

TATIANA SOBOTTKA SPINI

**AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DE FIOS ORTODÔNTICOS DE
NIQUEL-TITÂNIO TERMOATIVADOS ATRAVÉS DAS
PROPRIEDADES TERMOMECÂNICAS OBTIDAS DE ANÁLISE
TÉRMICA (DSC, DMA) E ENSAIO MECÂNICO
(FLEXÃO DE TRÊS PONTOS).**

CAMPO GRANDE – MS

2017

TATIANA SOBOTTKA SPINI

**AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DE FIOS ORTODÔNTICOS DE
NIQUEL-TITÂNIO TERMOATIVADOS ATRAVÉS DAS
PROPRIEDADES TERMOMECÂNICAS OBTIDAS DE ANÁLISE
TÉRMICA (DSC, DMA) E ENSAIO MECÂNICO
(FLEXÃO DE TRÊS PONTOS).**

Tese de doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-Oeste, da Universidade Federal do Mato Grosso do Sul, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Ciências da Saúde.

Orientador: Prof. Dr. Valter Aragão do Nascimento

Co-orientador: Pedro Gregol

CAMPO GRANDE – MS

2017

FOLHA DE APROVAÇÃO

TATIANA SOBOTTKA SPINI

AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DE FIOS ORTODÔNTICOS DE NIQUEL-TITÂNIO TERMOATIVADOS ATRAVÉS DAS PROPRIEDADES TERMOMECÂNICAS OBTIDAS DE ANÁLISE TÉRMICA (DSC, DMA) E ENSAIO MECÂNICO (FLEXÃO DE TRÊS PONTOS).

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Saúde e Desenvolvimento da Região Centro-Oeste, da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, visando a obtenção do título de doutor.

Resultado _____

Campo Grande (MS), _____ de _____ de _____.

BANCA EXAMINADORA

Dr. Valter Aragão do Nascimento
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul - UFMS

Dr. Danilo Mathias Zanello Guerisoli
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul - UFMS

Dr. Rondon Tosta Ramalho
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul - UFMS

Dra. Paula Tereza Vardasca de Oliveira Galvão
Centro Universitário da Grande Dourados - UNIGRAN

Dr. Daniel Araujo Gonçalves
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul - UFMS

DEDICATÓRIA

A minha amada família:

Minhas filhas Giovana e Ana Luiza, que são minha inspiração e força para lutar, que tiveram toda a paciência para entender minhas ausências e estresse.

Aos meus pais, Sérgio e Marli, que sempre me incentivaram e acreditaram em mim e, acima de tudo, me amaram incondicionalmente.

Aos meus irmãos, Gabriel e Mariana, por todo o carinho.

AGRADECIMENTOS

A **Deus**, por ser minha força, minha luz e esperança em todos os dias da minha vida.

Ao meu orientador **Professor Doutor Valter Aragão do Nascimento**, por ter acreditado no meu trabalho, me ajudado a vencer as dificuldades, renovando meus ânimos e ampliando meus pensamentos.

Ao professor **Doutor Pedro Gregol**, por sempre me ajudar quando eu precisei, com paciência e amizade.

Às minhas **amigas Juliany e Lucimara**, por cuidarem tão bem da minha clínica para que eu pudesse me ausentar e fazer o doutorado, sem a ajuda de vocês eu não conseguiria chegar até aqui.

Ao **Programa de Pós-graduação e à Universidade Federal de Mato Grosso do Sul**, por intermédio de seus professores e funcionários, pelo apoio e possibilidade de mais esta conquista.

Não fui eu que ordenei a você? Seja forte e corajoso! Não se apavore nem desanime, pois o Senhor, o seu Deus, estará com você por onde você andar".

Josué 1:9

RESUMO

Tatiana SS. Avaliação da qualidade de fios ortodônticos de Níquel-Titânio termotivados através das propriedades termomecânicas obtidas de análise térmica (DSC, DMA) e ensaio mecânico (flexão de três pontos). Campo Grande; 2017. [Tese – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul].

Fios ortodônticos de Níquel - Titânio são utilizados na ortodontia devido suas propriedades mecânicas como efeito de Memória de Forma e Superelasticidade. Ou seja, tais materiais têm a capacidade de liberação de forças leves e contínuas sob determinada deflexão. Apesar da existência das normas de padronização das propriedades de tais fios, que são estabelecidas pela ISO 15841 de 2014, alguns fabricantes não as cumprem, o que resulta em diferentes respostas mecânicas entre as marcas comerciais. Embora existam grandes dificuldades de se reproduzir laboratorialmente o ambiente clínico onde esses materiais trabalham, já que diversos fatores podem influenciar o comportamento dessas ligas, há técnicas que se revelam promissoras e eficientes para predizerem qual seria o comportamento dessas ligas sob uma determinada deflexão e temperatura. O objetivo deste trabalho foi avaliar o comportamento termo-mecânico das marcas comerciais NitinolTermotivado (Aditek), Thermo 35 °C (Eurodonto), NeoSentalloy F200 (GAC), ThermoPlus (Morelli), CopperNiTi 35 °C (Ormco) e FlexyThermal 35 °C (Orthometric) de fios ortodônticos termotivados, através das técnicas de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), Análise Dinâmico-Mecânica (DMA) e Flexão de três pontos. Os resultados obtidos a partir das técnicas DSC e DMA permitiram estudar as mudanças de fases cristalográficas em função da temperatura (fases martensítica e austenítica) de ligas de NiTi. Entretanto, por serem técnicas diferentes, apresentaram resultados diferentes quanto a essas temperaturas. Em relação as marcas comerciais Aditek, Eurodonto e GAC não houve diferenças estatisticamente significantes entre os resultados de DMA e DSC para as temperaturas austeníticas finais. As temperaturas para as marcas Morelli, Ormco e Orthometric diferem entre si, porém as respostas mecânicas dadas pela Flexão de 3 pontos corroboraram com os achados de DMA. As marcas comerciais que liberaram menores forças nas desativações de 3,0, 2,0, 1,0 e 0,5 mm foram Aditek e GAC.

Palavras-chave: Fios ortodônticos. Níquel. Titânio. Memória de Forma. DSC.DMA.

ABSTRACT

Tatiana SS. Quality evaluation of orthodontic wires Nickel-titanium thermoactivated through the thermomechanical properties obtained by thermal analysis (DSC, DMA) and mechanical test (three-point bending). Campo Grande; 2017. [Tese – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul].

Nickel-Titanium orthodontic wires are used in orthodontics due to their mechanical properties as shape memory and superelasticity. Thus, such materials have the ability to release light and continuous forces under certain deflection. Despite the existence of standards for the standardization of the properties of such yarns, which are established by ISO 15841 of 2014, some manufacturers do not comply with them, resulting in different mechanical responses between trademarks. Although there are great difficulties in reproducing the clinical environment where these materials work, since several factors can influence the behavior of these alloys, there are techniques that are promising and efficient to predict the behavior of these alloys under a given deflection and temperature. The aim of this thesis was to evaluate the thermomechanical behavior of the trademarks NitinolTermoativado (Aditek), Thermo 35 ° C (Eurodonto), NeoSentalloy F200 (GAC), ThermoPlus (Morelli), CopperNiTi 35 ° C (Ormco) and FlexyThermal 35 ° C (Orthometric) of thermoactivated orthodontic wires, using the Differential Scanning Calorimetry (DSC), Dynamic-Mechanical Analysis (DMA) and three-point bending techniques. The results obtained from the DSC and DMA techniques allowed the study of the changes of the crystallographic phases as a function of temperature (martensitic and austenitic phases) of NiTi alloys. However, because they were different techniques, presented different results regarding these temperatures. Regarding the trademarks Aditek, Eurodonto and GAC there were no statistically significant differences between the DMA and DSC results for the final austenitic temperatures. The temperatures for the Morelli, Ormco and Orthometric brands differ from each other, but the mechanical responses given by three point bending test corroborated with the findings of DMA. Trademarks that released lower forces on deactivations of 3.0, 2.0, 1.0 and 0.5 mm were Aditek and GAC.

Key words: Orthodontic wires, Nickel- Titanium, Shape Memory. DSC, DMA.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Tensão versus deformação: Fase elástica, limite elástico e fase plástica	
Tensão versus deformação: Fase elástica, limite elástico e fase plástica	21
Figura 2 - Resiliência pode ser calculada pela área do regime elástico (R)	22
Figura 3 - Curvas de carga e descarga, em ciclo histerético	23
Figura 4 - (a) Deformação elástica, (b) deformação plástica e (c) memória de forma.	24
Figura 5 - Estrutura em 3D da Martensita.....	26
Figura 6 - Estrutura em 3D da Austenita	26
Figura 7 - Gráfico tridimensional de tensão, deformação e temperatura do comportamento de memória de forma da liga de NiTi.	28
Figura 8 - Modelo de gráfico força x deflexão/deslocamento da análise flexão de 3 pontos.....	31
Figura 9 - Curva de DSC típica de uma liga de NiTi.....	34
Figura 10 - Curva típica das propriedades dinâmico-mecânicas	36
Figura 11 - Marcas comerciais testadas.	40
Figura 12 - Amostra inserida na máquina Universal	41
Figura 13 - DSC Q20 TA Instruments acoplado ao computador	42
Figura 14 - Cadinho de alumínio (esquerda) Cadinhos de alumínio inseridos no DSC (direira).	43
Figura 15 - Forno do DSC tampado	43
Figura 16 - DMA Multi Strain 2980- TA Instruments	44
Figura 17 - Temperaturas austeníticas iniciais e finais.....	47
Figura 18 – Módulo de armazenamento iniciais e finais	47

Figura 19 - Módulo de perdas iniciais e finais.....	48
Figura 20 - Módulo do pico da $\tan\Delta$	48
Figura 21 - Curvas de DMA da amostra Aditek.	49
Figura 22 - Curvas de DMA da amostra Eurodonto.....	50
Figura 23 - Curvas de DMA da amostra Morelli.....	51
Figura 24 - Curvas de DMA para a amostra GAC.	51
Figura 25 - Curvas de DMA para a amostra Ormco.	52
Figura 26 - Curvas de DMA para a amostra Orthometric.	53
Figura 27 - Curva de DSC da liga Aditek.....	54
Figura 28 - Curva de DSC Eurodonto.....	55
Figura 29 - Curva de DSC GAC.	56
Figura 30 - Curva de DSC Morelli.....	56
Figura 31 - Curva de DSC Ormco.	57
Figura 32 - Curvas de DSC Orthometric.....	57
Figura 33 - Médias adquiridas para temperatura austenítica final – A_f , obtidas por DSC e DMA (médias, $\pm$ desvios-padrão e 95% de confiança).....	59
Figura 34 - Médias adquiridas para forças de ativação obtidas por flexão de 3 pontos	60
Figura 35 - Médias adquiridas para forças de desativação obtidas por flexão de 3 pontos (médias, $\pm$ desvios-padrão e 95% de confiança).	62
Figura 36 - Relação entre força versus deslocamento dos fios testados na ativação e desativação na temperatura de 37°C.....	63
Figura 37 - Força versus deslocamento Aditek.	63
Figura 38 - Força versus deslocamento Eurodonto.....	64

Figura 39 - Força versus deslocamento GAC.....	64
Figura 40 - Força versus deslocamento Morelli.....	65
Figura 41 - Força versus deslocamento Ormco.....	65
Figura 42 - Força versus deslocamento Orthometric.....	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Evolução dos fios ortodônticos de acordo com o cronograma temporal..	17
Tabela 2 - Nome comercial, Fabricante, tipo, calibre dos Fios de Níquel-titânio testados.....	39
Tabela 3 - Média das temperaturas austeníticas iniciais e finais e módulos de armazenamento e perda das ligas analisadas.	49
Tabela 4 - Temperaturas As e Af das ligas testadas.....	54
Tabela 5 - Análise estatística para temperatura austenítica final – Af, obtidas por DSC e DMA (médias, $\pm$ desvios-padrão e 95% de confiança).	58
Tabela 6 - Análise para forças de ativação obtidas por flexão de 3 pontos são	60
Tabela 7 - Análise estatística para forças de desativação obtidas por flexão de 3 pontos são (médias, $\pm$ desvios-padrão e 95% de confiança).	61

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
2. REVISÃO DE LITERATURA	17
2.1 Histórico dos Fios ortodônticos.....	17
2.2 Propriedades mecânicas dos fios ortodônticos termoativados	20
2.3 Superelasticidade ou pseudoelasticidade de ligas de Níquel –Titânio ativas	25
2.4 Termoativação	29
2.5 Ensaio Mecânicos realizados em fios ortodônticos	30
2.5.1 Flexão de 3 pontos.....	30
2.5.2 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)	33
2.5.3 Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)	35
3. OBJETIVOS.....	38
3.1 Objetivos Gerais	38
3.2 Objetivos Específicos	38
4. MATERIAIS E MÉTODOS	39
4.1 Materiais	39
4.1 Métodos	40
4.1.1 Flexão de 3 pontos	40
4.2.2 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC).	42
4.2.3 Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)	44
5. RESULTADOS	46
5.1 Análise dinâmico Mecânica (DMA) e Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)	46
5.2 Flexão de 3 Pontos.....	59
6. DISCUSSÃO	67
6.1 Flexão de 3 pontos	68

6.2	Analises térmicas: DSC e DMA	70
7	CONCLUSÃO	75
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77
ANEXO A:	RELATÓRIO DE ENSAIO PARA DMA	89
ANEXO B:	RELATÓRIO DE ENSAIO PARA FLEXÃO DE TRÊS PONTAS EM FIOS ORTODÔNTICOS	97
ANEXO C:	DADOS COMPLEMENTARES PARA DSC	105

1. INTRODUÇÃO

As ligas metálicas com memória de forma são materiais que possuem a habilidade de retornar a forma e tamanho quando submetidas às condições físicas, como variação de temperatura, torção ou tração. Devido a tais propriedades, o uso de fios ortodônticos de Níquel-Titânio na Ortodontia Clínica se consolidou pelas importantes propriedades mecânicas de memória de forma e superelasticidade, que permitem que esses materiais exerçam forças leves e contínuas, mesmo em grandes níveis de deflexão.

A força exercida por um fio ortodôntico deve promover uma resposta fisiológica ao osso, prevenindo hialinização, reabsorções radiculares e grandes desconfortos ao paciente.

Existem no mercado odontológico diversas marcas comerciais de fios ortodônticos termoativados, porém as propriedades mecânicas nem sempre vêm especificadas nas embalagens, o que prejudica o ortodontista na escolha da marca ideal a ser usada no tratamento de seu paciente.

O conhecimento das propriedades mecânicas dos fios ortodônticos é importante para o ortodontista escolher o melhor material, em cada etapa do tratamento, e não apenas baseado em impressões clínicas. (QUINTÃO CCA, BRUNHARO IHVP, 2009).

Além disso, essas propriedades são fortemente influenciadas por diversos fatores no momento da sua produção, como o tratamento térmico a que a liga é submetida e adição de Cobre (KAPILA, 1989), além de fatores inerentes ao meio bucal, tais como temperatura, PH da saliva, quantidade de apinhamento dental, entre outros.

Existem diversos fatores presentes na boca do paciente que normalmente não são reproduzidos nos ensaios mecânicos e que afetam significativamente o comportamento mecânico do fio, entre eles a temperatura bucal (MOORE et al., 1999), a distância interbraquetes, o tamanho dos slots dos braquetes em relação ao fio, a angulação relativa do braquete, a direção de ativação, a forma curva do

arco e principalmente a curvatura do fio e o atrito entre o arco e o braquete (GURGEL, 2001). Mesmo assim os ensaios mecânicos são eficazes na comparação entre os desempenhos dos fios de diversas marcas comerciais e secções transversais, ainda que dificilmente reflitam a realidade clínica.

Com a finalidade de padronizar estes testes laboratoriais, foram criadas normas internacionais entre elas a International Standardization Organization for Orthodontics wires (ISO) 15841, a ADA (American Dental Association) 32 e ASTM D3418-08, possibilitando assim parâmetros uniformes e coerentes de comparação entre uma marca comercial e outra.

Para testes mecânicos de Flexão de 3 Pontos e análise térmica DSC, encontramos muitos trabalhos publicados (GURGEL, 2001 a, BRANTLEY 2003, GHERSEL 2005, BARTZELA 2007, REN 2008, FIGUEIREDO 2012), com parâmetros normatizados, com importantes informações aos ortodontistas, porém para a análise de DMA essa normatização não existe, e há uma escassez de trabalho.

A Análise Dinâmico-Mecânica é um método atual e eficiente, já que estuda o comportamento do material de maneira dinâmica, contribuindo para uma caracterização mais próxima da realidade com que esse material se comporta sob uma deflexão e determinada temperatura (CASSU, FELISBERTI, 2005).

Desta forma, é interessante que esta técnica seja normatizada para que estudos realizados possam ser usados como comparativos entre materiais, para idealmente caracterizá-los.

O objetivo deste estudo é avaliar o comportamento termo-mecânico de diversas marcas comerciais de fios ortodônticos termoativados, através das técnicas Flexão de 3 pontos, Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) e Análise Dinâmico-Mecânica (DMA), fornecendo um comparativo entre as técnicas de análise térmica, as forças liberadas pelos fios na desativação e os resultados encontrados, se estão de acordo com o fornecido pelo fabricante.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Histórico dos Fios ortodônticos

O fio ortodôntico é o acessório que, ao ser inserido nos slots dos braquetes dos dentes desalinhados, promove a movimentação ortodôntica destes dentes (GURGEL 2001 b).

Até início da década de 40, o ouro foi um dos materiais mais utilizados na fabricação de fios ortodônticos. Entretanto devido ao seu baixo limite de escoamento, elasticidade limitada e alto custo financeiro, o seu uso foi reduzido (BURSTONE e GOLDBERG,1980; MOTTA, 2003). Após a década de 40, o aço inox tornou-se um dos materiais mais utilizados para fabricação de fios devido ao baixo custo, maior limite de escoamento e módulo de elasticidade, tabela 1.

Tabela 1 - Evolução dos fios ortodônticos de acordo com o cronograma temporal.

Fases	Ligas	Cronologia
Fase 1	Ouro	Início da década de 1940
	Aço inoxidável	A partir da década de 1940
Fase 2	NiTi estabilizado	A partir da década de 1970
	Beta-Titânio	A partir da década de 1980
Fase 3	NiTi superelástico (austenítico ativo)	A partir da 1985
Fase 4	NiTi termodinâmico(martensítico ativo)	Ano de 1990
Fase 5	NiTi gradualmente termodinâmico	Ano de 1990

Fonte: Adaptado de Evans e Durnning, (1996).

De acordo com Andreasen (1980), grandes avanços em relação os materiais ortodônticos ocorreram nas décadas de 30 e 40, devido a maior disponibilidade de aço inoxidável. Um dos grandes problemas da utilização dos fios de aço inox ortodônticos no alinhamento e nivelamento dos dentes eram as altas cargas

liberadas por estes, o que era fisiologicamente prejudicial. Para evitar tais problemas, deveria haver uma transição progressiva dos calibres destes fios. Possuindo em sua composição basicamente ferro, cromo e níquel, o aço inoxidável austenítico dispõe de propriedades que o tornam ainda mais resistente à corrosão, se comparados com o ferrítico e martensítico. Esse tipo material é utilizado na indústria alimentícia, farmacêutica, química, petroquímica, aeroespacial e de equipamentos hospitalares. Durante muitos anos foi também usado na ortodontia e foi a liga mais empregada para a fabricação dos fios ortodônticos.

Na década de 60 com o avanço de novas técnicas de dopagem de metais, outras ligas surgiram como a Ni-Ti, desenvolvida por William F. Buehler e chamada NITINOL (BUEHLER, 1969). O Nitinol (Niti = Níquel e Titânio, Nol = Naval Ordinance Laboratory) foi desenvolvido pelo programa espacial americano (ANDREASEN, 1978). O fenômeno de memória e forma foi descoberto por Buehler utilizando como proporção de cada elemento 55% e 45% de titânio. Tal material após resfriado sofria deformações, entretanto ao ser aquecido possuía a capacidade de voltar a sua forma. Este fenômeno relacionado a estrutura da liga foi denominado de “efeito de memória e forma”.

O uso das ligas de Níquel titânio em ortodontia se consolidou por sua excelente elasticidade, apresentando apenas 30% da rigidez do aço inoxidável (KAPILA et al., 1990) e resistência a corrosão que resultam em forças leves e contínuas em grandes deflexões, com mínimas deformações permanentes, propiciando assim menos trocas de arcos durante as fases de alinhamento e nivelamento (ANDREASEN, 1980).

A primeira liga utilizada no mercado ortodôntico foi a M-NiTi ou trabalhado a frio, apresentando boa elasticidade e resiliência, o que resulta em liberação de forças de baixa intensidade (TOYAMA, 1995). Apresenta 50% de níquel e 50% de titânio em sua composição (ANDREASEN, 1972) e está sempre no estado martensítico, não apresentando memória de forma (BUEHLER, 1969).

Durante os últimos anos apesar do grande número de patentes disponíveis no mercado, os fios mais procurados eram aquelas marcas que não eram afetadas pela temperatura. Em 1985 um fio com propriedades superelásticas (auteníticas ativas)

superior ao Nitinol foi desenvolvido por Hua Cheng Tien. Chamado de Chinese NiTi, possuía maior recuperação elástica, menor rigidez e deformação permanente após flexão com o diferencial de apresentar superelasticidade (ANDREASEN, 1972).

Em 1986, os japoneses desenvolveram uma liga denominada de Níquel – Titânio Japonês que possuía efeito de memória de forma. Os fios chamados Nitinol termodinâmicos somente foram utilizados clinicamente na década de 90 (ANDREASEN, 1972).

São classificados em superelásticos, quando mudam de fase pela transformação martensítica através do recebimento de uma carga, neste caso a temperatura permanece constante, e termoativados quando essa mudança de fase ocorre devido a uma variação de carga e temperatura (TONNER, 1994). Os fios termoativados retornam ao seu formato original quando aquecidos até a sua temperatura de transição térmica (TTR); adições de níquel ou cobalto podem alterar essas temperaturas (BISHARA et al., 1995).

Podem ser encontrados em diferentes temperaturas de transição, o que possibilita seu uso em situações clínicas diversas, que requerem maior ou menor rigidez do arco (GURGEL, 2001). Por exemplo, os fios de CuNiTi da empresa Ormco são manufaturados em três temperaturas de transição distintas, 27°C, 35°C e 40°C, para serem utilizados com diferentes propósitos de tratamentos (PARVISI e ROCK 2003).

Em 1994, um fio chamado “Sentalloy de baixa histerese” foi desenvolvido em Tóquio, entretanto, este possuía propriedades específicas dentro do intervalo de temperatura bucal (MOTTA, 2003).

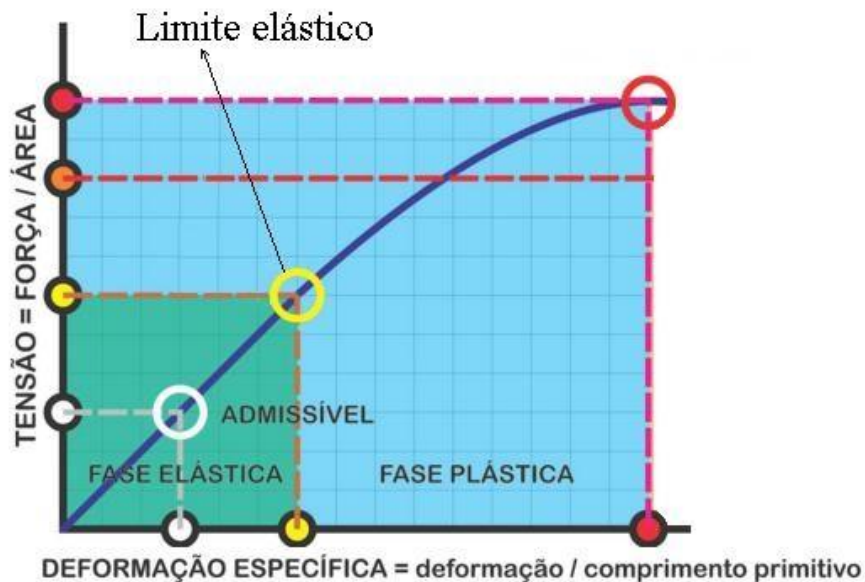
Nos últimos anos na aplicação ortodôntica, as propriedades mais relevantes no uso dos fios com memória de forma envolvem o comportamento mecânico do fio na temperatura oral de 37° C, a temperatura que induz a movimentação dentária, e o comportamento na temperatura ambiente, para permitir que o ortodontista manuseie o fio com facilidade e o adapte no braquete ortodôntico.

2.2 Propriedades mecânicas dos fios ortodônticos termobatizados

Atualmente existe um grande número de empresas que fabricam fios ortodônticos, que por sua vez se distribuem em quatro grupos de ligas: o aço inoxidável, as ligas de níquel-titânio (NiTi) superelásticos, termodinâmicos e com adição de cobre, as ligas de beta-titânio e as estéticas de compósitos, recentemente lançadas no mercado. De certa forma apesar de estáveis do ponto de vista químico, ou seja, não sofrem oxidação, tais ligas possuem propriedades específicas quando sob a ação de carga e deflexão (GURGEL, 2001).

O comportamento do fio ortodôntico quanto à sua liberação de forças pode ser representado pela figura 1, que registra a quantidade de força acumulada para cada milímetro de deformação. De acordo com a clássica lei de Hooke que relaciona a elasticidade dos corpos, a tensão é diretamente proporcional à deformação. Assim no presente caso em questão, quando um fio ortodôntico for flexionado para incluir no arco um dente que está desnivelado, haverá maior carga acumulada quanto maior a distância de deflexão. Entretanto, há um limite para esta deflexão, sendo que, diante de uma deflexão exagerada, este fio não volta mais a sua forma original, ocorrendo uma deformação permanente. Neste caso, a deflexão ultrapassou o limite elástico do fio, também chamado de limite de proporcionalidade (Fig. 1) e após este ponto o fio não responderá com a mesma dissipação de carga. Quando o fio recebe tensão antes de atingir seu limite elástico, voltará a sua forma original, portanto estará na sua fase elástica; após o limite elástico passará para a fase plástica, não retornando mais a sua forma original (GURGEL, 2001).

Figura 1 - Tensão versus deformação: Fase elástica, limite elástico e fase plástica.



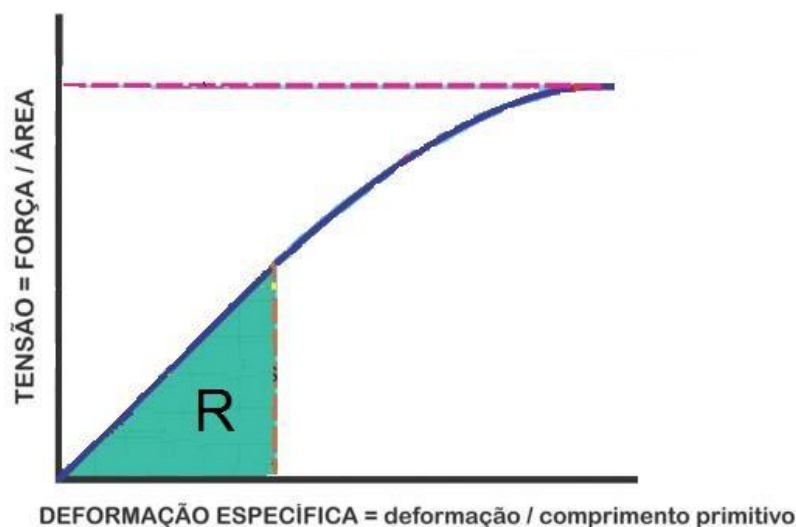
Fonte: Elaborado pelo autor

Dentro da região elástica, a deformação é proporcional à tensão e a constante de proporcionalidade é chamada de módulo de elasticidade (ou módulo de Young). O modelo de elasticidade depende da qualidade do material, que por sua vez envolve forças de ligações atômicas. O módulo de elasticidade é obtido através da razão da tensão pela deformação em qualquer segmento da fase elástica ($E = \text{tensão/deformação}$). Quanto maior o módulo de elasticidade de um fio, mais rígido ele será e acumulará força para cada milímetro de ativação (KUSY, 1997).

Outra propriedade importante dos fios ortodônticos é a sua resiliência. Esta propriedade é uma medida da aptidão dos fios para restituir, quando da recuperação elástica, a energia que lhe provocou a deformação. *Quanto maior for a resiliência, maior é a quantidade de energia restituída.* É habitual também dizer-se que é maior a “elasticidade” do fio. A resiliência representa a quantidade de energia (tensão) acumulada por uma liga até o seu limite elástico, calculada pela área gráfica do seu regime elástico no gráfico tensão/deformação (Fig. 2). Fios muito resilientes

apresentam uma fase elástica longa, podendo ser mais defletidos sem sofrer deformação permanente. As propriedades de resiliência e superelasticidade são focos de empresas comerciais desde a década de 90, os fios de níquel titânio termodinâmicos possuem a característica adicional da ativação pela temperatura bucal. Outra propriedade que permite a liga se deformar no regime plástico em configurações desejáveis e a formabilidade, como “loops”, “coils” e “stops” sem sofrer fraturas ou deformações permanentes (QUINTÃO, 2009; PHILLIPS, 1993).

Figura 2 - Resiliência pode ser calculada pela área do regime elástico (R)



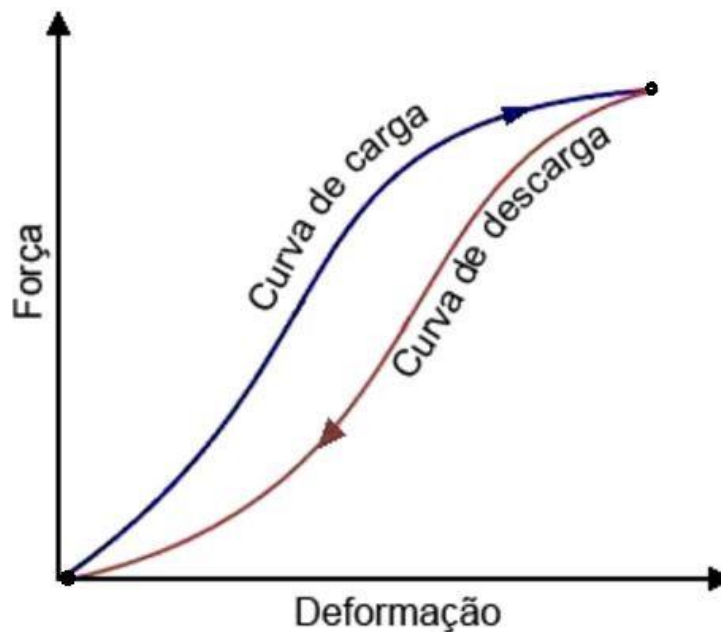
Fonte: Elaborado pelo autor

Fenômenos físicos estruturais ocorrem quando é aplicado uma carga e o fio sofre deformações. A liga no regime elástico se caracteriza por uma estrutura austenítica, ultrapassando-se seu regime elástico e sob deformação, há um acúmulo de carga constante que forma um platô no gráfico carga/deformação. Nesta fase a estrutura torna-se martensítica, ditando esse comportamento atípico.

Na superelasticidade ocorre uma deformação do material bem além de seu ponto de escoamento aparente, e sua forma é totalmente recuperada ao se remover a carga. Para ocorrer superelasticidade, a temperatura deve ser maior do que a temperatura austenítica final da liga ($T > A_f$) (WASILEVSKI, 1975).

As ligas de níquel-titânio possuem comportamento elástico atípico, quando comparado a outras ligas; estas podem ser deformadas em até 8% ou 10% do seu comprimento inicial e retornam a sua forma original ao se remover a força que causou a deformação. A maioria dos materiais metálicos se deformam elasticamente em até 0,5% (RODRIGUEZ,1975). Nas ligas de NiTi em aproximadamente 2% de deformação elástica, a relação entre a tensão e a deformação não é mais linear e a força, ao invés de aumentar a medida que o material se deforma e permanece praticamente constante (MIURA, 1986). Esse comportamento é denominado curva de histerese (REIS, 2001). A figura 3 abaixo ilustra o comportamento de um material com histerese. Uma vez que as áreas sob as curvas representam a energia fornecida na fase de carga e a energia devolvida na fase de descarga, a diferença entre elas equivale à área compreendida entre as duas linhas; é a chamada *histerese*. Quanto maior é a histerese, menor é a resiliência.

Figura 3 - Curvas de carga e descarga, em ciclo histerético

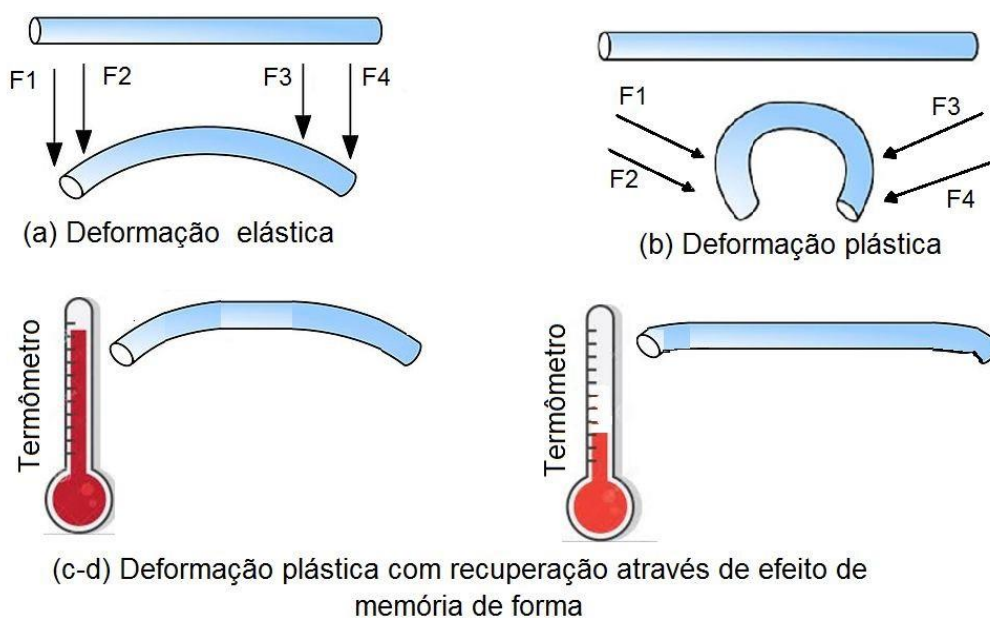


Fonte: Elaborado pelo autor

O fio também pode voltar a sua forma original através do aquecimento, tal efeito de forma ou efeito mola (Fig. 4) ocorre acima de determinada temperatura inerente a cada material (REIS, 2001). Quando isto ocorre, o fio dispersa energia ou carga acumulada. Em outras palavras, quando uma liga sofre uma aparente deformação plástica, retorna a sua forma original se aquecida, e deforma se resfriada (FERNANDES, 2011).

No gráfico abaixo verifica-se o que ocorre nas deformações plásticas, onde uma força é aplicada além do limite elástico do material, causando uma deformação permanente, uma deformação elástica, quando a força aplicada é menor que o limite elástico do material, então o corpo se deforma e recupera a sua forma, e o efeito memória de forma, ou seja, o corpo é deformado plasticamente, abaixo de determinada temperatura, e quando aquecido recupera totalmente sua forma. (REIS, 2001). A memória de forma resulta em liberação de força constante durante longo período de tempo em fios ortodônticos de níquel-titânio utilizados em Ortodontia (QUINTÃO, 2009).

Figura 4 - (a) Deformação elástica, (b) deformação plástica e (c) memória de forma.



Fonte: Elaborado pelo autor

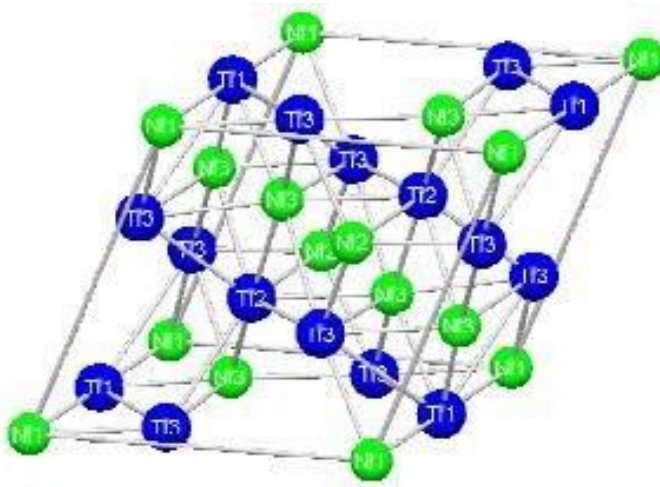
Embora algumas ligas tenham várias propriedades, ligas que podem receber soldas, elétricas ou de prata, apresentam soldabilidade. Por outro lado, ligas de níquel-titânio não aceitam soldas (NELSON, 1987). Outra propriedade física dos fios ortodônticos é a resistência em movimentar-se sob determinada superfície. Em ortodontia, corresponde a resistência de deslize entre o fio ortodôntico e o slot do braquete ou tubo. (BURSTONE, 1995). Nos fios de Níquel-titânio, como estes apresentam rugosidade superficial aumentada, possuem um atrito maior quando comparados com fios de outras ligas, como aço inoxidável austenítico (GARNER, 1986; KAPILA, 1990; KHIER, 1991).

Os fios ortodônticos possuem boa biocompatibilidade, ou seja, em contato com os tecidos entram não desencadeiam reações alérgicas, tóxicas, irritantes, inflamatórias, mutagênicas e carcinogênicas (KAO, 2007). O Nitinol possui excelente biocompatibilidade, sendo na escala dos materiais metálicos apenas o titânio Ti6Al4V mais biocompatível (VILLARINHO, 2010). Além disso, é resistente a corrosão, bem tolerado aos tecidos, não atua como substrato à proliferação de bactérias e nem causa respostas alérgicas (MENEZES, 2007).

2.3 Superelasticidade ou pseudoelasticidade de ligas de Níquel –Titânio ativas

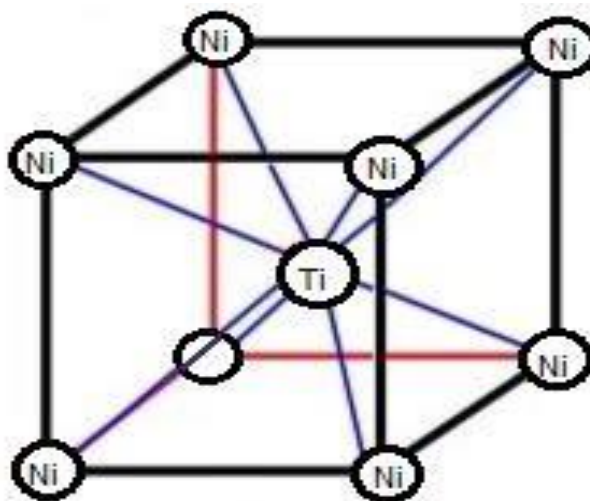
A superelasticidade, ou pseudoelasticidade e a memória de forma são efeitos característicos das ligas de Níquel-Titânio Ativas, devido a uma transformação cristalina em sua estrutura denominada “transformação martensítica”. Nestas ligas, conforme a temperatura a que o material é submetido, existem duas fases cristalinas denominadas martensita, estrutura cristalina monocíclica (ou B19), em que o maior lado é inclinado em relação a base da célula (Fig. 5), e austenita, com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC ou B2), onde os átomos ocupam as posições dos vértices e do centro de um cubo (Fig. 6). A martensita representa a fase menos rígida do material, e a austenita, a fase rígida (SEHITOGLU, 2001).

Figura 5 - Estrutura em 3D da Martensita.



Fonte: Filleul, 1993

Figure 6 - Estrutura em 3D da Austenita



Fonte: Elaborado pelo autor

A transformação martensítica ocorre quando a liga passa, no resfriamento, por uma temperatura crítica denominada M_s (Martensite start), onde se inicia a transformação, que se completa até M_f (martensite finish), quando o material é

totalmente martensítico. A estrutura cristalina sofre deformações em seu arranjo molecular, sem mudanças na composição atômica. No sentido oposto, ocorre a transformação reversa, quando a liga é aquecida, iniciando-se em As (austenite start) e finalizando em Af (Austenite finish), quando o material é totalmente austenítico (JACOBUS, 1996). Uma fase intermediária denominada Romboédrica (fase R) caracterizada por uma célula unitária romboédrica pode ser vista em algumas ligas, dependendo do teor de níquel e do tratamento térmico a que estas foram submetidas. Quando presente, essa fase contribui para um ganho na memória de forma em torno de 0,75% (BRADLEY, 1996; HODSON, 2000).

A transformação martensítica resulta nas propriedades termoelásticas denominada memória de forma e superelasticidade, e possui notáveis aplicações em ortodontia e outras áreas médicas (VILLARINHO, 2010).

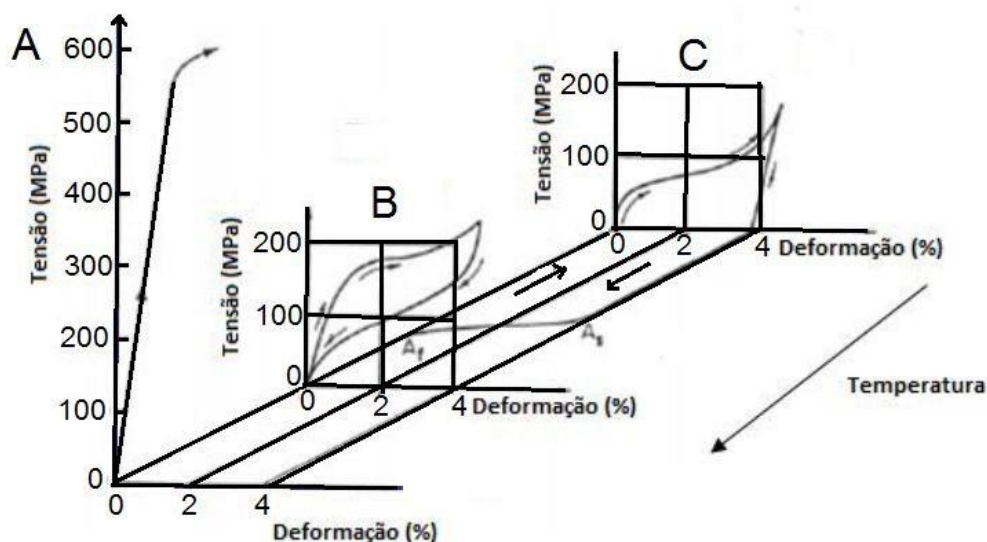
A superelasticidade ocorre acima de Af, quando o fio sofre uma determinada deformação, onde a estrutura B2 da fase austenítica, ao invés de atingir o regime plástico, continua no regime elástico devido à conformação do cristal martensita B19 nessa região defletida (SANTORO, 2000).

A maior temperatura onde a fase martensítica induzida por tensão pode se formar, é referida como Md e, em ligas austeníticas, Md está acima da Af e acima da temperatura oral, permitindo que a fase martensítica induzida por tensão se forme em áreas ativadas do arco, enquanto o restante está austenítico. Entretanto, essa fase é instável, se revertendo para austenítica assim que a tensão é removida (FUNAKUBO, 1987; KHIER, 1991).

A Figura 7 representa curvas de tensão x deformação para ligas de A-NiTi. Em (A) numa temperatura acima de Md, a liga possui comportamento semelhante ao aço austenítico, ou seja, não ocorre superelasticidade. Em (B), numa temperatura menor que em (A) porém acima de Af e abaixo de Md, ocorre superelasticidade ou pseudoelasticidade, havendo liberação de forças constantes. Após o descarregamento da liga, a força permanece constante e menor quando comparada ao carregamento. Em (C), a liga está abaixo de Mf, havendo liberação de forças menores e, após descarregada, a liga sofre deformação plástica nesta temperatura.

Se aumentar a temperatura, aliga reverterá sua forma, voltando a fase austenítica, caracterizando a memória de forma (SABURI, 1982)

Figura 7 - Gráfico tridimensional de tensão, deformação e temperatura do comportamento de memória de forma da liga de NiTi.



Fonte: Saburi et al., 1982

A característica de superelasticidade, onde a força durante o descarregamento é constante e menor que a força durante o carregamento é muito importante clinicamente para os ortodontistas (SABURI, 1982)

Clinicamente, a fase martensítica induzida por tensão ocorre ao se amarrar o fio ao braquete do dente desalinhado; neste ponto o arco se torna superelástico, liberando forças leves e constantes, até o fim da desativação, quando o dente é movimentado e o arco recupera sua composição austenítica. Este fenômeno localizado é denominado superelasticidade ou pseudoelasticidade. A formação da martensita induzida por tensão compensa a falta de uma transformação induzida pela temperatura (COLUZZI, 1996; SEGNER, 1995; TUISSI, 1995).

A martensita induzida por tensão gera um aumento da temperatura de transição térmica das ligas de NiTi, pois a deflexão mantém a conformação atômica

martensítica no local, em detrimento a fase austenítica, sendo necessário um aumento de energia para reconverter essa fase para austenítica. O aumento da temperatura preserva essa fase martensítica e as propriedades pseudoelásticas do arco (SANTORO, 2000).

Colluzi et al., (1996) compararam a temperatura Af nos fios Neo Sentalloy F200 e no fio Thermomemoria (Batch C 8922-16; Leone, Oxnard, Calif) na ausência e na presença de deflexão. Neo Sentalloy F 200 demonstrou, na ausência de deflexão, uma Af de 28 °C com deflexão, atingiu Af máximo de 34 °C. O arco de Leone apresentou um Af de 20 °C na ausência de deflexão e o máximo de 35 °C na presença de deflexão.

Santoro e Beshers (2000) testaram os fios Neo Sentalloy, 27 °C Superelastic Copper NiTi (Ormco), 35 °C e 40 °C Thermo-Active Copper Ni-Ti. O estudo reproduziu a situação clínica de um incisivo inferior apinhado. Neo Sentalloy, como já constatado em estudos prévios, demonstrou uma Af de 28 °C; 27 °C Superelastic Copper Ni-Ti demonstrou uma Af sobre tensão de 32 °C; 35 °C Thermo-Active Copper Ni-Ti teve uma Af de 39 °C, enquanto o 40 °C Thermo-Active Copper Ni-Ti apresentou uma Af acima da temperatura oral, não sendo influenciado pela tensão, sendo considerado um verdadeiro arco termoelástico.

2.4 Termoativação

As principais características de um fio ortodôntico termoativado são: ser maleáveis na temperatura ambiente, instantaneamente ativados pela temperatura bucal e, quando totalmente ativados, não serem afetados pelo aumento desta temperatura, ser capazes de produzir forças ortodônticas e ter uma temperatura de transição pequena, ou seja, serem passivos na temperatura ambiente e completamente ativados na temperatura bucal, para que o profissional consiga amarrar o arco no braquete antes que a temperatura da boca ative o arco (GIANELLY e GOLDIMAN, 1971).

Os fios ortodônticos termoativados foram desenvolvidos nos anos 80, mas seu uso se popularizou nos anos 90. Estes fios, ao sofrer uma deformação, retornam ao seu formato original quando aquecidos até sua temperatura de transição térmica (TTR) (BISHARA, 1995).

Nos fios termoativados, a transformação martensítica se dá sob variação de temperatura e da tensão. Em temperaturas reduzidas, abaixo de M_f , o fio se encontra martensítico, porém o aumento da temperatura leva a uma transformação progressiva para a fase austenítica (KHIER, 1991). A composição básica dos fios termoativados é de 52% de Níquel, 45% de Titânio e 3% de Cobalto (PROFFIT, 1995).

A adição de cobre em fios ortodônticos termoativados resulta em vantagens, tais como: forças mais constantes durante um período mais longo, maior resistência a deformações permanentes, características superelásticas mais estáveis quando deformados clinicamente, melhor memória de forma e menor histerese (POMPEY-REYNOLDS, 2014).

2.5 Ensaios Mecânicos realizados em fios ortodônticos

2.5.1 Flexão de 3 pontos.

O teste de flexão de 3 pontos é uma ferramenta importante para avaliar o comportamento físico e mecânico de fios ortodônticos, sendo amplamente utilizado (ANDREASEN, 1985; BURSTONE, 1985; FISCHER-BRANDIES, 2003; GARREC, 2004; NAKANO, 1999; MELING, 2001), por sua fácil reprodutibilidade (KAPILA, 1989).

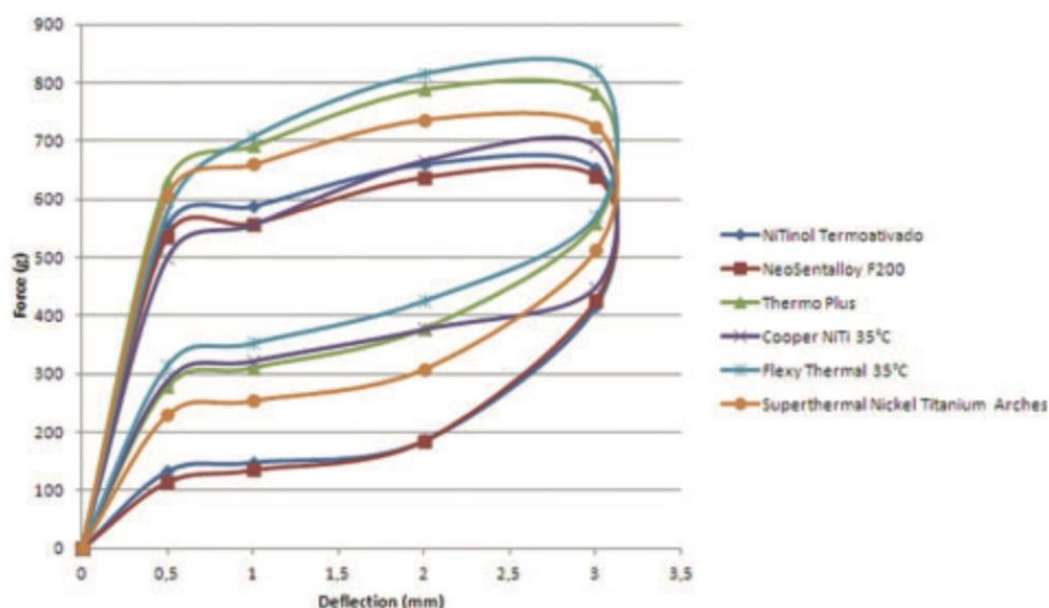
Embora seja difícil um teste que simule a verdadeira situação clínica, os resultados encontrados nos testes de flexão de 3 pontos podem ser utilizados como parâmetros (BARTZELA, 2007).

De acordo com a norma ISO 15841, o teste consiste em apoiar o corpo em dois pontos afastados de uma distância conhecida e aplicar no ponto médio desta distância uma carga vertical.

Os corpos de prova devem ser cortados num tamanho aproximado de 30 mm, e acoplados a uma distância de 10 mm entre os suportes; a força será aplicada na porção média. Arcos retangulares deverão ser testados na direção da altura do arco.

Os dados de força x deflexão são registrados por um software próprio para isso (Fig. 8).

Figura 8 - Modelo de gráfico força x deflecção/deslocamento da análise flexão de 3 pontos



Fonte : Figueiredo, 2012.

Burstone et al., (1985) fizeram um teste de flexão de 3 pontos utilizando fios com diâmetro de 0.016" de aço inoxidável, nitinol e o fio NiTi chinês desenvolvido pelo Dr. Tien Hua Cheng, nas temperaturas de 22°C, 35°C e 60°C. Concluíram que o fio de NiTi possui uma curva de desativação atípica, pois forças constantes são produzidas por um longo tempo, apresentando uma temperatura de transição de fase muito menor do que o fio de Nitinol.

Yoneyama et al., (1989) avaliaram as propriedades mecânicas de fios ortodônticos de NiTi, sendo elas a superelasticidade (SEI) e o E-load, a carga na região superelástica. Vinte fios ortodônticos utilizados comercialmente foram avaliados. Fios de NiTi cujo SEI foi acima de setenta apresentaram forças contínuas em variadas deflexões; nos fios com SEI abaixo de trinta, a carga foi proporcional à deformação. Os valores de Eload dos fios superelásticos indicam o nível de carga na região superelástica. A introdução destes parâmetros possibilitou a avaliação quantitativa da superelasticidade de fios de NiTi.

Kayser et al., (2002) realizaram um estudo comparativo das propriedades mecânicas de fios superelásticos de NiTi através de flexão de 3 pontos, e concluíram que a superelasticidade não se aplica a todos os fios examinados. Embora algumas marcas comerciais apresentem superelasticidade, os platôs de descarga de força foram de até 6 Newtons, não recomendados para ortodontia. O platô superelástico é verificado em ativações superiores há 1,5 mm. É importante o conhecimento do comportamento superelástico de fios ortodônticos de NiTi, sendo necessário o fornecimento destas informações pelos fabricantes.

Lijima et al., (2011) realizou uma comparação das propriedades mecânicas entre os testes de nanoidentação, Flexão de 3 Pontos e testes de Tensão em fios ortodônticos de aço, Cobalto-Cromo- Níquel, Beta-titânio e Níquel-Titânio de calibre 0.016 x 0.022", a 25°C. A dureza e o módulo elástico foram avaliados. Os três testes realizados apresentaram diferenças estatisticamente significantes entre os resultados de dureza e módulos de elasticidade. Essas diferenças podem ser atribuídas às diferenças no volume das amostras, diferenças nos níveis de dureza e a camada de oxidação nas superfícies dos arcos.

Figueiredo et al., (2012) avaliaram as propriedades superelásticas de 6 marcas comerciais de fios ortodônticos de NiTi termoativados de diâmetro 0.019 x 0.025", através do ensaio de flexão de 3 pontos, em deflexões de 0,5; 2,0; e 3,0 mm em uma temperatura de 37 °C. Os resultados mostraram que todas as marcas comerciais apresentaram comportamento superelástico, porém com diferenças na

liberação de forças estatisticamente significantes entre elas. Nenhum dos arcos testados apresentaram deformações permanentes.

Lombardo et al. (2012) realizaram um teste de flexão de 3 pontos modificado para investigar e comparar os platôs de carga x deflexão e quantificar três parâmetros para descrever os platôs de descarregamento de sete diferentes marcas comerciais de NiTi e NiTi termoativados, de diâmetros de 0.010 a 0.016", numa temperatura constante de 37°C. Concluiu que fios de Niti termoativados resultaram em longos platôs com forças médias leves. O acréscimo no platô de forças foi de 50% quando o diâmetro aumentou 0.002" (de 0.012"para 0.014"e 0.014"para 0.016") e aproximadamente 150% quando o diâmetro aumentou 0,004" (de 0,012"para 0,016"), com diferenças entre os arcos tradicionais e os termoativados.

Reis et al. (2014) avaliaram fios de NiTi termoativados de seis diferentes marcas comerciais, de calibres 0,014" x 0,025" e 0,016" x 0,022" a temperatura de 36 °C, com um teste de flexão de três braquetes, nos seguintes critérios: início da transformação martensítica (cN e mm), força máxima (cN), início e final do platô de desativação (cN e mm) e comprimento do platô (mm). As marcas comerciais Orthometric e Ormco apresentaram melhores resultados para o diâmetro de 0.014" x 0.025", e as marcas Morelli e Orthosource para o diâmetro 0.016" x 0.022". De uma forma geral, os fios de calibre 0.014" x 0.025"apresentaram níveis de força de desativação até seis vezes menores que os fios de calibre 0.016" x 0.022".

2.5.2 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

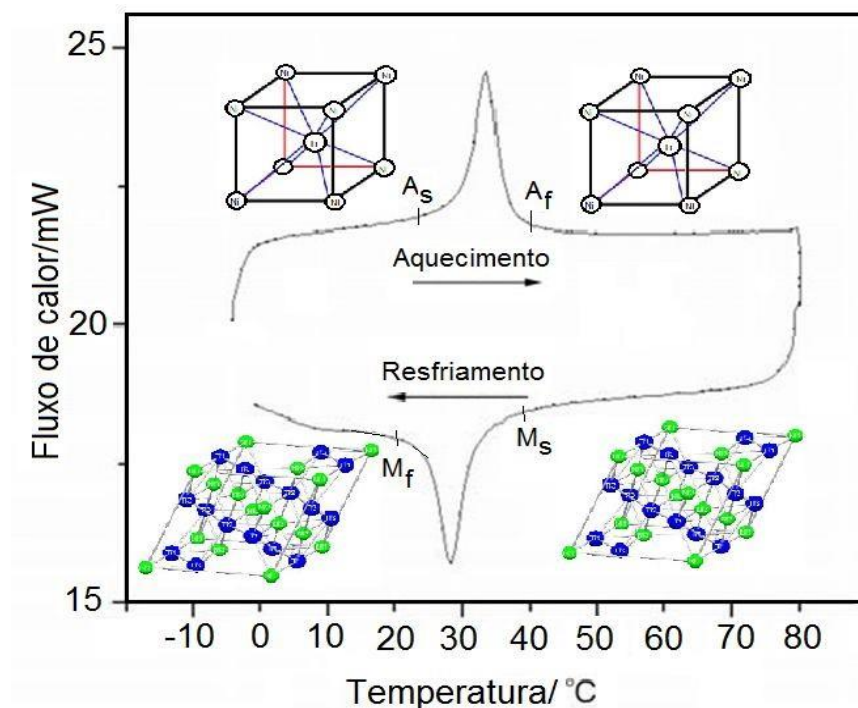
O ensaio de DSC, ou *Differential Scanning Calorimetry* é utilizado na determinação das temperaturas de transformação de ligas com memória de forma, Ms, Mf, As, Af e fase R, medindo quantidade de calor emitida ou absorvida durante a mudança de fase, em relação a uma amostra de comportamento conhecido (BRADLEY et al., 1996).

Para a realização do ensaio a quantidade de amostra é pequena e sua preparação é fácil, não exigindo cuidados especiais.

O conhecimento do Intervalo de Transição Térmica (ITT) das ligas é interessante pois se relaciona com sua composição e com os tratamentos térmicos a que esta foi submetida (THOMPSON, 2000). Qualquer adição de níquel acima de 50% causa alteração do ITT, influenciando nas características mecânicas da liga (LIBENSON et al., 1993; HODGSON et al., 2000).

Dependendo do intervalo de temperatura utilizado no ensaio, visualiza-se a fase martensítica formada no resfriamento, que corresponde à reação exotérmica, a fase austenítica, formada com o aumento da temperatura e que corresponde a uma reação endotérmica, ou ambas. Nas curvas verificamos picos (austenítica) ou vales (martensítica), dependendo do sentido convencionalizado pelo aparelho (BRADLEY et al., 1996) (Fig. 9).

Figura 9 - Curva de DSC típica de uma liga de NiTi.



Fonte: Adaptado de Reis, 2001

Ren et al. (2008) realizou um estudo para avaliar o Intervalo de transição térmica de nove marcas comerciais de fios ortodônticos de Níquel-titânio, determinando a temperatura austenítica final e seu correlacionamento com a temperatura bucal. Concluiu que o intervalo de transição térmica variou entre as marcas comerciais estudadas, resultando em diferentes efeitos de memória de forma.

Braucchli et al. (2011) analisou o comportamento mecânico de três marcas comerciais de fios ortodônticos de NiTi após serem submetidos a tratamentos térmicos em forno, com corrente elétrica (Memory-Maker, Forestadent) e conformação a frio, através de Calorimetria Diferencial de Varredura. Considerou que as temperaturas austeníticas finais são geralmente inversamente proporcionais aos níveis de força.

Spini et al. (2013) avaliou o intervalo de transição térmica de sete diferentes marcas comerciais de fios ortodônticos de Níquel-titânio termoativados através de DSC. Concluiu que houve muitas diferenças no ITT das marcas comerciais estudadas, que resultam em diferentes parâmetros elásticos, e que estes devem ser especificados pelos fabricantes nas embalagens dos produtos para se obter melhores performances clínicas.

Nespoli et al. (2015) realizou um estudo das propriedades termomecânicas em fios ortodônticos pseudoelásticos, através de DSC e Flexão de 3 pontos, com a finalidade de fornecer uma visão completa das propriedades destes materiais, e assim modular as propriedades funcionais exercidas pelo aparelho ortodôntico em função das respostas biológicas geradas.

2.5.3 Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

A análise dinâmico-mecânica (DMA) ou análise termodinâmico- mecânica (DMTA) estuda as propriedades de materiais em função da temperatura, do tempo, da frequência, de uma deformação, e/ou a combinação destes parâmetros (ADA D4092-07, 2013).

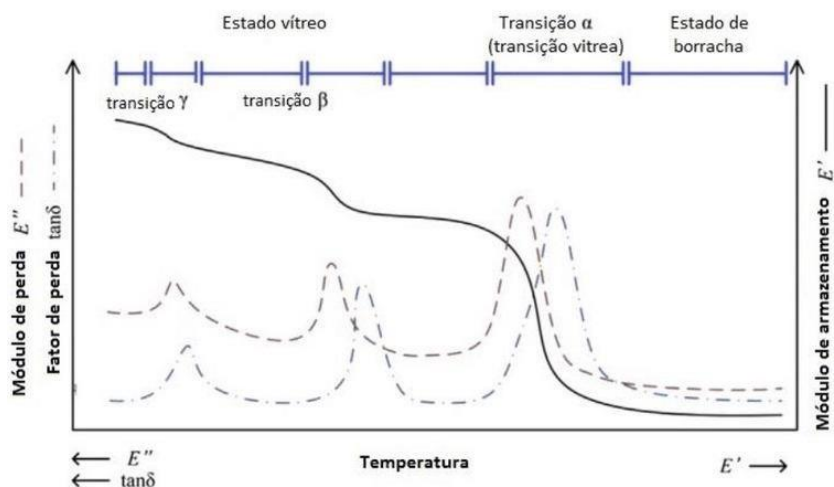
É um método bastante utilizado para caracterização de polímeros, devido a propriedade visco elástica que estes materiais apresentam (STARK, 2013).

Uma tensão oscilante é aplicada na amostra, criando-se curvas de tensão x deformação em uma determinada frequência, durante um determinado tempo e em determinada temperatura. A deformação e a amplitude resultante desta força aplicada são medidas para o cálculo dos módulos elástico e viscoso do material. (SAKAGUCHI et al. 2002).

O comportamento elástico é definido pelo módulo de armazenamento, calculado em cada ciclo a partir da força necessária para resultar na deformação, enquanto que a região viscosa é dada pelo módulo de perda, calculado a partir da diferença de fase entre a tensão e a deformação resultante (HAINES, 1995).

Como a força é aplicada de forma senoidal, o módulo pode ser definido como componente em fase (módulo de armazenamento) e componente fora de fase (módulo de perda), onde a razão entre o módulo de perda pelo módulo de armazenamento resulta na $\tan\delta$ (Fig. 10). A $\tan\delta$ permite avaliar a diferença entre as componentes elástica e viscosa do material em estudo, sendo que, quanto maior for a intensidade do pico da $\tan\delta$, maior será essa diferença, indicando um material onde a resposta viscosa predomina à elástica (LORANDI et al. 2016).

Figura 10 - Curva típica das propriedades dinâmico-mecânicas



Fonte: Feng, 2016.

Uma vantagem é que o ensaio de DMA utiliza pequena quantidade de material, quando comparado com outros ensaios mecânicos (ADA, 2012). Laino et al, 2012 estudou as propriedades calorimétricas e termomecânicas de arcos ortodônticos de NiTi, com a finalidade de relacionar os testes de DSC e DMA para prever seu módulo elástico; dentre as marcas comerciais estudadas, concluiu que arcos superelásticos são sensíveis a temperatura, e o conhecimento das temperaturas de transição destes materiais é muito importante para o planejamento do tratamento ortodôntico. Concluiu ainda que existe uma relação entre DSC e DMA, apresentando um modelo para prever o comportamento mecânico de um arco superelástico baseado nas medidas de DSC.

3. OBJETIVOS

3.1 Objetivos Gerais

Avaliar e comparar as propriedades termo-mecânicas de fios ortodônticos de Níquel-Titânio termoativados através de Termogravimetria e ensaio de Flexão de 3 Pontos.

3.2 Objetivos Específicos

Verificar os níveis de forças necessárias para ativar os fios ortodônticos e as forças liberadas nas desativações à 37°C.

Avaliar as temperaturas Austeníticas finais das amostras utilizando os métodos DSC (Calorimetria Diferencial de Varredura) e DMA (Análise Dinâmico Mecânica).

Propor novas normas (mudança) de avaliação da qualidade de fios ortodônticos para os órgãos competentes: ISO, ADA.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Para este estudo foram selecionadas seis marcas comerciais de fios níquel titânio termoativados utilizados no Brasil (Tabela 2) (Fig. 11): Nitinol termoativado (Aditek, Cravinhos, Brasil); NeoSentallo F 200 (GAC, Bohemia, USA); Thermo Plus (Morelli, Sorocaba, Brasil); Copper Ni-Ti 35C (Ormco, Glendora, USA); Flexy Thermal 35C (Orthometric, Marília, Brasil) e Thermo 35°C (Eurodonto, Pinhais, Brasil).

Tabela 2 - Nome comercial, Fabricante, tipo, calibre dos Fios de Níquel-titânio testados.

Nome Comercial	Fabricante	Tipo	Lote	Calibre
Nitinol Termoativado	Aditek	Termoativado	51.10.295100714	.019"X. 025"
NeoSentallo F200	GAC	Termoativado	H580	.019"X. 025"
Thermo Plus	Morelli	Termoativado	1987027	.019"X. 025"
Copper Ni-Ti 35C	Ormco	Termoativado	070990348	.019"X. 025"
Flexy Thermal 35C	Orthometric	Termoativado	0413089252	.019"X. 025"
Thermo 35°C	Eurodonto	Termoativado	13040101	.019"X. 025"

Figura 11 - Marcas comerciais testadas.

Fonte: Elaborado pelo autor.

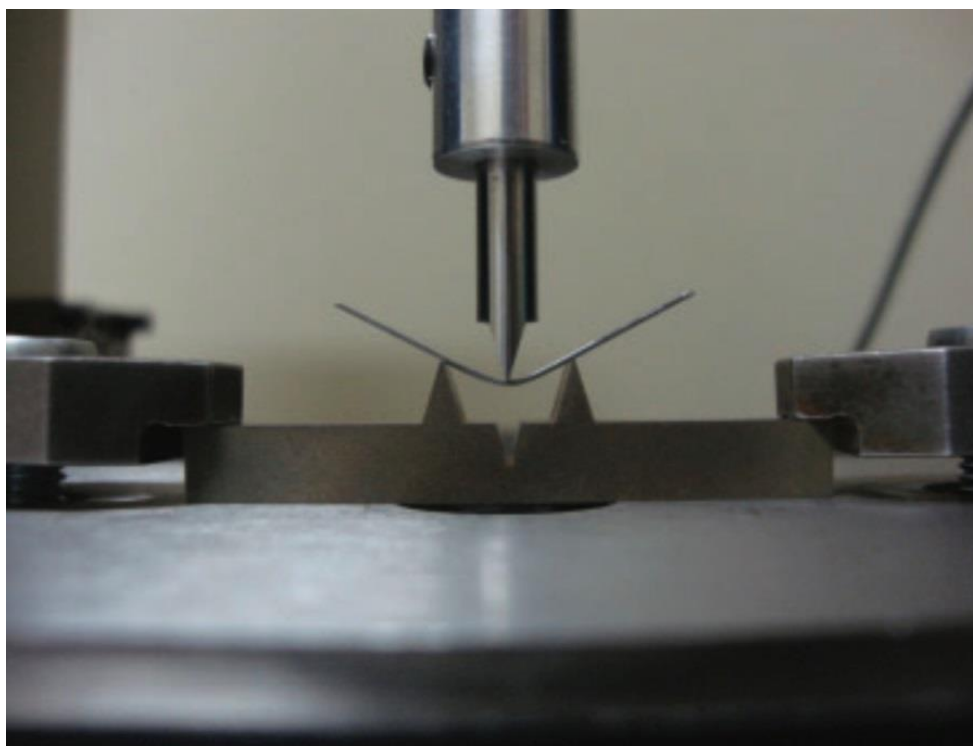
4.1 Métodos

4.1.1 Flexão de 3 pontos

Os testes foram realizados segundo especificações da norma ISO 15841:2006. Foram testadas 12 amostras, duas de cada marca comercial. O preparo das amostras foi realizado cortando-se os corpos de prova na parte mais reta dos arcos retangulares, com tamanho de 32 mm de comprimento e seção transversal de 0,63 mm x 0,48mm.

Os testes foram realizados na Máquina de Ensaio Universal Instron/Emic 23-5D com acessório de controle de temperatura. A célula de carga utilizada foi de 50N com resolução de 0,01N (1 gf) e a velocidade do ensaio foi de 0,5 mm/min.. Cada corpo de prova foi inserido na máquina com seu lado de maior diâmetro posicionado na barra de dois pontos, sendo a distância entre os apoios de 10 mm. A calibração do pistão da máquina foi realizada para descer e subir no centro, a uma distância de 5mm de cada lado, simulando a distância inter bráquetes (Fig. 12).

Figura 12 - Amostra inserida na máquina Universal



Fonte: Figueredo, 2012.

A deflexão foi de 3,1 mm com ativação e desativação em 0,5, 1,0, 2,0 e 3,0 mm. O ensaio foi realizado em duplicata e na faixa de temperatura de $37^{\circ}\text{C} \pm 1$.

A aquisição dos dados de força e deslocamento foi obtida por um software em um computador acoplado à máquina de ensaio.

4.2.2 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC).

Os testes foram realizados de acordo com as normas ISO 15841:2006 e ASTM D3418-08. As amostras foram obtidas a partir da parte mais reta de cada arco, cortadas cuidadosamente com discos separadores sobre refrigeração e baixa rotação, acopladas em uma máquina de corte pneumático, em tamanhos de 5 mm, ou aproximadamente 5 mg, pesadas em uma balança eletrônica. Foram testadas 18 amostras, três de cada marca comercial.

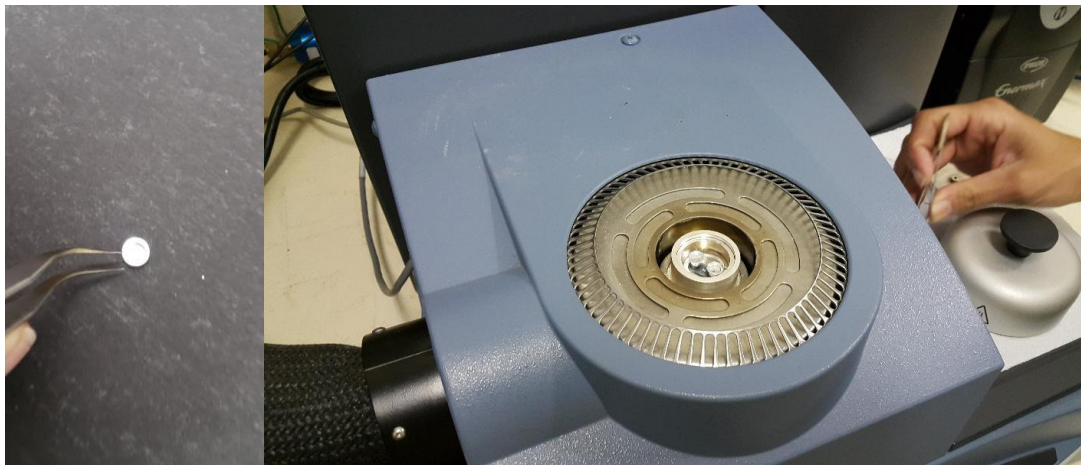
Após cortadas e pesadas, cada amostra foi limpa com álcool, seca e inserida em um cadinho de alumínio. Este cadinho foi tampado e selado, em seguida levado à máquina de DSC – Differential Scanning Calorimetry (DSC Q20- TA Instruments (Fig. 13, 14 e 15). Como referência inerte, foi utilizado um segundo cadinho de alumínio vazio.

Figura 13 - DSC Q20 TA Instruments acoplado ao computador



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 14 - Cadinho de alumínio (esquerda) Cadinhos de alumínio inseridos no DSC (direita).



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 15 - Forno do DSC tampado



Fonte: Elaborado pelo autor

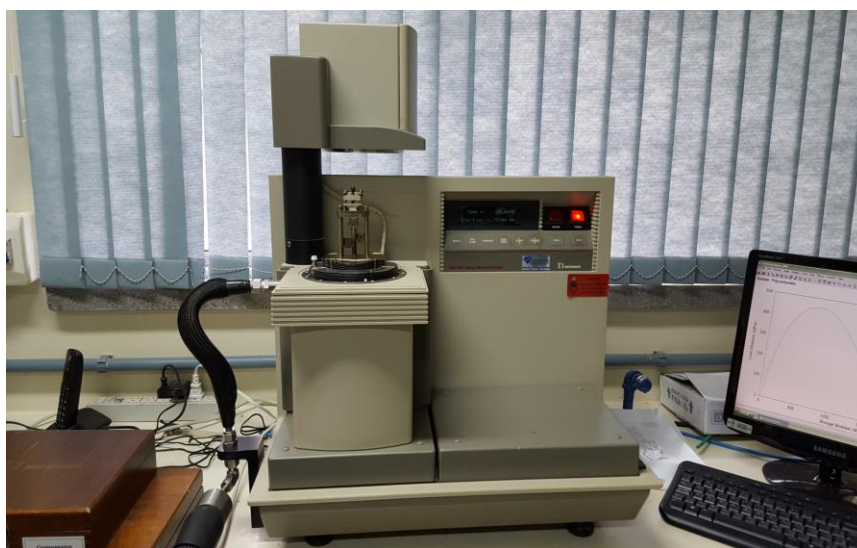
A câmara de aquecimento foi preenchida com uma atmosfera de nitrogênio, a 50ml/min. com a finalidade de se evitar a condensação da água e oxidação do material. O aparelho foi calibrado momentos antes da realização dos ensaios, com padrão de mercúrio-índio. As taxas de aquecimento e resfriamento foram fixadas em 10C/min., num intervalo de temperatura entre -80°C a 150 °C. As amostras foram testadas conforme recebidas pelo fabricante.

O aparelho de DSC, através de um software ligado a um computador, gerou os gráficos mostrando as curvas para a reação exotérmica, no resfriamento, e a reação endotérmica, no aquecimento. Os testes de DSC foram realizados no departamento de Química da Universidade Federal do Mato Grosso do Sul.

4.2.3 Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

Foram testadas doze amostras, duas de cada marca comercial. O método utilizado foi DMA Multi Strain com frequência única, com o grampo de flexão de 3 pontos (Fig. 16)

Figura 16 - DMA Multi Strain 2980- TA Instruments



Fonte: Elaborado pelo autor

Os corpos de prova foram cortados com aproximadamente 20 mm de comprimento, e possuíam seção transversal de 0,63 mm x 0,48 mm. Estes foram fixados no aparelho com a distância entre os apoios de 15 mm.

Os parâmetros utilizados na análise foram: Taxa de aquecimento de 2°C/min, com o intervalo de temperatura entre -20 °C a 60°C. A amplitude de deformação foi de 100 µm, a frequência 1HZ e a força pré-carga de 0,02 N.

As análises de DMA foram realizadas no LAPOL- Laboratório de Materiais Poliméricos, da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Foi realizada a estatística descritiva (médias e desvios-padrão) para as temperaturas austeníticas finais medidas por DSC e DMA, e para as forças de desativação de cada amostra. Para a comparação destas temperaturas entre as amostras, e das forças de desativação, foi realizada a análise de variância a um critério (ANOVA), sendo considerados estatisticamente significantes resultados em $p\text{-valor} < 0,05$.

5. RESULTADOS

5.1 Análise dinâmico Mecânica (DMA) e Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

Por serem análises térmicas, os resultados para a DMA e para a DSC serão expostos juntos. Os valores de temperatura iniciais e finais da fase austenítica assim como os módulos de armazenamento e de perda nas respectivas temperaturas para as amostras testadas, obtidos a partir dos termogramas de DMA estão representados nas figuras 17, 18, 19 e 20. A Tabela 3 destaca a média das temperaturas austeníticas iniciais e finais e módulos de armazenamento e perda das ligas analisadas.

Os dados apresentados na tabela 3 foram registrados em um Relatório de Ensaio (Anexo A), assinado pelo laboratorista que realizou os testes, e pelo gerente técnico do laboratório. A partir do software acoplado ao computador, foram obtidos os termogramas das ligas analisadas (Anexo A).

A técnica de DMA quando aplicada aos fios ortodônticos pode facilmente revelar a faixa transição da estrutura martensítica para a estrutura austenítica. Pela alteração dos módulos dinâmicos, a resposta mecânica pode ser mensurada.

A seguir serão expostas as figuras da média interpolada de cada marca comercial. Na figura 21, as curvas de DMA da amostra Aditek são apresentadas, o módulo de armazenamento apresenta um aumento de 28 GPa à 14,0 °C para 68,5 à 26,0 °C, nessa faixa pode-se afirmar que ocorreu a transformação de fase. O pico máximo do módulo de perda (E'') e $\tan\Delta$ mostram que em aproximadamente 19,0 °C ocorreu a dissipação máxima de energia e pode ser resultado do consumo maior de energia para transformação de fase.

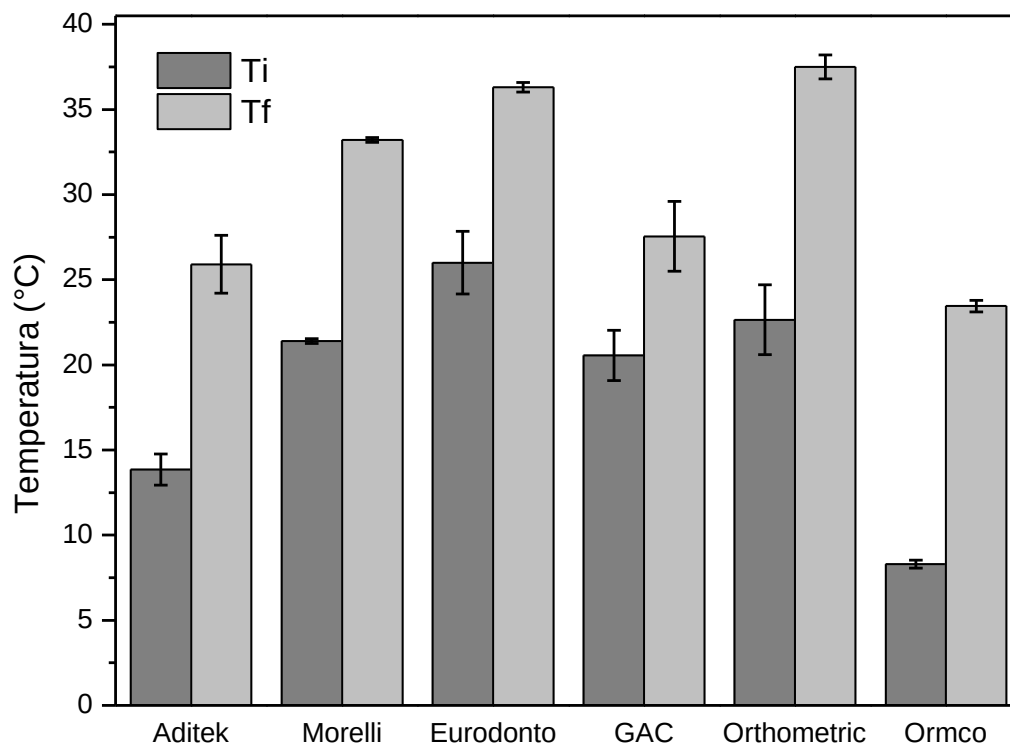
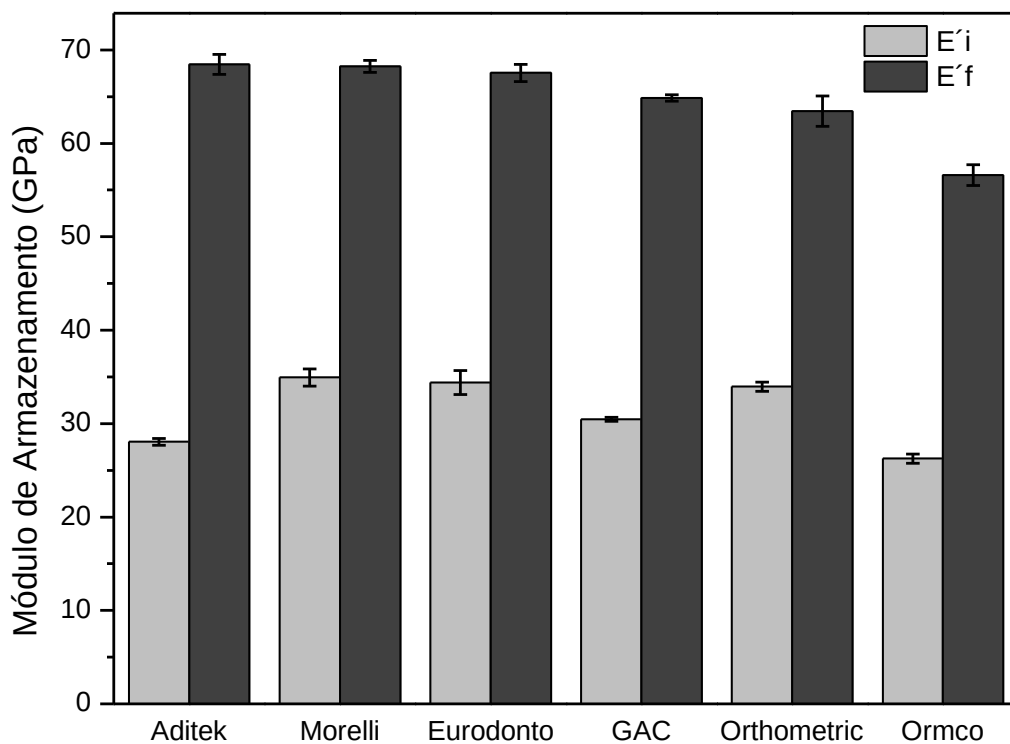
Figura 17 - Temperaturas austeníticas iniciais e finais**Figura 18** – Módulo de armazenamento iniciais e finais

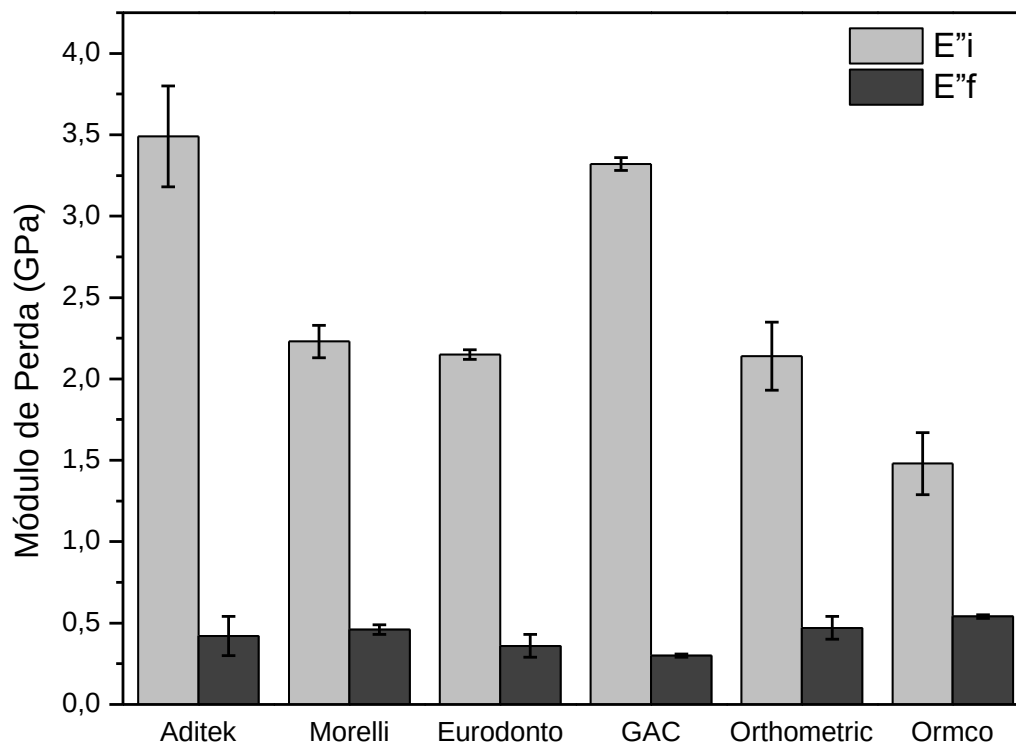
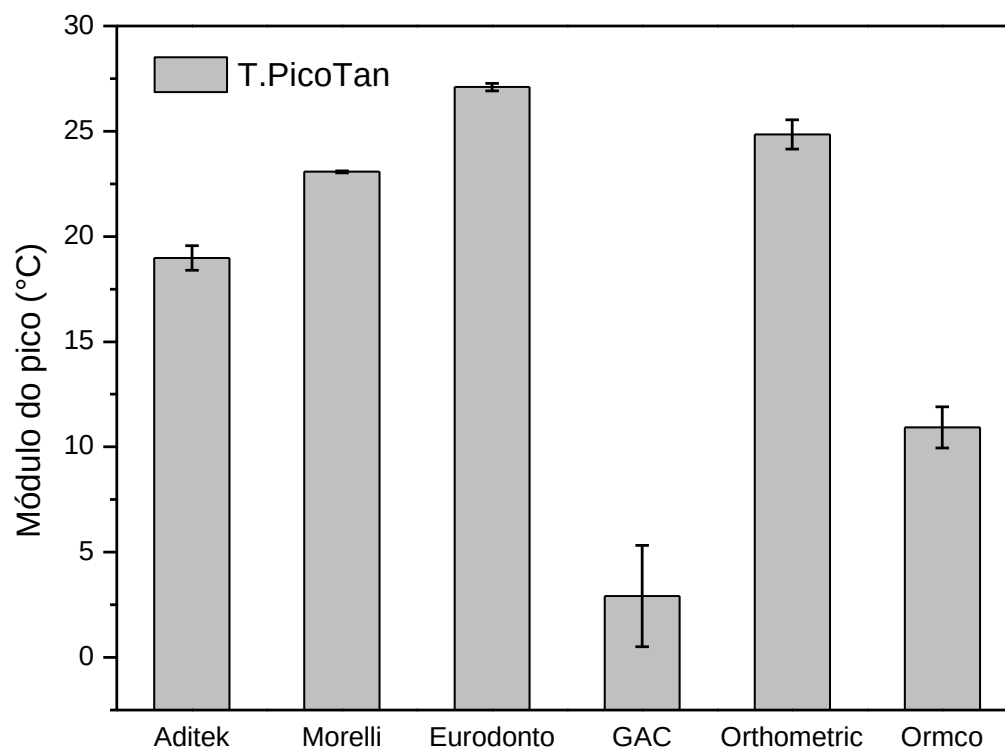
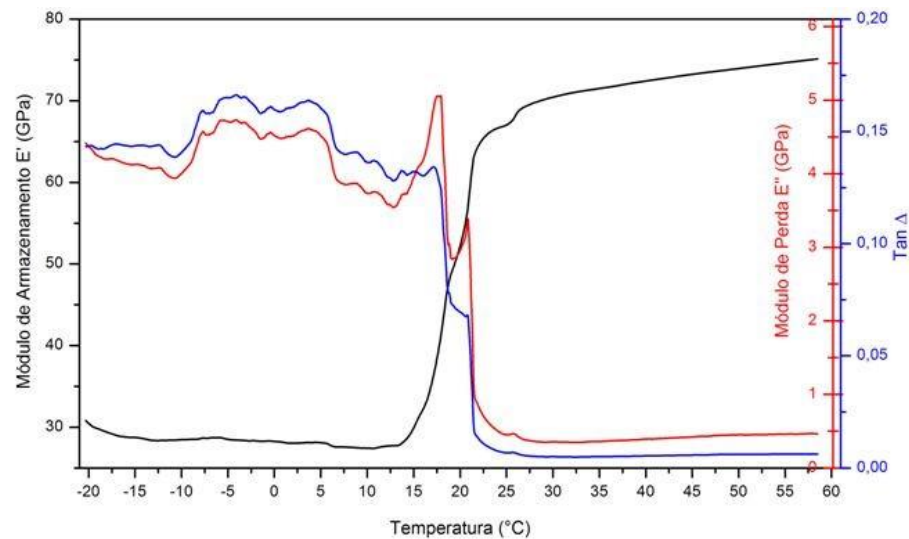
Figura 19 - Módulo de perdas iniciais e finais**Figura 20** - Módulo do pico da $\tan\Delta$ 

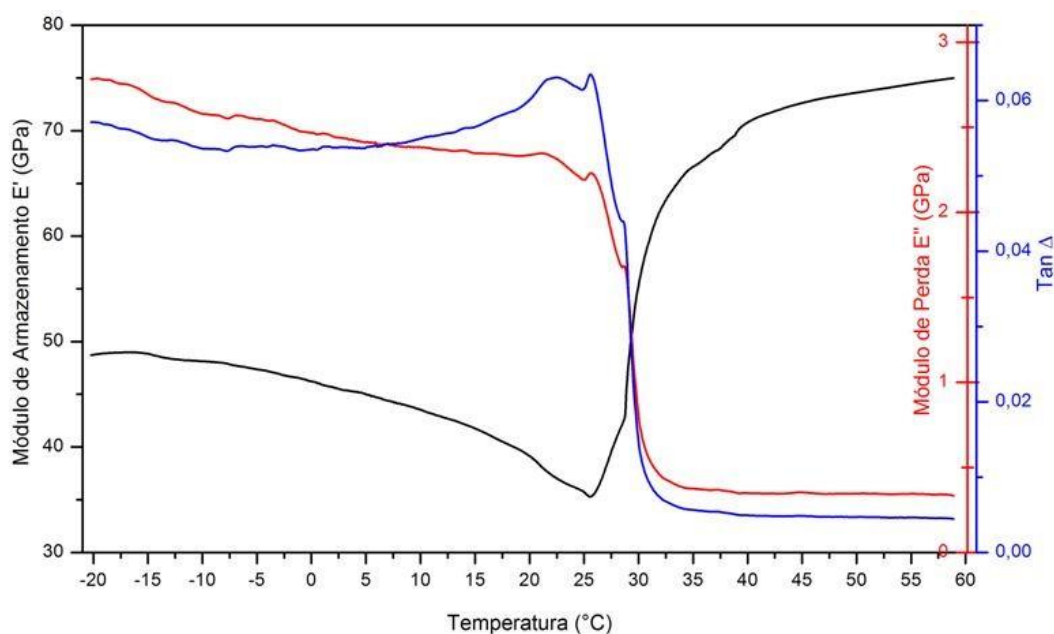
Tabela 3 - Média das temperaturas austeníticas iniciais e finais e módulos de armazenamento e perda das ligas analisadas.

Amostra	Fase Austenítica						
	Ti (°C)	E' i (GPa)	E'' i (GPa)	Tf (°C)	E' f (GPa)	E'' f (GPa)	T.PicoTanΔ (°C)
Aditek	13.85 ±0.92	28.05 ±0.35	3.49 ±0.31	25.90 ±1.70	68.45 ±1.06	0.42 ±0.12	18.98 ±0.58
Morelli	21.40 ±0.14	34.95 ±0.92	2.23 ±0.10	33.20 ±0.14	68.25 ±0.64	0.46 ±0.03	23.07 ±0.05
Eurodonto	26.00 ±1.84	34.40 ±1.28	2.15 ±0.03	36.30 ±0.28	67.55 ±0.92	0.36 ±0.07	27.10 ±0.18
GAC	20.55 ±1.48	30.45 ±0.21	3.32 ±0.04	27.55 ±2.05	64.85 ±0.35	0.30 ±0.01	2.92 ±2.41
Orthometric	22.65 ±2.05	33.95 ±0.48	2.14 ±0.21	37.50 ±0.71	63.45 ±1.63	0.47 ±0.07	24.85 ±0.69
Ormco	8.30 ±0.23	26.25 ±0.50	1.48 ±0.19	23.45 ±0.35	56.60 ±1.13	0.54 ±0.01	10.93 ±0.97

Figura 21 - Curvas de DMA da amostra Aditek.

Na Figura 22 são apresentadas as curvas de DMA do fio da marca Eurodonto, o aumento do módulo de armazenamento ocorreu na faixa de temperatura entre 26 °C e 37 °C, pode-se então afirmar que a fase austenítica começou a se formar próximo de 26 °C. O valor do módulo de perda foi inferior à amostra Aditek, o que indica que o fio Eurodonto apresenta o comportamento elástico mais significativo nessa faixa de temperatura do que o fio Aditek. Essa variação pode ser oriunda de uma constituição elementar diferente.

Figura 22 - Curvas de DMA da amostra Eurodonto



O fio ortodôntico da marca Morelli, visto na Figura 23 apresentou o comportamento dinâmico-mecânico análogo à amostra Eurodonto (Fig. 22), isso pode ser explicado possivelmente por uma constituição química ou uma estrutura cristalina semelhante. A transição da fase martensítica para austenítica se deu na faixa entre 21 °C a 33 °C, na temperatura de 23 °C houve a dissipação máxima de energia.

As curvas de DMA do fio GAC são mostradas na Figura 24, o comportamento elástico desse fio é próximo ao comportamento do fio Aditek, mas a transição da fase ocorre em temperatura superior, entre 21 °C e 27 °C e módulo de

armazenamento final próximo à 65 GPa. O comportamento elástico semelhante ao fio Aditek também pode ser observado pelo ensaio mecânico.

Figura 23 - Curvas de DMA da amostra Morelli.

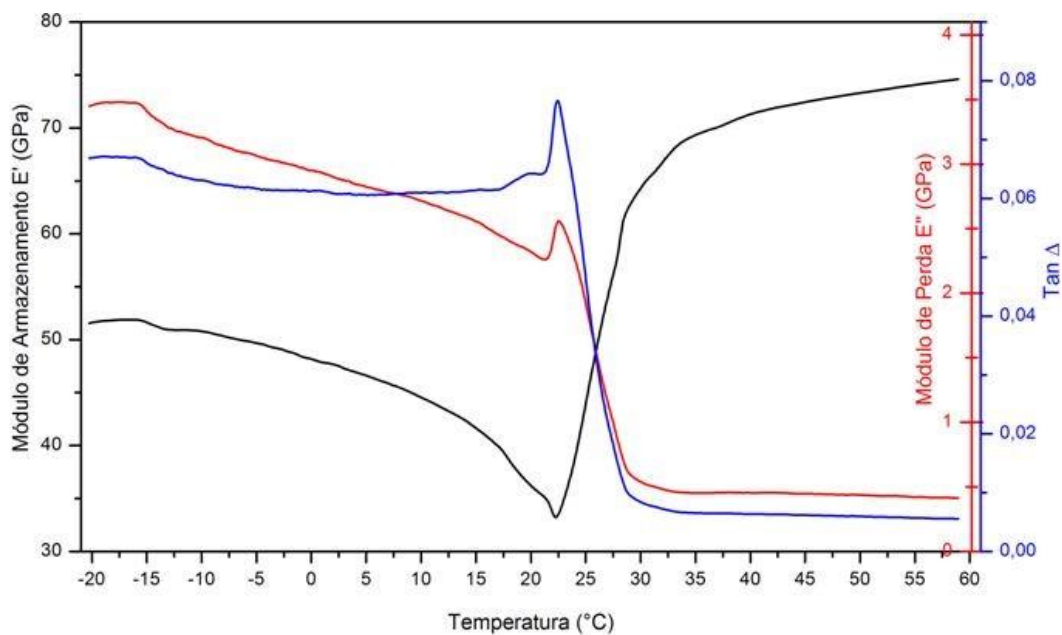
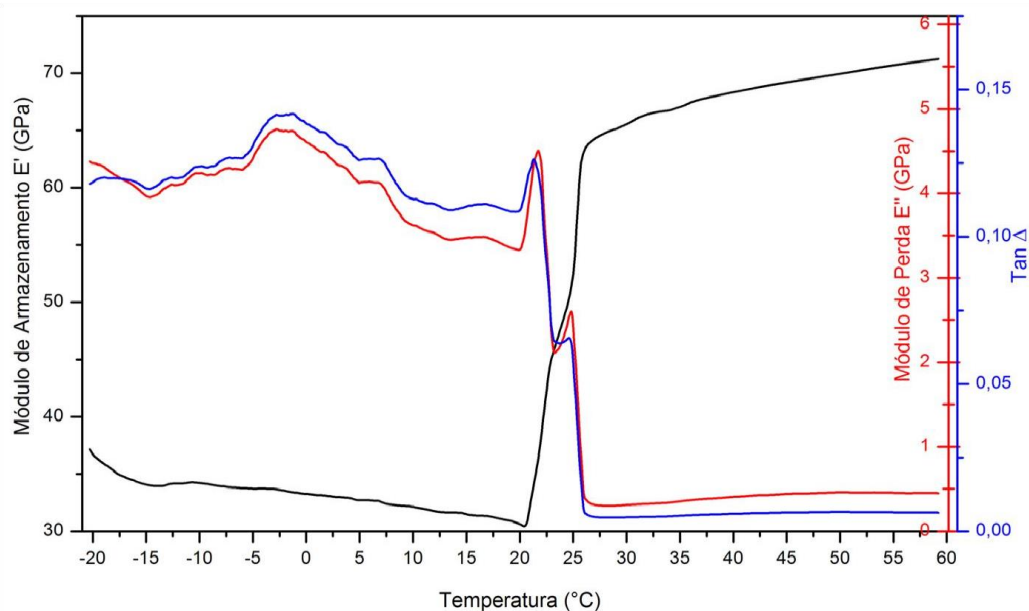
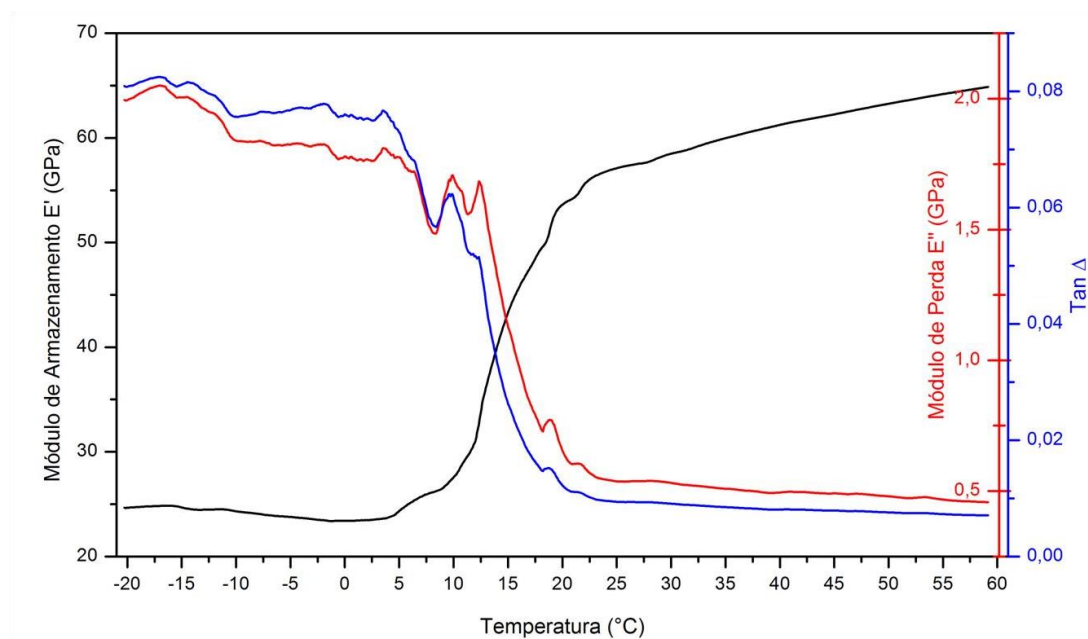


Figura 24 - Curvas de DMA para a amostra GAC.



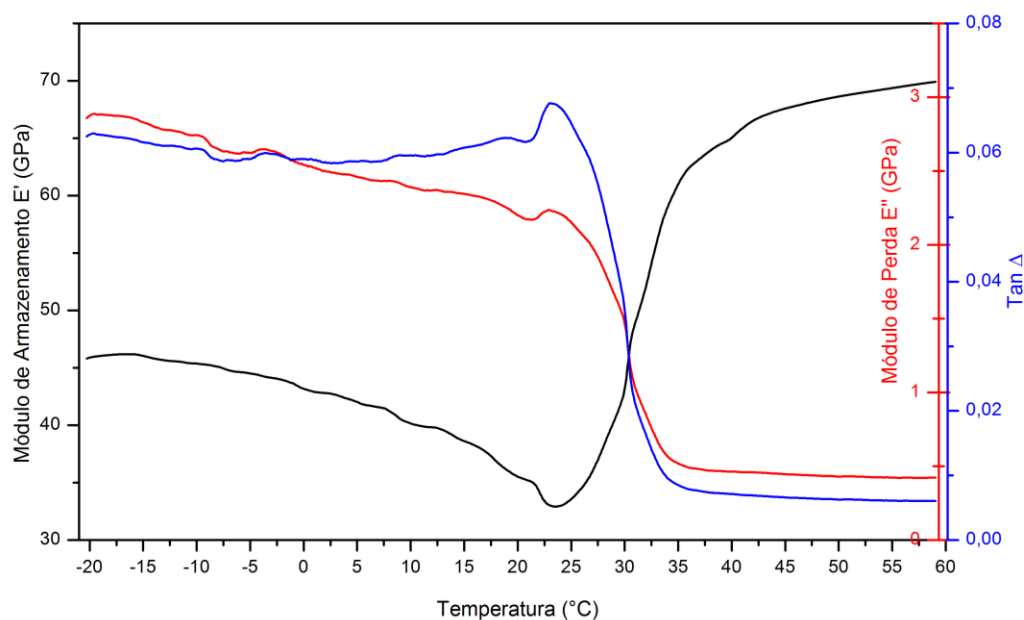
O fio Ormco apresentou as menores temperaturas de transição entre todas as amostras, esse comportamento é oriundo do cobre presente nessa liga, que reduziu a faixa térmica de transição de fase. Conforme figura 25, a temperatura austenítica inicial foi de aproximadamente 8 °C com o término em 23,5 °C. Como a temperatura austenítica final é muito inferior à temperatura bucal de 37 °C o platô elástico é mais plano que as demais amostras.

Figura 25 - Curvas de DMA para a amostra Ormco.



Na Figura 26, as curvas de DMA do fio Orthometric evidenciam um comportamento elástico semelhante às amostras Morelli e Eurodonto. A faixa de transição ocorreu entre 23 °C a 37,5 °C. A temperatura onde houve maior dissipação de energia foi 24,85 °C.

Por fim, pela análise de DMA pode-se elucidar o comportamento elástico e a resposta mecânica dos fios em função da temperatura. Essa técnica auxilia a discussão e análise de outros ensaios como DSC e ensaios mecânicos. Por se tratar de um ensaio com temperatura controlada e uma força oscilatória em função da deformação, ela favorece a caracterização precisa das propriedades de elasticidade dos fios ortodônticos em NiTi.

Figura 26 - Curvas de DMA para a amostra Orthometric.

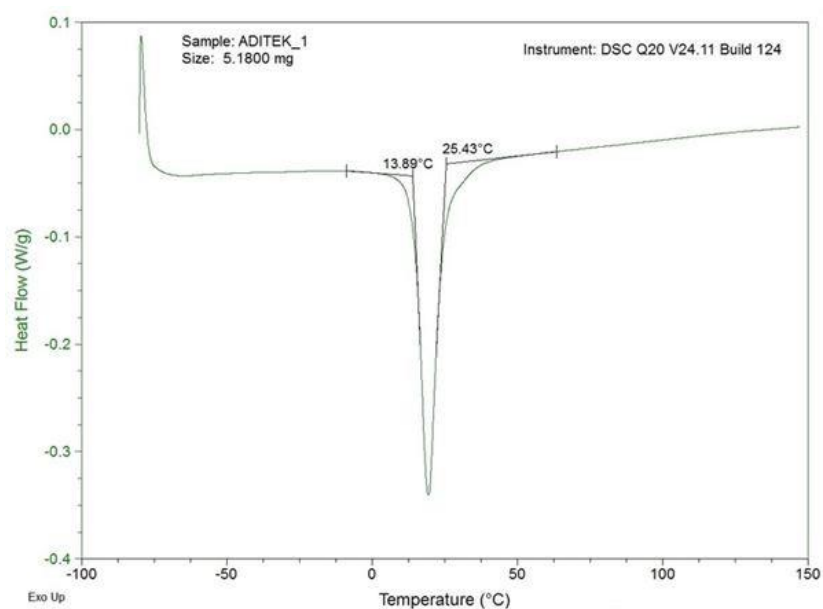
A tabela 4 mostra as temperaturas austeníticas iniciais e finais das marcas comerciais testadas, a partir dos termogramas de DSC. O Software inserido no computador acoplado ao DSC gerou os gráficos mostrando a curva endotérmica, no aquecimento, que caracteriza a transformação de fase de martensítica para austenítica.

As temperaturas AS (Austenítica inicial) e Af (Austenítica final) foram calculadas, nos gráficos de cada liga. Para cada marca comercial, foi feita uma média aritmética das temperaturas As e Af, para facilitar a exposição e discussão dos resultados.

Nas curvas de DSC do fio da marca Aditek (Fig. 27), a fase austenítica começou a se formar aproximadamente a temperatura de 14°C, e finalizou em torno de 25°C, onde estava completamente austenítica.

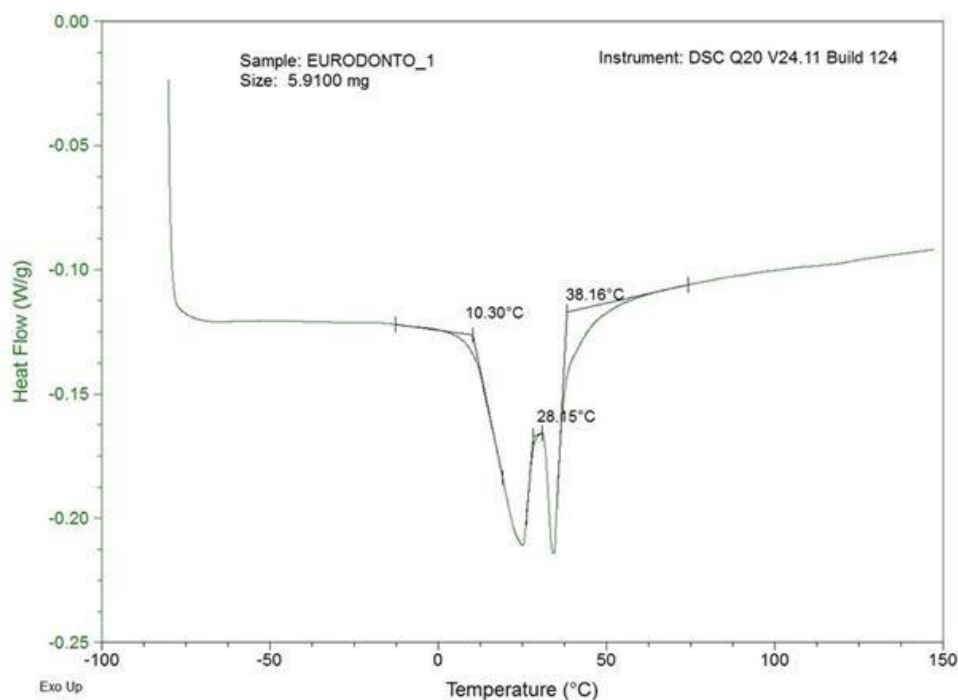
Tabela 4 - Temperaturas As e Af das ligas testadas

MARCAS COMERCIAIS	DSC	
	AS (°C)	Af (°C)
EURODONTO 1	10,30	38,16
EURODONTO 2	10,81	39,12
EURODONTO 3	11,19	41,24
MORELLI 1	-1,48	21,23
MORELLI 2	-1,22	18,13
MORELLI 3	-2,02	20,09
ADITEK 1	13,89	25,43
ADITEK 2	14,29	25,91
ADITEK 3	14,03	24,84
GAC 1	18,39	29,67
GAC 2	18,57	29,78
GAC 3	18,52	29,25
ORMCO 1	6,57	35,16
ORMCO 2	6,19	35,04
ORMCO 3	4,71	36,35
ORTHOMETRIC 1	9,18	44,72
ORTHOMETRIC 2	8,71	42,85
ORTHOMETRIC 3	10,15	45,93

Figura 27 - Curva de DSC da liga Aditek.

Nas curvas de DSC do fio da marca Eurodonto (Fig. 28), a fase austenítica começou a se formar próxima de 11°C, e finalizou em torno de 39°C, onde estava completamente austenítica.

Figura 28 - Curva de DSC Eurodonto.



Nas curvas de DSC do fio da marca GAC (Fig. 29), a fase austenítica começou a se formar próxima da temperatura de 18°C, e finalizou em torno de 29°C, onde estava completamente austenítica.

Nas curvas de DSC do fio da marca Morelli (Fig. 30), a fase austenítica começou a se formar próxima de -1,5°C, e finalizou em torno de 20°C, onde estava completamente austenítica.

Nas curvas de DSC do fio da marca Ormco (Fig. 31), a fase austenítica começou a se formar próxima de 6°C, e finalizou em torno de 35°C, onde estava completamente austenítica.

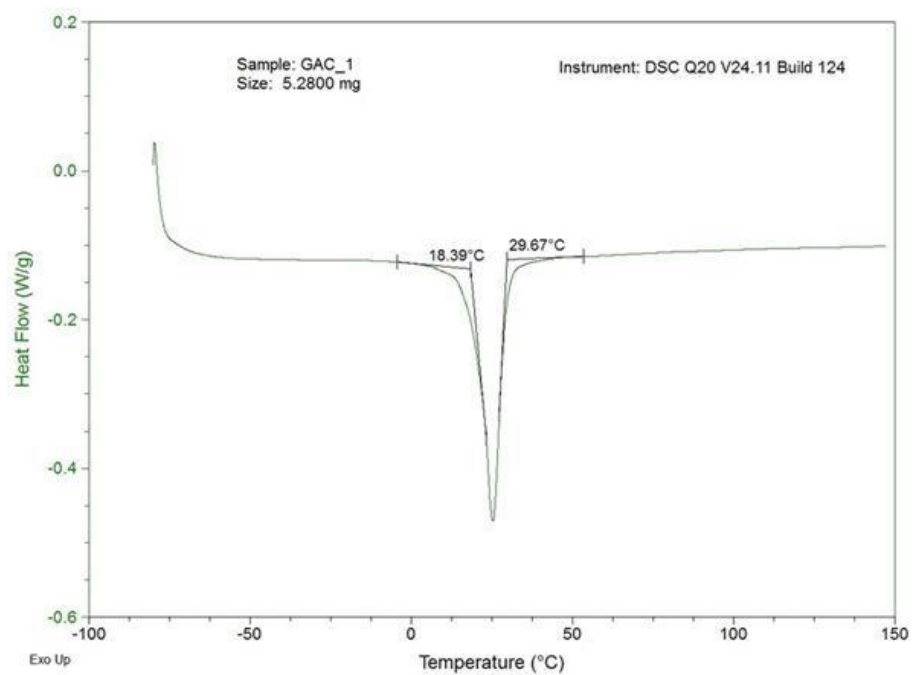
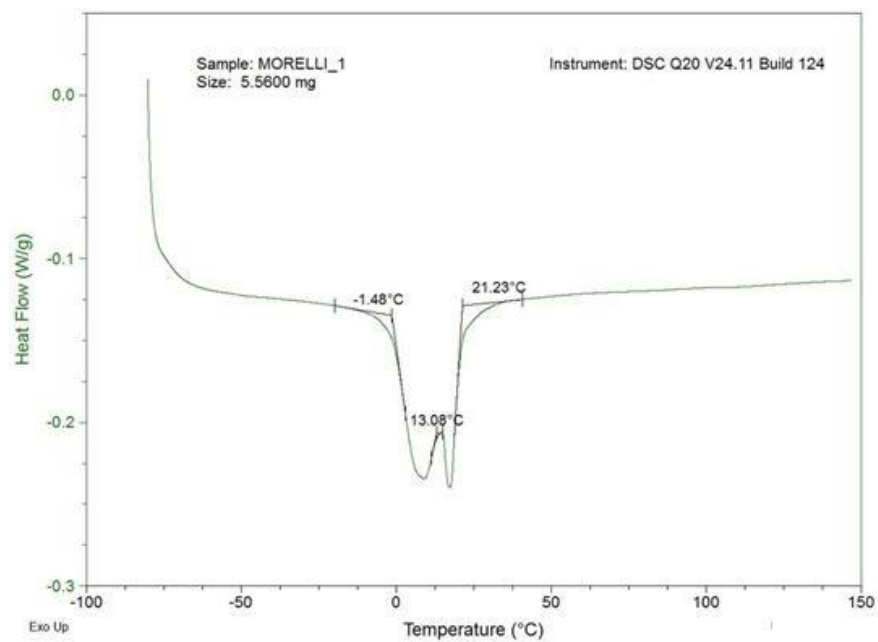
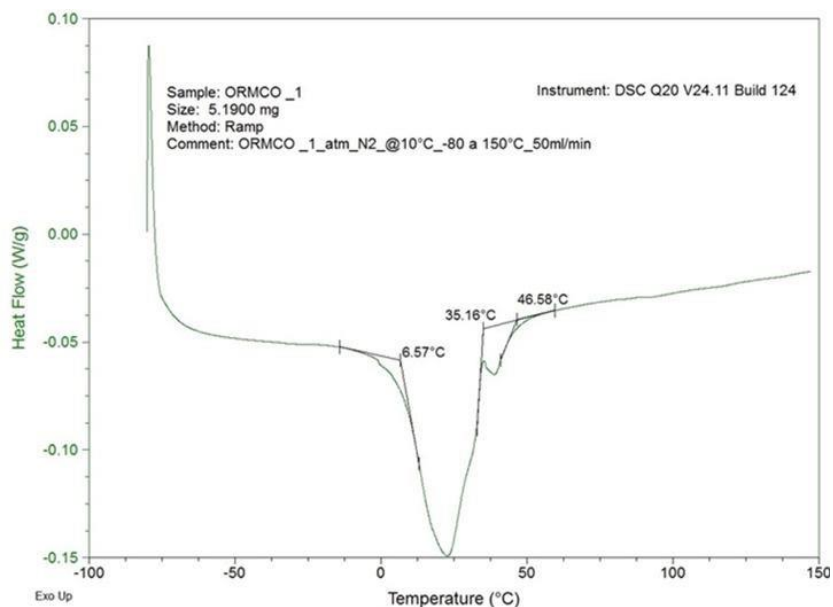
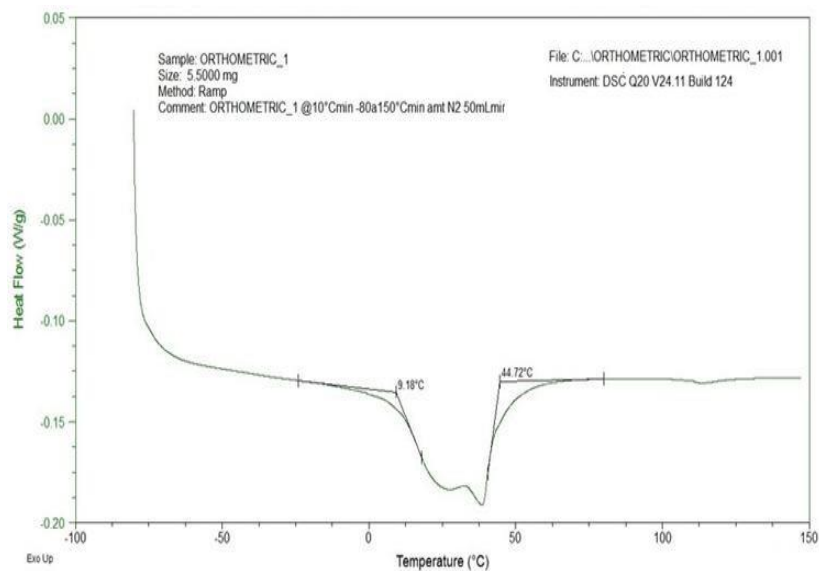
Figura 29 - Curva de DSC GAC.**Figura 30 - Curva de DSC Morelli.**

Figura 31 - Curva de DSC Ormco.

Nas curvas de DSC do fio da marca Orthometric (Fig. 32), a fase austenítica começou a se formar próxima de 9°C, e finalizou em torno de 44°C, onde estava completamente austenítica.

Figura 32 - Curvas de DSC Orthometric

A Tabela 5 apresenta análise estatística para as médias de temperatura austenítica final Af, obtidas por DSC, DMA e desvios-padrão ($\pm$) com 95% de confiança ($\alpha = 0,05$). Nesta avaliação Af foi mensurado por DSC e DMA a fim de comparar dois métodos de análises térmicas para verificar a hipótese nula ou alternativa, para as marcas comerciais, Aditek, Eurodonto, GAC, Morelli, Ormco e Orthometric. Após a aplicação da ANOVA de fator único ($n = 2$), verificamos que apenas para as marcas comerciais Aditek, Eurodonto e GAC não foram notadas diferenças estatísticas significativas. Isto demonstra a hipótese nula para as medidas realizadas por DSC e DMA. Entretanto, para as demais marcas comerciais a hipótese alternativa afirma que as análises obtidas por DSC e DMA são diferentes.

Tabela 5 - Análise estatística para temperatura austenítica final – Af, obtidas por DSC e DMA (médias, $\pm$ desvios-padrão e 95% de confiança).

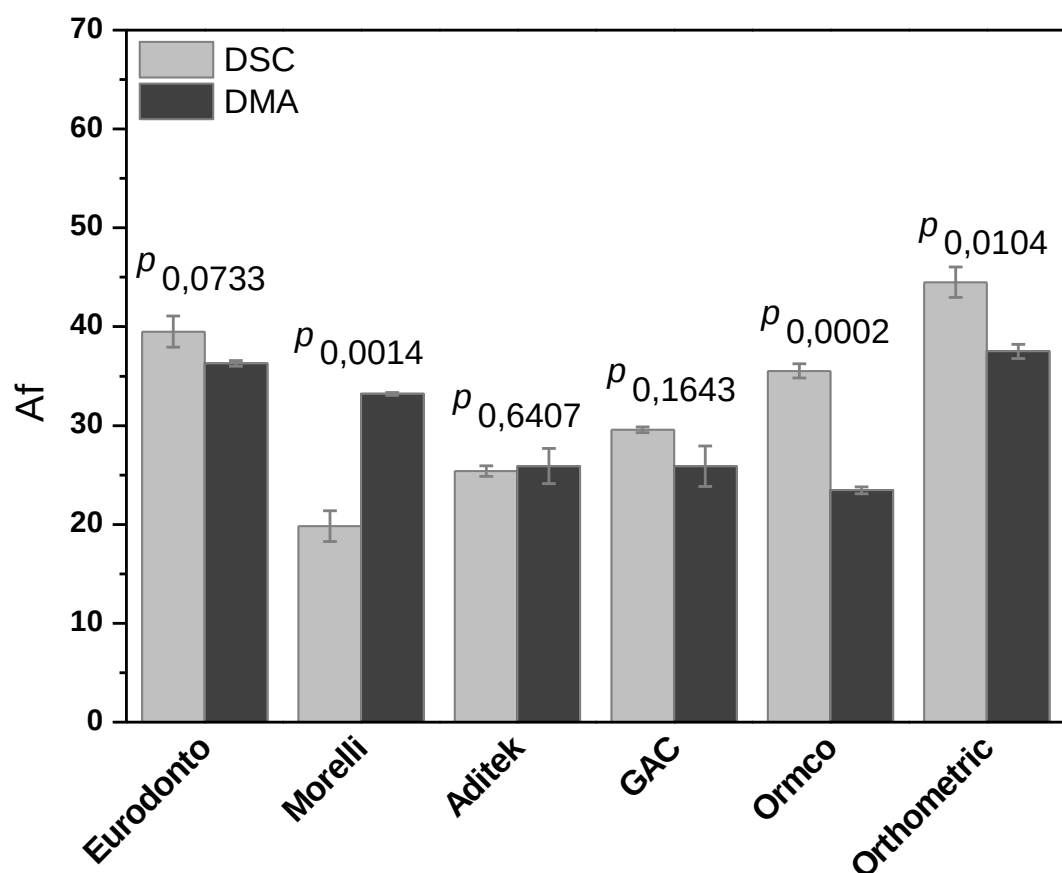
Marca	DSC	DMA	p-valor
Aditek	25,39 $\pm$ 0,54	25,90 $\pm$ 1,79	0,6407
Eurodonto	39,50 $\pm$ 1,58	36,30 $\pm$ 0,28	0,0733
GAC	29,57 $\pm$ 0,28	25,90 $\pm$ 2,05	0,1643
Morelli	19,82 $\pm$ 1,57	33,20 $\pm$ 0,14	0,0014
Ormco	35,52 $\pm$ 0,72	23,45 $\pm$ 0,35	0,0002
Orthometric	44,50 $\pm$ 1,55	37,50 $\pm$ 0,71	0,0104

* p-valor para um teste de ANOVA de um único fator com $\alpha = 0,05$.

Para melhor visualização e compreensão do teste para cada força de desativação, os dados são apresentados na Figura 33. Claramente, é possível notar a variação entre as análises de DSC e DMA para as marcas comerciais Morelli, Ormco e Orthometric, apresentando p-valor entre 0,0733 – 0,1643. No entanto, nota-se uma pequena variação entre as marcas Eurodonto e GAC, porém, devido o

desvio padrão entre 2,05 para DMA e 1,58 para DSC, ambos as quantificações não se divergiram estatisticamente.

Figura 33 - Médias adquiridas para temperatura austenítica final – Af, obtidas por DSC e DMA (médias, $\pm$ desvios-padrão e 95% de confiança).

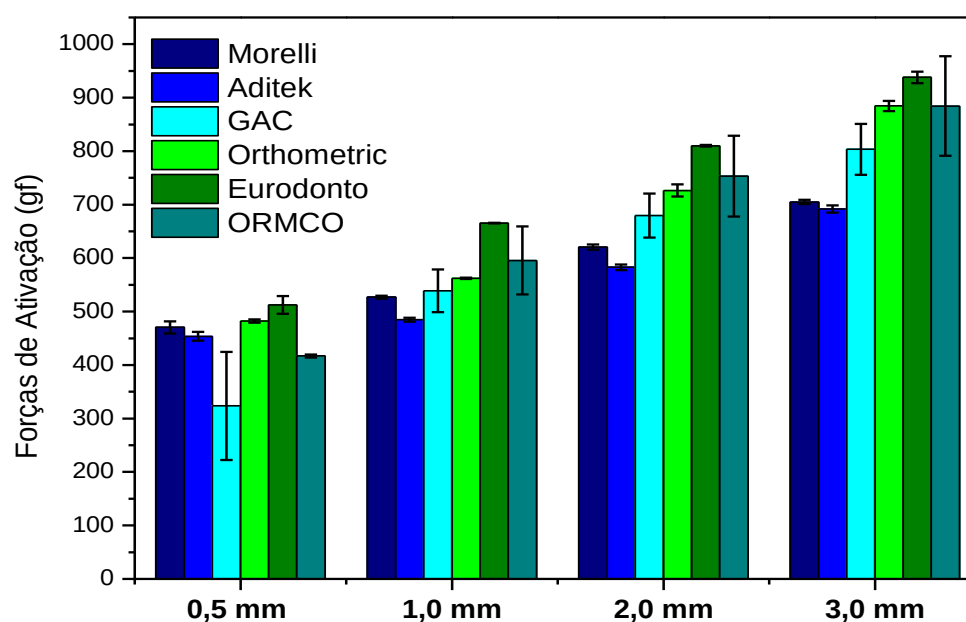


5.2 Flexão de 3 Pontos

Os valores das cargas encontrados nas ativações e desativações de 0,5; 1,0; 2,0 e 3,0 mm estão descritos abaixo (Tabela 6 e 7). De modo a melhor visualização, os dados obtidos para forças de ativação obtidas por flexão de 3 pontos são ilustrados na figura 34.

Tabela 6 - Análise para forças de ativação obtidas por flexão de 3 pontos são

Fio/Ativação	Força @ 3,0 mm (gf)	Força @ 2,0 mm (gf)	Força @ 1,0 mm (gf)	Força @ 0,5 mm (gf)
Aditek	470,38 ±11,28	526,97 ±2,82	620,36 ±4,94	705,00 ±3,95
Morelli	512,38 ±16,97	665,33 ±0,83	809,97 ±1,52	938,04 ±10,72
Eurodonto	416,97 ±2,80	595,54 ±63,58	753,34 ±75,72	884,25 ±93,02
GAC	453,67 ±8,14	484,78 ±3,44	582,86 ±5,38	691,71 ±6,88
Orthometric	323,66 ±101,00	538,99 ±39,92	679,52 ±41,13	803,40 ±47,52
Ormco	482,37 ±3,24	562,19 ±1,33	726,47 ±11,34	884,51 ±9,63

Figura 34 - Médias adquiridas para forças de ativação obtidas por flexão de 3 pontos

A tabela 7, apresenta análise estatística a partir das médias com respectivos desvios padrão, para as forças geradas na desativação para uma deflexão de 0,5, 1,0; 2,0 e 3,0 mm (gf), com intervalos de confiança de 95% ($n = 2$). A análise de variância de fator único (ANOVA) foi utilizada para comparar os valores durante o processo de descarga para as marcas comerciais, Aditek, Eurodonto, GAC, Morelli, Ormco e Orthometric. Os resultados foram considerados estatisticamente significativos em p -valor $< 0,05$.

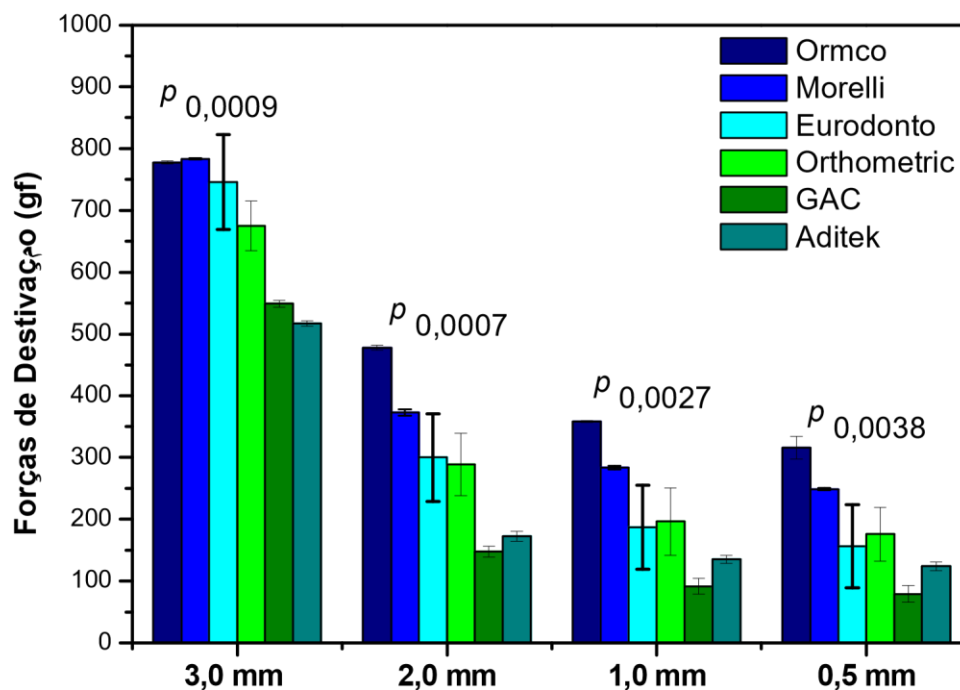
Tabela 7 - Análise estatística para forças de desativação obtidas por flexão de 3 pontos são (médias, $\pm$ desvios-padrão e 95% de confiança).

	Força	Força	Força	Força
	@ 3,0 mm (gf)	@ 2,0 mm (gf)	@ 1,0 mm (gf)	@ 0,5 mm (gf)
Aditek	516,91 $\pm$ 4,57	172,39 $\pm$ 7,96	135,19 $\pm$ 6,53	123,85 $\pm$ 6,59
Eurodonto	746,22 $\pm$ 76,75	299,89 $\pm$ 71,00	187,31 $\pm$ 67,86	156,50 $\pm$ 67,28
GAC	548,88 $\pm$ 5,35	147,60 $\pm$ 8,82	91,55 $\pm$ 12,47	78,93 $\pm$ 13,34
Morelli	783,63 $\pm$ 1,29	373,00 $\pm$ 4,91	283,76 $\pm$ 3,03	248,49 $\pm$ 1,76
Ormco	777,58 $\pm$ 2,26	477,74 $\pm$ 3,95	358,37 $\pm$ 12,34	316,16 $\pm$ 18,07
Orthometric	675,12 $\pm$ 40,21	288,78 $\pm$ 50,52	196,52 $\pm$ 50,68	175,92 $\pm$ 43,59
p-valor	0,0009	0,0007	0,0027	0,0038

* p-valor para um teste de ANOVA de um único fator com $\alpha = 0,05$.

Os resultados da análise estatística ANOVA, (Tabela 7) indicaram que, em todos os níveis, existe diferença estatisticamente significativa para as marcas comerciais, a partir do teste das forças de desativação obtidas por flexão de 3 pontos, em todos os níveis de força de desativação descritos acima. O *p*-valor apresentou variação entre 0,0007 e 0,0038, encontradas. Com base no desvio padrão obtido para cada uma das forças avaliadas, a marca comercial Eurodonto apresentou maior erro de medida, variando entre 10,28 – 42,98%, seguida da Orthometric com erro entre 5,95 – 27,82% e a GAC com erro entre 0,90 – 16,89%. Esta variação pode ser a justificativa para a diferença estatística entre as marcas avaliadas. Para as demais amostras, apresentaram erro entre 0,70 – 5,95%, valores dentro dos padrões para este tipo de análise. Para melhor visualização e compreensão do teste para cada força de desativação, os dados são apresentados na Figura 35.

Figura 35 - Médias adquiridas para forças de desativação obtidas por flexão de 3 pontos (médias, $\pm$ desvios-padrão e 95% de confiança).



Para as forças de desativação em 3 mm, a menor média de força foi da Aditek (516,91 gf) e a maior foi da Morelli (783,63 gf). Para 2mm, a menor média foi da GAC (147,60 gf) e a maior foi da Ormco (477,74 gf). Para 1,0 mm, a menor média foi da GAC (91,55 gf) e a maior foi da Ormco (358,37). Para 0,5 mm, a menor média foi da GAC (78,93gf) e a maior foi da Ormco (316,16 gf).

Na figura 36 ilustra, a sobreposição das curvas de carga *versus* deflexão para todas as marcas comerciais testadas. As Figuras que representam a carga *versus* deflexão para cada marca comercial testada estão expostas a seguir.

Na figura 37, para a marca comercial Aditek, visualiza-se o platô martensítico bem definido, com os fios retornando a sua forma original, e os traçados das amostras quase se sobrepondo.

Na Figura 38, para a marca comercial Eurodonto, visualiza-se o platô martensítico bem definido, os fios retornaram a sua forma original, porém os

traçados diferiram entre si, resultando em diferenças entre as forças de ativação e desativação das amostras, dentro de um mesmo lote.

Figura 36 - Relação entre força versus deslocamento dos fios testados na ativação e desativação na temperatura de 37°C.

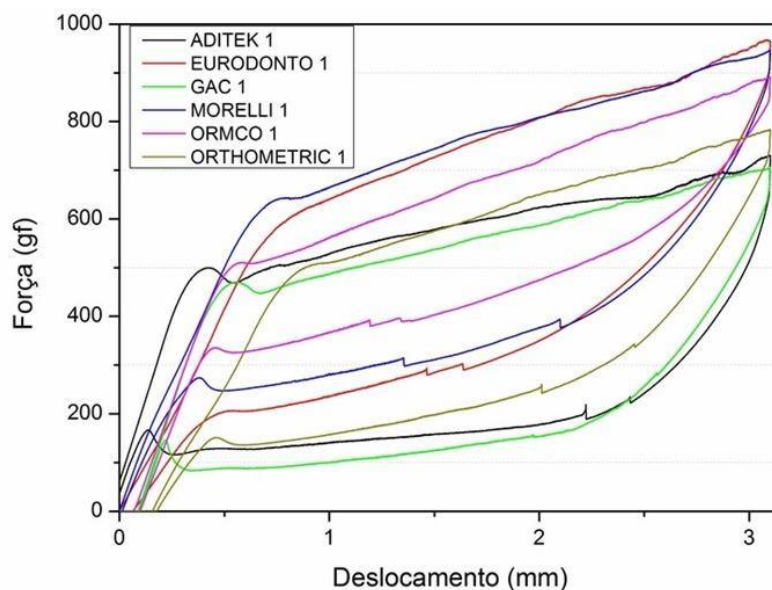


Figura 37 - Força versus deslocamento Aditek.

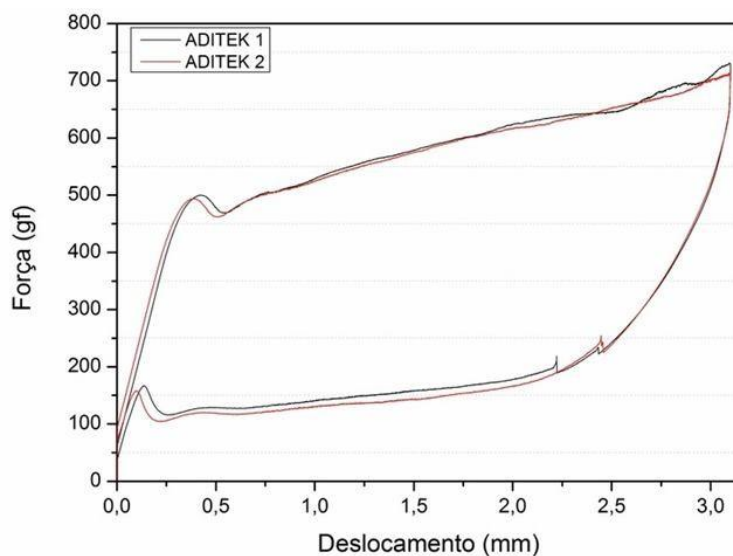
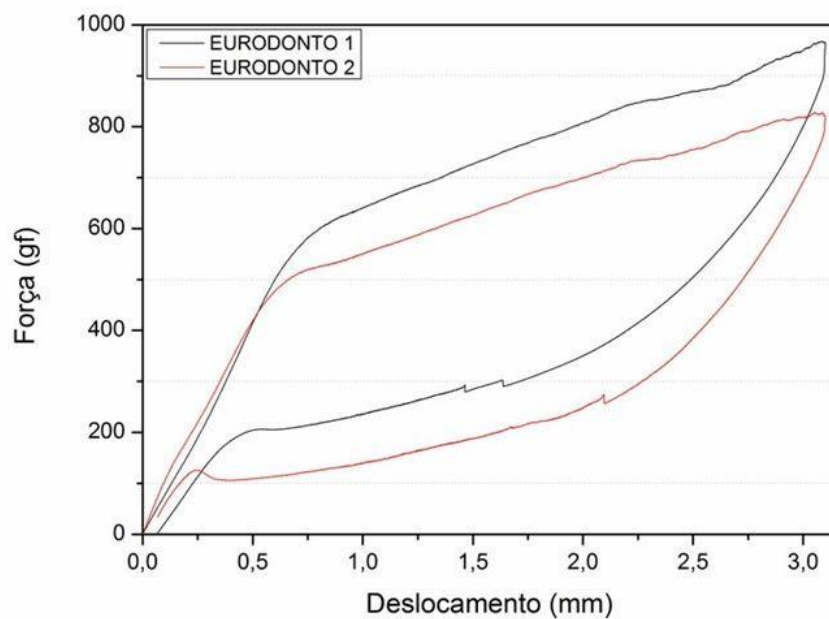
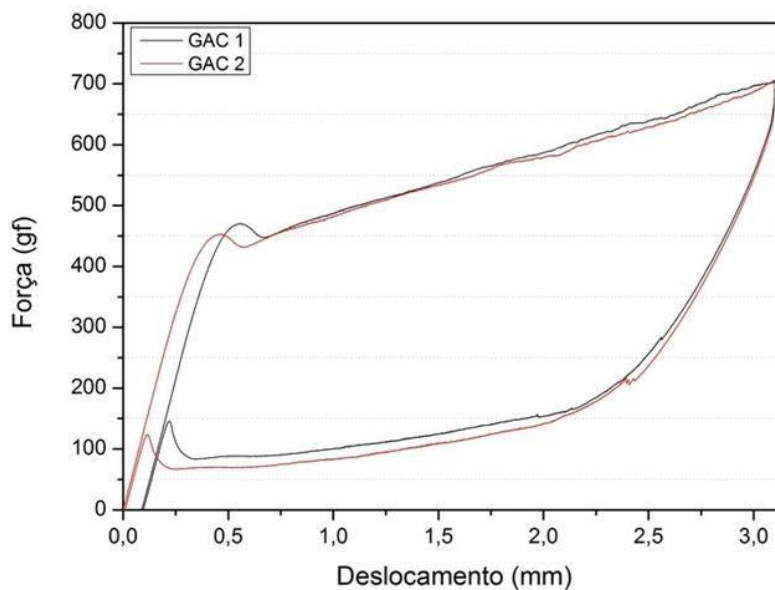


Figura 38 - Força versus deslocamento Eurodonto.

Na Figura 39, para a marca comercial GAC, visualiza-se o platô martensítico, com as amostras recuperando sua forma ao fim da desativação e traçados quase se sobrepondo.

Figura 39 - Força versus deslocamento GAC.

Na Figura 40, para a marca comercial Morelli, houve o platô martensítico, as amostras retornaram a sua forma original ao fim da desativação e os traçados foram bem próximos.

Figura 40 - Força versus deslocamento Morelli.

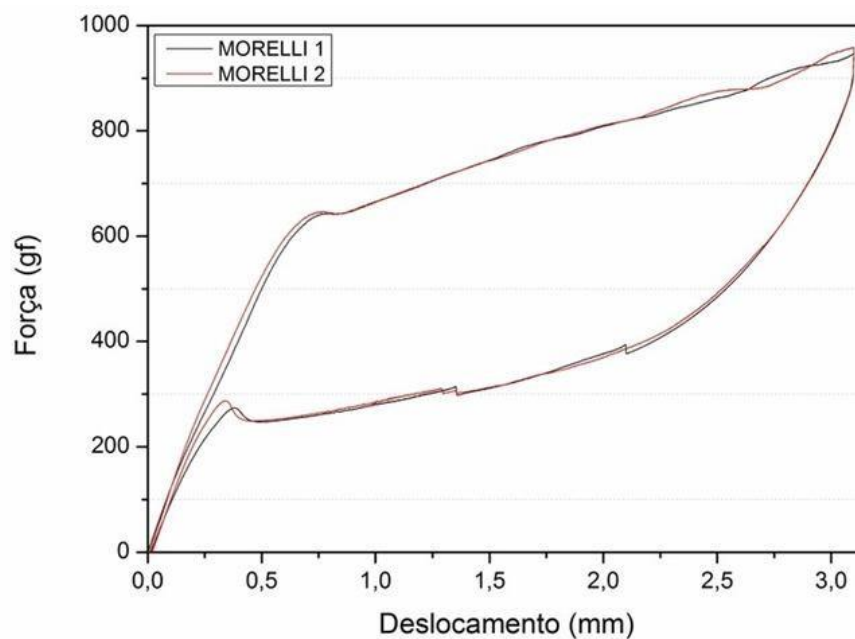
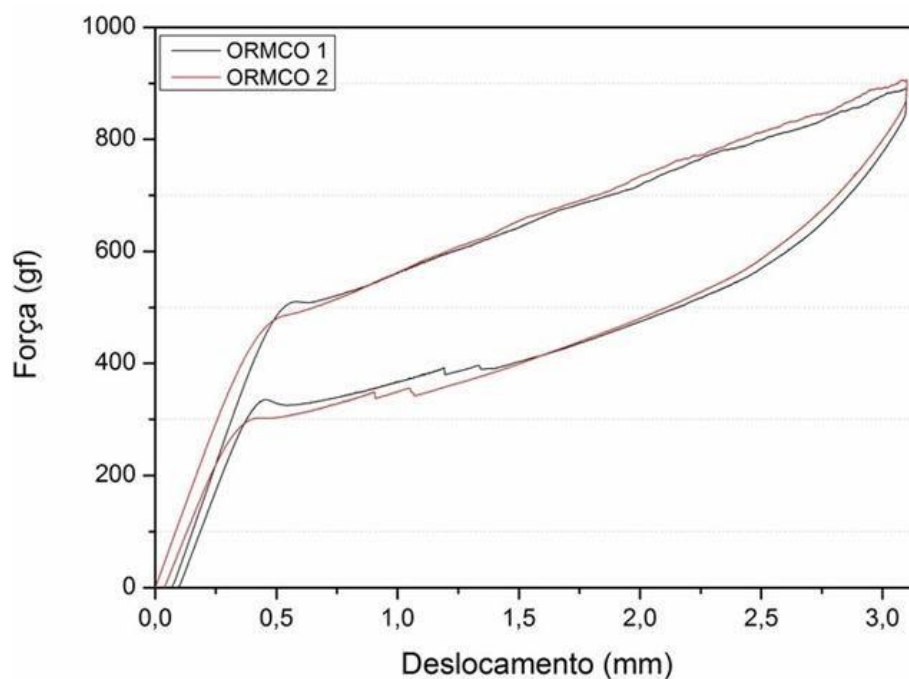


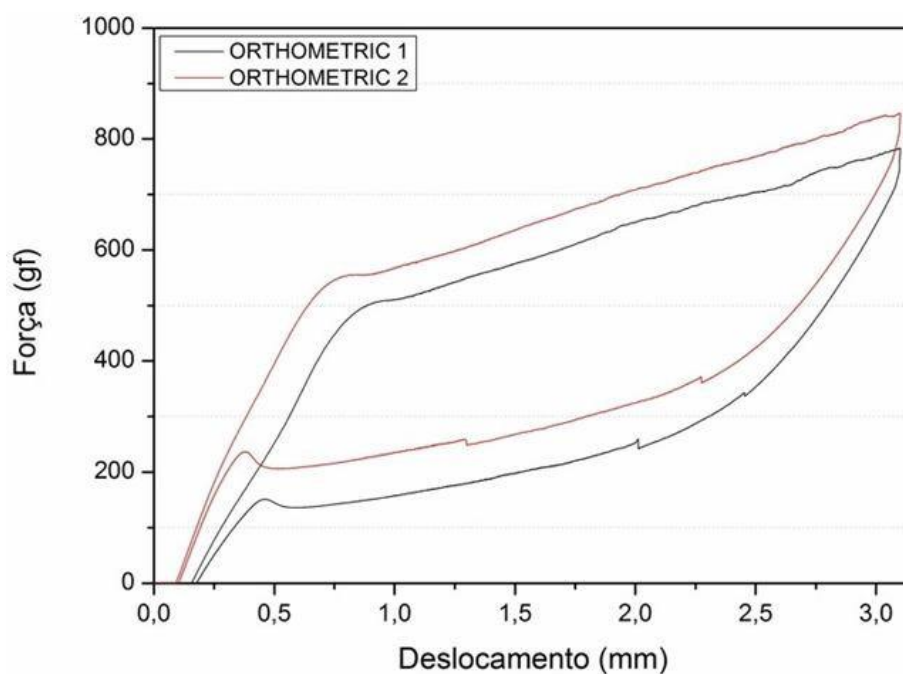
Figura 41 - Força versus deslocamento Ormco.



Na Figura 41 para a marca comercial Ormco, visualiza-se o platô martensítico, os fios voltaram à forma original após a desativação e os traçados ficaram bem próximos.

Na Figura 42, para a marca comercial Orthometric, houve o platô martensítico, os fios recuperaram sua forma original após a desativação, porém os traçados das curvas diferiram entre si, resultando em forças diferentes de ativação e desativação entre as amostras de um mesmo lote.

Figura 42 - Força versus deslocamento Orthometric.



6. DISCUSSÃO

Diante da evolução dos materiais utilizados em Ortodontia, faz-se necessário o estudo das características térmicas e do comportamento mecânico que estes materiais exprimem quando inseridos nos slots dos braquetes dos dentes desalinhados, durante o tratamento ortodôntico.

Todas as amostras utilizadas neste estudo são de fios ortodônticos termoativados, ou seja, a transformação martensítica ocorre por uma variação de temperatura e também por uma deformação (transformação martensítica induzida pelo stress) (FERNANDES et al, 2011).

Foram utilizados marcas comerciais usualmente utilizadas no mercado brasileiro de diâmetro 0.019" x 0.025", diâmetro utilizado em braquetes com canaletas 0.022", o que permite controle de torque durante o alinhamento e nivelamento, nos estágios iniciais do tratamento. Essa é uma vantagem do uso de fios termoativados, já que espera-se que estes liberem forças leves e constantes, além disso, são bastante maleáveis a temperatura ambiente, o que permite sua inserção fácil nas canaletas dos braquetes (SAKIMA et al., 2006).

Os testes de flexão de 3 Pontos e Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) foram realizados de acordo com a normatização Internacional para testes em fios ortodônticos, ISO 15841 (2014), a Análise Dinâmico Mecânica foi realizada de acordo com a metodologia usada em artigos para materiais metálicos (VAN HUMBEECK, 2003; SILVA, 2011; NESPOLI, 2012), pois não há padronização para a realização desta técnica para fios ortodônticos.

A padronização destes testes é importante para permitir a comparação dos resultados encontrados com outros trabalhos científicos já publicados.

Para facilitar a discussão dos resultados obtidos, esta seção será dividida em tópicos.

6.1 Flexão de 3 pontos

O teste de flexão de 3 pontos é utilizado para carregar e descarregar o fio, gerando um gráfico de carga/deflexão, que simula o trajeto de um dente desalinhado, ao se inserir o arco na canaleta do braquete. O fio é carregado ou ativado quando inserido no braquete, e desativado quando retorna sua forma original, descarregando força. Sendo assim, a força de interesse em ortodontia é a força de desativação representada no gráfico força *versus* deflexão em forma de um platô, correspondente ao processo reverso da martensita para austenita, onde a força é quase constante (Van Aken 2008).

Todos os arcos estudados apresentaram o platô martensítico, denotando comportamento termoelástico a 37°C, sendo então considerados termoativados, porém com diferentes níveis de forças de desativação, corroborando com os estudos de Ibne e Segner (1998), Nakano et al., (1999), Garrec e Jordan (2004), Sakima (2006) e Figueiredo (2012).

Neste estudo, os ensaios de flexão de 3 pontos foram realizados em um ambiente de temperatura controlada, que mantém o metal em estabilidade das temperaturas de transição com melhor expressão da memória de forma (HIDA et al., 2013).

Segundo a literatura, a temperatura média bucal varia entre 33°C e 37°C em 79% do tempo (SAKIMA, 2006), podendo variar com a ingestão de alimentos quentes e/ou frios (AIROLDI, 1997). Assim, temperatura utilizada foi 37°C, temperatura ideal para expressar as propriedades termoelásticas dos arcos termoativados, pois estes encontram-se parcialmente martensíticos (SANTORO, 2001), corroborando com estudos já realizados por Burstone et al. (1985), Miura et al. (1986), Yoneyama et al. (1993), Nakano et al (1999), Fischer-Brandies et al.(2002), Lijima et al (2002), Bartzela et al. (2007), Figueiredo et al. (2012), Lombardo et al. (2012) e Reis et al. (2014).

Embora seja praticamente impossível simular uma situação clínica (SEGNER,1995), o teste flexão de 3 pontos é útil para oferecer parâmetros de comparação entre amostras, oferecendo ótima reprodutibilidade (BARTZELA, 2007).

Este teste avalia a real condição mecânica dos fios, sendo que clinicamente estes resultados tendem a ser maiores, não implicando em valores exatos de forças, mas na sua amplitude (menor ou maior) que podem ser extrapolados para o uso clínico (WILKINSON, 2002).

Dentre as marcas comerciais estudadas, o fio ortodôntico da GAC apresentou menores forças na desativação em 2,0 mm, 1,0 mm e 0,5 mm, corroborando os resultados do trabalho de Figueiredo (2012) que também realizou flexão de 3 pontos em amostras de 0.019"x 0.025" e com o trabalho de Sakima (2006), que também encontrou níveis de forças mais baixos para esta marca comercial.

Na desativação de 3,0 mm, o menor nível de força encontrado foi da marca Aditek, seguida pela GAC, resultados de acordo com os encontrados por Figueiredo (2012).

Por outro lado, a marcaOrmco apresentou os maiores níveis de força de desativação em 2,0 mm, 1,0 mm e 0,5 mm, ficando atrás da marca Orthometric, divergindo dos achados de Figueiredo (2012), onde a marca Orthometric liberou maiores níveis de força de desativação em todas as deflexões estudadas, comparando-se com a Ormco.

Pompey-Reynolds (2014) realizou um estudo para avaliar as variações de forças para o arco ortodôntico de cobre-níquel-titânio, para a marca comercial da Ormco (CuNiTi 35°C) 0.016"x 0.022", entre outras, de lotes diferentes, e encontrou consideráveis diferenças entre as forças liberadas na desativação; sobrepondo-se as curvas do gráfico força x deflexão, observou estas distinções, e concluiu que, um mesmo material, de mesma dimensão e mesmo fabricante, mas de diferentes lotes, não exprimem mesmas propriedades mecânicas.

Isso justifica as diferenças deste trabalho com o encontrado no trabalho de Figueiredo (2012) para o fio da Ormco, já que os materiais analisados foram de lotes diferentes.

Pode-se visualizar no gráfico força x deflexão deste trabalho para a liga CuNiTi 35°C (Ormco) que os traçados diferiram entre si, corroborando o achado de

Pompey-Reinolds quanto à distinção das propriedades mecânicas de um mesmo material, embora neste trabalho as duas amostras sejam do mesmo lote.

Fica evidente neste trabalho a falta de padronização nas forças entre as marcas comerciais testadas, fato também relatado em outros estudos (BARTZELA, 2007; REIS, 2014; LOMBARDO, 2012; GURGEL, 2001; FIGUEIREDO, 2012) para um mesmo diâmetro, fios considerados termoativados deveriam expressar forças similares, não importa a marca comercial utilizada. Estas divergências podem estar relacionadas ao processo de fabricação destas ligas, ao tratamento térmico recebido, a proporção dos componentes presentes nas ligas (níquel, titânio, cobre) (SANTORO, 2001).

Diante desses achados, os parâmetros mecânicos de cada liga deveriam vir especificados nas embalagens dos produtos (KAYSER, 2002).

6.2 Análises térmicas: DSC e DMA

Análises térmicas são amplamente utilizadas para a determinação do Intervalo de Transição Térmica (ITT) de ligas metálicas de NiTi, pois estas sofrem mudança de fase pela transformação martensítica, fato intimamente relacionado à expressão do comportamento termo-mecânico destas ligas.

O uso de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) é muito comum em fios ortodônticos, citada em diversos estudos. (BIERMANN et al., 2007; REN et al., 2008; BRAUCHLI, 2011; NESPOLI, 2011; SPINI, 2012; POMPEY-REINOLD, 2014; NESPOLI, 2015).

Shaw et al., (1995) realizaram experimentos de DSC em ligas de NiTi em um intervalo de temperatura de -70 a 100°C, e caracterizaram as transformações de fase destas ligas, bem como as respectivas temperaturas de transição térmica: Ms (Martensite Start), Mf (Martensite Finish), As (Austenite Start), Af (Austenite finish) e fase R (Rhombohedral).

Laino et al., (2012) analisaram o correlacionamento entre as análises de DSC e DMA, a fim de melhor se caracterizar o comportamento termomecânico de fios ortodônticos de NiTi, e concluíram que estas análises contribuem para a determinação da transformação de fase, porém com resultados diferentes. No DMA, os ensaios são dinâmico-mecânicos, ou seja, uma tensão é aplicada em uma determinada frequência e faixa de temperatura, enquanto que no DSC a análise é feita livre de stress/deformação. Assim, os resultados fornecidos por DMA tendem a ser mais próximos do encontrado clinicamente (LAINO et al., 2012).

Neste estudo, de acordo com a tabela, comparamos estatisticamente os resultados encontrados por DSC e DMA, em relação às temperaturas austeníticas iniciais e finais de fios ortodônticos termoativados, e concluímos que em 50% das marcas comerciais estudadas (Aditek, Eurodonto e GAC) não foram notadas diferenças estatísticas significantes. Por outro lado, essas diferenças foram encontradas nas marcas comerciais Morelli, Ormco e Orthometric.

Vários fatores podem influenciar a resposta mecânica destes materiais, tais como a composição da liga (porcentagens de Ni, Ti e adições de cobre), o tratamento térmico a que são submetidas e sua conformação a frio (Fernandes, 2011); provavelmente estas diferenças encontradas para estas marcas comerciais entre DSC e DMA podem ser decorrentes destes detalhes no processo de fabricação destes materiais, que sob uma determinada deflexão expressam diferentes respostas mecânicas.

O DSC é uma análise de baixa sensibilidade, em especial para materiais não puros, como as ligas de NiTi, e a quantidade de material utilizada no ensaio é menor do que a utilizada no DMA. Desta forma, o DMA se mostra mais uniforme e eficiente (Neto, 2014).

Para a liga da Aditek não foram encontradas diferenças estatísticas significantes entre DSC e DMA quanto às temperaturas austeníticas finais, que foram respectivamente 25°C e 26°C. Esse achado para o DSC corrobora o resultado de Spini et al., (2012), que encontrou um A_f de 24,75°C para esta liga. Extrapolando para o teste de Flexão de 3 Pontos, esta liga foi a que liberou a menor força de

desativação na deflexão de 3 mm, provavelmente devido a formação de SIM (Martensita Induzida por Tensão), já que na temperatura bucal esta liga se encontrava totalmente austenítica. (SANTORO et al., 2001).

O mesmo aconteceu com a liga da GAC, não houve diferença estatística significativa entre DSC e DMA, com Af 29°C e Af 27°C respectivamente. O Af para o DSC corroborou o achado por Spini et al (2012), Bishara et al., (1995) e Santoro et al., (2001), que encontraram um Af de 28°C. Extrapolando para o teste de flexão de 3 Pontos, esta marca comercial foi a que liberou menores forças nas desativações de 2,0, 1,0 e 0,5mm; neste caso expressou memória de forma, pois na temperatura ambiente encontra-se em uma mistura de martensita e austenita, mais maleável, sendo facilmente encaixado ao slot do braquete e retornando a sua forma original ao se aquecer até a temperatura bucal (37°C), liberando forças leves e constantes. Pode haver a SIM na deflexão de 2 mm.

Para a liga da Eurodonto, não houve diferenças estatísticas significantes entre o Af do DSC e o Af do DMA, sendo 39°C e 37°C, respectivamente.

Não foi encontrado na literatura análise de DSC para esta marca comercial, porém ela é muito usada entre os ortodontistas brasileiros, com excelente custo/benefício.

Este fio liberou forças intermediárias quando comparado com as outras marcas comerciais estudadas. Nesta faixa de temperatura, o fio apresenta uma mistura de martensita e austenita, ficando totalmente austenítico ao se ingerir insumos quentes, apresentando então memória de forma.

O Af especificado na embalagem pelo fabricante é de 35°C, diferindo em 4°C para o DSC e em 2°C para o DMA.

Para a liga da Morelli, houve uma diferença estatística significativa entre os achados de DSC e DMA para o Af. O Af no DSC foi 20°C, corroborando com Spini et al., (2012), e para o DMA foi de 33°C, indicando um comportamento muito diferente quando submetido a uma análise dinâmica. Extrapolando para a flexão de 3 Pontos, este fio foi o que liberou maiores forças nas desativação de 3 mm, nas demais ativações foi o penúltimo que mais liberou forças, após a Ormco. Em 33°C há uma

mistura de martensita e austenita, havendo memória de forma quando exposto à temperatura bucal.

Para a liga da Ormco, o CuNiTi 35°C, o resultado médio para a Af do DSC foi de 35°C, corroborando os estudos de Brantley et al., (2003), Biermann et al., (2007) e Laino et al., (2012), porém divergindo do encontrado por Spini et al., (2012) que encontrou um Af de 42°C para fios de 0.019"x 0,025". Além disso, o Af por DSC divergiu muito do Af encontrado por DMA, que foi de 23,5°C. Estes resultados expressam comportamentos mecânicos totalmente diferentes, ou seja, um Af de 23,5°C na temperatura bucal este fio encontra-se totalmente austenítico, com maior módulo de elasticidade, então tende a liberar forças maiores sob deflexão se não houver a formação de SIM. Comparando-se com os resultados do teste de Flexão de 3 Pontos, esta marca comercial foi a que liberou maiores forças na desativação de 2,0, 1,0 e 0,5 mm e o segundo maior na desativação de 3,0 mm.

Pompey-Reinolds et al., (2014) estudou lotes diferentes de CuNiTi 35°C 0.016"x 0.022" e concluiu que, o mesmo material, de um mesmo fabricante, não possui mesmas propriedades mecânicas, pois encontrou diferenças estatísticas significantes tanto para o Af quanto para as forças de desativação. O mesmo se deu no estudo de Rosen (2016), que avaliou 6 marcas comerciais de CuNiTi, entre elas o CuNiTi 35°C da Ormco, através de Flexão de 3 Pontos e DSC, e encontrou diferenças estatísticas significantes, principalmente para a Ormco, o que surpreendeu por esta ser uma marca comercial que já está no mercado há anos e é considerada muito boa. O Af informado pelo fabricante na embalagem (35°C) coincidiu com o DSC.

Para a Orthometric, encontramos diferenças estatísticas significantes entre DSC e DMA, com Af de 44°C para o DSC e 37°C para o DMA. Este estudo corroborou o achado por Spini et al., (2012) para esta liga, que encontrou um Af de 45,42°C na análise de DSC.

No ensaio de Flexão de 3 Pontos este fio liberou forças intermediárias entre as ligas encontradas, o que corrobora com o achado de DMA para o Af, pois de acordo com o Af pelo DSC (44°C), esta liga na temperatura bucal estaria em uma mistura

de martensita e austenita, mais flexível, atingindo sua forma de maior rigidez (austenítica) apenas com a ingestão de insumos quentes, então deveria liberar forças bem leves. De acordo com a literatura, fios com o Af acima da temperatura bucal são indicados para o tratamento de pacientes com problemas periodontais onde a movimentação dentária requer o mínimo de força possível, e também para pacientes com baixo limiar de dor. (Martins et al., 1996)

As temperaturas encontradas não coincidiram com o informado pelo fabricante na embalagem (35°C), diferindo em 9°C para a DSC e 2°C para a DMA.

Diante do exposto, podemos considerar que as respostas mecânicas encontradas nos ensaios mecânicos de Flexão de 3 Pontos coincidiram com as temperaturas austeníticas finais encontradas no ensaio de DMA.

Embora alguns autores cite que as temperaturas Af na DMA tendem a ser maiores que as encontradas por DSC, principalmente devido à formação de SIM (Laino et al., 2012), Rieger et al., (2001) afirma que, dependendo do tipo de material e do tipo de ensaio utilizado (clamps do DMA) existem exceções. Neste caso, peculiaridades das ligas de NiTi deste estudo podem justificar as diferenças encontradas entre as duas técnicas, já que apenas para a marca Morelli o resultado foi maior.

7 CONCLUSÃO

De acordo com o encontrado em nosso estudo conclui-se que:

As respostas mecânicas quanto a quantidade de força na desativação avaliadas por Flexão de 3 pontos diferem entre as marcas comerciais estudadas, mesmo em materiais de mesma classificação (termoativados) e mesmo diâmetro (0.019"X 0.025").

Dentre as marcas comerciais estudadas, a Aditek e GAC foram as que apresentaram menores níveis de força na desativação de 0,5, 1,0,2,0 e 3,0 mm. As marcas comerciaisOrmco e Morelli apresentaram os maiores níveis de força. Eurodonto e Orthometric apresentaram forças intermediárias.

Houve diferenças estatisticamente significantes entre as temperaturas austeníticas finais encontradas por DSC e por DMA em 50% das amostras, sendo DSC = DMA para Aditek, Eurodonto e GAC.

Normas de padronização para a Análise Dinâmico-Mecânica serão propostas para órgãos competentes como ISO e ADA.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Burstone CJ, Goldberg AJ. Beta titanium: a new orthodontic alloy. Am J Orthod. 1980;77(2):121-32.
2. Airoidi G, Riva G, Vanelli M, Filippi V, Garattini G. Oral environment temperature changes induced by cold/hot liquid intake. Am J Orthod Dentofacial Orthop. 1997;112(1):58-63.
3. Andreasen G. A clinical trial of alignment of teeth using a 0.019 inch thermalnitinol wire with a transition temperature range between 31 degrees C. and 45 degrees C. Am J Orthod Dentofacial Orthop. 1980;78(5):528-37.
4. Andreasen G. Treatment advantages using nitinol wire instead of 18-8 stainless wires with the edgewise bracket. Quintessence Int Den Dig. 1980;11(12):43-51.
5. Andreasen G, Brady PR. A use hypothesis for 55 Nitinol wire for orthodonticsThe Angle orthodontist. 1972;42(2):172-7.
6. American Society for Testing and Materials. ASTM D3418-08. TransitionTemperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry. 2008:1-7. [acesso 2009 nov 30]. Disponível em: <http://www.astm.org/Standards/D3418.htm>.
7. Bartzela TN, Senn C, Wichelhaus A. Load-deflection characteristics of superelastic nickel-titanium wires. The Angle orthodontist. 2007;77(6):991-8.
8. Beer FP, Jonhston ER. Resistência dos materiais. 2 ed 1989. São Paulo, 1249 p.

9. Biermann MC, Berzins DW, Bradley TG. Thermal analysis of as-received and clinically retrieved copper-nickel-titanium orthodontic archwires. *The Angle orthodontist*. 2007;77(3):499-503.
10. Bishara SE, Winterbottom JM, Sulieman AH, Rim K, Jakobsen JR. Comparisons of the thermodynamic properties of three nickel-titanium orthodontic archwires. *The Angle orthodontist*. 1995;65(2):117-22.
11. Bolender Y, Verniere A, Rapin C, Filleul MP. Torsional superelasticity of NiTi archwires. *The Angle orthodontist*. 2010;80(6):1100-9.
12. Bradley TG, Brantley WA, Culbertson BM. Differential scanning calorimetry (DSC) analyses of superelastic and non-superelastic nickel-titanium orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1996;109(6):589-97.
13. Brantley WA, Iijima M, Grentzer TH. Temperature-modulated DSC provides new insight about nickel-titanium wire transformations. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2003;124(4):387-94.
14. Brauchli LM, Keller H, Senn C, Wichelhaus A. Influence of bending mode on the mechanical properties of nickel-titanium archwires and correlation to differential scanning calorimetry measurements. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2011;139(5):e449-54.
15. Buehler WJ, Cross, W.B. 55-Nitinol, Unique Wire Alloy with a Memory. *Wire Journal*. 1969;2:41-9.
16. Burstone CJ, Qin B, Morton JY. Chinese NiTi wire—a new orthodontic alloy. *American J Orthod Dentofacial Orthop*. 1985;87(6):445-52.

17. Cassu SN and Felisberti MI. Comportamento dinâmico-mecânico e relaxações em polímeros e blendas poliméricas. *Química Nova* ,2005;28:255-263.
18. Chen R, Zhi YF, Arvystas MG. Advanced Chinese NiTi alloy wire and clinical observations. *The Angle orthodontist*. 1992 Spring;62(1):59-66.
19. Coluzzi B, Biscarini, A. , Di Masso, L. , Mazzolai, F.M., Guerra, M., Santoro, M. Phase transition features of Nickel-Titanium orthodontic wires subjected to constant bending strains. *J Alloys Compounds* 1996;233:197-205.
20. Van Aken CAJM, Pallav P, Kleverlaan CJ, Kuitert RB, Prahl-Andersen B, Feilzer AJ. Effect of long-term repeated deflections on fatigue of preloaded superelastic nickel- titanium archwires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2008;133:269-76.
21. Dalstra M, Melsen B. Does the transition temperature of Cu-NiTi archwires affect the amount of tooth movement during alignment?. *Orthodontics & craniofacial research*. 2004;7(1):21-5.
22. Evans TJ, Durning P. Aligning archwires , the shape of things to come ?—a fourth and fifth phase of force delivery. *British Journal Of Orthodontics*. 1996;23 (3):269-75.
23. Fernandes DJ, Peres RV, Mendes AM, Elias CN. Understanding the ShapeMemory Alloys Used in Orthodontics. *ISRN Dentistry*. 2011;2011:132408. doi:10.5402/2011/132408.
24. Fischer-Brandies H, Es-Souni M, Kock N, Raetzke K, Bock O. Transformation behavior, chemical composition, surface topography and bending properties of five selected 0.016“ x 0.022” NiTi archwires. *J Orofac Orthop*. 2003;64(2):88-99.

25. Figueiredo MM, Cançado RH, Freitas KMS, Valarelli FP. Comparison of deactivation forces between thermally activated nickel-titanium archwires. *Journal of Orthodontics*. 2012; 39:111-116.
26. Funakubo H. *Shape Memory Alloys*. New York: Gordon and Breach Science Publisher 1987. 276 p.
27. Garner LD, Allai WW, Moore BK. A comparison of frictional forces during simulated canine retraction of a continuous edgewise arch wire. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1986;90(3):199-203.
28. Garrec P, Jordan L. Stiffness in bending of a superelastic Ni-Ti orthodontic wire as a function of cross-sectional dimension. *The Angle orthodontist*. 2004;74(5):691-6.
29. Gherasel H. *Relação entre força e deflexão na ativação e desativação de fios ortodônticos de níquel-titânio*. [Tese de Doutorado] São Paulo: Universidade de São Paulo; 2005.
30. Gianelly AA, Goldiman H.M. *Biologic basis of orthodontics*. Philadelphia: Leaand Febiger. 1971. 414 p.
31. Gurgel JA, Kerr S, Powers JM, LeCrone V. Force-deflection properties of superelastic nickel-titanium archwires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2001;120(4):37882, (A).
32. Gurgel JA, Ramos, A.L., Kerr, S.D. Fios Ortodônticos. *R Dental Press Ortodon Ortop Maxilar*. 2001;6(4):113-4, (B).

33. Haines PJ. Thermal methods of Analysis: principles, applications and problems. Glasgow: Blackie Academic and Professional. 1995;1:282.
34. Hida M, Miyazawa K, Tsuruta S, Kurosawa M, Hata Y, Kawai T, Gato S. Effect of heat treatment conditions on the mechanical properties of Ti-6Mo-45Ni alloy for orthodontic wires. Dent Mater J. 2013;32:462-467.
35. Hodgson DB, W; Jeffrey, W. Using nitinol alloys. Shape memory applications 2000.
36. Ibne DM, Segner D. Superelastic materials displaying different force levels within one archwire. J Orofacial Orthop. 1998;59(1):29-38.
37. International Organization for Standardization. ISO. 15841:2014 . Dentistry wires for use in orthodontics. International Organization for Standardization. 2014.
38. Iijima M, Ohno H, Kawashima I, Endo K, Mizoguchi I. Mechanical behavior at different temperatures and stresses for superelastic nickel-titanium orthodontic wires having different transformation temperatures. Dent Mater. 2002;18(1):88-93.
39. Jacobus K, Sehitoglu H, Balzer M. Effect of stress state on the stress induced martensitic transformation in polycrystalline Ni-Ti alloy. Metallurgical and Materials Transactions. 1996; 27A:3066-73.
40. Kao CT, Ding SJ, Min Y, Hsu TC, Chou MY, Huang TH. The cytotoxicity of orthodontic metal bracket immersion media. European J Orthod. 2007; 29: 198-203.

41. Kapila S, Angolkar PV, Duncanson MG, Jr., Nanda RS. Evaluation of friction between edgewise stainless steel brackets and orthodontic wires of four alloys. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1990;98(2):117-26.
42. Kayser D, Bourauel C, Braumann B, Jager A. [Comparison of mechanical properties of orthodontic nickel-titanium wires]. *Biomedizinische Technik*. 2002;47(12):334-42.
43. Khier SE, Brantley WA, Fournelle RA. Bending properties of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1991;99(4):310-8.
44. Kusy RP. A review of contemporary archwires: their properties and characteristics. *The Angle orthodontist*. 1997;67(3):197-207.
45. Kusy RP, Whitley JQ. Thermal and mechanical characteristics of stainless steel, titanium-molybdenum, and nickel-titanium archwires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2007;131(2):229-37.
46. Laino G, De Santis R, Gloria A, Russo T, Quintanilla DS, Laino A, Martina R, Nicolais L, Ambrosio L. Calorimetric and thermomechanical properties of titanium-based orthodontic wires: DSC/DMA relationship to predict the elastic modulus. *Journal of biomaterials applications*. 2012;26(7):829-44.
47. Lorandi NP, Cioffi MOH, Jr HO. Análise Dinâmico-Mecânica de Materiais Compósitos Poliméricos. *Scientia Cum Industria*. 2016;4(13):48-60.
48. Libenson C, Gil FJ, Planell JA. Differences in the pseudoelasticity behaviour of Ni-Ti orthodontic wires. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 1993;4:281-284.

49. Lombardo L, Marafioti M, Stefanoni F, Mollica F, Siciliani G. Load deflection characteristics and force level of nickel titanium initial archwires. *Angle Orthod.* 2012;82:507-521.
50. Martins JCR, Selaimen, C.R.P., Gandini Junior, L.G., Martins, L.P., Ravel, D.B. Utilização de fios de memória nas fases de nivelamento e fechamento de espaço na ortodontia contemporânea. *R Dental Press Ortodon Ortop Maxilar.* 1996;1(2):78-83.
51. Meling TR, Odegaard J. The effect of short-term temperature changes on the mechanical properties of rectangular nickel titanium archwires tested in torsion. *The Angle orthodontist.* 1998;68(4):369-76.
52. Meling TR, Odegaard J. The effect of temperature on the elastic responses to longitudinal torsion of rectangular nickel titanium archwires. *The Angle orthodontist.* 1998;68(4):357-68.
53. Menezes LM, Quintao CA, Bolognese AM. Urinary excretion levels of nickel in orthodontic patients. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2007;131(5):635-8.
54. Miura F, Mogi M, Ohura Y, Hamanaka H. The superelastic property of the Japanese Ni-Ti alloy wire for use in orthodontics. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1986;90(1):1-10.
55. Miura F, Mogi M, Okamoto Y. New application of superelastic NiTi rectangular wire. *J Clin Orthod.* 1990;24(9):544-8.
56. Moore RJ, Watts JT, Hood JA, Burritt DJ. Intra-oral temperature variation over 24 hours. *European journal of orthodontics.* 1999;21(3):249-61.

57. Nelson KR, Burstone, C.J., Goldberg, A.J. Optimal welding of beta titanium orthodontic wires. American J Orthod Dentofacial Orthop. 1987;92(3):213-19.
58. Motta ATS, Gravina MA, Quintão CCA, Mendes AM. Histórico de fios utilizados em ortodontia / Review of orthodontic wires. Ortodon. 2003;7(1):64-70.
59. Nakano H, Satoh K, Norris R, Jin T, Kamegai T, Ishikawa F, Beng KH. Mechanical properties of several nickel-titanium alloy wires in three-point bending tests. Am J Orthod Dentofacial Orthop. 1999;115(4):390-5.
60. New American Dental Association nº 32 for orthodontic wires not containing precious metals. Council on Dental Materials and Devices. Journal of the American Dental Association (1939). 1977;95(6):1169-71.
61. Nespoli A, Villa E, Bergo L, Rizzacasa A, Passaretti F. DSC and three-point bending test for the study of the thermal- mechanical history of NiTi and NiTi-based orthodontic archwires. J. Thermal Anal. Calorim. 2015;120:1129-1138.
62. Nespoli A, Passaretti F, Villa E. Phase transition and mechanical damping properties: A DMTA study of NiTiCu shape memory alloys. Intermetallics. 2013;32:394-400.
63. Neto SC. DMA – O que é preciso saber antes de sua utilização (parte III). Brazilian J Thermal Analysis. 2014.3(1-2):26E-29E.
64. Phillips F. Propriedades Físicas dos Materiais Dentários. In: Phillips F, ed. *Materiais Dentários*. 9 ed. Rio de Janeiro: Guanabara 1993:16-34.

65. Pompey- Reynolds RC, Kanavakis G. Interlot variations of transition temperature range and force delivery in cooper-nickel-titanium orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2014; 146(2):215-226.
66. Proffit W. *Ortodontia Contemporânea*. 2 ed: Guanabara Koogan 1995. Rio de Janeiro, 580 p.
67. Quintão CCA, Brunharoi, I.H.V.P. Fios ortodônticos: conhecer para otimizar a aplicação clínica. *R Dental Press Ortodon Ortop Maxilar*. 2009;14(6):144-57.
68. Reis W. *Caracterização das ligas de Ni-Ti para Ortodontia*. [Dissertação de mestrado]. Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia; 2001.
69. Reis PHF, Souza, JMF, Ruella WS, Paranhos LR, Sakima MT, Lima-Rivera LM. Comparação da razão carga/deflexão entre fios ortodônticos de Ni-Ti termoativados 0.014"X 0.025" e 0.016"X 0.022". *Biosci. J.* 2014;30(4):1259-1268.
70. Ren CC, Bai YX, Wang HM, Zheng YF, Li S. Phase transformation analysis of varied nickel-titanium orthodontic wires. *Chinese medical journal*. 2008;20,121(20):2060-2064.
71. Rieger J. The glass transition temperature Tg of polymers – Comparison of the values from differential thermal analysis (DTA, DSC) and dynamic mechanical measurements (torsion pendulus). *Polymer testing*, 2001. 20(2):199-204.
72. Rodriguez C., Brown, LC. *The Mechanical properties of SME alloys. Shape Memory effects in alloys*. Springer, Boston, MA p. 29-58.
73. Saburi TT, T; Nenno, S. Effects of heat treatment on mechanical behavior of TiNi alloys. *Journal de Physique*. 1982;43:C4 261-6.

74. Sachdeva RCL. Ortodontia com temperatura de transformação variável Copper Ni-Ti torna isto uma realidade. *Clinical Impressions*. 1997;1:2-9.
75. Sakima MT, Dalstra M, Melsen B. How does temperature influence the properties of rectangular nickel-titanium wires? *European journal of orthodontics*. 2006;28(3):282-91.
76. Santoro M, Beshers DN. Nickel-titanium alloys: stress-related temperature transitional range. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2000;118(6):685-92.
77. Santoro M, Nicolay OF, Cangialosi TJ. Pseudoelasticity and thermoelasticity of nickel-titanium alloys: a clinically oriented review. Part I: Temperature transitional ranges. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2001;119(6):587-93.
78. Santoro M, Nicolay OF, Cangialosi TJ. Pseudoelasticity and thermoelasticity of nickel-titanium alloys: a clinically oriented review. Part II: Deactivation forces. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2001;119(6):594-603.
79. Sakaguchi RL, Shah NC, Lim BS, Ferracone JL, Borgersen SE. Dynamic mechanical analysis of storage modulus development in light-activated polymer matrix composites. *Dental materials*. 2002; 18(3):197-202.
80. Stark W. Investigation of the curing behavior of carbon fibre epoxy prepreg by Dynamic Mechanical Analysis DMA. *Polymer Testing* . 2013; 32(2):231-239.
81. Segner D, Ibe D. Properties of superelastic wires and their relevance to orthodontic treatment. *European journal of orthodontics*. 1995 Oct;17(5):395-402.

82. Sehitoglu H, Karaman I, Zhang X, Chumlyakov Y, Kirueva I, Maier HJ. Deformation of NiTiCu Shape Memory Single Crystals in Compression. *Metallurgical and Materials Transactions* 2001;32(3):477-89.
83. Shaw JS, Kyriakides, S. Thermomechanical aspects of NiTi. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 1995;43(8):1243-81.
84. Silva NJ, Araújo CJ, Gonzalez CH, Grassi END, Oliveira CAN. Estudo comparativo das propriedades dinâmicas de uma liga NiTi com memória de forma e materiais estruturais clássicos. *Revista Matéria*. 2011;16(4):830-835.
85. Thompson S. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. *Int Endod J*. 2000;33:297-310.
86. Tonner RI, Waters NE. The characteristics of super-elastic Ni-Ti wires in three point bending. Part I: The effect of temperature. *European journal of orthodontics*. 1994;16(5):409-19.
87. Toyama C. Estudo comparativo das características força X deflexão, entre fios ortodônticos da liga níquel-titânio e fios trançados e torcidos de aço inoxidável: análise da superfície dos fios e avaliação da ocorrência de corrosão em fios da liga níquel-titânio, através do microscópio eletrônico de varredura. São Bernardo do Campo: Faculdade de Ciências Biológicas e da Saúde do Instituto Metodista de Ensino Superior, da Federação das Escolas Superiores do ABC; 1995.
88. Tuissi A, Ranucci T, Ceresara S, Santoro M. Pseudoelasticity and transformation feature of some Nickel-Titanium orthodontic commercial wires. *J Physique IV*. 1995;8:1229-34.

89. Van Aken CAJM, Pallav P, Kleverlaan CJ, Kuitert RB, Prahl-Andersen B, Feilzer AJ. Effect of long-term repeated deflections on fatigue of preloaded superelastic nickel-titanium archwires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2008; 133:269-76.
90. Van Humbeeck, J. Damping capacity of thermoelastic martensite in shape memory alloys. *J of Alloys and Compounds*. 2003;355:58-64.
91. Villarinho DS, L; Saueressig, MG; Macedo, BR; Baldissera, D; Macedo Neto, AV. Liga com memória de forma: estudo preliminar do grampo de Judet de nitinol e sua possível aplicação em tórax instável. *Rev HCPA*. 2010;30(1):43-8.
92. Volchansky A, Cleaton-Jones P. Variations in oral temperature. *Journal of oral rehabilitation*. 1994;21(5):605-11.
93. Wasilevski RJ. On the Nature of the Martensitic Transformation. *Metallurgical and Materials Transactions* 1975:1405-18.
94. Wilkinson PD, Dysart PS, Hood JA, Herbinson GP. Load-deflection characteristics of superelastic nickel-titanium orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2002;121(5):483-95.
95. Yoneyama T, Doi, H., Hamanaka, H. Bending properties and transformation temperatures of heat treated NiTi alloys wires for orthodontic appliances. *J Biomed Mater Res* 1993;27:339-42.
96. Spini TS, Valarelli FP, Cançado RH, Freitas KMS, Villarinho DJ. Transition temperature range of thermally activated nickel-titanium archwires. *J Appl Oral Sci., Bauru*, 2014;22(2):109-117.

ANEXO A: RELATÓRIO DE ENSAIO PARA DMA

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS
LABORATÓRIO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS



Documento nº.: 03.05.03.01/06

Página 1 de 2

RELATÓRIO DE ENSAIO**Nº. 035/16****Data:** 26/07/2016.**CLIENTE**

Empresa/Endereço: Universidade Federal do Mato Grosso do Sul
Cidade Universitária – Caixa Postal 549
Campo Grande – MS. CEP 79.070-900

Solicitante: Tatiana Sobottka Spini

AMOSTRAS

Identificação: Aditek 1, Aditek 2, Morelli 1, Morelli 2, Eurodonto 1, Eurodonto 2, GAC 1, GAC 2, Orthometic 1, Orthometic 2, ORMCO 1, ORMCO 2.

Descrição: Fios de nitinol utilizados em aparelhos ortodônticos.

ENSAIO

Método usado: DMA – Multi-Strain – Single Frequency. Clamp 3-Point Bend.

Equipamento: DMA 2980 - TA Instruments.

Preparo das amostras: Corte de corpos de prova com aproximadamente 20 mm de comprimento e seção transversal de 0,63 mm x 0,48 mm. Distância entre os apoios (span) de 15 mm.

Parâmetros: Taxa de aquecimento: 2 °C/min; Faixa de temperatura: -20 °C a 60 °C; Amplitude de deformação: 100 µm; Frequência: 1 Hz; Força de pré-carga 0,02 N.

Resultados:

A tabela a seguir apresenta os valores de temperatura iniciais e finais da fase austenítica assim como os módulos de armazenamento e de perda nas respectivas temperaturas para as amostras acima identificadas, obtidos a partir dos termogramas de DMA.

Os termogramas de DMA são apresentados nos anexos 1 a 12.

Os resultados contidos neste documento têm significação restrita e se aplicam exclusivamente à(s) amostra(s) ensaiada(s). Quando necessário, este documento somente deve ser reproduzido de forma completa. As amostras não retiradas em um período de 6 meses serão descartadas.

Av. Bento Gonçalves, 9500, Bloco 4, Prédio 43426, sala 116 – CEP 91.501-970 – Porto Alegre – RS – Brasil
Caixa postal 15.010, Fone: (0xx51) 3308-9414, 3308-9415, Fax (0xx51) 3308-9414



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS
LABORATÓRIO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS



Documento n°. 03.05.03.01/06

Página 2 de 2

Amostra	Fase austenítica					
	Ti (°C)	E'i (GPa)	E''i (GPa)	Tf (°C)	E'f (GPa)	E''f (GPa)
Aditek 1	13,2	28,3	3,27	24,7	67,7	0,34
Aditek 2	14,5	27,8	3,71	27,1	69,2	0,51
Morelli 1	21,3	34,3	2,23	33,3	67,8	0,48
Morelli 2	21,5	35,6	2,23	33,1	68,7	0,44
Eurodonto 1	24,7	33,5	2,17	36,5	66,9	0,36
Eurodonto 2	27,3	35,3	2,13	36,1	68,2	0,37
GAC 1	19,5	30,6	3,29	26,1	64,6	0,29
GAC 2	21,6	30,3	3,35	29,0	65,1	0,31
Orthometric 1	21,2	35,0	1,99	38,0	64,6	0,52
Orthometric 2	24,1	32,9	2,29	37,0	62,3	0,42
ORMCO 1	8,14	26,6	1,34	23,7	57,4	0,54
ORMCO 2	8,47	25,9	1,61	23,2	55,8	0,55

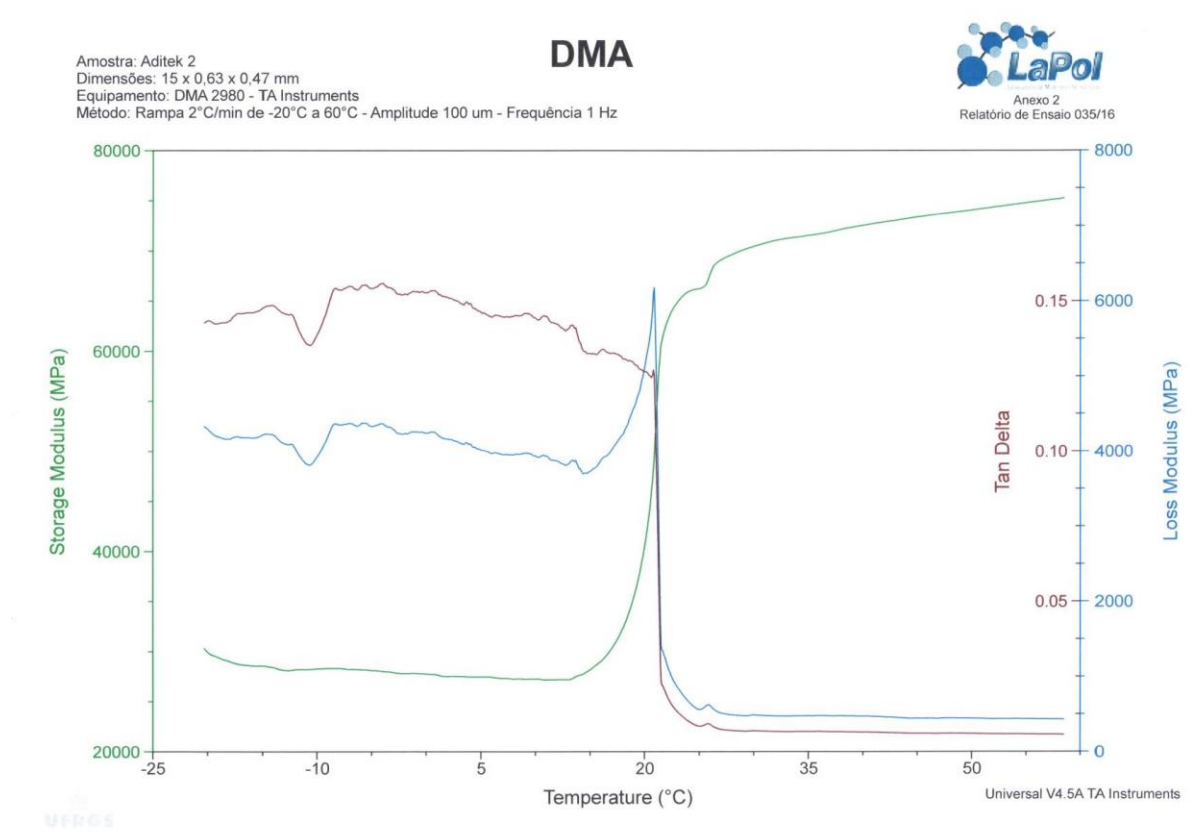
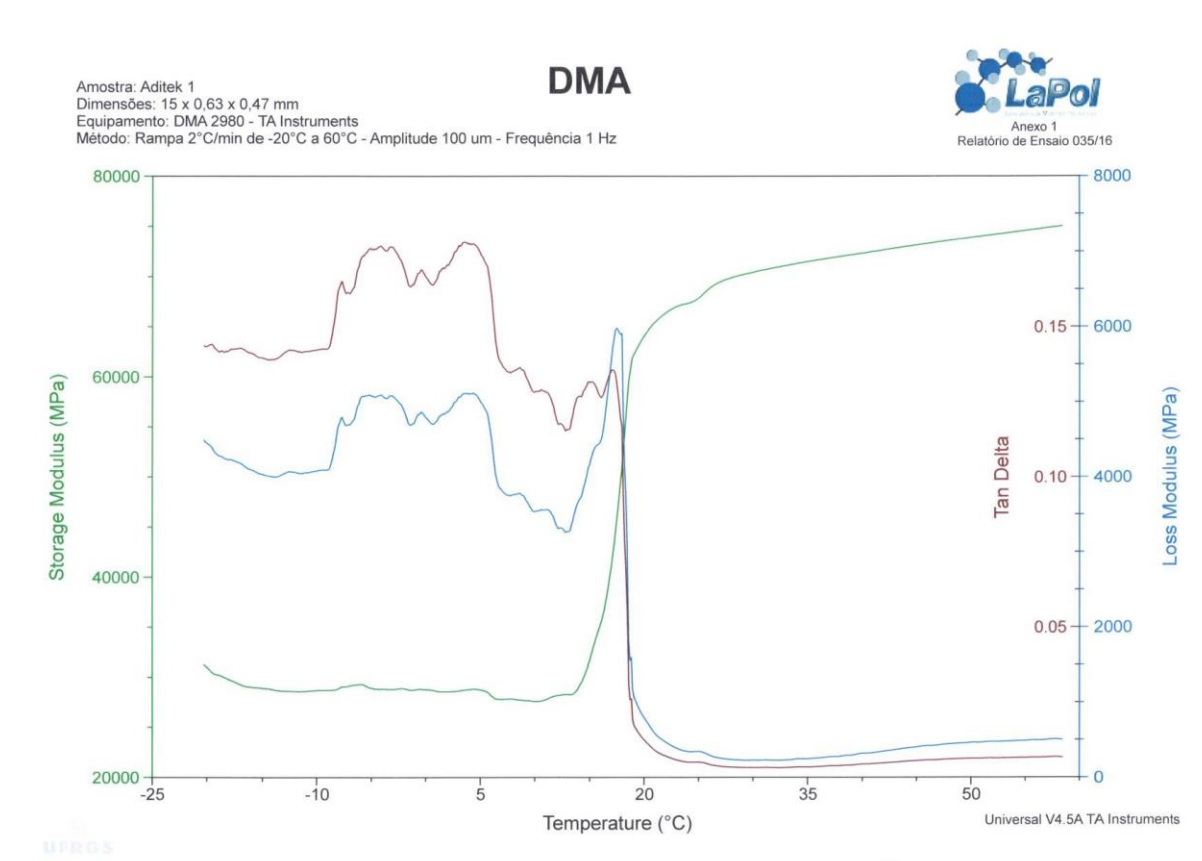
Ti = Temperatura inicial da fase
Tf = Temperatura final da fase
E'i = Módulo de armazenamento na Ti
E''i = Módulo de perda na Ti
E'f = Módulo de armazenamento na Tf
E''f = Módulo de perda na Tf

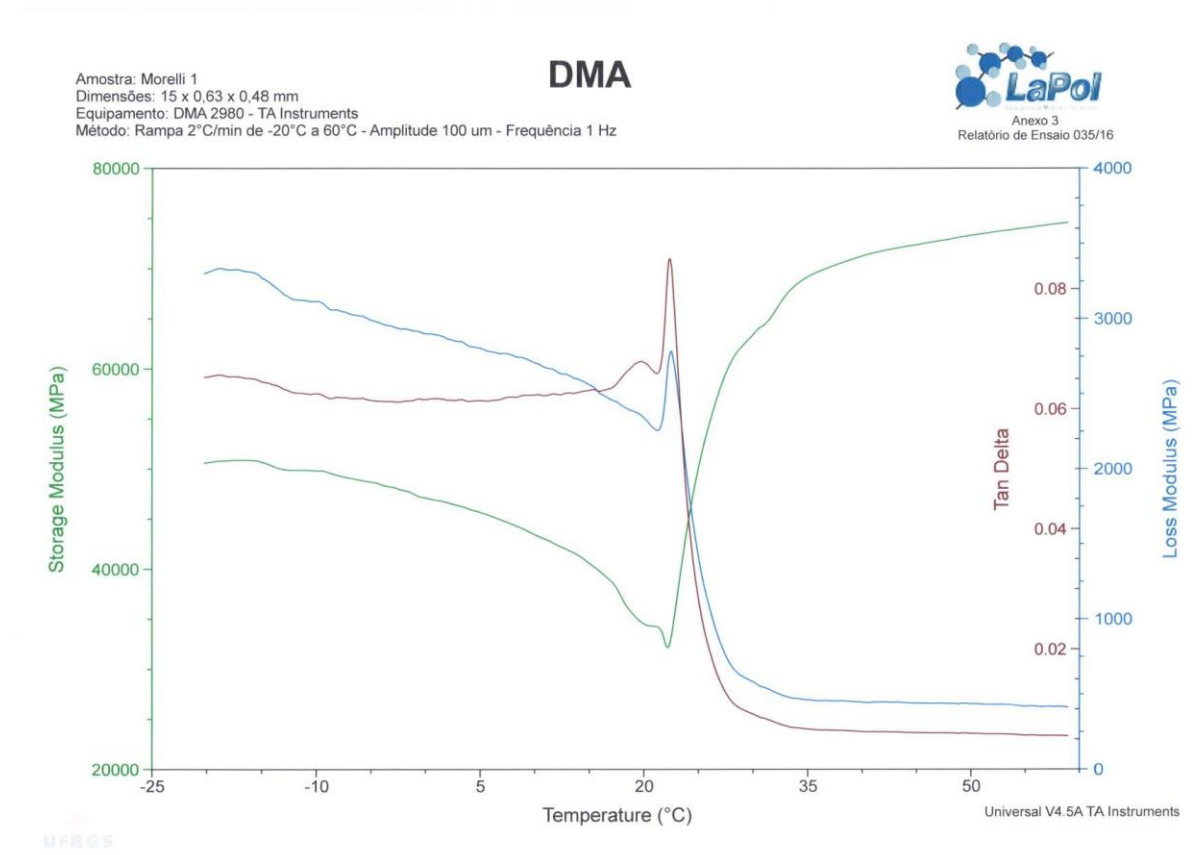
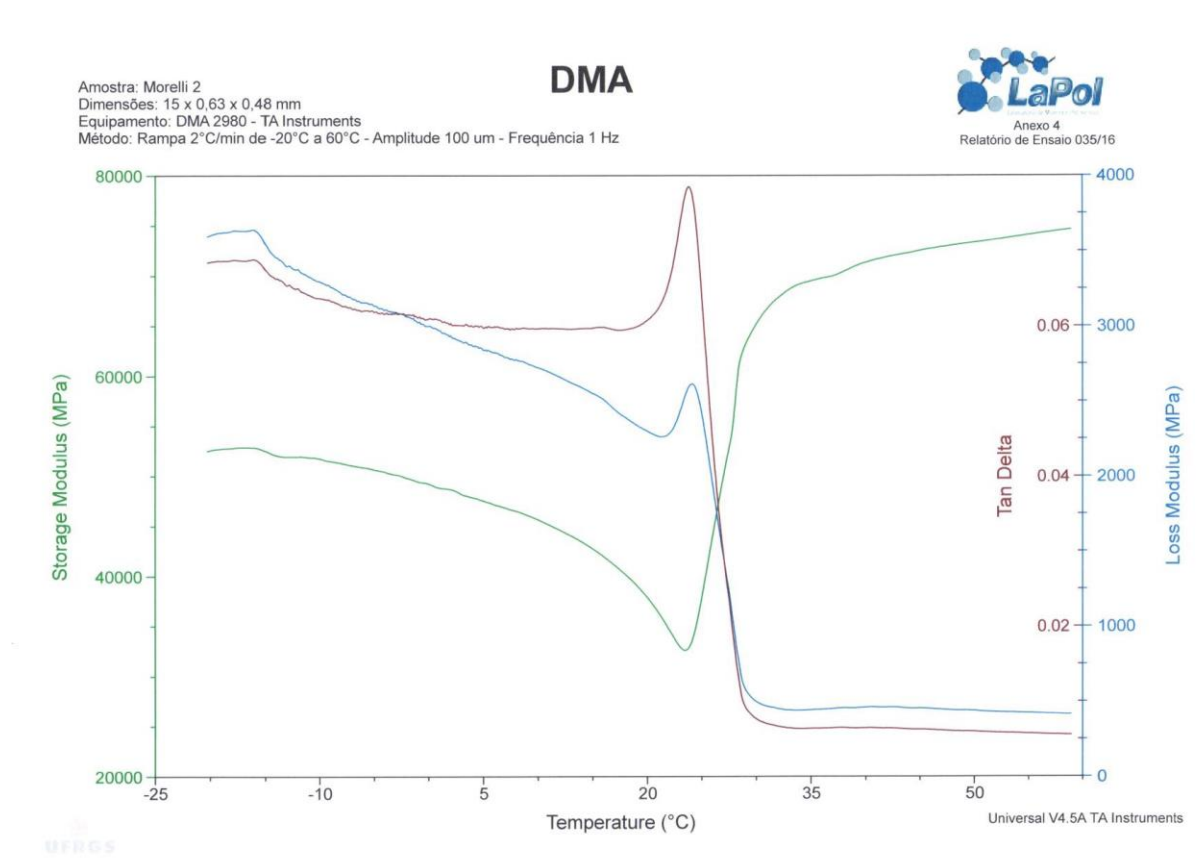

Mauro Ricardo Silveira
Laboratorista

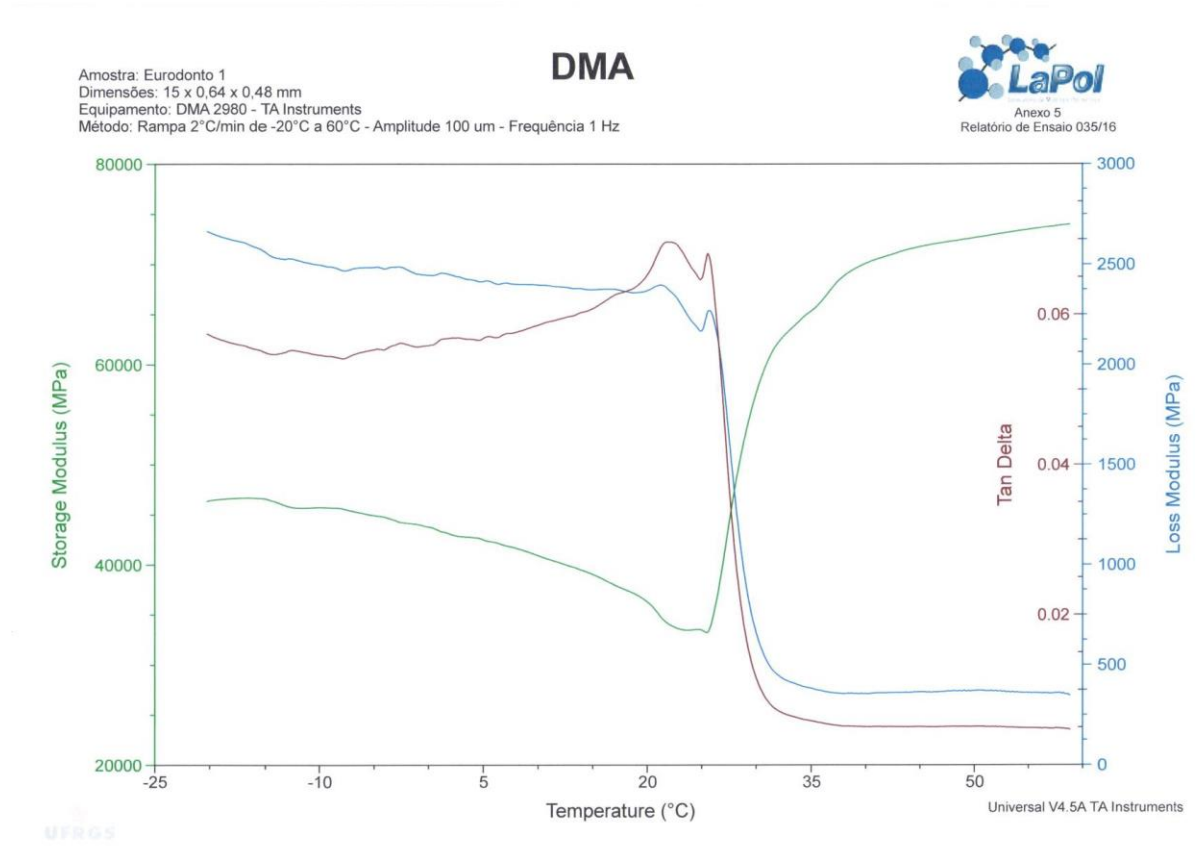
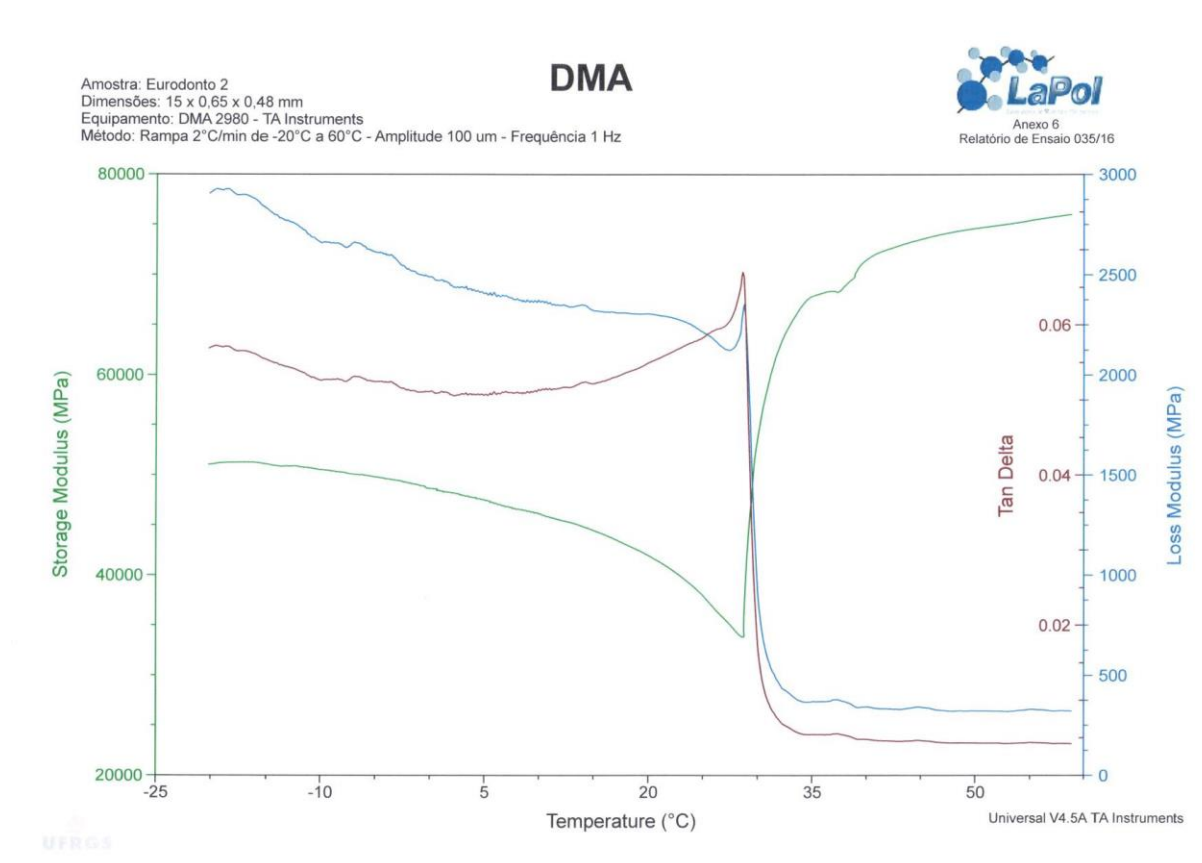

Mª Madalena de Camargo Forte
Signatário Autorizado

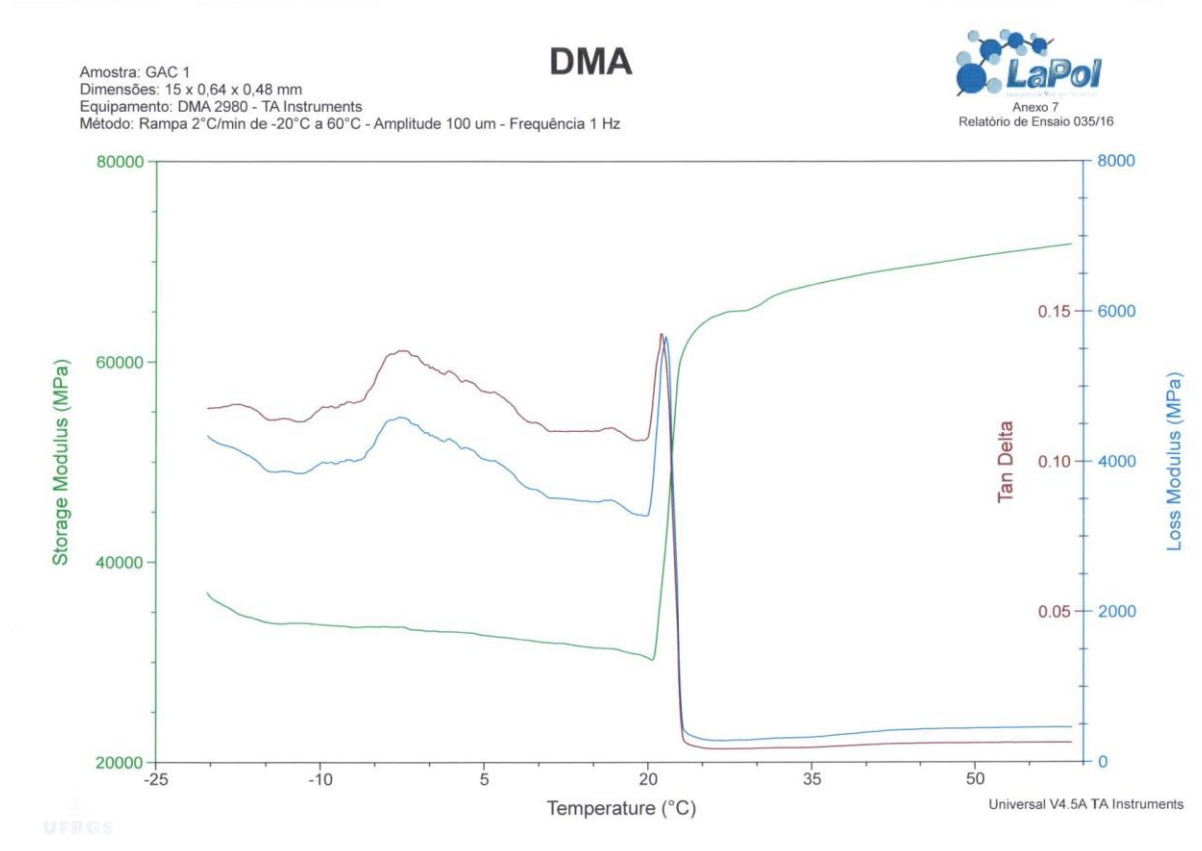
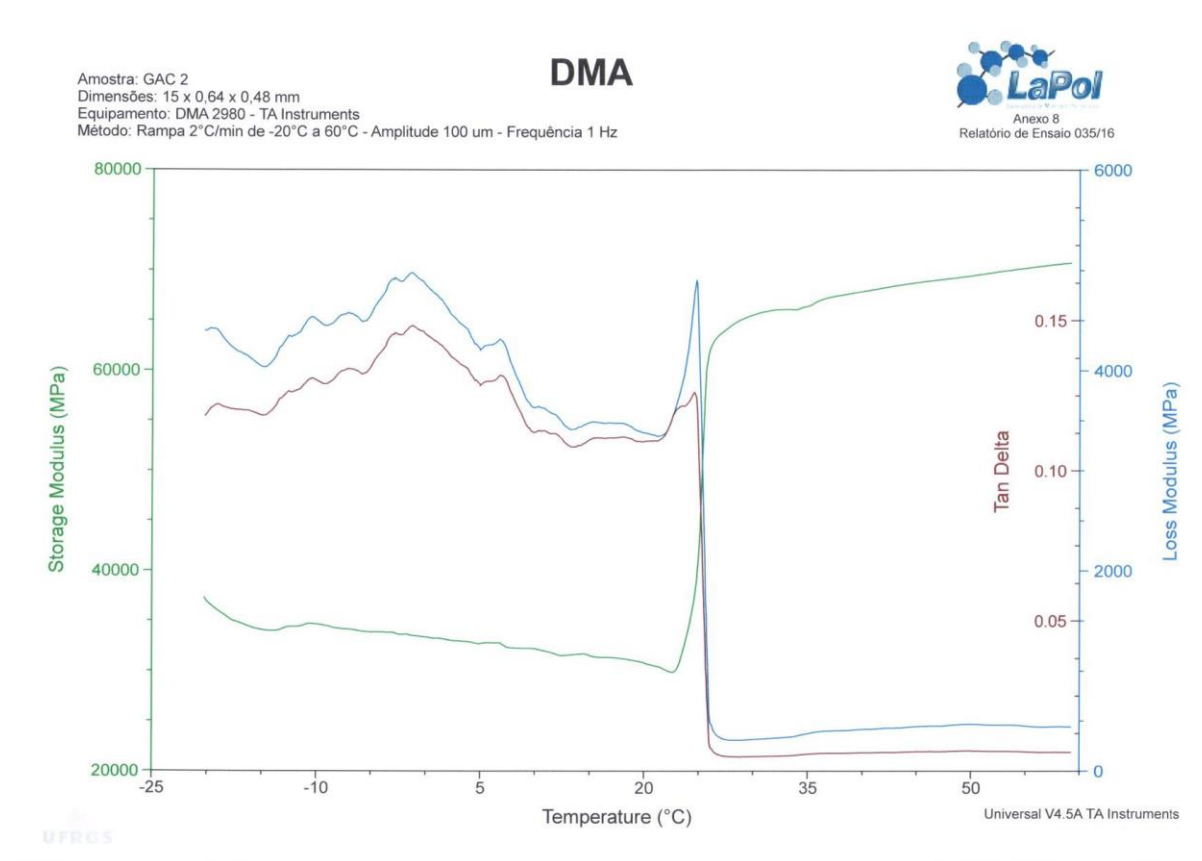
Os resultados contidos neste documento têm significação restrita e se aplicam exclusivamente à(s) amostra(s) ensaiada(s). Quando necessário, este documento somente deve ser reproduzido de forma completa. As amostras não retiradas em um período de 6 meses serão descartadas.

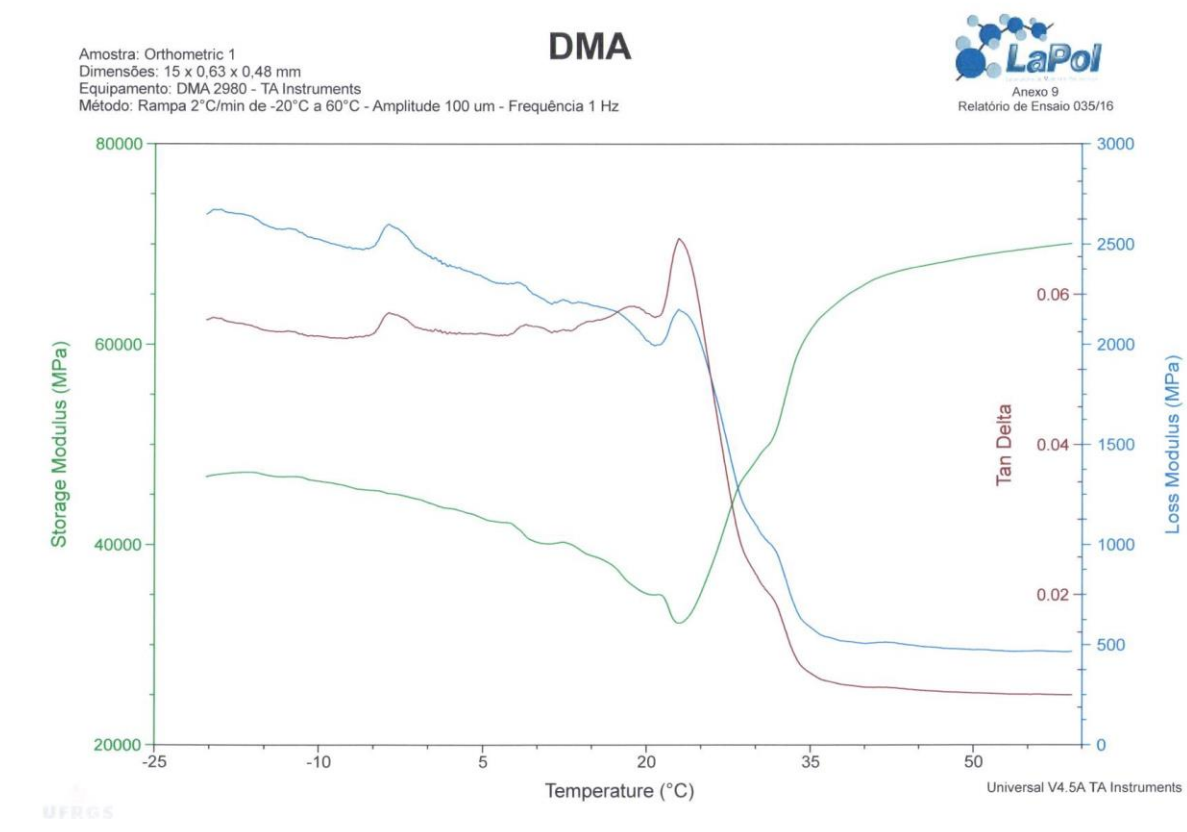
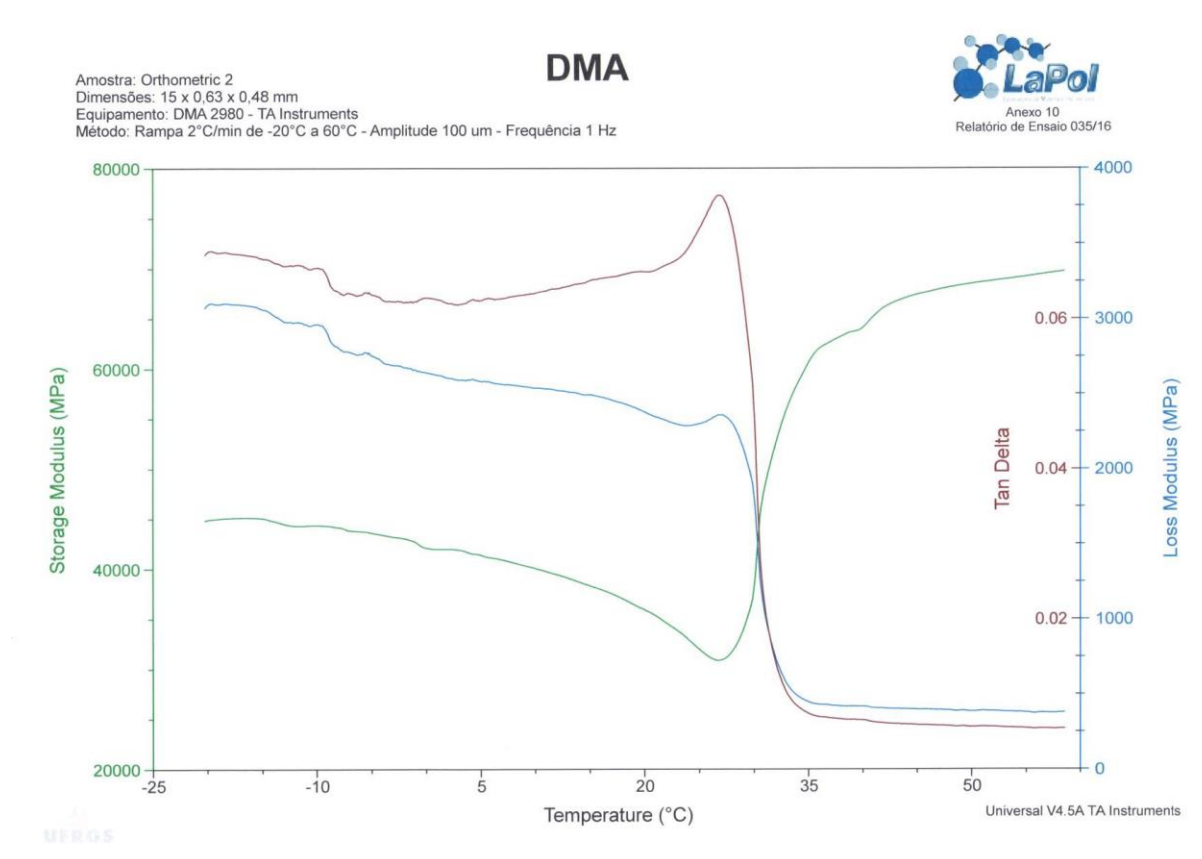
Av. Bento Gonçalves, 9500, Bloco 4, Prédio 43426, sala 116 – CEP 91.501-970 – Porto Alegre – RS – Brasil
Caixa postal 15.010, Fone: (0xx51) 3308-9414, 3308-9415, Fax (0xx51) 3308-9414

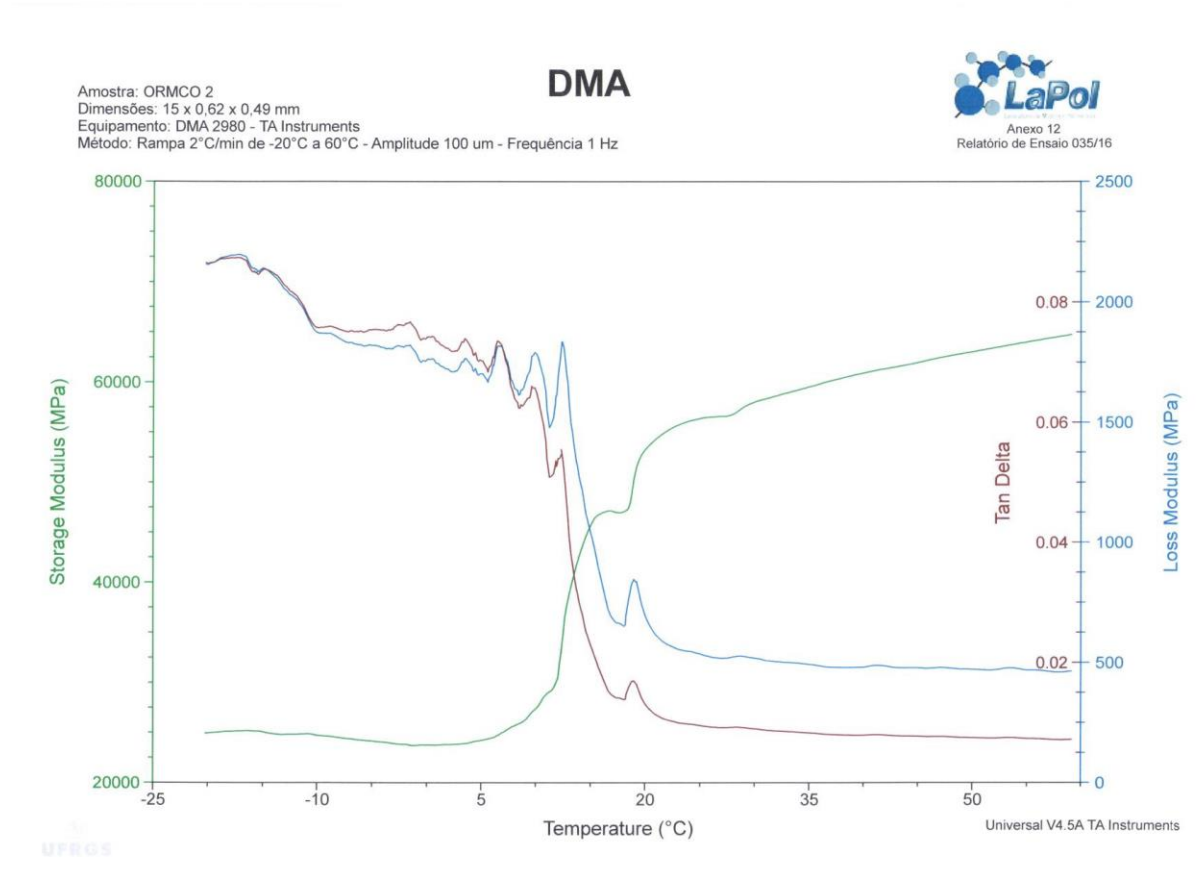
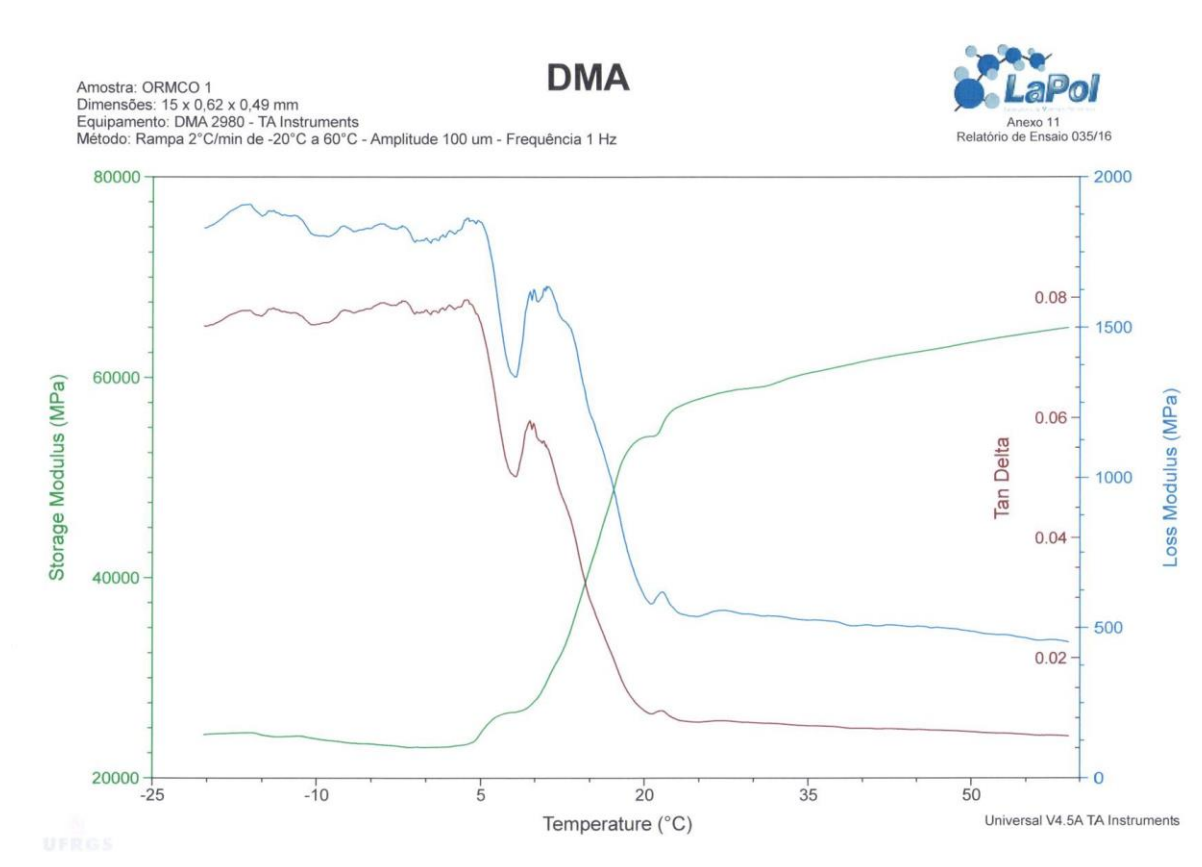












ANEXO B: RELATÓRIO DE ENSAIO PARA FLEXÃO DE TRÊS PONTOS EM FIOS ORTODÔNTICOS



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS
LABORATÓRIO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS



Documento nº.: 03.05.03.01/06

Página 1 de 2

RELATÓRIO DE ENSAIO

Nº. 003/17

Data: 03/04/2017.

CLIENTE

Empresa/Endereço: Universidade Federal do Mato Grosso do Sul
Cidade Universitária – Caixa Postal 549
Campo Grande – MS. CEP 79.070-900

Solicitante: Tatiana Sobottka Spini

AMOSTRAS

Identificação: Aditek, Eurodonto, GAC, Morelli, ORMCO e Orthometric.

Descrição: Fios de nitinol utilizados em aparelhos ortodônticos.

ENSAIO

Método usado: Flexão em 3 pontos em fios ortodônticos – Conforme ISO 15841:2006.

Equipamento: INSTRON/EMIC 23-5D com acessório para controle de temperatura.

Preparo das amostras: Corte de corpos de prova com aproximadamente 32 mm de comprimento e seção transversal de 0,63 mm x 0,48 mm. Distância entre os apoios (span) de 10 mm.

Parâmetros: Célula de carga de 50 N com resolução de 0,01 N (1 gf). A velocidade do ensaio foi de 0,5 mm/min. A deflexão foi de 3,1 mm com ativação e desativação em 0,5, 1,0, 2,0 e 3,0 mm. O ensaio foi realizado em duplicata e na faixa de temperatura de $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

Resultados:

A tabela 1 apresenta os valores da carga nas ativações e desativações de 0,5, 1,0, 2,0 e 3,0 mm. As forças foram obtidas a partir das curvas de força x deslocamento do ensaio de flexão. A Tabela 2 apresenta os valores médios e os desvios padrões dos fios.

As curvas são apresentadas nos anexos 1 a 6.

Os resultados contidos neste documento têm significação restrita e se aplicam exclusivamente à(s) amostra(s) ensaiada(s). Quando necessário, este documento somente deve ser reproduzido de forma completa. As amostras não retiradas em um período de 6 meses serão descartadas.

Av. Bento Gonçalves, 9500, Bloco 4, Prédio 43426, sala 116 – CEP 91.501-970 – Porto Alegre – RS – Brasil
Caixa postal 15.010, Fone: (0xx51) 3308-9414, 3308-9415, Fax (0xx51) 3308-9414



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS
LABORATÓRIO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS



Documento n°.: 03.05.03.01/06

Página 2 de 2

Tabela 1 – Valores de cargas nas ativações e desativações de 0,5, 1,0, 2,0 e 3,0 mm.

Fio	Ativação				Desativação			
	Força @ 0,5 mm (gf)	Força @ 1,0 mm (gf)	Força @ 2,0 mm (gf)	Força @ 3,0 mm (gf)	Força @ 3,0 mm (gf)	Força @ 2,0 mm (gf)	Força @ 1,0 mm (gf)	Força @ 0,5 mm (gf)
Aditek 1	478,35	528,97	623,85	707,79	513,68	178,02	139,80	128,51
Aditek 2	462,40	524,98	616,87	702,21	520,14	166,76	130,58	119,19
Morelli 1	500,74	664,74	808,90	930,46	784,55	376,47	281,62	247,25
Morelli 2	524,03	665,92	811,05	945,62	782,72	369,53	285,90	249,74
Eurodonto 1	414,99	640,50	806,88	950,03	800,49	350,10	235,30	204,08
Eurodonto 2	418,95	550,58	699,80	818,48	691,95	249,69	139,33	108,93
GAC 1	459,43	487,21	586,67	696,58	552,67	153,84	100,37	88,36
GAC 2	447,92	482,35	579,06	686,85	545,10	141,37	82,74	69,50
Orthometric 1	252,24	510,77	650,44	769,80	646,69	253,06	157,86	145,10
Orthometric 2	395,08	567,22	708,60	837,01	703,55	324,51	235,19	206,74
ORMCO 1	484,67	561,25	718,45	877,70	775,98	474,95	367,10	328,94
ORMCO 2	480,08	563,14	734,49	891,33	779,18	480,54	349,64	303,38

Tabela 2 – Valores médios das cargas nas ativações e desativações de 0,5, 1,0, 2,0 e 3,0 mm.

Fio	Ativação				Desativação			
	Força @ 0,5 mm (gf)	Força @ 1,0 mm (gf)	Força @ 2,0 mm (gf)	Força @ 3,0 mm (gf)	Força @ 3,0 mm (gf)	Força @ 2,0 mm (gf)	Força @ 1,0 mm (gf)	Força @ 0,5 mm (gf)
Aditek	470,38±11,29	526,97±22,82	620,36±4,94	705,00±3,95	516,91±4,57	172,39±7,96	135,19±6,52	123,85±6,59
Morelli	512,38±16,47	665,33±0,83	809,98±1,52	938,04±10,72	783,64±1,29	373,00±4,91	283,76±3,03	248,50±1,76
Eurodonto	416,97±2,80	595,54±63,58	753,34±75,72	884,26±93,02	746,22±76,75	299,90±71,00	187,32±67,86	156,50±67,28
GAC	453,68±8,14	484,78±3,44	582,86±5,38	691,72±6,88	548,88±5,35	147,60±8,82	91,56±12,47	78,93±13,34
Orthometric	323,66±101,00	539,00±39,92	679,52±41,12	803,40±47,52	675,12±40,21	288,78±50,52	196,52±54,68	175,92±43,59
ORMCO	482,38±3,25	562,20±1,37	726,47±11,34	884,52±9,64	777,58±2,26	477,74±3,95	358,37±12,35	316,16±18,07

Mauro Ricardo Silveira
Laboratorista

Carlos Arthur Ferreira
Signatário Autorizado

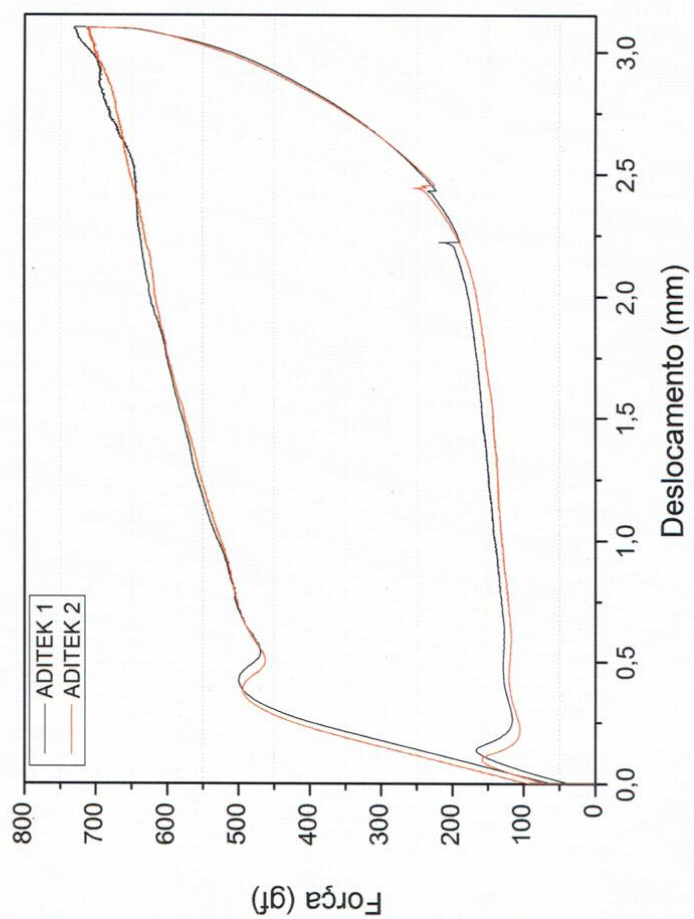
Os resultados contidos neste documento têm significação restrita e se aplicam exclusivamente à(s) amostra(s) ensaiada(s). Quando necessário, este documento somente deve ser reproduzido de forma completa. As amostras não retiradas em um período de 6 meses serão descartadas.

Av. Bento Gonçalves, 9500, Bloco 4, Prédio 43426, sala 116 – CEP 91.501-970 – Porto Alegre – RS – Brasil
Caixa postal 15.010, Fone: (0xx51) 3308-9414, 3308-9415, Fax (0xx51) 3308-9414



Anexo 1
Relatório de Ensaio 003/17

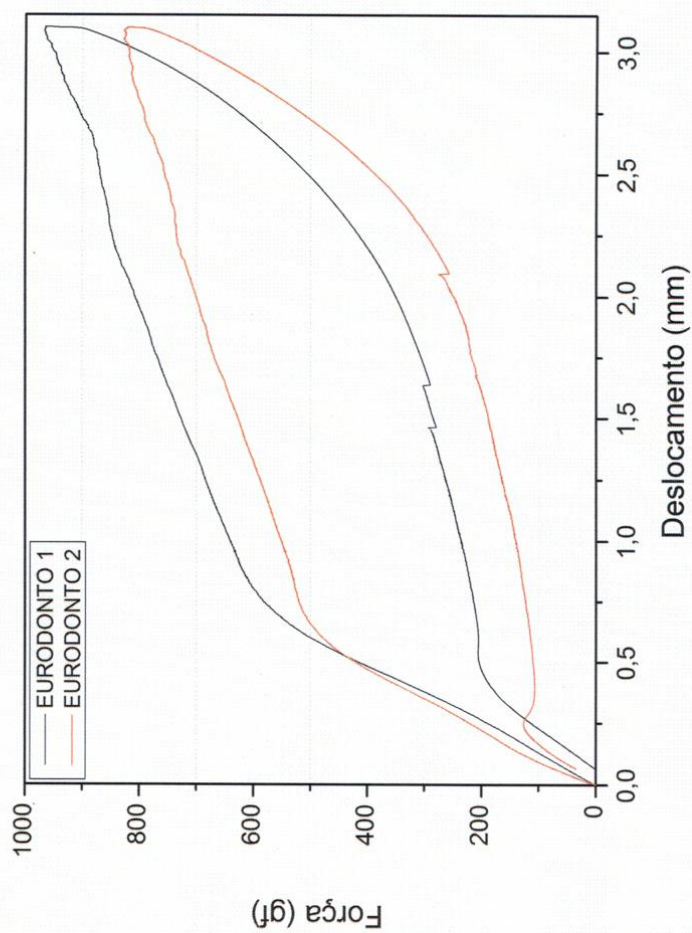
Curvas de força x deslocamento – Ensaio de flexão em fios ortodônticos - Amostra Aditek





Anexo 2
Relatório de Ensaio 003/17

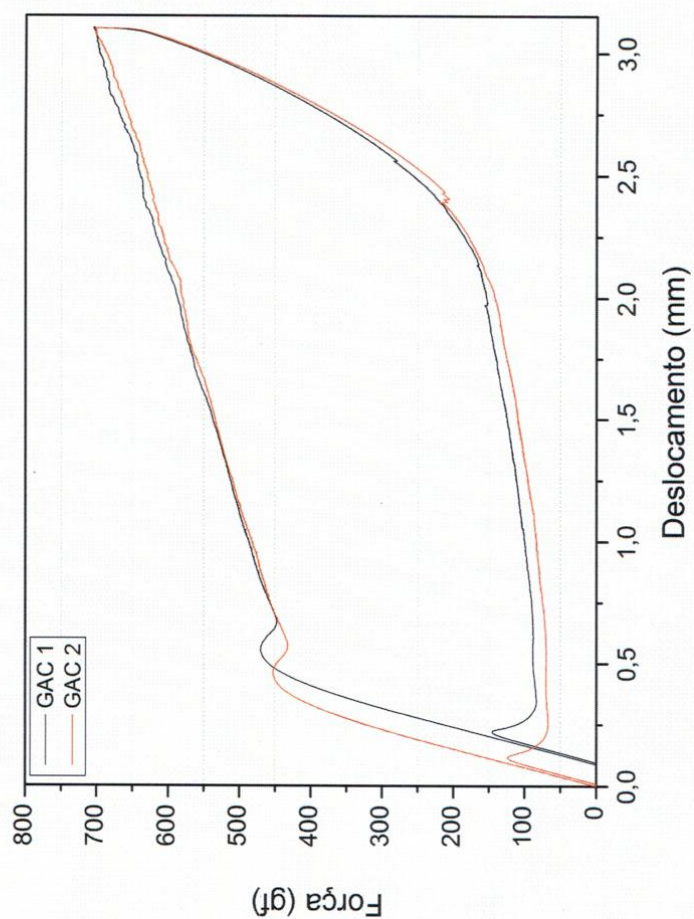
Curvas de força x deslocamento – Ensaio de flexão em fios ortodônticos - Amostra Eurodonto





Anexo 3
Relatório de Ensaio 003/17

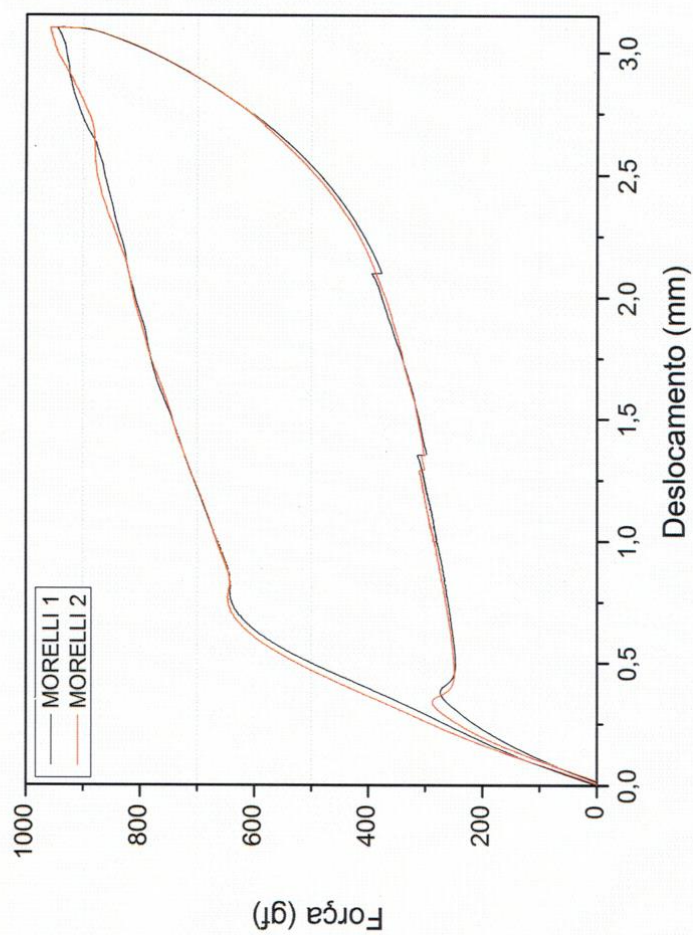
Curvas de força x deslocamento – Ensaio de flexão em fios ortodônticos - Amostra GAC





Anexo 4
Relatório de Ensaio 003/17

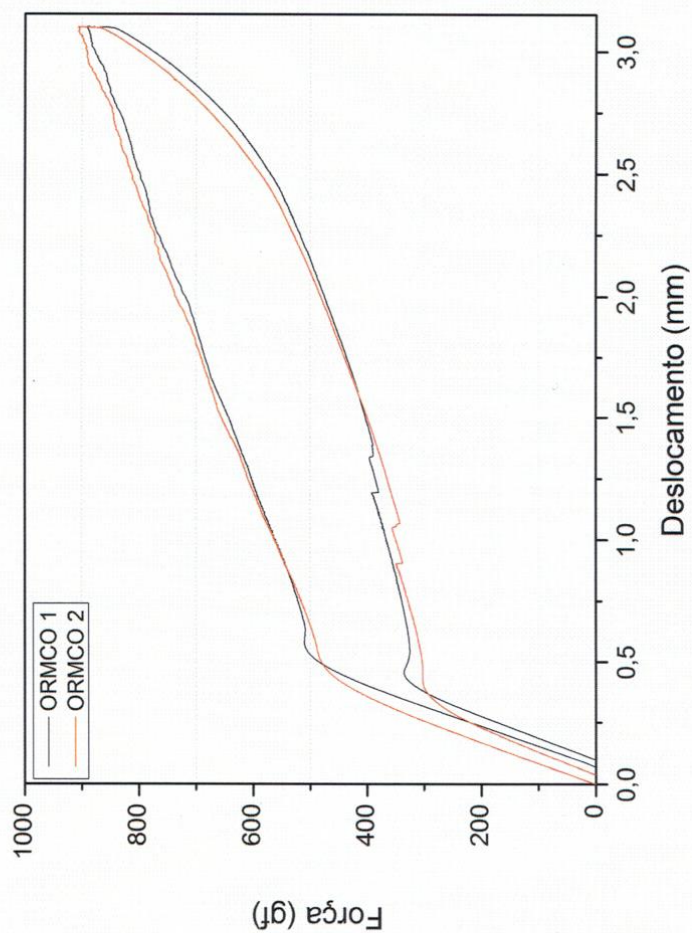
Curvas de força x deslocamento – Ensaio de flexão em fios ortodônticos - Amostra Morelli





Anexo 5
Relatório de Ensaio 003/17

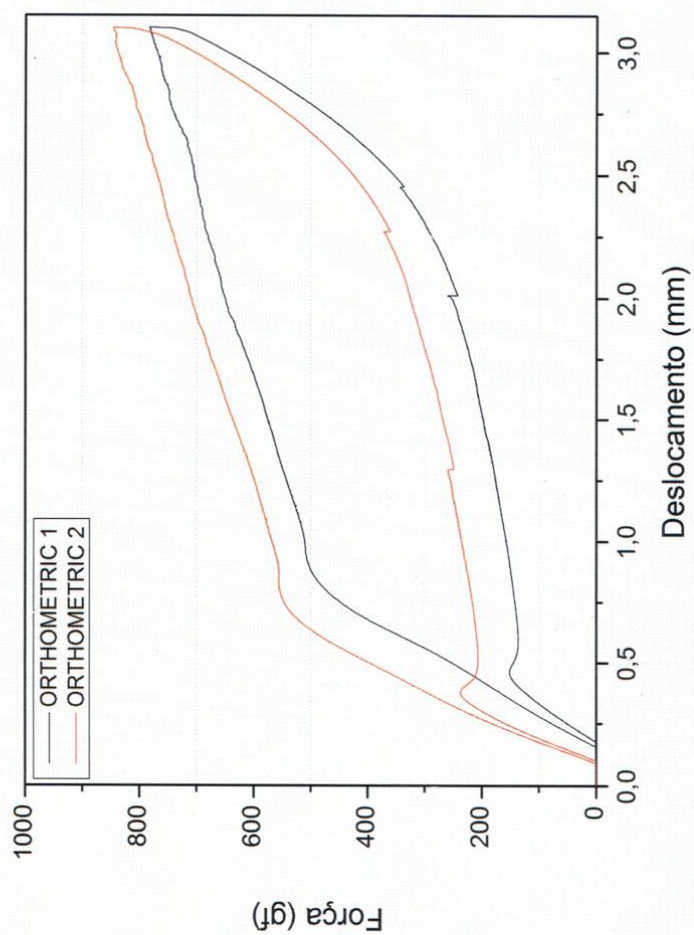
Curvas de força x deslocamento – Ensaio de flexão em fios ortodônticos - Amostra ORMCO





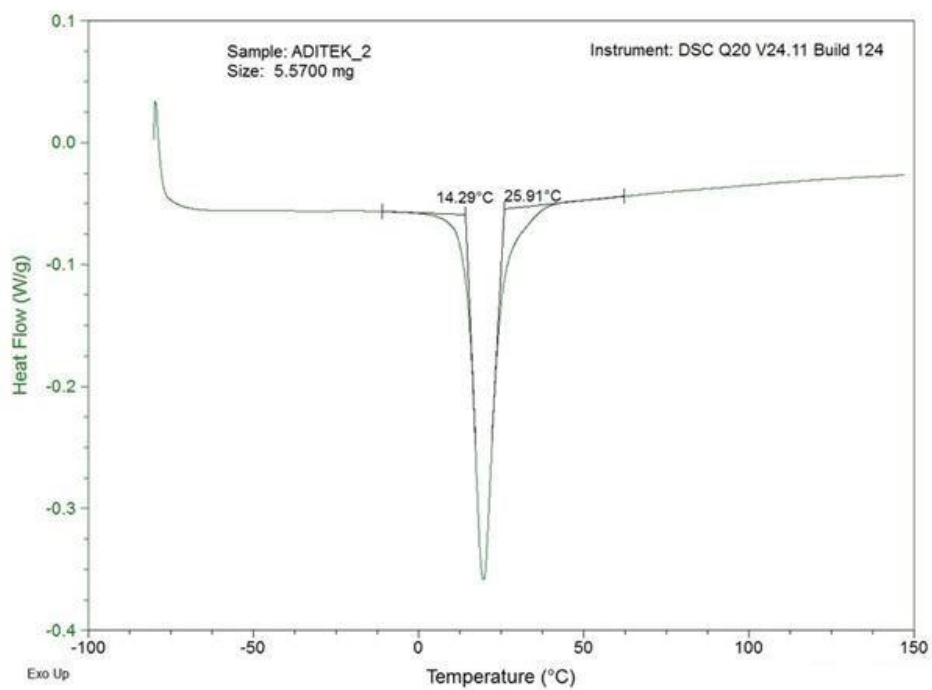
Anexo 6
Relatório de Ensaio 003/17

Curvas de força x deslocamento – Ensaio de flexão em fios ortodônticos - Amostra Orthometric

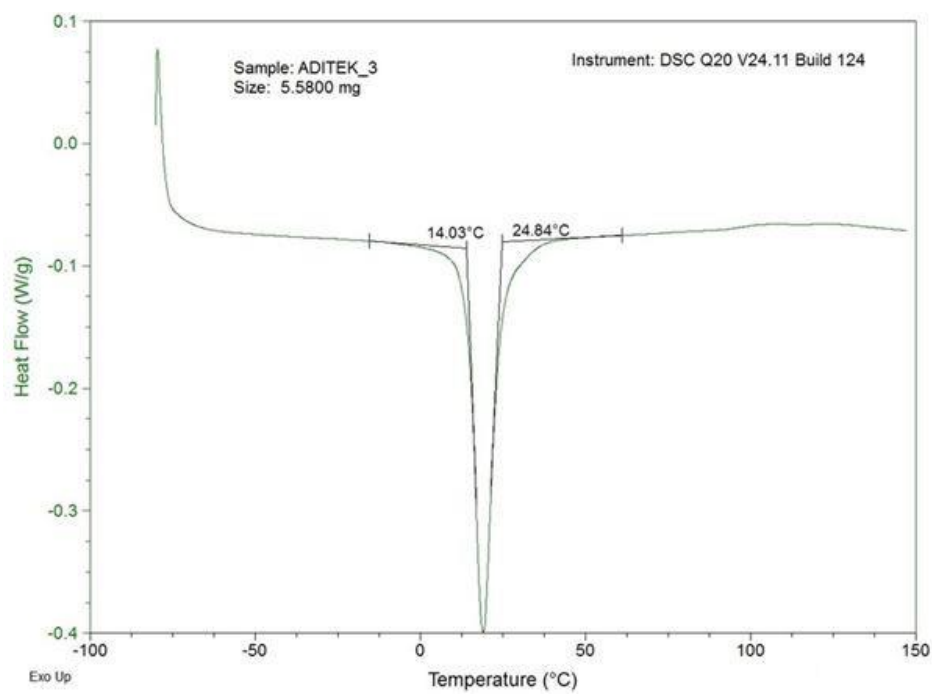


ANEXO C: DADOS COMPLEMENTARES PARA DSC

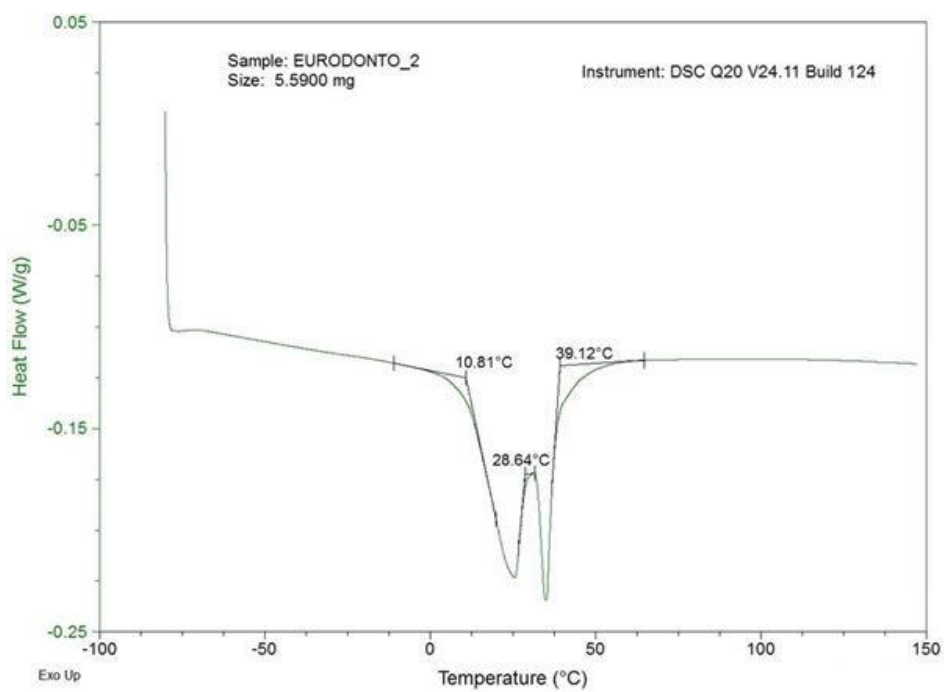
Curva de DSC da liga Aditek, Amostra 2.



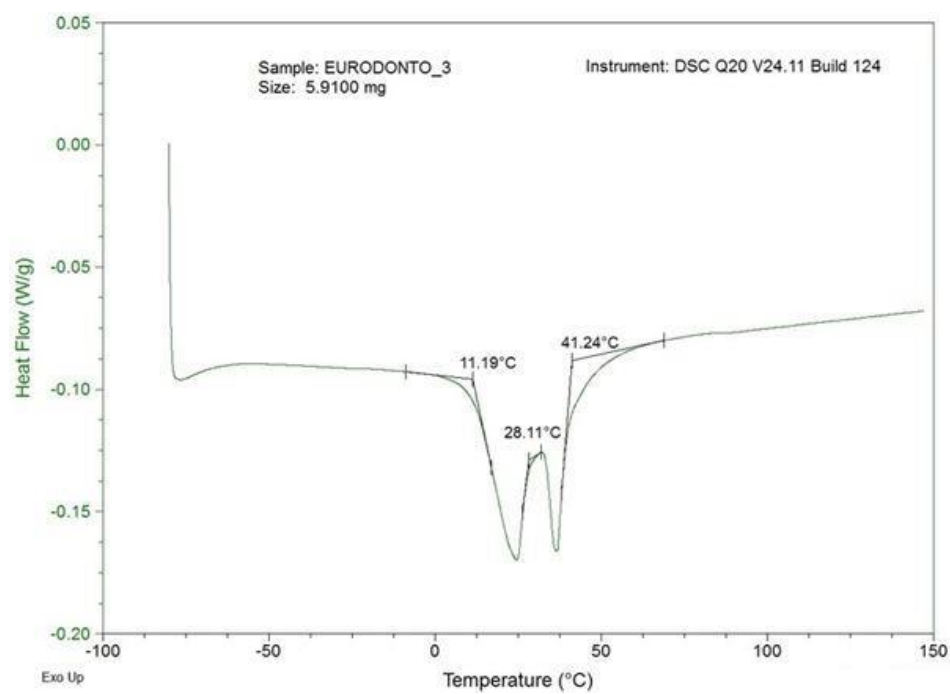
Curva de DSC da liga Aditek, Amostra 3.



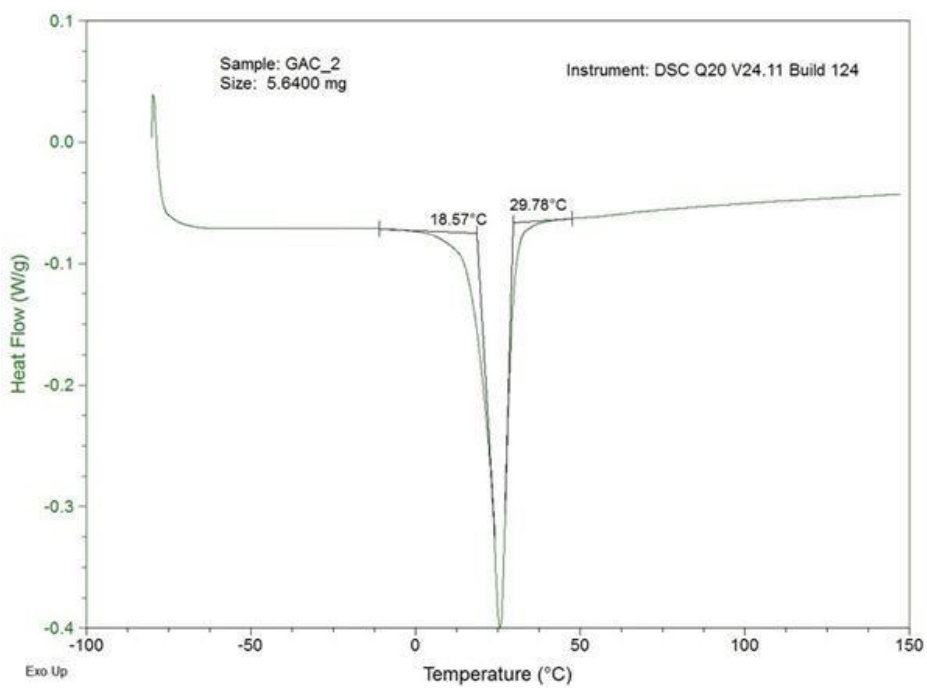
Curva de DSC Eurodonto, amostra 2.



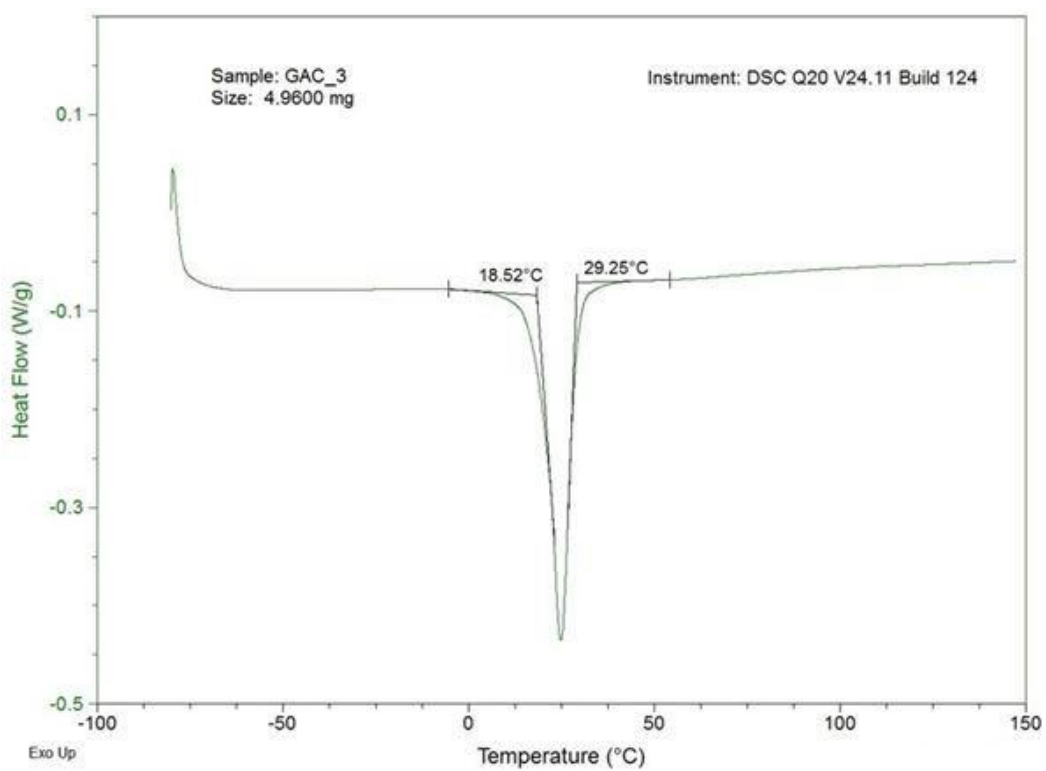
Curva de DSC Eurodonto, amostra 3.



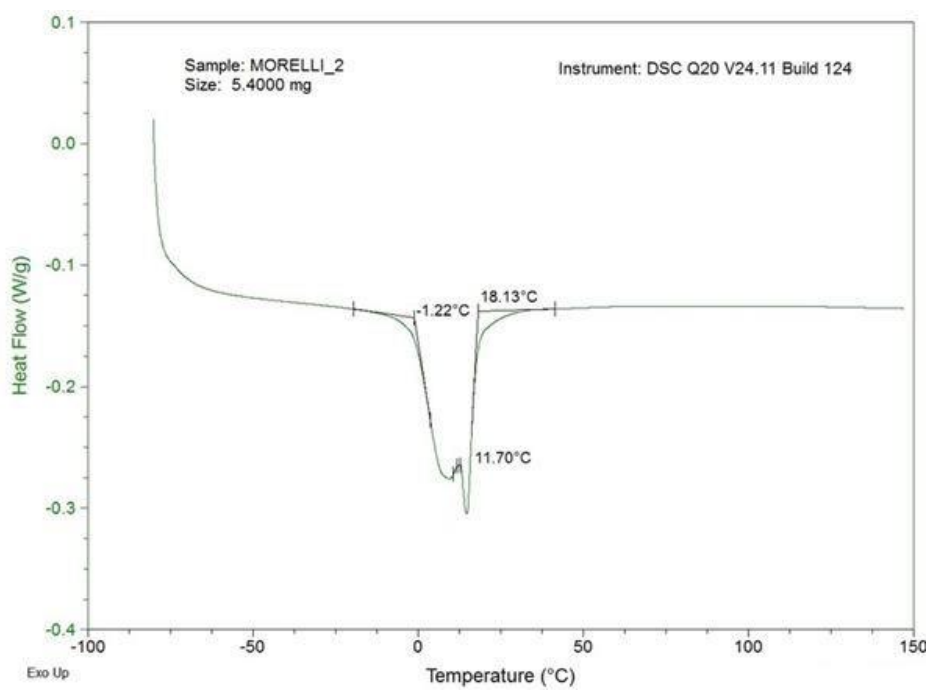
Curva de DSC GAC, amostra 2.



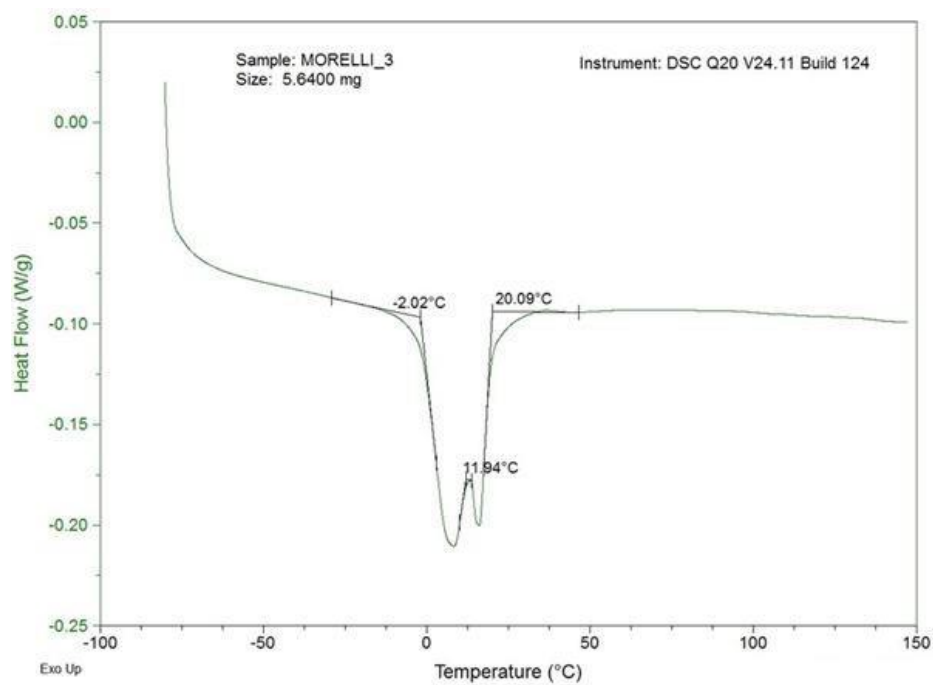
Curva de DSC GAC, amostra 3.



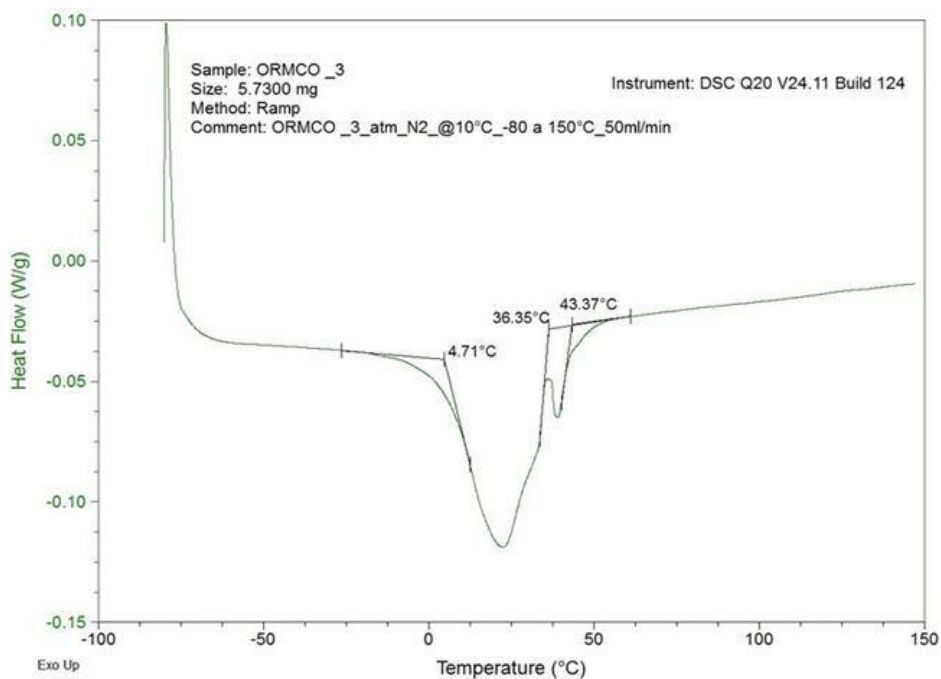
Curva de DSC Morelli, amostra 2.



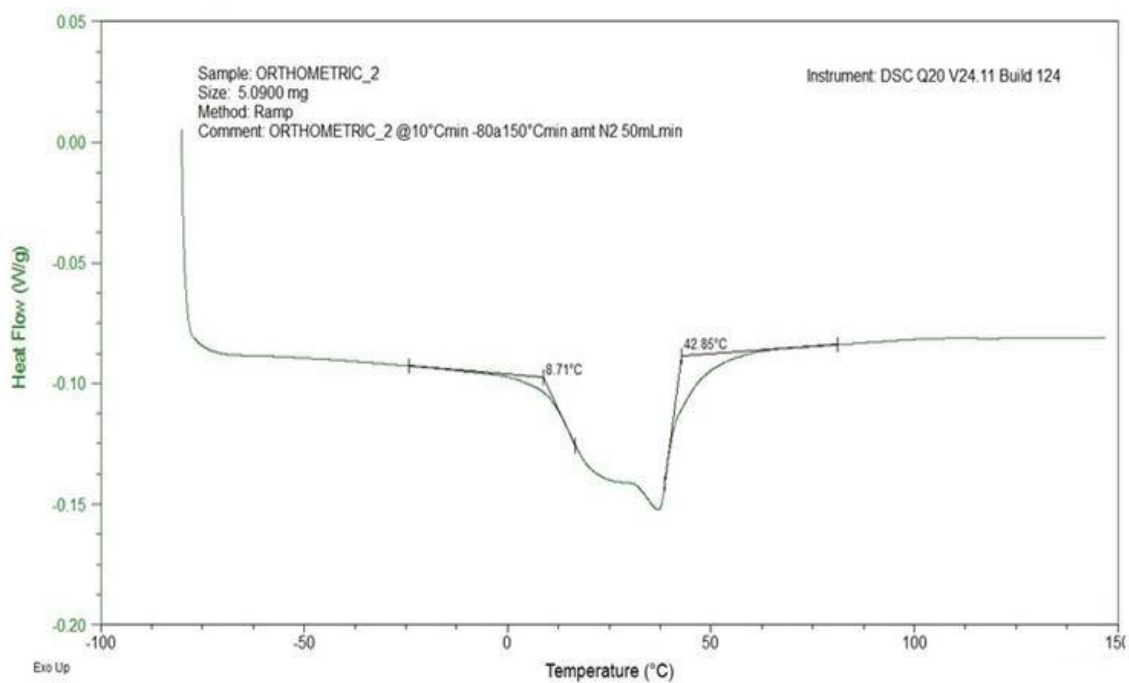
Curva de DSC Morelli, amostra 3.



Curva de DSC Ormco, amostra 3.



Curva de DSC Orthometric, amostra 2



Curva de DSC Orthometric, amostra 3.

