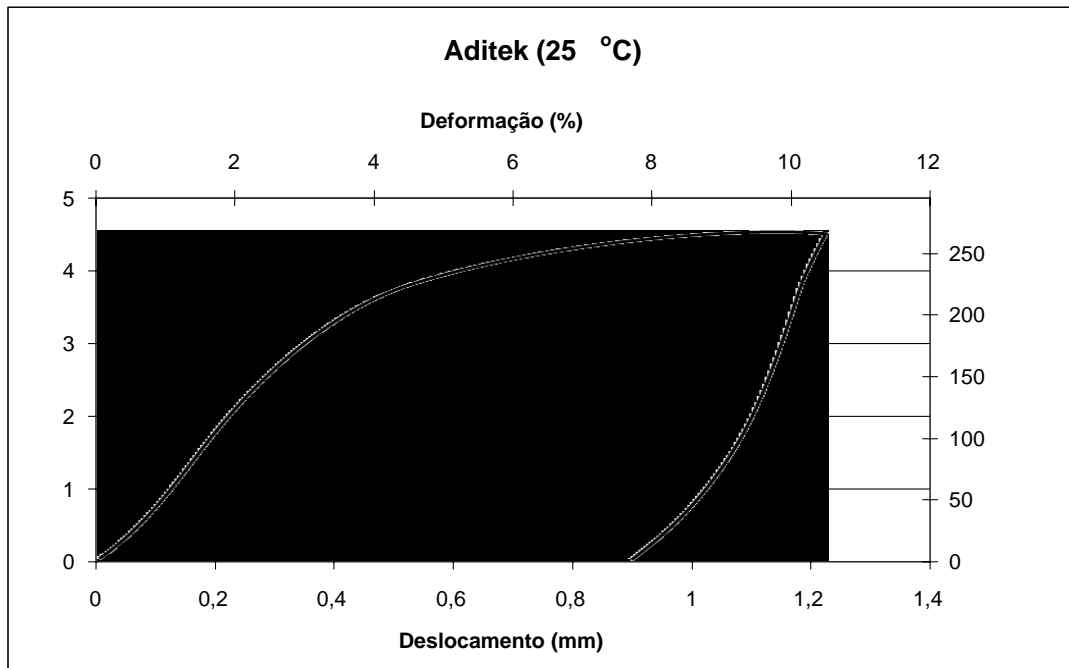


FIG. 4-18 - Curvas dos ensaios de tração da liga Aditek

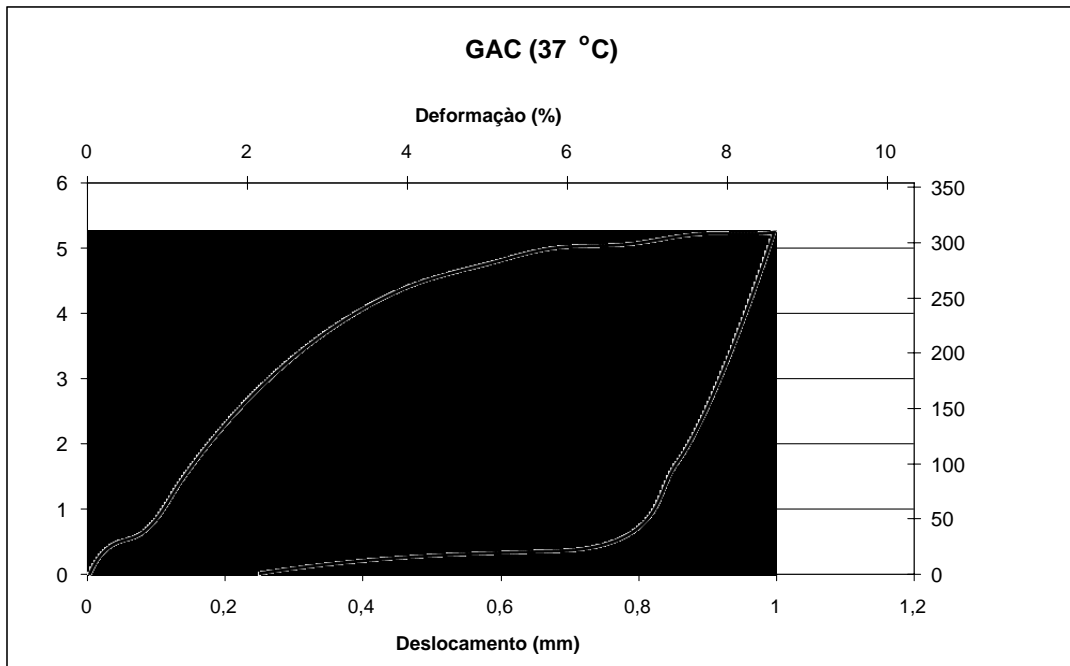
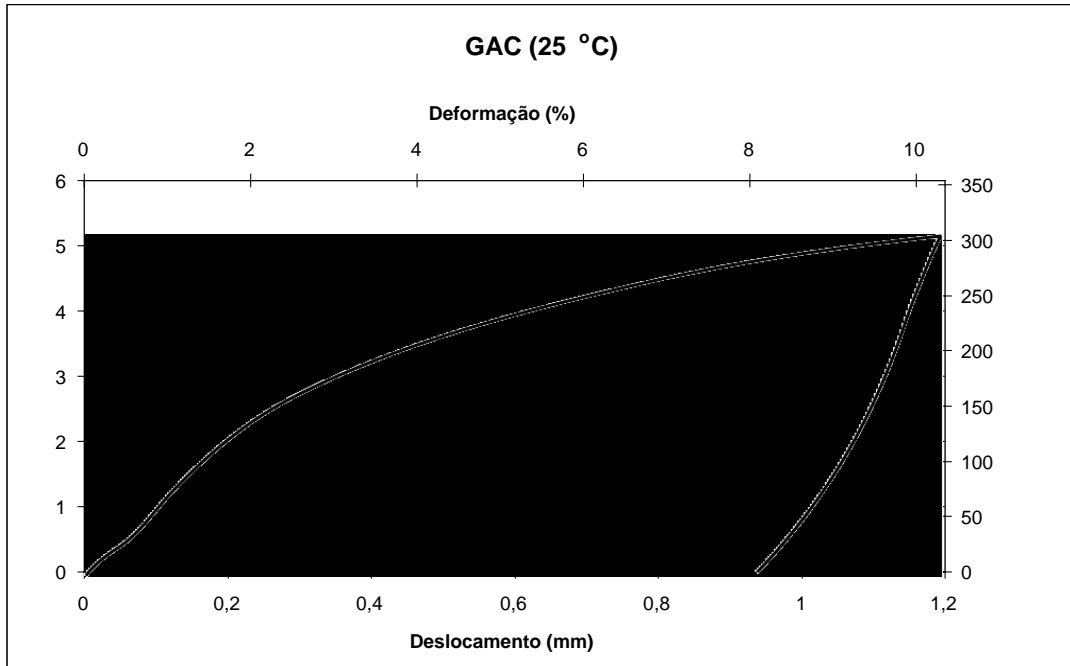


FIG. 4-19 - Curvas dos ensaios de tração da liga GAC

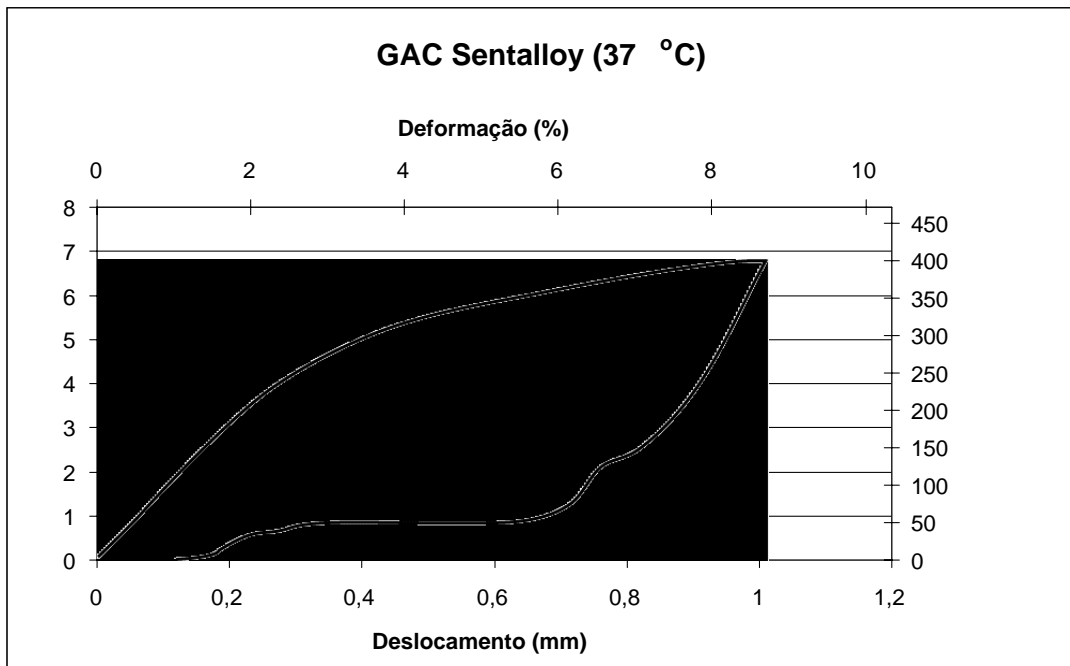
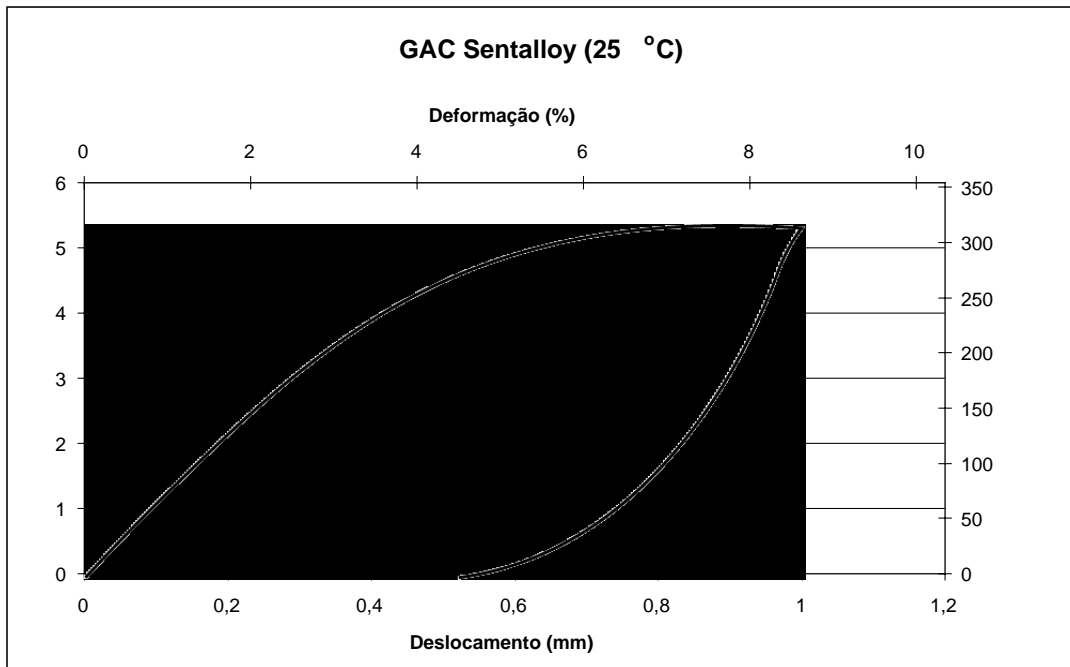


FIG. 4-20 - Curvas dos ensaios de tração da liga GAC Sentalloy

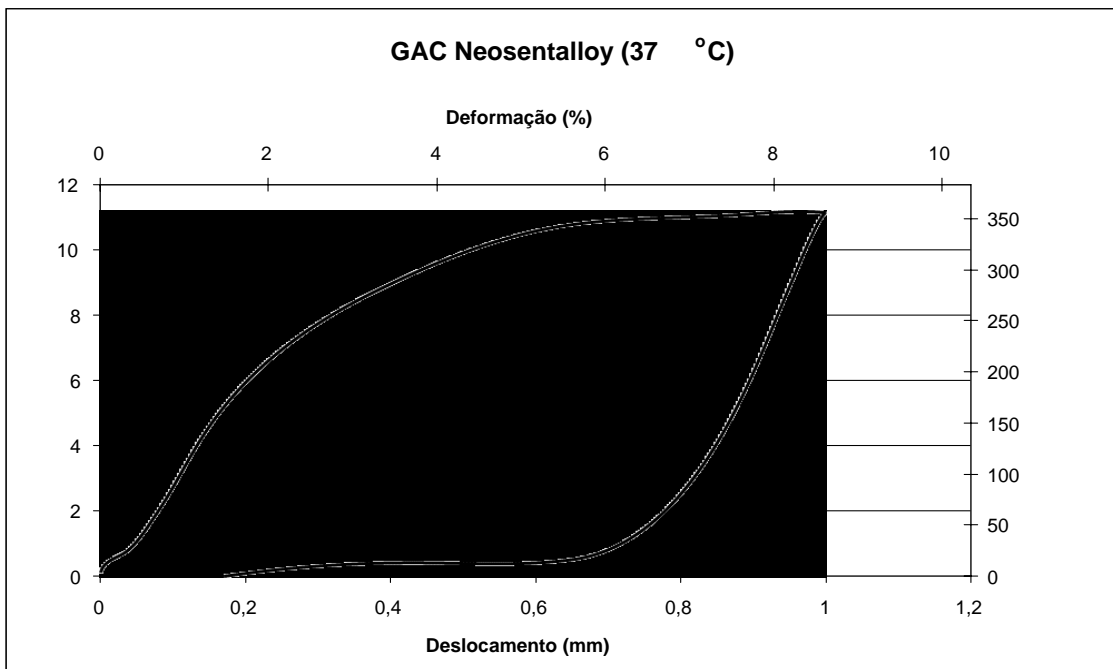
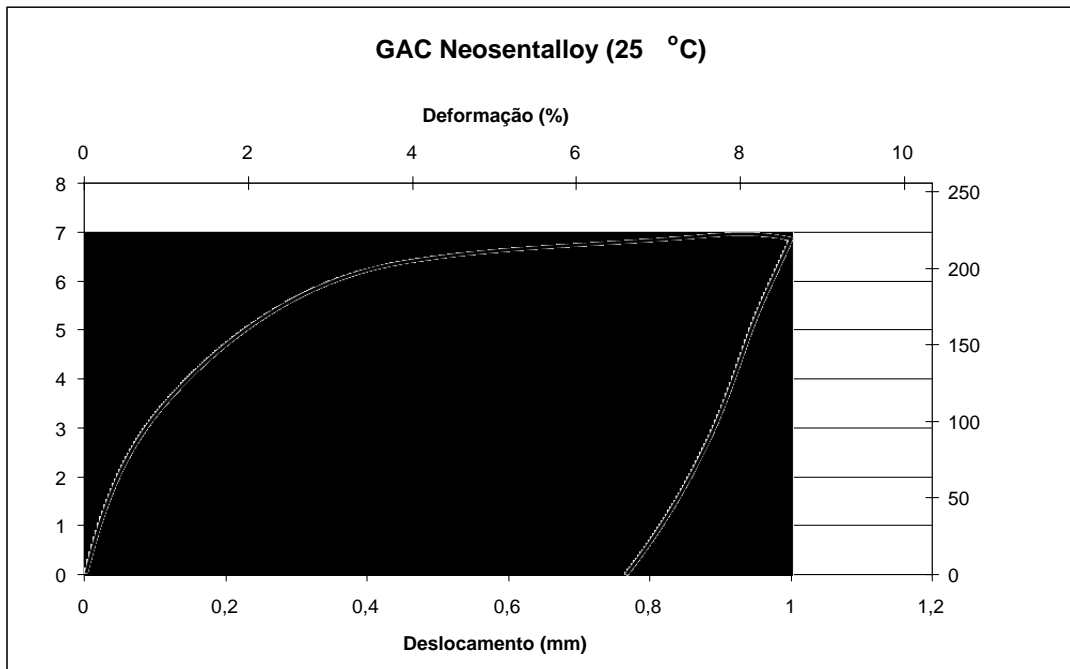


FIG. 4-21 - Curvas dos ensaios de tração da liga GAC NeoSentalloy

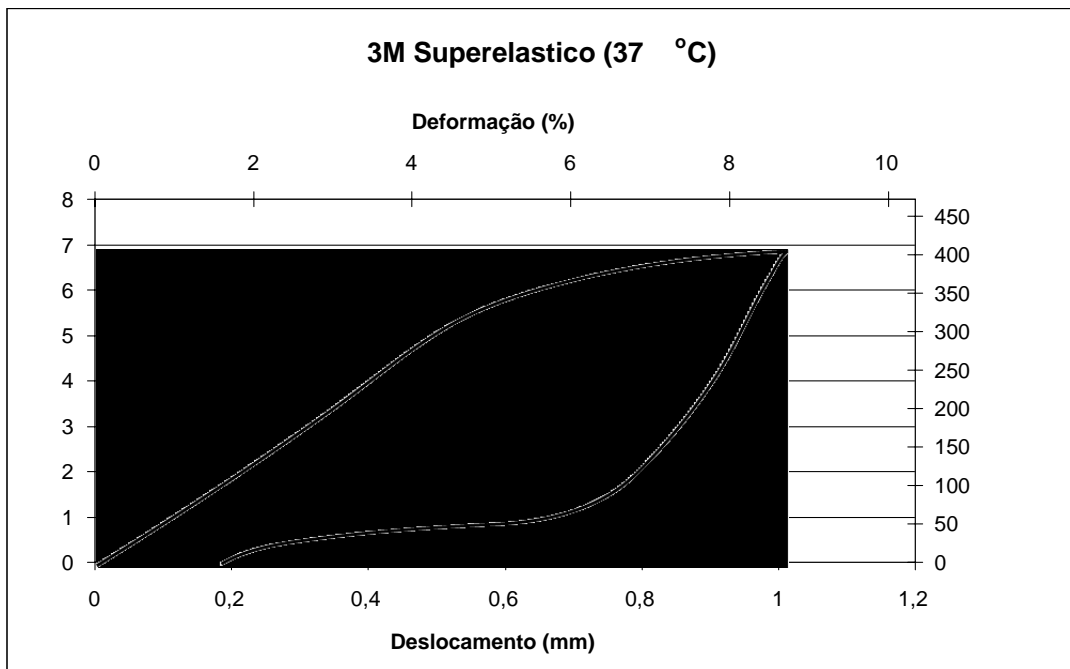
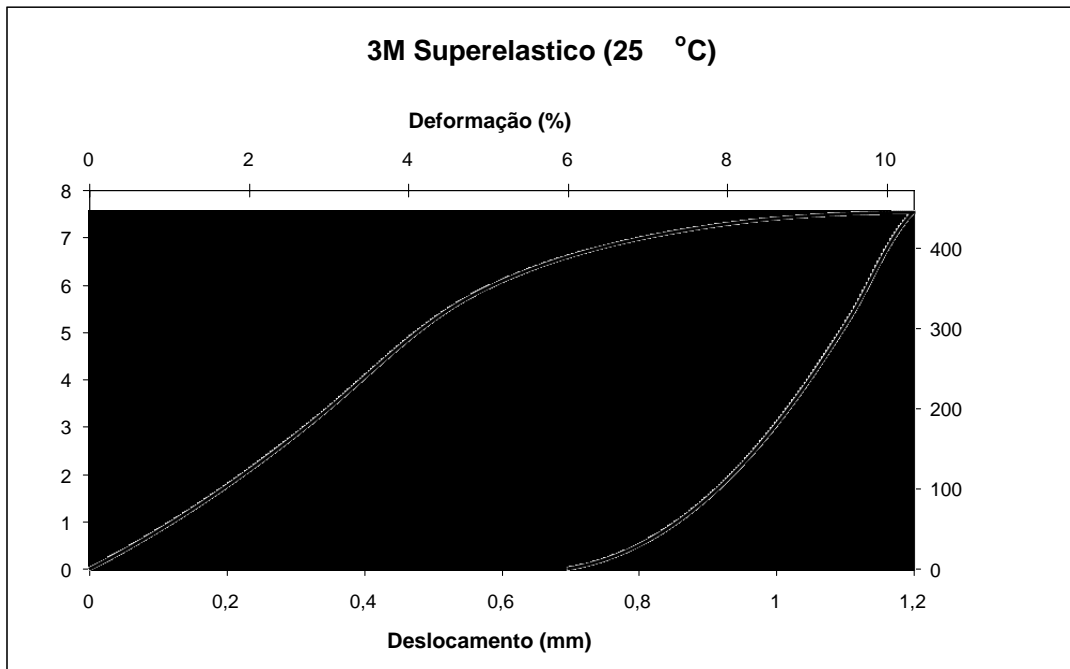


FIG. 4-22 - Curvas dos ensaios de tração da liga 3M Superelástica

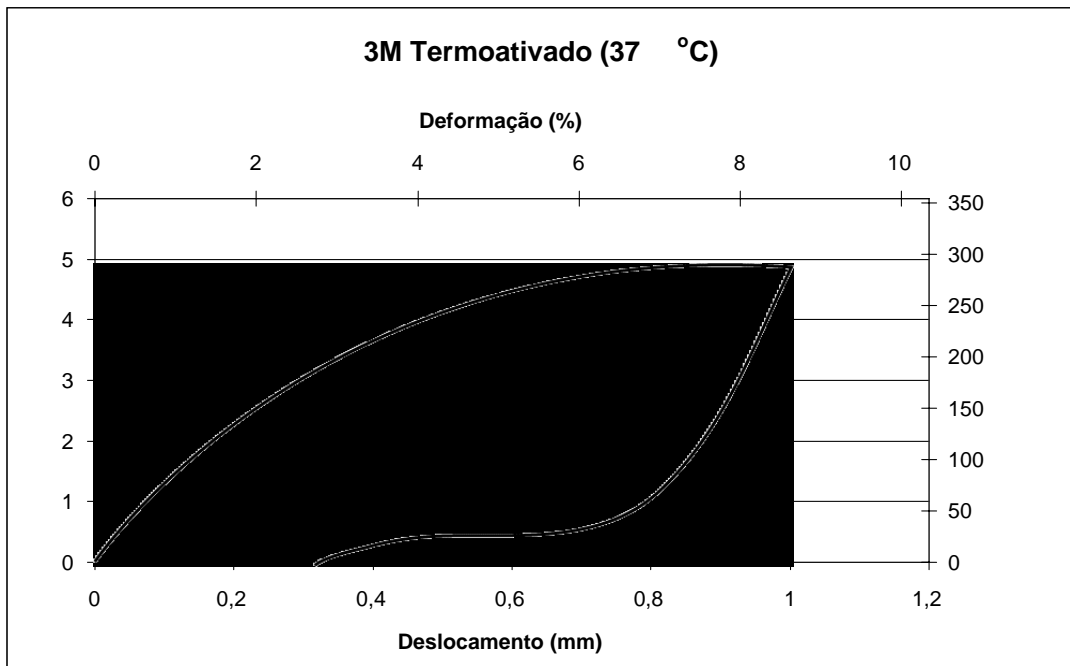
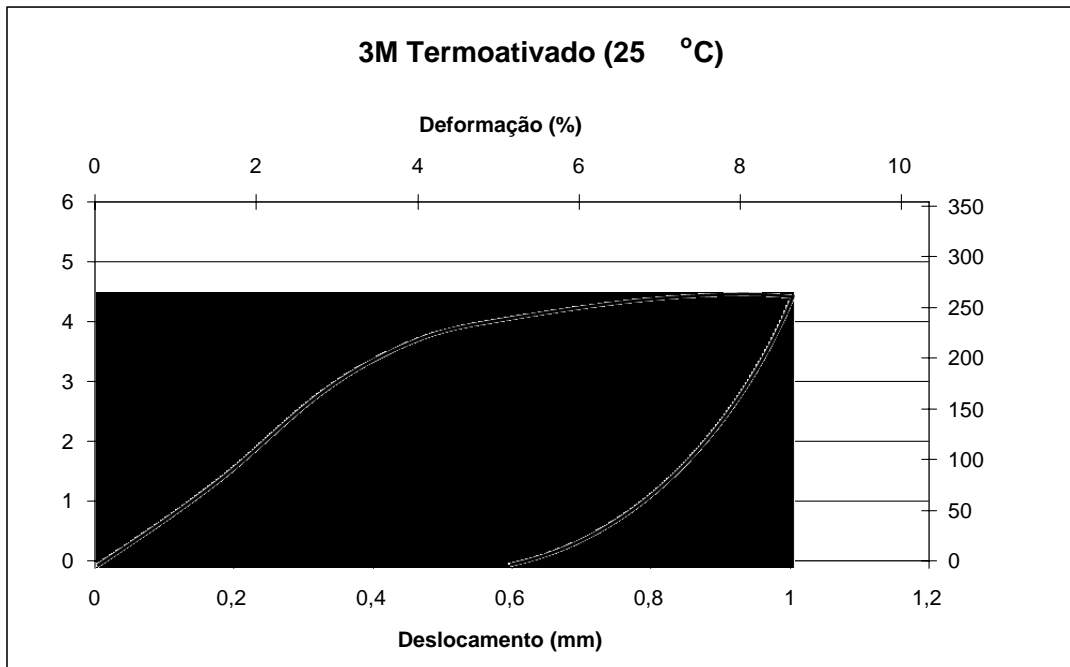


FIG. 4-23 - Curvas dos ensaios de tração da liga 3M Termoativada

5 DISCUSSÃO

5.1 ENSAIOS DE DSC

Mostra-se na TAB. 5-1 as temperaturas de transformação e as variações das entalpias de transformação (ΔH) das ligas ensaiadas, obtidas a partir das curvas de DSC:

TAB. 5-1 – Tabela das temperaturas de transformação e ΔH obtidas nos ensaios de DSC.

LIGA	Resfriamento (°C)		Aquecimento (°C)				$\Delta H(J/g)$
	M_s	M_f	R_s	R_f	A_s	A_f	
Aditek	14	-3	-	-	4	15	3,6
GAC	31	12	-	-	16	35	4,0
GAC Sentalloy	22	15	-	-	20	28	4,5
GAC Neo Sentalloy	21	14	20	26	32	35	4,6
3M Superelástica	52	25	-	-	26	56	4,0
3M Termoativada	32	5	-	-	10	35	5,2

O método para a determinação das temperaturas de transformação nos ensaios de DSC é manual: cada temperatura é marcada no ponto de interseção da linha base com a extensão da reta de maior inclinação do pico da curva (FIG. 5-1). Esse método é sujeito a incertezas que foram *estimadas* em mais ou menos 2 °C. O valor de

ΔH foi calculado pelo software do equipamento para os picos ocorridos no aquecimento da amostra, ou seja, correspondem ao ΔH da transformação martensita \rightarrow austenita. A mesma informação está colocada graficamente nas tabelas seguintes onde se pode verificar prontamente a fase presente em cada liga em dada temperatura (a fase-R não é mostrada). Estas tabelas *não* informam a quantidade percentual de fase presente, mas apenas qual a fase presente em certa temperatura, e servem para comparação entre as ligas.

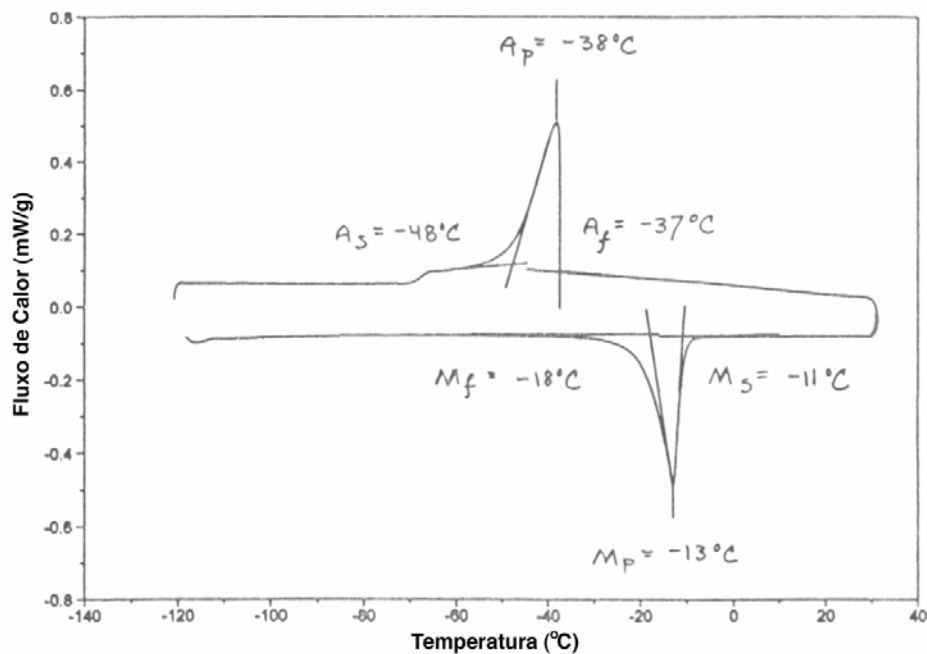
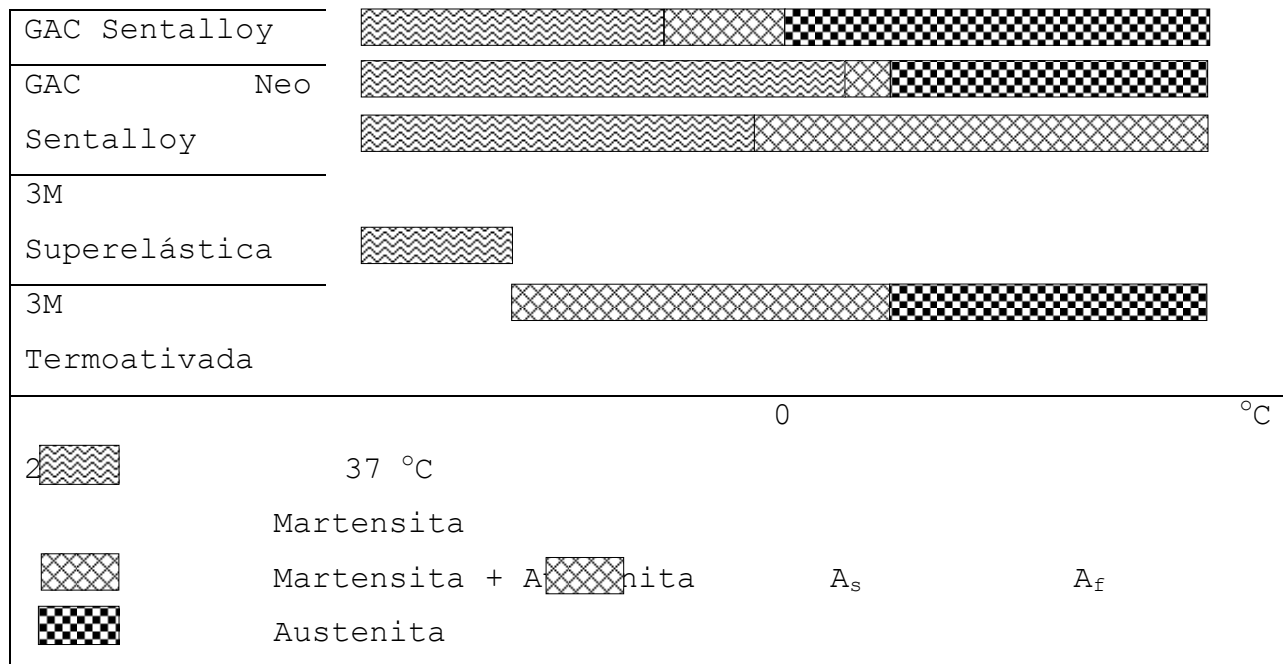


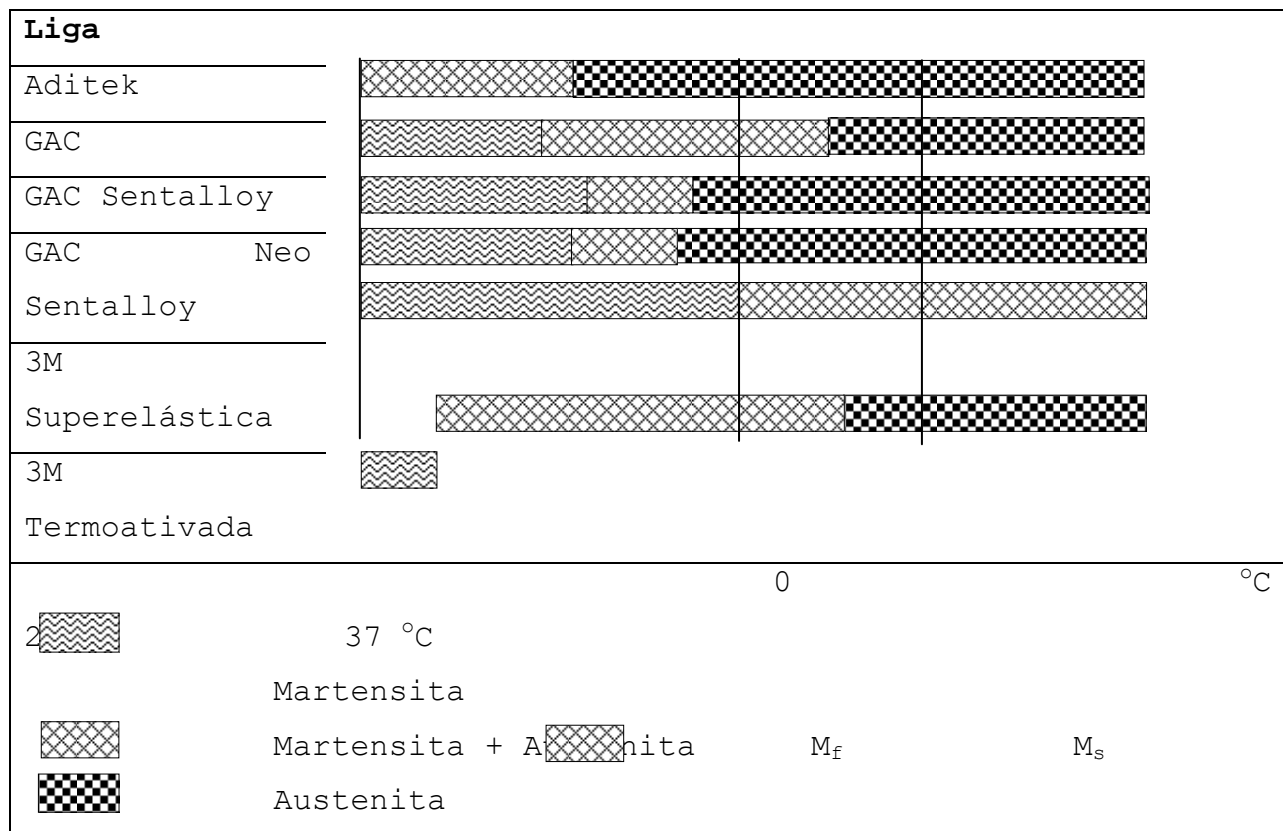
FIG. 5-1 – Método para determinação das temperaturas de transformação na curva de DSC. Adaptado da norma ASTM F2005-00.

TAB. 5-2 - Fases presentes em cada liga no AQUECIMENTO das ligas

Liga				
Aditek				
GAC				
	118			



TAB. 5-3 Fases presentes em cada liga no RESFRIAMENTO das ligas



De acordo com as tabelas acima infere-se que o valor encontrado para A_f foi menor que a temperatura bucal para todas as ligas, exceto no caso da 3M Superelástica. Sabendo que uma liga com memória de forma quando deformada permanentemente precisa ser aquecida acima de sua temperatura A_f para recuperar sua forma original, pode-se esperar que somente a liga 3M Superelástica não apresente retorno à forma original de arco quando colocada na boca do paciente. Para todas as outras ligas o ortodontista pode moldar o arco na boca do paciente utilizando jatos frios d'água, que o fio retornará a sua forma original quando ativado pelo calor bucal, realizando trabalho sobre os dentes no processo. Isto evidencia a diferença entre as duas ligas da 3M.

A liga Aditek foi a que apresentou a temperatura A_s mais baixa além da mais baixa temperatura M_f . Isso implica em que, diferentemente das outras ligas, há uma predominância à temperatura ambiente da fase austenítica e que à temperatura bucal, a liga é completamente austenítica.

Os gráficos das ligas GAC, GAC Neo Sentalloy e 3M Termoativada apresentaram uma pequena interferência exatamente em -3°C que foi atribuída ao ruído do aparelho e não às amostras, já que esta região ainda se encontra na faixa de estabilização do aparelho.

A amostra GAC Neo Sentalloy foi a única que apresentou, dentro da faixa de temperatura estudada, transformação da fase-R. Exceto pelo aparecimento deste segundo pico, a curva de DSC desta liga foi extremamente similar à GAC Sentalloy, inclusive considerando o ΔH da transformação.

A transformação observada durante o resfriamento foi interpretada em todas as ligas como sendo a transformação

austenita → martensita. Porém isso pode não ser conclusivo já que BRADLEY & BRANTLEY (1996), que estudaram a liga GAC Neo Sentalloy numa faixa de temperatura maior, entre -170°C e 70°C, encontraram um outro pico durante o resfriamento em torno de -50°C e atribuíram ao primeiro pico ocorrido no resfriamento, a transformação austenita → R e a este segundo, a transformação R → martensita. Em outras palavras, os picos observados podem não ser necessariamente atribuídos ao aparecimento da martensita mas sim da fase-R. Isso não modifica, em absoluto, a constatação de que quando aquecidas, estas ligas são em grande parte martensíticas à temperatura ambiente - com exceção da liga Aditek; constatação confirmada, com se verá, pela análise metalográfica, e a qual BRADLEY e BRANTLEY (1996) também chegaram em seu trabalho. Dentro da precisão dos cálculos, os valores encontrados para A_s e A_f desta liga concordam aproximadamente com os encontrados por estes pesquisadores. Como este é o único resultado das seis ligas estudadas disponível para comparação é tentador fazê-lo, porém é bom lembrar que não se conhece a composição química da liga ensaiada por eles e não se pode assegurar que o processo de fabricação desta liga ainda seja o mesmo. Como alertam os próprios pesquisadores, variações muito pequenas de trabalho a frio ou tratamento térmico afetam consideravelmente as temperaturas de transformação de fase de ligas de Ni-Ti equiatômicas. Isto explicaria neste trabalho o aparecimento de um segundo pico, o da fase-R, no aquecimento, enquanto aqueles pesquisadores encontraram o pico da fase-R durante o resfriamento da liga.

As temperaturas de transformação encontradas pelo DSC, segundo a norma ASTM F2004-00, podem não concordar com as encontradas através de ensaios mecânicos devido aos efeitos da tensão e deformação sobre a transformação. Por isso estes resultados

serão utilizados, não de maneira absoluta, mas de forma comparativa entre as várias ligas, durante a análise dos resultados dos ensaios mecânicos.

5.2 MICROSCOPIA ÓPTICA E ELETRÔNICA

Na preparação das amostras para a observação metalográfica, após o polimento o ataque ácido e o enxague foram feitos em temperatura ambiente entre 20 e 22 °C. Nesta temperatura os ensaios de DSC permitiriam esperar a visualização de martensita e austenita em quantidades variáveis em todas as ligas, com exceção da Aditek que deveria se apresentar completamente austenítica. Entretanto, a análise por meio da microscopia óptica mostrou a estrutura martensítica típica em forma de lâminas em todas as ligas, o que pode ser atribuído a diferença na velocidade de resfriamento.

Em uma análise qualitativa, percebeu-se uma quantidade bem menor da fase martensítica na liga Aditek do que nas demais ligas. Isto corrobora, comparativamente, o resultado do DSC que apontou para esta liga as mais baixas temperaturas M_s e A_f (14 °C e 15 °C). Outra liga em que se pôde constatar uma quantidade apreciável de austenita é a liga 3M Termoativada. Nesta liga o DSC mostrou que $A_s=10^\circ\text{C}$ e $M_f=5^\circ\text{C}$, o que permitiria supor que alguma quantidade de austenita deveria existir à temperatura ambiente. O DSC da liga GAC permitiria supor o mesmo porém não foi observada na microscopia desta liga, quantidade notável de fase austenítica.

A microscopia eletrônica permitiu observar em todas as ligas estudadas um grande número de precipitados distribuídos homogeneamente, exatamente como os fotografados por LOPEZ, RODRIGUES & GALICIA (1996) em ligas de Ni-52% Ti. Os vazios observados são explicados pelo arrancamento das partículas durante o polimento e sugerem que estas partículas de segunda fase sejam frágeis. Porém não foi possível constatar, como estes pesquisadores constataram, que estas partículas tenham servido de pontos de nucleação para a martensita. As FIG. 4-4 e FIG. 4-5 mostram a análise de EDS feita para as partículas de segunda fase observadas nas amostras Aditek e Sentalloy. Esta análise revelou percentual atômico de 58,36% Ni e 59,83% Ti respectivamente para os precipitados das ligas Aditek e Sentalloy, coerentes com os valores encontrados por LOPEZ, SALINAS & CALDERÓN (2001), que encontraram teores de níquel entre 50 e 70% em peso atômico.

5.3 ENSAIOS MECÂNICOS

Com base nos dados obtidos nos ensaios de flexão foi possível obter os valores do módulo de elasticidade das ligas. Para isso utilizou-se a expressão (SOUZA, 1982):

$$E = 0,424 \frac{FL^3}{yD^4} \quad (\text{seções circulares})$$

$$E = 0,25 \frac{FL^3}{ybh^3} \quad (\text{seções retangulares})$$

onde y é a medida da flecha para a carga aplicada F . A TAB. 5-4 sumariza os resultados obtidos. Na tabela, \bar{E} é o valor médio do módulo de elasticidade calculado para seis amostras ensaiadas de cada tipo de liga e σ_p a tensão em que ocorreu a formação do patamar de força, quando detectado.

TAB. 5-4 – Valores médios dos módulos de elasticidade obtidos dos ensaios de flexão. Os números entre parenteses são os desvios padrões das medidas.

Liga	25°C		37°C	
	\bar{E} (GPa)	σ_p (MPa)	\bar{E} (GPa)	σ_p (MPa)
Aditek		986,8	132,1	
	103,6 (7,3)	(14,3)	(5,9)	1432,7 (13,2)
GAC	83,9 (1,9)	935,9 (9,3)	105,8 (2,8)	1368,0 (10,4)
	86,7 (2,4)	978,0 (8,8)	129,5 (3,3)	1263,2 (9,4)
GAC Neo Sentalloy	48,7 (1,8)	444,9 (5,8)	88,7 (1,8)	890,8 (7,9)
	69,6 (3,5)	-	104,4 (2,8)	1539,5 (10,2)
3M Superelástica	84,3 (2,2)	767,3 (7,7)	127,2 (1,4)	1129,9 (9,4)

O desvio das medidas, para todas as ligas exceto a Aditek, foi considerado pequeno o que reflete o fato dos ensaios de flexão terem apresentado excelente repetitibilidade, em alguns casos resultando em curvas sobrepostas. Além disso como as curvas de

flexão apresentaram um segmento elástico retilíneo e um ponto de escoamento bem definido na maioria dos casos.

É bom lembrar que a tensão de escoamento da liga GAC Neo Sentalloy obtida em flexão deve ser comparada com cautela com a dos outros fios, já que para corpos de prova de mesmo momento de inércia, aqueles de seção retangular apresentam curvas de tensão x deflexão superiores as de seção circular (SOUZA, 1982).

Em flexão, todas as ligas, com exceção da GAC Neo Sentalloy, apresentaram patamares de força bem definidos e em todas elas tanto o módulo de elasticidade quanto à tensão necessária para a formação do patamar superelástico, foram maiores à 37 °C que a 25 °C. Isto confirma o que foi citado na seção 2.4.3: a estabilidade da austenita aumenta com a temperatura e requer tensões maiores para dar origem a martensita induzida por tensão. Além disso a liga Aditek apresentou em ambas as temperaturas os maiores valores do módulo de elasticidade e a maior tensão para a formação do patamar superelástico à 37°C. Sabendo que nas ligas de Ni-Ti a austenita é mais rígida que a martensita, é natural que quanto maior a quantidade de austenita presente na liga, maiores os módulos de elasticidade. Além disso, a tensão necessária para a transformação da austenita em martensita e a formação do patamar de força será maior a uma mesma temperatura, quanto menores as temperaturas A_s e M_s , como se viu no gráfico da FIG. 2-16. Tomando os resultados do DSC como indicativos é possível constatar que a liga Aditek é justamente a que possui as menores temperaturas A_s (4 °C) e A_f (15 °C). Ou seja, a liga Aditek, com A_f menor que 25 °C, possui nesta temperatura maior quantidade de austenita do que as outras ligas, daí seu módulo de elasticidade ter se revelado o maior. A 37 °C, a tensão necessária para iniciar a transformação martensítica também é

maior na liga Aditek, visto que sua temperatura A_s é a menor dentre todas.

Todas as ligas, com exceção da Aditek, mostraram comportamento superelástico a 37°C, recuperando praticamente toda a deformação quando descarregadas. Na liga Aditek no entanto, a tensão necessária para a ocorrência do efeito superelástico nesta temperatura (146 kgf/mm²), ou seja, a tensão necessária para transformar a austenita em martensita, já é elevada o suficiente para que a austenita se deforme plasticamente, o que implicou na deformação residual observada. Numa demonstração de EMF, a grande deformação permanente sofrida pela liga GAC Neo Sentalloy a 25 °C, quase 1 mm de flecha, foi completamente recuperada após o ensaio quando o fio foi aquecido à 37 °C (pelo próprio calor da mão), o que foi constatado pela medição antes e depois do comprimento do corpo de prova.

Os valores obtidos para o módulo de elasticidade em flexão foram menores que os encontrados por MIURA (1986) para o Ni-Ti japonês com memória de forma e superelasticidade, à mesma temperatura. Isto é esperado uma vez que o fio era ensaiado por MIURA preso aos *brackets*, o que aumenta sua rigidez. Porém são da mesma ordem de grandeza que os encontrados por YONEYAMA et al. (1993) que ensaiou fios ortodônticos de NITINOL em flexão. Uma comparação mais imediata entretanto pode ser feita com os valores obtidos por NAKANO et al. (1999) que ensaiou em flexão 42 marcas de fios ortodônticos, entre elas a GAC Sentalloy e a GAC Neo Sentalloy (F80, F160 e F240) à 37 °C, utilizando o mesmo método de ensaio. Neste caso, os valores encontrados no presente trabalho, embora maiores, são próximos. Finalmente, comparando os dados encontrados com os resultados de QUINTÃO (2000), que realizou ensaios de flexão nos fios GAC Sentalloy e 3M

Termoativado de 0,016" utilizando o mesmo procedimento, verifica-se excelente concordância.

A partir dos ensaios de tração foi possível obter o módulo de elasticidade e a tensão de escoamento. Diferentemente do caso da flexão, em tração as curvas não apresentaram comportamento elástico retilíneo e por isso houve grande imprecisão na determinação dos valores do módulo de elasticidade, com grandes desvios.

Na tabela TAB. 5-5 são mostrados os valores do módulo de elasticidade e tensão de escoamento calculados a partir dos ensaios de tração; nesta tabela, \bar{E} é o valor médio do módulo de elasticidade calculado para seis amostras ensaiadas de cada tipo de liga e σ_e a tensão de escoamento tomada como o limite de desvio de 0,1%.

TAB. 5-5 – Valores médios dos módulos de elasticidade obtidos nos ensaios de tração. Os números entre parenteses são os desvios padrões das medidas.

Liga	25°C		37°C	
	\bar{E} (GPa)	σ_e (MPa)	\bar{E} (GPa)	σ_e (MPa)
		210,7		255,3
Aditek	9,1 (2,5)	(10,2)	10,9 (2,3)	(11,1)

		156,5		202,4
GAC	7,3 (1,6)	(9,2)	8,3 (1,8)	(8,3)
GAC Sentalloy	7,4 (1,3)	(8,4)	10,3 (2,1)	(7,4)
GAC Neo		198,2		209,6
Sentalloy	5,9 (1,8)	(9,2)	9,8 (2,0)	(8,2)
3M Superelástica	7,0 (1,4)	(10,0)	8,0 (1,7)	(12,3)
3M Termoativada	6,0 (1,5)	(8,6)	8,7 (1,8)	(11,1)

Os valores encontrados para o módulo de elasticidade em tração foram mais baixos que os da literatura de maneira geral. Atribui-se a diferença ao pequeno comprimento do corpo de prova utilizado em tração (cerca de 15 mm) o que aumenta a contribuição da deformação da própria máquina e dos mordentes de latão (ao qual o fio era preso) nos resultados. Além disso, o método de fixação do corpo de prova aos mordentes, através do aperto de parafusos, introduzia uma alta pré-carga antes do início dos ensaios.

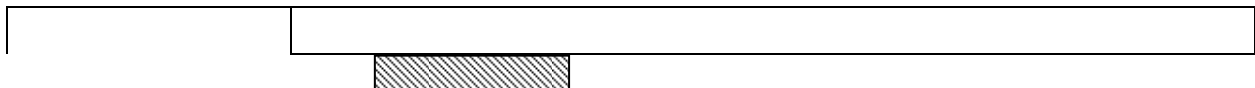
Comparando-se a TAB. 5-5 com a TAB. 5-4, verifica-se que os valores encontrados para o módulo de elasticidade em tração foram muito menores que os encontrados em flexão. É um fato que valores encontrados em tração e flexão dificilmente podem ser comparados diretamente, servindo o ensaio de flexão preferencialmente para reproduzir em laboratório as condições da prática. ASGHARNIA & BRANTLEY (1986) ressaltam que os valores de tensão de escoamento são significativamente maiores em flexão do que em tração devido à diferença na natureza da deformação: durante a flexão a superfície do corpo de prova se deforma

plasticamente enquanto sua parte interna ainda se deforma elasticamente, enquanto em tração todo o corpo de prova escoou uniformemente. Analisando as curvas obtidas em tração e flexão por MIURA (1986) para fios de Ni-Ti japoneses com memória de forma e superelasticidade de mesmo diâmetro (0,018") constata-se que este encontrou diferenças ainda maiores, mesmo considerando que seus ensaios de flexão envolviam o atrito dos fios com os *brackets*.

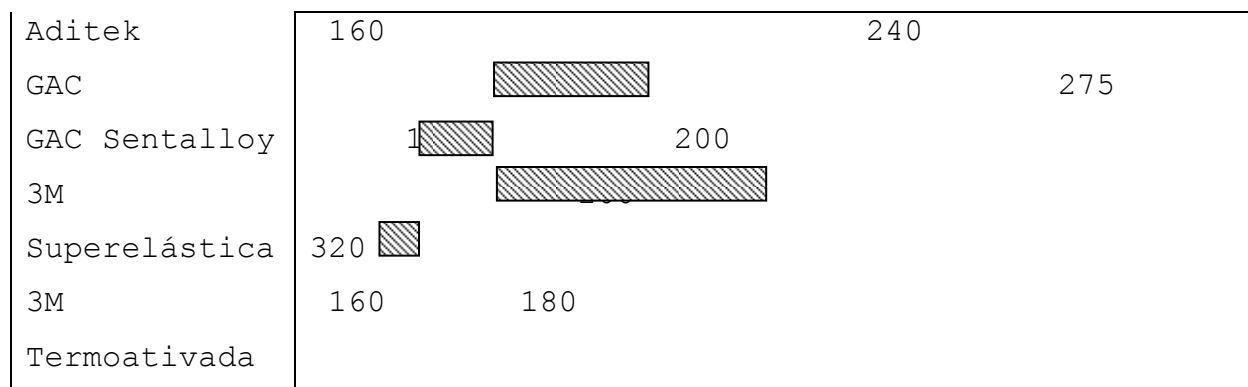
Embora não seja possível a comparação direta entre os resultados obtidos em flexão e tração, quando se compara as diferentes ligas entre si os resultados em tração corroboram os obtidos em flexão, ou seja, quase sempre as ligas com maiores módulos de elasticidade em flexão também apresentaram os maiores módulos de elasticidade em tração, considerando os desvios das medidas.

Para que fios de Ni-Ti apresentem vantagens comparativas sobre outros materiais que não apresentam superelasticidade é preciso que sua faixa de trabalho se localize no patamar de desativação da curva força-deslocamento (SEGNER & IBE, 1995). Analisando as curvas de flexão percebe-se que para ativações menores do que 0,5 mm nenhum destes fios apresentou patamar de tensão, e que para valores de ativação entre 0,5 mm e 2,0 mm, as forças variaram de acordo com a TAB. 5-6:

TAB. 5-6 – Valores mínimos e máximos das forças (em gf) no patamar superelástico de desativação entre 0,5 e 1,5 mm à 37 °C dos fios de Ni-Ti com diâmetro de 0,018" ensaiados em flexão.



--	--



Nenhum dos fios com diâmetro de 0,018" provoca forças maiores do que 400 gf para ativações de até 3 mm, força que ROCK & WILSON (1988) sugere como limite adequado para forças ortodônticas. O fio retangular GAC Neo Sentalloy, entretanto, causa forças de quase 1 kgf quando ativado em 2,0 mm, e se seguida a sugestão de ROCK & WILSON, deve ser usado para ativações máximas de 0,25 mm, quando provoca uma força de 400 gf. Deve ser lembrado que todos estes valores desconsideram o efeito do atrito dos *brackets*, que tende a tornar maiores as forças sobre o dente.

O gráfico da FIG. 5-2 está colocado para ilustrar a diferença entre uma liga com memória de forma, no caso a GAC Neo Sentalloy e um fio de aço inoxidável para o qual o ensaio foi realizado logo após os testes de flexão.

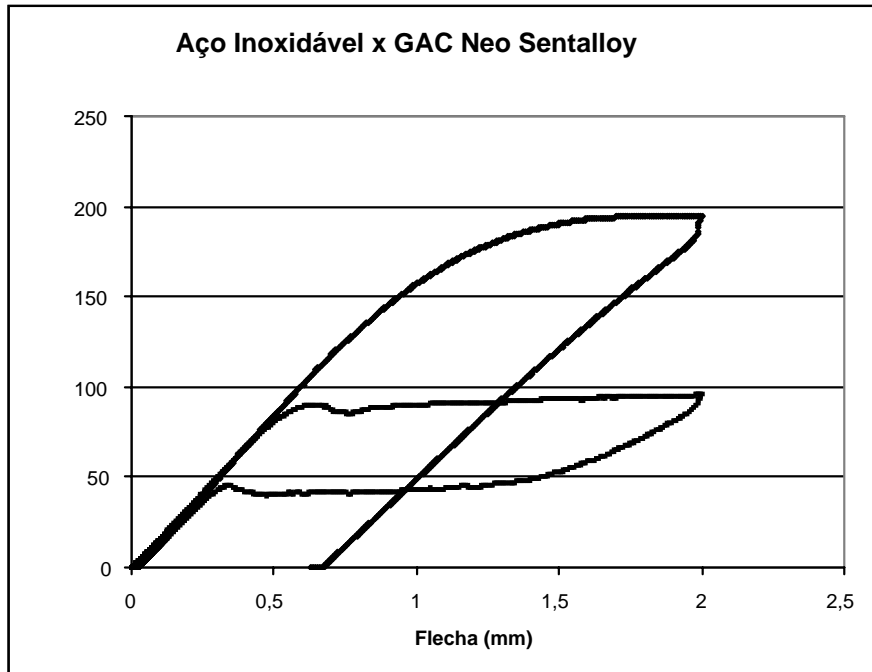


FIG. 5-2 - Curvas em ensaio de flexão de um fio de aço inoxidável e de Ni-Ti à 37°C (GAC Neo Sentalloy).

O gráfico obtido para o atrito médio no dispositivo de torção mostra que os resultados de torção sofreram uma interferência do atrito que não poderia ser desprezada. A força de atrito acrescentou cerca de 10 gf às medidas no carregamento e diminuiu cerca de 15 gf no descarregamento, criando um laço de histerese maior do que o real. Este efeito foi retirado das curvas através da subtração, para cada ponto da curva de torção, do valor da força de atrito correspondente na curva de atrito médio. Outro efeito que pôde ser isolado foi o da deformação do fio de nylon, mas neste caso verificou-se que este contribuiu muito pouco na deformação total do corpo de prova: um máximo de apenas 0,3 mm, ou cerca de 4°, e por isso o efeito foi desconsiderado.

Há um número muito pequeno de trabalhos sobre torção de fios de Ni-Ti e uma quantidade menor ainda que tenham utilizado fios com a mesma especificação que o presente trabalho. Em geral os trabalhos em torção se restringem aos fios de seção retangular,

que são aqueles utilizados nos casos clínicos com a finalidade de serem torcidos. Além disso, a comparação entre as propriedades em torção entre os poucos trabalhos existentes é difícil, pois em geral estes não apresentam os resultados na forma de gráficos tensão-deformação já que o cálculo das tensões cisalhantes fora da zona elástica, particularmente para os metais mais moles como o Ni-Ti, pode levar a erros. Estes erros surgem porque os modelos mais simples para deformação em torção de corpos circulares supõem uma distribuição de tensões linear ao longo da seção reta do corpo, o que não é verdade quando o metal se deforma plasticamente. Quanto aos corpos de prova retangulares, não existem modelos simples para o cálculo das tensões cisalhantes.

Ainda assim é possível obter o limite de escoamento por torção do material, fazendo-se uso da expressão (SOUZA, 1982):

$$\tau_e = \frac{M_{Te}R}{J_p} \quad (\text{seções circulares}) \quad (\text{EQ. 5-1})$$

Onde J_p é o momento de inércia polar do corpo de prova e M_{Te} o momento de torção de escoamento, aquele para o qual o limite de desvio é 0,1% de ângulo de torção. A TAB. 5-7 sintetiza os resultados obtidos.

TAB. 5-7 – Tensão de escoamento das ligas de Ni-Ti obtidas em torção.

Liga	τ_e (MPa) 25 °C	τ_e (MPa) 37 °C
Aditek	230,2 (4,3)	256,3 (3,9)
GAC	246,4 (3,2)	282,2 (3,6)

GAC Sentalloy	189,1 (2,1)	266,6 (2,5)
3M Superelástica	233,9 (3,0)	256,2 (3,3)
3M Termoativada	153,5 (1,5)	200,9 (1,8)

O valor de τ_e dado pela (EQ. 5-1 é apenas aproximado, pois na tensão calculada o corpo de prova se encontra na fase plástica onde, conforme citado, a distribuição das tensões ao longo de sua seção não é uniforme. Este fato, somado ao fato dos ensaios não haverem apresentado um segmento retilíneo na parte elástica que possibilitasse o cálculo preciso do limite de escoamento, torna difícil a utilização destes dados para a comparação do comportamento das ligas. Um indicativo mais efetivo para a comparação da rigidez destas ligas em torção é o momento de torção exercido pelo fio durante a desativação para um ângulo de 90°. Esta informação, retirada diretamente dos gráficos apresentados, é resumida na tabela seguinte.

TAB. 5-8 - Momento de torção durante a desativação para um ângulo de torção de 90°

Liga	M (kgf.mm) 25 °C	M (kgf.mm) 37 °C
Aditek	0,26	0,29
GAC	0,23	0,28
GAC Sentalloy	0,15	0,28
GAC Neo Sentalloy	0,14	0,43
3M Superelástica	0,25	0,30
3M Termoativada	0,14	0,23

Assim como nos ensaios de flexão e tração, a liga Aditek apresentou os mais altos valores nas duas temperaturas de ensaio; mas neste caso os resultados devem ser comparados entre

os fios de seção circular (exclui-se GAC Neo Sentalloy), já que a medida do momento de torção não é normalizada. A liga 3M Termoativada por sua vez apresentou o menor momento em ambas as temperaturas. Diferentemente dos outros ensaios, dentro dos limites de deformação ensaiados, nenhuma das ligas apresentou o patamar de força característico da superelasticidade, o que permite concluir que a tensão necessária para a transformação martensítica nas temperaturas de ensaio não foi atingida em nenhum dos casos.

A liga Aditek mostrou, em torção, maior deformação permanente à 37 °C que a 25 °C, o que vai ao encontro da justificativa citada anteriormente no caso da flexão. As demais ligas mostraram sempre maior recuperação nesta temperatura do que em 25 °C, a exemplo dos ensaios de tração, porém em nenhum caso houve recuperação completa da deformação, já que não houve a ocorrência de superelasticidade.

6 CONCLUSÕES

A partir dos ensaios de DSC das diversas ligas ensaiadas foi possível concluir que:

1. A liga Aditek é a única das ligas ensaiadas cuja temperatura final de transformação está abaixo da temperatura ambiente (25 °C). Isto significa que todas as outras ligas menos esta, apresentam uma estrutura mista de austenita e martensita se aquecidas até a temperatura ambiente.
2. Quando resfriadas a partir da temperatura bucal até a temperatura ambiente, as ligas Aditek, GAC Sentalloy e GAC Neo Sentalloy se apresentam completamente austeníticas.
3. As ligas Aditek, GAC e 3M Termoativada possuem temperatura A_s abaixo da temperatura ambiente (25 °C). Isto significa que nestas ligas a transformação martensita → austenita começa mais cedo que nas outras e que a 25 °C haverá maior quantidade de austenita nestas ligas do que nas demais.
4. Todas as ligas, com exceção da 3M Superelástica, apresentam o término da transformação austenítica próximo a temperatura bucal (37 °C). A liga 3M Superelástica, no entanto, se diferencia da 3M Termoelástica e das demais porque precisa ser aquecida acima de 56 °C para recuperar sua forma. Este fio ortodôntico portanto não trabalha utilizando o efeito memória de forma.

5. A liga Neo Sentalloy foi a única liga a apresentar, dentro da faixa de temperatura ensaiada, transformação da fase-R.

A análise da microestrutura através das microscopias ópticas e eletrônicas permitiu verificar que:

6. Visualmente, as ligas Aditek e 3M Termoativada apresentam quantidade apreciável de austenita à temperatura aproximada de 20 °C, o que corrobora as conclusões anteriores obtidas com base no DSC.

7. As ligas apresentam considerável quantidade de partículas de segunda fase, provavelmente Ti_2Ni e $TiNi_3$, precipitadas de maneira homogênea.

Os ensaios mecânicos permitiram concluir que:

8. Em flexão, todas as ligas apresentaram na temperatura bucal (37 °C) patamares bem definidos de força, o que garante uma liberação constante e suave de força durante a desativação destes fios.

9. Em flexão todos os fios mostraram superelasticidade, com recuperação quase completa da forma, exceto no caso da liga Aditek. Nesta liga, a tensão necessária para formação da martensita induzida por tensão foi suficiente para deformar plasticamente a austenita.

10. A liga GAC Neo Sentalloy apresentou o efeito memória de forma com recuperação total de sua forma original,

quando aquecida à 37 °C logo depois de ter sido permanentemente deformada nos ensaios de flexão.

11. Os módulos de elasticidade calculados a partir dos ensaios de flexão foram muito maiores que os obtidos nos ensaios de tração. Porém os resultados em flexão são considerados corretos, devido ao baixo desvio das medidas, ao método simples e pouco sujeito a erros do ensaio e à confirmação encontrada por numerosos outros trabalhos similares.
12. Dentre os fios de seção de 0,018" de diâmetro e entre 0,5 mm e 1,5 mm de ativação, o fio 3M Termoativado apresenta o patamar mais constante, e portanto as forças mais suaves, durante a desativação, seguido na ordem pelos fios: GAC Sentalloy, GAC, Aditek e 3M Superelástica.
13. Excetuando-se o fio retangular GAC Neo Sentalloy, nenhum dos fios apresenta, desconsiderando-se o atrito, forças maiores do que 400 gf para uma ativação de até 3 mm. Este fio entretanto causa forças de 400 gf para uma ativação de apenas 0,25 mm.
14. Os ensaios de tração foram influenciados pelo pequeno tamanho do corpo de prova e também pelo modo de fixação aos mordentes, fornecendo baixos valores de módulo de elasticidade. Porém seus resultados confirmam de maneira comparativa, os resultados encontrados em flexão.
15. Em torção nenhum dos fios manifestou, entre 0 e 120° de torção, o efeito superelástico. No entanto a recuperação

da forma foi sempre maior a 37 °C que a 25 °C, demonstrando que houve formação de martensita induzida por tensão, embora não o suficiente para completa recuperação de forma no descarregamento.

16. Em torção à 37 °C a liga 3M Termoativada gera o menor momento de torção sobre o dente ao ser ativada em 90° seguida pelos fios de seção circular: GAC Sentalloy, GAC, Aditek e 3M Superelástico.

7 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

A seguir, como fruto do desenvolvimento deste trabalho, são feitas algumas sugestões para trabalhos futuros:

1. Estudo do efeito do ciclo térmico, similar ao que ocorre na boca do paciente durante a alimentação, sobre as propriedades a longo prazo dos fios ortodônticos analisados.
2. Estudo similar ao presente, porém caracterizando a parte *curva* dos arcos ortodônticos. Sobre esta região há um grande interesse e ainda menos informações e técnicas de ensaios normatizadas do que sobre a parte retilínea.
3. Quantificação das fases presentes em cada liga nas temperaturas ambiente e bucal através de ensaios de raios-x, complementando assim a informação dos ensaios de DSC e análise metalográfica.
4. Estudo do efeito dos precipitados encontrados na análise metalográfica nas propriedades mecânicas das ligas.
5. Analisar a transformação austenita → martensita *in situ* no MEV.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANDREASEN, G.F., MORROW, R.E. Laboratory and clinical analyses of Nitinol wire **American Journal of Orthodontics**. 73, 2, 142-51, Feb 1978
- ANDREASSEN, George. A clinical trial of alignment of teeth using a 0,019 inch Thermal Nitinol wire with transition temperature range between 31°C and 45°C. **American Journal of Orthodontics**, 78, 528-37, 1980.
- ASGHARNIA, M.K., BRANTLEY, W.A. Comparison of bending and tension tests for orthodontic wires. **American Journal of Orthodontics**, 89, 3, 228-36, Mar 1986.
- BARRAS, C.D.J., MYERS, K.A. Nitinol - It's use in vascular surgery and other applications. **European Journal of Vascular and Endovascular Surgery**, 19, 564-569, june - 2000
- BRADLEY, T., BRANTLEY, W., ALBERTSON, B. Differential Scanning calorimetry (DSC) analyses of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontic wires. **American Journal of Orthodontics**. 109, 6, 589-96, June 1996
- DEVANATHAN, Deva. Recent advances in titanium wire technology. Disponível: <http://ww.tphortho.com>
- DRAKE S.R., WAYNE, D.M., POWER, J.M., ASGAR, K. Mechanical properties of orthodontic wires in tension, bending and torsion. **American Journal of Orthodontics**. 82, 3, 206-10, Sep. 1982
- FERREIRA, Marcelo do Amaral. Propriedades elásticas básicas das ligas usadas em fios ortodônticos. **Jornal Brasileiro de Ortodontia e Ortopedia Facial**. 3, 15, 81-87.
- GIL, F.X., MANERO, J.M., PLANELL, J.A. Relevant aspects in the clinical applications of Ni-Ti shape memory alloys. **Journal of Materials Science - Material in Medicine**. 7, 403-406, 1996
- GRAVINA, Marco. Propriedades mecânicas de Ligas de Ni-Ti e de aço inoxidável obtidas a partir de ensaios de tração. 2001.

Tese (Mestre em Ciências). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Faculdade de Odontologia.

HODSON, D.E., WU, BROWN, Jeffrey W. **Using Nitinol Alloys**. Shape Memory Applications, Inc. 2000.

HODSON, D.E., WU, M.H., BIERMANN, R.J. **Shape memory alloys**. Disponível: <http://www.sma-inc.com>

JACOBUS, Kurt, SEHITOGLU, Huuseyin, BALZER, Mark. Effect of stress state on the stress induced martensitic transformation in polycrystalline Ni-Ti alloy. **Metallurgical and Materials Transactions**. 27A, 3066-73, oct 1996.

KAPILA, S., SACHDEVA, R. Mechanical properties and clinical applications of orthodontic wires. **American Journal of Orthodontics Dentofacial Orthop**. 96, 100-9, 1989

KUSY, R.P. et al. Geometric and material parameters of a Ni-Ti and a beta titanium orthodontic arch wire alloy. **Dental Materials**. 3, 4, 207-17, 1987

LI, Bing-Yun, RONG, Li-Jian, LI, Yi-Yi, GJUNTER, V. E. An investigation of the synthesis of Ti-50 At. pct Ni alloys through combustion synthesis and conventional powder sintering. **Methalurgical and Materials Transactions**. 31A, 1867-71, july - 2000.

LIU, Rong, LI, D.Y. Experimental studies on tribological properties of pseudoelastic TiNi alloy with comparison to stainless steel 304. **Metallurgical and Materials Transactions**. 31A, 2773-2783, November 2000

LIBENSON, C. et al. Differences in the pseudoelasticity behaviour of Ni-Ti orthodontic wires. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, 4, 281-84, 1993.

LIEBERMAN, D. S., WECHSLER, M. S., READ, T. A. Cubic to Orthorhombic difusionless phase change - Experimental and theoretical studies of AuCd. **Journal of Applied Physics**. 26, 4, 473-484

- LOPEZ, H.F., SALINAS, A., CALDERÓN, H. Plastic Straining on the microstructure of a Ti-rich NiTi shape memory alloy. *Metallurgical and Materials Transactions*. 32A, 717-729, 2001.
- LOPEZ, H.F., SALINAS, A., GALICIA, J.L. Microstructural aspects of precipitation and martensitic transformation in a Ti-Rich Ni-Ti Alloy. ***Scripta Materialia***. 34, 4, 659-64,1996.
- MARTINS, Joel Cláudio Rosa, SELAIMEN, Cássio Rodrigo Panitz. As novas ligas metálicas e o tratamento ortodôntico contemporâneo. *Clinical Impressions*. 01,1998
- MATLAKHOVA, Lioudmila Aleksandrovna et al. Deformação por compressão e efeito de memória de forma em ligas Ti-Ni. 1999
- MATLAKHOVA, Lioudmila Aleksandrovna et al. Influência da composição de ligas à base de Ti-Ni na estrutura, propriedades e efeito de memória de forma. 1998
- MENDELSON, S. Mechanisms for martensitic formation and the shape memory effect. In: PERKINS, Jeff. ***Shape memory effects in alloys***. 1. ed. Plenum Press. 487-502, 1975
- MIURA, Fujio et al. The superelastic property of the japanese Ni-Ti alloy wire for use in orthodontics. ***American Journal of Orthodontics Dentofac Orthop***. 90, 1-10, 1986.
- NAKANO, H. et al. Mechanical properties of several nickel-titanium alloy wires in three point bending tests. ***American Journal of Orthodontics Dentofacial Orthop***. 115, 4, 390-5, April 1999
- NISHIDA, M., Wayman, C.M., HONMA, T. , Precipitation processes in near-equiatomic TiNi shape memory alloys. ***Metallurgical Transactions*** . 17A, 1505-15, sept - 1986
- OWEN, W.S. Shape memory effects and application, an overview. In: PERKINS, Jeff. ***Shape memory effects in alloys***. 1. ed. Plenum Press. 305-26, 1975.
- QUINTÃO Cátia Cardoso. **Fios ortodônticos utilizados em fase inicial de tratamento: propriedades mecânicas e desempenho**

- clínico**. 2000 Tese (Doutorado em Ciências). Universidade Federal do Rio de Janeiro. Faculdade de Odontologia.
- ROCK, W.P., WILSON, H.J. Forces exerted by orthodontic aligning archwires. **British Journal of Orthodontics**, 15, 4, 255-9, Nov. 1988
- RODRIGUEZ, C, BROWN, L.C. The mechanical properties of SME alloys. In: PERKINS, Jeff. **Shape memory effects in alloys**. 1. ed. Plenum Press. 29-58, 1975.
- SEGNER, D., IBE, Dagmar. Properties of superelastic wire and their relevance to orthodontic treatment. **European Journal of Orthodontics**. 17, 395-402, 1995.
- SEHITOGLU, Huseyin et al. Deformation of NiTiCu shape memory single crystals in compression. **Metallurgical and Materials Transactions**. 32A, March 2001
- SHAPE MEMORY APPLICATIONS inc. **NiTi SMART Sheet: Introduction to shape memory and superelasticity**. <http://www.sma-inc.com>.
- SHIMIZU, K., OTSUKA, K. Optical and electron microscope observations of transformation and deformation characteristics in Cu-Al-Ni memory alloys. In: PERKINS, Jeff. **Shape memory effects in alloys**. 1. ed. Plenum Press 59-88, 1975.
- SOUZA, Augusto Sérgio. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos. Fundamentos teóricos e práticos**. 5. ed. Editora Edgard Blucher. 1982. ISBN 74-0414.
- THOMPSON, S.A. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. **International Endodontic Journal**, 33, 297-310, 2000
- TONNER, R.I.M, WATERS, N.E. The characteristics of super-elastic Ni-Ti wires in three point bending Part I: The effect of temperature. **European Journal of Orthodontics**. 16, 1, 409-19, 1994.
- WALTERS, N.E. et al. Physical characteristics of orthodontic wires and archwires - Part 2. **British Journal of Orthodontics**, 2, 2, 73-83, 1975

WASILEWSKI, R.J. The shape memory effect in TiNi: One aspect of stress assisted martensitic transformation. In: PERKINS, Jeff. **Shape memory effects in alloys**. 1. ed. Plenum Press. 245-272, 1975

WAYMAN, C.M. Deformation, mechanisms and other characteristics of shape memory alloys. In: PERKINS, Jeff. **Shape memory effects in alloys**. 1. ed. Plenum Press. 1-27, 1975

YONEYAMA, T. et al, Bending properties and transformation temperatures of heating Ni-Ti alloy wire for orthodontic wire. Journal of Biomedical Materials Research, 27, 399-402, 1993

ZENJI, Nishiyama. **Martensitic Transformation**. 2. ed. Academic Press. 1978. ISBN 0-12-519850-7