

CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E MECÂNICAS DE TRÊS FIOS ORTODÔNTICOS DE NiTi E SUA INFLUÊNCIA NA FUNCIONALIDADE DO MATERIAL¹

Ana Cristina Rodrigues Antunes de Souza²
Tadeu Antônio de Azevedo Melo³
Vicente Tadeu Lopes Buono⁴

Resumo

Fios ortodônticos de NiTi constituem a base do desenvolvimento de novas terapias ortodônticas. Neste trabalho, foram avaliadas as propriedades físicas e mecânicas de três tipos de fios ortodônticos de NiTi comerciais, visando prever sua funcionalidade como elementos termoativados (com efeito memória de forma) ou de ativação imediata (superelásticos). Os fios foram caracterizados utilizando espectroscopia de energia de raios X (EDS), difratometria de raios X (DRX) e calorimetria exploratória diferencial (DSC). Ensaios de tração e torção à temperatura ambiente foram utilizados para avaliação de suas propriedades mecânicas. Todos os fios apresentaram a austenita como fase principal e suas propriedades mecânicas mostraram-se de acordo com as temperaturas de transformação reversa da martensita, indicando que o fio Nitinol Superelastic tem efeito memória de forma, e não superelasticidade. Os outros fios mostraram-se superelásticos à temperatura ambiente.

Palavras-chave: Ligas NiTi; Fios ortodônticos; Superelasticidade; Efeito memória

PHYSICAL AND MECHANICAL CHARACTERISTICS OF THREE ORTHODONTIC NiTi WIRES AND THEIR INFLUENCE ON THE FUNCTIONALITY OF THE MATERIAL

Abstract

NiTi orthodontic wires represent the current basis for new orthodontic therapies. In this work, the physical and mechanical properties of three types of commercial orthodontic NiTi wires were characterized, aiming at predicting their functionality as thermoactivated (with shape memory effect) or as immediate activated elements (superelastic). Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX), X-ray diffraction (XRD) and differential scanning calorimetry (DSC) were employed to characterize the wires. Their mechanical properties were assessed by means of torsion and tensile tests performed at room temperature. The three wires had austenite as the main phase and their mechanical properties were in accordance with the temperatures for the reverse transformation, indicating that the Nitinol Superelastic wire exhibited shape memory and not the superelastic effect. The other wires showed superelastic characteristics at room temperature.

Key words: NiTi alloys; Orthodontic wires; Superelasticity; Shape memory effect.

¹ Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

² Cirurgiã-Dentista, Especialista em Ortodontia e Ortopedia Facial, MSc, Doutoranda em Engenharia Metalúrgica e de Minas na Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG

³ Dr., Professor Adjunto do Departamento de Tecnologia Mecânica da Universidade Federal da Paraíba - UFPB

⁴ Dr., Professor Associado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG

1 INTRODUÇÃO

As ligas níquel-titânio (NiTi) têm sido utilizadas em ortodontia devido ao efeito memória de forma (EMF) e à superelasticidade (SE), que resultam, na prática clínica, em liberação de forças constantes e de pequena magnitude.⁽¹⁻³⁾ A SE e EMF são comportamentos típicos da liga. Na SE existe a recuperação da forma, após grandes deformações, com a remoção da tensão aplicada inicialmente. Já no EMF, o comportamento é termo-dependente.⁽⁴⁾

Essas ligas apresentam duas fases principais, a austenita, estável a temperaturas mais altas, e a martensita, que é formada em baixas temperaturas ou sob tensão. A martensita formada no resfriamento (martensita térmica) pode possuir 24 variantes com diferentes orientações cristalográficas. Já na martensita induzida por tensão (MIT), apenas algumas variantes se formam, de acordo com a orientação da tensão aplicada.⁽⁵⁾

As ligas NiTi ortodônticas são classificadas como martensíticas, superelásticas ou com efeito memória de forma. As primeiras possuem estrutura martensítica estável e não apresentam mudança de fase.⁽⁶⁾ Nas superelásticas, ou com ativação austenítica, a deformação causada pelo não alinhamento dos dentes resulta na formação de martensita induzida por tensão, que exerce tensão nos dentes quando busca retornar para fase austenítica.⁽⁷⁾ Nas ligas ortodônticas com efeito memória de forma ou ativação martensítica, a deformação ocorre em temperatura inferior à intrabucal, por resfriamento intencional do fio ortodôntico, que o torna completamente martensítico. Neste caso, a tensão nos dentes é exercida quando o fio atinge a temperatura austenítica final (A_f) da liga, na condição intrabucal, e tenta retornar à sua forma original.⁽⁴⁾

A variedade de novos fios ortodônticos apresentando propriedades termomecânicas distintas ampliou a escolha na prática, porém o conhecimento desses fios se torna necessário para uma melhor aplicação clínica. O objetivo deste trabalho foi avaliar as propriedades físicas e mecânicas de três diferentes tipos de fios de NiTi, visando verificar a funcionalidade dos mesmos como elementos termoativados (com EMF) ou de ativação imediata (SE).

2 MATERIAL E MÉTODOS

Foram avaliados três fios ortodônticos de NiTi com geometria de seção transversal de 0,43 mm x 0,64 mm: Nitinol Superelastic (3M-Unitek, Monrovia, CA, EUA), Turbo (Sds-Ormco, Glendora, CA, EUA) e Copper NiTi 35°C (Sds-Ormco, Glendora, CA, EUA). Todos os ensaios foram realizados à temperatura ambiente em amostras dos fios como recebidos do fabricante.

Para a análise por difração de raios X (DRX), os fios foram cortados em 10 segmentos de 15 mm de comprimento, unidos em uma superfície plana com fita adesiva e adaptados ao porta-amostras do equipamento. Foi empregado um difratômetro de raios X (PW-1710, Philips PANanalytical, Almelo, Holanda) com cristal monocromador de grafita, utilizando radiação Cu $K\alpha$. A composição química dos fios foi analisada por espectroscopia de energia de raios X (EDS) (Voyager 3050, Noran, Middleton, EUA) em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) (JSM 35C, Jeol, Tokyo, Japão). Foram utilizados segmentos de 30 mm de cada tipo de fio em porta-amostras de alumínio.

Para avaliação das temperaturas de transformação martensítica e reversa, foram utilizados fios como recebidos pelo fabricante, com massa entre 8 a 32 mg. Três amostras de cada tipo de fio foram ensaiadas por calorimetria exploratória diferencial (DSC) em aparelho DSC 60 (Shimadzu, Kyoto, Japão). Os fios foram colocados em panela de alumínio sem a tampa. A temperatura de ensaio variou de -80°C a +80°C/+80°C a -40°C, em atmosfera de nitrogênio, a uma taxa de aquecimento/resfriamento de 10°C/minuto.

Nos ensaios de torção foram utilizadas três amostras de 25 mm de comprimento para cada tipo de fio. As amostras foram presas por dois dispositivos cilíndricos nas extremidades, com canaleta retangular de 0,56 mm x 0,71 mm, e fixadas nas garras da máquina de torção (NA8050, Analógica, Belo Horizonte, MG, Brasil) com distância livre de 14 mm. A velocidade de rotação angular utilizada foi de 2 rpm. Os ensaios de tração foram também realizados em triplicata, em segmentos de 30 mm de cada fio. Foi utilizada uma máquina universal de ensaios (Instron 5581, Canton, MA, EUA), com célula de carga de 100 kN e velocidade do cabeçote de 2,0 mm/minuto.

3 RESULTADOS

A composição química dos fios, analisada por EDS, é mostrada na Tabela 1. Os Nitinol Superelastic e Turbo apresentaram excesso de Ni inferior a 1% at. em relação à razão equiatômica. O fio Copper NiTi apresentou substituição parcial de Ni por 6,3% at. Cu.

Tabela 1. Composição química (semi-quantitativa) dos fios ortodônticos estudados (desvios padrão).

Fios	Ni (% at.)	Ti (% at.)	Cu (% at.)
Nitinol Superelastic	50,4 (0,6)	49,6 (0,6)	-
Turbo	50,8 (0,9)	49,2 (0,9)	-
Copper NiTi	44,5 (0,8)	49,2 (1,0)	6,3 (0,4)

Os difratogramas de raios X obtidos mostraram, em todos os fios analisados, a presença da austenita, de estrutura B2, como a fase predominante. Quantidades variáveis da fase martensítica B19' foi também observada em todos os fios, sendo maior no fio Nitinol Superelastic e menor no fio Copper NiTi.

A Figura 1 mostra curvas de DSC típicas dos três fios analisados. Observa-se que as entalpias de transformação são mais baixas no fio Nitinol Superelastic e mais elevadas no fio Copper NiTi. O fio Turbo apresenta um pico duplo durante o aquecimento. A Tabela 2 mostra os valores médios das temperaturas de início e final da transformação martensítica durante o resfriamento, M_i e M_f , bem como da transformação reversa, A_i e A_f , determinadas nos ensaios de DSC. As temperaturas R_i e R_f mostradas na tabela correspondem à transformação intermediária da martensita para a fase R. A relação entre a temperatura A_f e a temperatura de aplicação determina se o material apresenta EMF ou SE. Os dados da Tabela 2 mostram que o fio Nitinol Superelastic é o que apresenta as temperaturas de transformação mais elevadas, enquanto que o fio Turbo é o que apresenta as menores temperaturas de transformação.

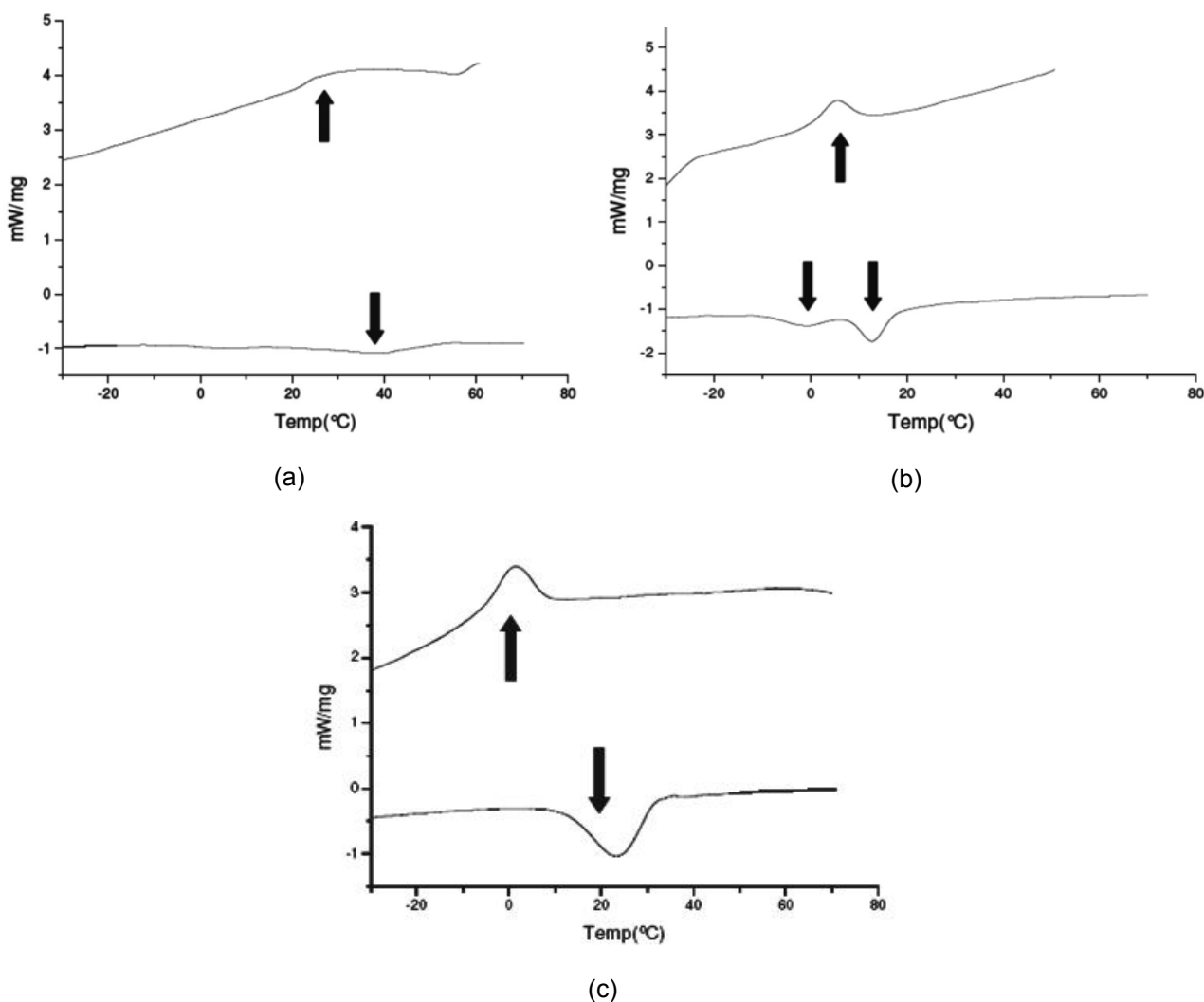


Figura 1 – Curvas de DSC dos fios (a) Nitinol Superelastic, (b) Turbo e (c) Copper NiTi. As setas indicam as temperaturas de pico das transformações de fase.

Tabela 2. Temperaturas de transformação dos fios ortodônticos estudados (desvios padrão).

Fios	M_i (°C)	M_f (°C)	R_i (°C)	R_f (°C)	A_i (°C)	A_f (°C)
Nitinol Superelastic	32,9 (1,4)	23,4 (0,7)	-	-	38,7 (0,8)	44,5 (1,3)
Turbo	8,3 (0,6)	3,7 (0,5)	0,7 (3,4)	4,2 (0,5)	8,5 (0,3)	16,6 (0,7)
Copper NiTi	7,8 (1,2)	-2,0 (2,3)	-	-	13,0 (2,7)	32,1 (0,1)

Nos ensaios de torção, nenhum dos fios rompeu até a deflexão angular máxima do equipamento, de 2.512°. Para efeito de comparação do comportamento dos fios em torção, foram então consideradas as curvas obtidas até a deflexão angular de 500°, mostradas na Figura 2. Essas curvas revelam comportamentos mecânicos bastante distintos entre os fios estudados. O Nitinol Superelastic apresentou-se mais resistente nessas condições, seguido pelo fio Copper NiTi e por último, com baixos valores de torque, o fio Turbo.

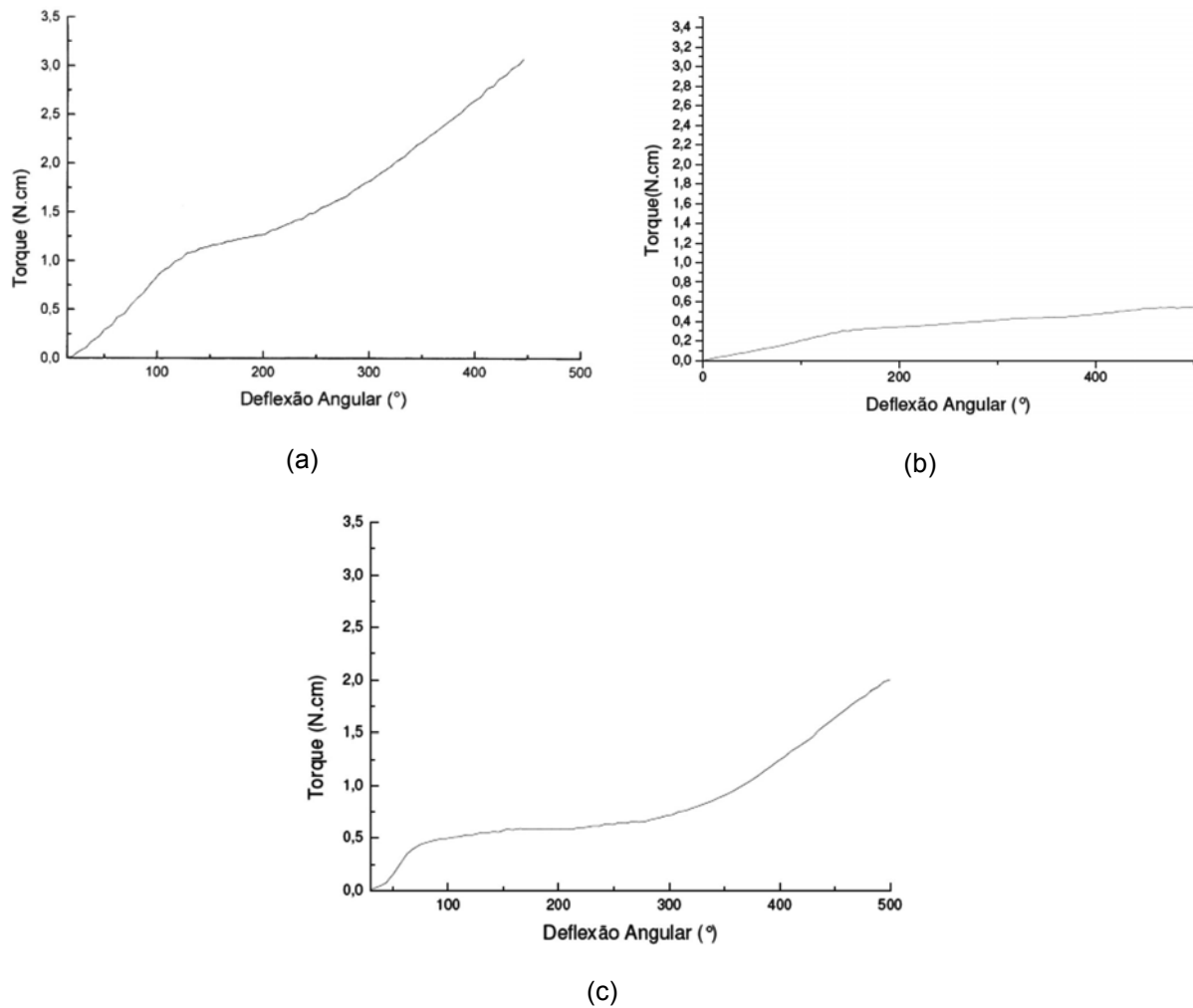


Figura 2 – Curvas torque-deflexão típicas dos fios (a) Nitinol Superelastic, (b) Turbo e (c) Copper NiTi.

Curvas tensão x deformação por tração típicas são mostradas na Figura 3. Os parâmetros avaliados foram tensão de transformação (correspondente ao início do patamar de transformação), limite de resistência e alongamento total até a fratura. Os valores médios desses parâmetros estão indicados nas figuras. Os erros médios absolutos foram inferiores a 10%. Observa-se que o fio Nitinol Superelastic apresentou os maiores valores médios de tensão de transformação e limite de resistência. O fio Turbo, que foi o menos resistente, atingiu o maior alongamento total. O fio Copper NiTi, com comportamento intermediário, apresentou baixa tensão de transformação, próxima do fio Turbo, mas seu limite de resistência foi quase tão elevado quanto o do fio Nitinol Superelastic.

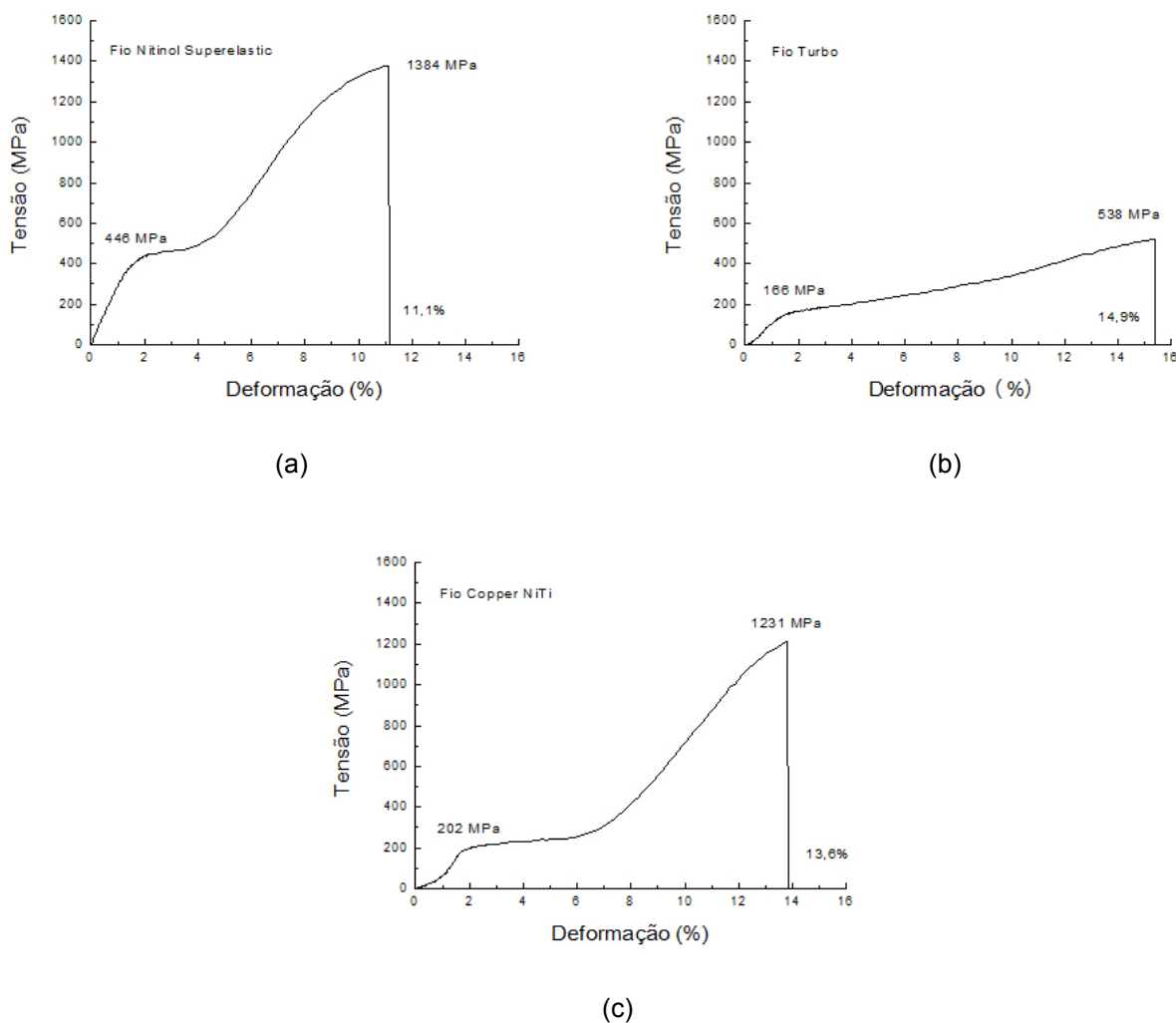


Figura 3 – Curvas de tração típicas dos fios (a) Nitinol Superelastic, (b) Turbo e (c) Copper NiTi.

4 DISCUSSÃO

As propriedades das ligas NiTi podem ser modificadas através de alterações na sua composição química.⁽⁵⁾ As melhores propriedades associadas ao EMF são geralmente obtidas para teores de Ni entre 49,3 e 51,0% at. Ni.^(5,8) Os fios Nitinol Superelastic e Turbo apresentaram composições químicas na faixa esperada, com excesso de Ni inferior a 1% at. em relação à razão equiatômica. Outros autores,⁽⁹⁾ utilizando o mesmo método de análise, obtiveram resultados semelhantes em um estudo de fios ortodônticos de NiTi. No presente trabalho, o Copper NiTi apresentou 6,3% at. Cu, da mesma forma que em outros estudos envolvendo a mesma liga.⁽¹⁰⁾ Os resultados obtidos por DRX se aproximaram dos encontrados na literatura para as ligas NiTi ortodônticas.⁽¹¹⁾ No presente estudo, não foi observada a fase R no fio contendo Cu, o que está de acordo com alguns relatos da literatura,^(12,13) embora a presença dessa fase tenha sido observada em uma liga NiTiCu com A_f de 35°C.⁽¹⁴⁾ As temperaturas médias A_i (38,7°C) e A_f (44,5°C) determinadas por DSC para o fio Nitinol Superelastic estão acima das temperaturas intrabucais mais freqüentes.^(15,16) Desta forma, a ocorrência da SE é incompatível com as características desse fio. Os resultados obtidos por DRX neste fio estão de acordo com os de DSC, pois mostram

a presença de austenita e martensita B19' à temperatura ambiente. Para o fio Turbo, a temperatura A_f de 16,6°C encontra-se abaixo das temperaturas intrabucais. Dessa forma, a fase austenítica estará presente quase todo o tempo no tratamento clínico, exceto na ingestão de alimentos ou bebidas frias, quando a liga se tornará martensítica. Isto significa que o fio Turbo tem o comportamento superelástico quando é utilizado em ortodontia. Já o comportamento do fio Copper NiTi está de acordo com o esperado, havendo concordância entre os resultados obtidos pelas diferentes técnicas de caracterização. Sua temperatura A_f de 32,1°C encontra-se um pouco acima da temperatura ambiente, justificando a presença da martensita detectada por DRX. A temperatura A_f desse fio está também abaixo das temperaturas intrabucais e a fase austenítica estará presente quase todo o tempo, exceto na ingestão de alimentos ou bebidas frias. Assim, o fio Copper NiTi deve apresentar SE durante sua aplicação clínica.

O aparecimento de dois picos de transformação reversa no fio Turbo necessita de investigação mais detalhada. O primeiro pico foi associado à transformação de martensita B19' para fase R. Essa fase, que se forma numa estreita faixa de temperatura durante o resfriamento/aquecimento, está geralmente associada à presença de precipitados coerentes Ti_3Ni_4 na matriz austenítica. Esses precipitados se formam durante o recozimento após o processo de trefilação, dependendo da quantidade de deformação prévia e da combinação tempo/temperatura de recozimento.^(5,17-19) Outra possibilidade seria a presença de martensita estabilizada, que sofre transformação reversa em diferentes temperaturas durante o aquecimento. Esta última hipótese serve também para justificar os resultados de DRX para o fio Turbo, pois alguma martensita estabilizada poderia estar presente mesmo na temperatura ambiente. A estabilização da martensita ocorre quando uma maior porcentagem de trabalho a frio, seguida de recozimento a baixas temperaturas, é realizada, fazendo com que as deslocções associadas aos altos níveis de deformação plástica gerem tensões internas. Essas tensões, que podem se concentrar em regiões heterogêneas tais como contornos de grão e outras imperfeições, podem restringir a transformação reversa da martensita e assim aumentar A_f .⁽¹⁷⁻²⁰⁾

Nos ensaios de torção e tração realizados na temperatura ambiente, o fio Nitinol Superelastic teve seu carregamento feito em temperatura abaixo de M_i e acima de M_f . Nesta condição, havia inicialmente no fio uma estrutura martensítica maclada com variantes de diferentes orientações. A deformação ocorreu, portanto, através de dois processos: (a) movimento de contornos de variantes e maclas de martensita (demaclação) e (b) formação adicional de martensita induzida por tensão. Por este motivo, o patamar superelástico neste fio possui pequena extensão, até aproximadamente 4% de deformação por tração (Fig. 3a). Os valores mais elevados do torque a 500° e da tensão de transformação do fio Nitinol Superelastic sugerem que o mesmo foi recozido a temperaturas relativamente baixas após a deformação a frio.⁽²⁰⁾ Esta hipótese justifica também os baixos valores de entalpia de transformação (Fig.1).⁽¹⁷⁻¹⁹⁾ Tensões de transformação mais elevadas, neste caso, não devem resultar em maiores forças de ativação durante o emprego clínico do fio Nitinol Superelastic, uma vez que a martensita formada neste fio é estável na temperatura intrabucal. Já nos fios Turbo e Copper NiTi, a extensão dos patamares de escoamento indica um comportamento superelástico nas temperaturas intrabucais. Os baixos valores da tensão de transformação (Fig.3) indicam forças de ativação moderadas durante o emprego clínico. No fio Cooper NiTi, o valor intermediário do limite de resistência deve estar associado ao endurecimento em solução sólida causado pela adição de cobre à liga.⁽²¹⁾

5 CONCLUSÕES

Os fios Nitinol Superelastic e Turbo apresentaram composições químicas na faixa esperada, com excesso de Ni inferior a 1% at. em relação à razão equiatômica. O fio Copper NiTi apresentou substituição parcial de Ni por 6,3% at. Cu. Todos os fios apresentaram a austenita como fase principal à temperatura ambiente. O comportamento mecânico dos fios foi como previsto, em função de sua composição química e temperaturas de transformação. As temperaturas de transformação dos fios Turbo e Copper NiTi são compatíveis com a superelasticidade, considerando as temperaturas intrabucais mais freqüentes. A funcionalidade desses materiais como fios ortodônticos superelásticos ficou assim comprovada. Já as temperaturas de transformação determinadas para o fio Nitinol Superelastic foram mais altas do que as dos outros fios. Este material é martensítico à temperatura ambiente e nas temperaturas intrabucais mais freqüentes e portanto não funciona como um fio ortodôntico superelástico na aplicação clínica.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais – FAPEMIG, e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq, pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 BURSTONE, C.J., QIN, B., MORTON, J.Y. Chinese NiTi wire: a new orthodontic alloy. *Am J Orthod*, v. 87, n. 6, p.445-452, jun. 1985.
- 2 ANDREASEN, G.F. Treatment advantages using nitinol wire instead of 18-8 stainless wire with the edgewise bracket. *Quintessence Int Dent Diag.*, v. 11, n.12, p. 43-51, dec. 1980.
- 3 KUSY, R.P., GREENBERG, A.R. Comparison of elastic properties of nickel-titanium and beta titanium arch wires. *Am J Orthod.*, v. 82, n. 3, p. 199-205, sep. 1982.
- 4 OTSUKA, K., WAYMANN, C.M. *Shape memory materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 1998.
- 5 SABURI, T. Ti-Ni shape memory alloys. In: OTSUKA, K., WAYMANN, C.M. (ed) *Shape memory materials*. Cambridge: Cambridge University Press; 1998. cap.3, p.49-96.
- 6 KUSY, R.P. Nitinol alloys: so, who's on first? Letter to the editor. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.*, v.100, n. 3, p. 25A-26A, sep. 1991.
- 7 MIYAZAKI, T., HASHINAGA, K., YUMIKURA, H., HORIKAWA, T., UEKI, A., ISHIDA, M. Shape memory characteristics of sputter-deposited Ti-Ni-base thin films, *Smart Materials*. SPIE Proc Series, v. 2441, p. 156-164, 1995.
- 8 RAZ, S.B., SADRNEZHAAD, S.K. Effects of VIM frequency on chemical composition, homogeneity and microstructure of NiTi shape memory alloy. *Mater Sci Tech.*, v. 20, p. 593-598, 2004.
- 9 FISCHER-BRANDIES, H., ES-SOUNI, M., KOCK, N., RAETZKE, BOCK, O. Transformation behavior, chemical composition, surface topography and bending properties of five selected 0.016" X 0.022" NiTi archwires. *J Orolfac Orthop.*, v. 64, n. 2, p. 88-99, mar 2003.

- 10 ES-SOUNI, M, FISCHER-BRANDIES, H. On the transformation behaviour, mechanical properties and biocompatibility of two NiTi-based shape memory alloys: NiTi₄₂ and NiTi₄₂Cu₇. *Biomaterials*, v. 22, n. 15, p. 2153-2161, aug. 2001.
- 11 IJIMA, M., OHNO, H., KAWASHIMA, I., ENDO, K., BRANTLEY, W.A., MIZOGUCHI, I. Micro X-ray diffraction study of superelastic nickel–titanium orthodontic wires at different temperatures and stresses. *Biomaterials*, v. 23, n. 8, p. 1769-1774, apr. 2002.
- 12 MELTON, K.N., MERCIER, O. The mechanical properties of NiTi-based shape memory alloys. *Acta Metallurgica*, v. 29, n. 2, p. 393-398, feb. 1981.
- 13 MOBERLY, W.J., MELTON, K.N. Ni-Ti-Cu shape memory alloys. In: *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, DUERIG et al. (Ed), Butterworth-Heinemann, 1990, p.46-57.
- 14 IJIMA, M., BRANTLEY, W.A., KAWASHIMA, I., OHNO, H., GUO, W., YONEKURA, Y., MIZOGUCHI, I. Micro-X-ray diffraction observation of nickel-titanium orthodontic wires in simulated oral environment. *Biomaterials*, v. 25, n. 1, p. 171-176, jan. 2004.
- 15 MOORE, R.J., WATTS, J.T.F., HOOD, J.A.A., BURRITT, D.J. Intra-oral temperature variation over 24 hours. *Eur J Orthod.*,v. 21, n. 3, p. 249-261, jun. 1999.
- 16 LOAGMAN, C.M., PEARSON, G.J. Variations in tooth surface temperature in the oral cavity during fluid intake. *Biomaterials*, v. 8, n. 5, p. 411-444, sep. 1987.
- 17 MILLER, A.D., LAGOUDAS, D.C. Influence of cold work and heat treatment on the shape memory effect and plastic strain development of NiTi. *Materials Science and Engineering A*, v. 308, n.1-2, p. 161-175, 2001.
- 18 KURITA, T., MATSUMOTO, H., ABE, H. Transformation behaviour in rolled NiTi. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 381, p. 158-161, 2004.
- 19 RAMAIAH, V.K., SAIKRISHNA, C.N., BHAUMIK, S.K. Processing of Ni-Ti Shape Memory Alloy Wires. *Proceedings of International Conference on Smart Materials Structures and Systems*, n. 28-30, p. SC 141-147, 2005.
- 20 ALLAFI, J.K., DLOUHY, A., EGGELER, G. Ni₄Ti₃-precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence phase transformations. *Acta Materialia*, v. 50, p. 4255-4274, 2002.
- 21 SACHDEVA, R.C.L. Ortodontia com temperatura de transformação variável. Copper Ni-Ti torna isto uma realidade. *Clinical Impressions*, v. 1, n.1, 1997.