



**AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO**

**ANÁLISE MECANODINÂMICA DE LIGAS DE NÍQUEL-
TITÂNIO PARA APLICAÇÃO ORTODÔNTICA**

CARLOS DO CANTO ARRUDA

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau
de Mestre em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear - Materiais.**

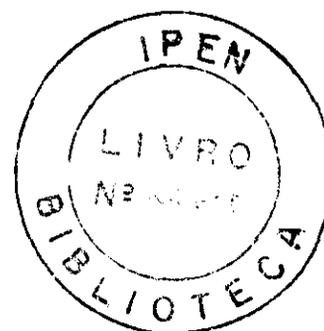
**Orientador:
Dr. Jesualdo Luiz Rossi**

**São Paulo
2002**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**ANÁLISE MECANODINÂMICA DE LIGAS DE NÍQUEL-TITÂNIO PARA
APLICAÇÃO ORTODÔNTICA**

CARLOS DO CANTO ARRUDA



**Dissertação apresentada como
parte dos requisitos para a
obtenção do Grau de Mestre em
Ciências na Área de Tecnologia
Nuclear – Materiais.**

**Orientador:
Dr. Jesualdo Luiz Rossi**

**SÃO PAULO
Agosto 2002**

Aos meus pais, Lourdes e Jair,

à minha esposa, Regina,

e à minha filha, Luisa,

eu dedico este trabalho.

Agradecimentos

À Deus.

Ao meu orientador Dr. Jesualdo Luiz Rossi, por ter acreditado no meu trabalho e pela valiosa participação em todas as etapas do mesmo.

Ao Dr. Luiz Felipe C. P. de Lima, pela paciência dispensada e apoio ao trabalho.

Ao Dr. Luís Ricardo de Paula Eduardo, pela amizade e por ter me mostrado o caminho para realizar este trabalho.

Ao Dr. Renato Cipriano, pela amizade, pelo apoio e pela oportunidade de estar lecionando na Ortodontia.

Ao Dr. João Batista de Paiva, pela amizade e pelo incentivo ao interesse à pesquisa científica.

Aos meus pais, Lourdes e Jair, pelo amor, pela dedicação, pelo incentivo e pelo apoio.

À minha esposa Regina, pela compreensão da ausência em alguns momentos, pelo estímulo e pelo incentivo desta conquista.

À minha filha Luisa, a razão de todo este trabalho.

ANÁLISE MECANODINÂMICA DE LIGAS DE NÍQUEL- TITÂNIO PARA APLICAÇÃO ORTODÔNTICA

CARLOS DO CANTO ARRUDA

RESUMO

A liga de níquel-titânio pode existir em mais de uma estrutura cristalina. Há uma fase de alta temperatura, austenita e uma fase de baixa temperatura, martensita. O substrato metalúrgico da superelasticidade e da memória de forma, está na capacidade desta liga se transformar facilmente de uma fase para a outra. Existem três fatores para o ortodontista entender o comportamento das ligas de níquel-titânio: tensão; deflexão; e temperatura. Estes três fatores são interrelacionados no diagrama de tensão-deflexão, no diagrama de tensão-temperatura e no diagrama de deflexão-temperatura. Este trabalho teve como objetivo a análise mecanodinâmica de ligas de níquel-titânio para uso ortodôntico de diferentes marcas comerciais. Quatro arcos de NiTi 0,017 X 0,025" foram estudados. Os arcos foram o *Copper NiTi 35 °C* (Ormco), *Neo Sentalloy F200* (GAC), *Nitinol Superelástico* (Unitek) e NiTi (GAC). As diferentes propriedades mecanodinâmicas como módulo de elasticidade e amortecimento frente à variação da temperatura foram avaliadas. Cada arco foi avaliado sem força estática e com força estática de 1 N, com o propósito de se analisar a variação das temperaturas de transformação de fase na presença e na ausência de tensão. A proporção da fase austenítica para a fase martensítica nos experimentos sem força estática foi de 1,59 a 1,85. Nos experimentos com força estática de 1 N foi de 1,28 a 1,57 devido ao aumento do módulo de elasticidade da fase martensítica. Com a determinação da variação do módulo de elasticidade em relação à temperatura, o ortodontista pode ter o conhecimento da variação da força aplicada no dente em relação a mudança da temperatura bucal nas ligas de níquel-titânio que sofrem transformação de fase. A capacidade de amortecimento das ligas estudadas depende do estado do material: fase martensítica, fase austenítica ou durante a transformação. A fase martensítica apresenta uma alta capacidade de amortecimento. Durante a transformação um pico de atrito interno pode ser observado nas ligas *CuNiTi 35 °C* e *Neo Sentalloy F200*. A fase austenítica

apresenta uma baixa capacidade de amortecimento. Com a avaliação das propriedades de amortecimento frente à variação da temperatura, pode-se conhecer melhor os fenômenos microestruturais relacionados com a transformação de fase destas ligas. A análise por calorimetria diferencial exploratória (DSC) foi utilizada para avaliar o processo de transformação de fase, determinando-se as temperaturas de transformação austenítica inicial e final e as temperaturas de transformação martensítica inicial e final das ligas estudadas.

MECHANODYNAMICAL ANALYSIS OF NICKEL-TITANIUM ALLOYS FOR ORTHODONTICS APPLICATION

CARLOS DO CANTO ARRUDA

ABSTRACT

Nickel-titanium alloys may coexist in more than one crystalline structure. There is a high temperature phase, austenite, and a low temperature phase, martensite. The metallurgical basis for the superelasticity and the shape memory effect relies in the ability of these alloys to transform easily from one phase to another. There are three essential factors for the orthodontist to understand nickel-titanium alloys behaviour: stress; deflection; and temperature. These three factors are related to each other by the stress-deflection, stress-temperature and deflection-temperature diagrams. This work was undertaken with the objective to analyse commercial nickel-titanium alloys for orthodontics application, using the dynamical mechanical analyser - DMA. Four NiTi 0,017 X 0,025" archwires were studied. The archwires were Copper NiTi 35 °C (Ormco), Neo Sentalloy F200 (GAC), Nitinol Superelastic (Unitek) and NiTi (GAC). The different mechanodynamical properties such as elasticity and damping moduli were evaluated. Each commercial material was evaluated with and without a 1 N static force, aiming to evaluate phase transition temperature variation with stress. The austenitic to martensitic phase ratio, for the experiments without static force, was in the range of 1.59 to 1.85. For the 1 N static force tests the austenitic to martensitic phase ratio, ranged from 1.28 to 1.57 due to the higher martensite elasticity modulus. With elastic modulus variation with temperature behaviour, the orthodontist has the knowledge of the force variation applied in the tooth in relation to the oral cavity temperature change, for nickel-titanium alloys that undergo phase transformation. The damping capacity of the studied alloys depends on the materials state: martensitic phase; austenitic phase or during phase transformation. The martensitic phase shows higher dumping capacity. During phase transformation, an internal friction peak may be observed for the CuNiTi 35 °C and Neo Sentalloy F200 alloys.

The austenitic phase shows a low damping capacity. According to the evaluation of the damping capacity against temperature, it was possible to better understand the phase transformation behaviour of these alloys. The differential scanning calorimetry was used in order to evaluate the phase transformation process, giving the initial and ending temperatures of the austenitic transformation and the initial and ending temperatures of the martensitic transformation of the studied alloys.

SUMÁRIO

	Página
1. INTRODUÇÃO	01
2. REVISÃO DA LITERATURA	04
3. MATERIAIS E MÉTODOS	22
3.1. Analisador de propriedades mecanodinâmicas (DMA).....	23
3.2. Caracterização por calorimetria diferencial exploratória (DSC).....	27
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	29
4.1. Analisador de propriedades mecanodinâmicas (DMA).....	29
4.1.1. Variação do módulo de elasticidade em relação à temperatura.....	39
4.1.2. Comportamento do atrito interno ou amortecimento.....	54
4.2. Análise por calorimetria diferencial exploratória (DSC).....	62
5. CONCLUSÕES	65
6. TRABALHOS FUTUROS	67
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	68

1. INTRODUÇÃO

Os arcos ortodônticos são confeccionados para movimentar os dentes com uma força leve e contínua. Estas forças reduzem o desconforto do paciente, a hialinização dos tecidos e a reabsorção radicular. Quando a força é aplicada, o arco ortodôntico deve apresentar uma elasticidade por um período de semanas a meses [1]. De um ponto de vista clínico, uma força ótima é aquela que produz uma rápida taxa de movimento de dente sem o desconforto do paciente ou um dano posterior ao tecido (perda do osso alveolar e reabsorção radicular). De um ponto de vista histológico, uma força ótima é aquela que produz um nível de pressão no ligamento periodontal que mantém a vitalidade do tecido através de sua extensão e que inicia a resposta máxima celular (aposição e reabsorção). Forças ótimas produzem reabsorção direta do processo alveolar. Uma vez que forças ótimas não requerem período de tempo algum para reparo do tecido periodontal, tais forças aparentemente podem agir continuamente [2].

Estudos histológicos que correlacionam forças na coroa ou pressões no ligamento periodontal, com respostas dos tecidos são extremamente úteis no estabelecimento de níveis de força ótima para a movimentação dentária. Entretanto, a dificuldade de se obter material humano é um fator limitante neste tipo de investigação. Clinicamente, o ortodontista está limitado à dentição e as mudanças ósseas ou aos sintomas do paciente. Ausência de dor, mobilidade mínima e ausência de um período tardio de movimentação após uma ativação, são respostas clínicas que indicam a aplicação de forças ótimas no ligamento periodontal. Não se deve utilizar taxa de movimento dentário nesta avaliação, pois forças contínuas, pesadas ou leves têm a capacidade de movimentar os dentes rapidamente [2]. Os níveis de força ótima para o movimento dentário, deveriam ser apenas altos o suficiente para não ocluir completamente os vasos sanguíneos do ligamento periodontal. A quantidade de força aplicada a um dente e a área do ligamento periodontal sobre a qual a força é distribuída são importantes. A resposta do ligamento periodontal é determinada não pela força em si, mas pela força por unidade de área. É necessário então identificar o tipo de movimento

dentário para se determinar os níveis de força ótima, já que a distribuição de força dentro do ligamento periodontal é diferente para cada tipo de movimento. Vide tabela 1 [3].

Tabela 1 – Forças ótimas para movimento ortodôntico [3].

Tipo de movimento	Força (g)
Inclinação	50 a 75
Translação	100 a 150
Verticalização de raiz	75 a 125
Rotação	50 a 100
Extrusão	50 a 100
Intrusão	15 a 25

Valores dependem em parte do tamanho do dente; os menores são para os incisivos e os maiores, para os dentes posteriores.

Para movimentos de inclinação de pré-molares e incisivos, não se deve exceder 70 g de força [3-5]. Para incisivos inferiores, deve-se considerar valores menores [6]. Entretanto, é difícil quantificar valores de forças ótimas, devido à variação individual da resposta tecidual e à variação da morfologia da raiz [4].

Atualmente quatro tipos de ligas para arcos ortodônticos estão disponíveis [7-8]: aço inoxidável, cromo-cobalto, níquel-titânio e beta-titânio. O níquel-titânio é subdividido em três tipos: uma liga convencional e duas ligas superelásticas, a pseudoelástica e a termoelástica.

O ortodontista pode selecionar o tipo de arco mais adequado para cada situação clínica. A seleção de um apropriado tipo de arco poderá proporcionar um ótimo resultado no tratamento. Desta maneira, o clínico deve conhecer as propriedades mecânicas dos arcos e suas aplicações nas movimentações dentárias. Na escolha do arco ideal durante os estágios iniciais do tratamento ortodôntico, quando o nivelamento e alinhamento inicial são realizados, é desejável que haja um prolongado período de ação e a aplicação de forças leves [1]. Nestas condições, os arcos de níquel-titânio são bastante apropriados. Quando o tratamento progride para os estágios intermediários, o níquel-titânio também apresenta vantagens devido a seu intervalo de ação e liberação de

forças leves. A liga de níquel-titânio pode existir em mais de uma estrutura cristalina. Há uma fase de alta temperatura, austenita e uma fase de baixa temperatura, martensita. O substrato metalúrgico da superelasticidade e da memória de forma, está na capacidade desta liga se transformar facilmente de uma fase para a outra.

Existem três fatores para o ortodontista entender o comportamento das ligas de níquel-titânio: tensão, deflexão e temperatura. Estes três fatores são interrelacionados no diagrama de tensão-deflexão, no diagrama de tensão-temperatura e no diagrama de deflexão-temperatura [9].

Este trabalho tem como objetivo a análise mecanodinâmica de ligas de níquel-titânio para uso ortodôntico de diferentes marcas comerciais. As diferentes propriedades mecanodinâmicas como módulo de elasticidade e amortecimento frente à variação com a temperatura foram avaliadas. Com a determinação da variação do módulo de elasticidade em relação à temperatura, o ortodontista pode conhecer a variação da força aplicada no dente em relação à mudança da temperatura bucal nas ligas superelásticas. Com a avaliação das propriedades de amortecimento frente à variação com a temperatura, pode-se conhecer melhor os fenômenos microestruturais relacionados com a transformação de fase destas ligas.

2. REVISÃO DA LITERATURA

Propriedades mecânicas dos metais

As propriedades dos arcos ortodônticos são normalmente determinadas por diferentes testes laboratoriais. Estes arcos têm sido avaliados por ensaios de tração, flexão e torção. Embora os testes laboratoriais não reflitam necessariamente as situações clínicas nas quais os arcos são utilizados, fornecem uma base para a comparação dos arcos. Os ensaios em flexão nos dão alguma informação sobre o comportamento dos arcos quando eles são submetidos a dobras de primeira ordem (plano horizontal) e segunda ordem (plano vertical). Os resultados dos ensaios de torção refletem o comportamento dos arcos nas dobras de terceira ordem (torção) [8].

Tração, flexão e torção são diferentes estados e devem ser considerados independentemente. Quando o arco é submetido a uma carga de tração, a descrição do gráfico de tensão-deflexão pode ser usada para determinar módulo de elasticidade, limite de proporcionalidade, limite de elasticidade, limite de resistência, alongamento, resiliência e tenacidade [10]. Do mesmo modo, gráficos de momento de flexão em função da deflexão angular ou momento de torção em função do ângulo de torque são utilizados para se avaliar as características dos arcos em condições respectivamente de flexão e torção [8].

O ensaio de tração é o tipo de ensaio bastante apropriado para os metais usados em ortodontia, pois é próprio para metais dúcteis. O corpo de prova pode ser um fio ortodôntico, no qual as suas extremidades são presas em uma máquina de ensaios, onde o mesmo é tracionado com forças gradativamente crescentes, até ser atingida a ruptura. Paralelamente à adição de forças, registra-se a deformação correspondente. Assim, desde o início da aplicação de forças ao corpo de prova, até ruptura, obtém-se um conjunto de pares de valores (força e deformação). As forças aplicadas são divididas pela área de secção do corpo de prova, obtendo-se as tensões (F/S); as deformações são divididas pelo

comprimento inicial do corpo de prova $\Delta l/l_0$, obtendo-se as deformações unitárias. Com esses pares de valores (tensão, deformação unitária), constrói-se um gráfico como o apresentado na figura 1, do qual se pode obter uma série de informações, como descrito abaixo para determinados metais[10].

Limite de proporcionalidade: interpretando o gráfico da figura 1, verifica-se que as deformações são proporcionais às tensões no corpo de prova, até o ponto P. Esse ponto define o limite de proporcionalidade.

Limite de elasticidade: um pouco além, mas muito próximo ao ponto P, situa-se o limite de elasticidade, que é a tensão máxima que pode ser aplicada ao corpo de prova, sem se deformar permanentemente.

Um esforço aplicado ao material além do limite de elasticidade provoca uma deformação permanente. Assim, se o corpo de prova for descarregado a partir do ponto M (figura 1), a volta se dá segundo a linha NM e a deformação permanente unitária ocorrida correspondente ao segmento ON. Se novamente, o corpo de prova for carregado, o gráfico será segundo NM. Isto indica um aumento do limite de proporcionalidade, ou seja, o material suporta maiores esforços sem se deformar permanentemente.

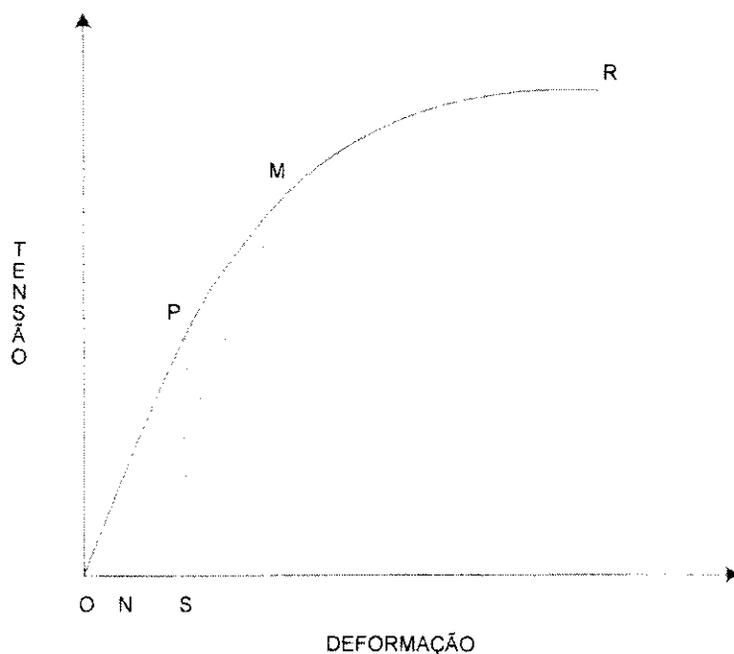


Figura 1. Gráfico esquemático de tensão-deformação de um fio de aço inoxidável austenítico.

Limite de escoamento convencional: em seguida ao limite de elasticidade, situa-se o limite de escoamento, indicando deformação permanente. Para fins práticos, é considerado coincidente com o de proporcionalidade e elasticidade.

Na prática, é difícil determinar o limite de escoamento. Então, se determina o limite de escoamento convencional, que corresponde à tensão relativa a uma deformação permanente de 0,1 a 0,2 %.

Limite de resistência: O limite de resistência é a tensão máxima que o corpo de prova suporta, indicada na figura 1 pelo ponto R.

Módulo de elasticidade: pela figura 1, o módulo de elasticidade ou módulo de Young (E), é definido pela relação tensão/deformação unitária, até o limite de proporcionalidade. Em particular, $E = \sigma/e$, onde σ é a tensão média no ponto P e e é a deformação linear média. Verifica-se que quando maior o módulo de elasticidade do material, menos se deforma sob determinado esforço. A magnitude de força gerada por um arco ortodôntico é proporcional ao módulo de elasticidade da liga [8].

Alongamento: o alongamento é medido pela deformação até a ruptura que o corpo de prova sofre no ensaio de tração. Para tal, são feitas duas referências no corpo de prova, cujas distâncias são medida antes do ensaio e após a ruptura. A diferença relacionada à distância inicial e expressa em porcentagem fornece o alongamento. Um alongamento grande indica que o material é dúctil; ao contrário, um alongamento pequeno indica que o material é capaz de sofrer apenas pequena deformação permanente antes de sua ruptura, sendo portanto frágil.

Um fio ortodôntico de aço inoxidável deve apresentar um grande alongamento, pois durante a construção do arco, este pode sofrer diversas dobras. Se o arco apresentasse um pequeno alongamento, poderia se romper ao ser feita, por exemplo, uma alça.

Resiliência: a resiliência informa a quantidade de energia que um material pode armazenar quando submetido a esforços até o limite de proporcionalidade. A resiliência (R) pode ser obtida pela área do triângulo da figura 1 ($R = OS \times PS / 2$).

Tenacidade: um material que se fratura com dificuldade é tenaz. A tenacidade de um material pode ser avaliada pela área que fica sob a curva de deformação (figura 1). Nota-se que essa área é grande, se após ter sido atingido o limite de proporcionalidade, o material for capaz de ser bastante deformado antes de se romper.

Ligas para arcos ortodônticos

Aço inoxidável

Com o advento do aço inoxidável na Primeira Guerra Mundial e o refinamento dos processos de fabricação de arcos no final dos anos 1930, os arcos de ouro foram gradualmente perdendo espaço para os arcos de aço inoxidável, com menores seções transversais. Após 1950, o aço inoxidável AISI da série 300 tem sido o mais usado nos materiais ortodônticos. Este contém em peso 17 a 25 % de cromo e 8 a 25 % de níquel [1]. Quando pelo menos 10 a 13 % de cromo está presente na liga, esta é chamada de inoxidável [11]. O módulo de elasticidade dos aços inoxidáveis é de 189 GPa [8].

O controle das forças geradas por estes arcos é limitado pela variação da secção transversal dos mesmos ou pela construção alças que alteram as características de rigidez do arco. Esta estratégia de tratamento tem sido chamada de ortodontia de secção transversal variável [12].

Cromo-cobalto

Esta liga desenvolvida nos anos 1950, pela *Elgin Watch Company*, contém em peso 40 % de cobalto, 20 % de cromo, 16 % de ferro e 15 % de níquel [13]. Apresenta módulo de elasticidade semelhante ao do aço inoxidável, porém sua força e sua formabilidade são modificadas por tratamento térmico [13]. Assim, o profissional pode se beneficiar da maior formabilidade desta liga antes do tratamento térmico para construir alças para a movimentação dentária. Também, caso o ortodontista deseje uma maior resiliência do material ele pode fazer um tratamento térmico a 482 °C por 7 a 12 minutos [14]. O tratamento térmico aumenta o limite elástico e a resiliência do arco [15]. Comparando-se os módulos de elasticidade antes do tratamento térmico e após o tratamento térmico a 482 °C,

foram encontrados valores respectivamente de 213,8 GPa e 248,3 GPa [16].

Níquel-titânio

O níquel-titânio é subdividido em três tipos: uma liga convencional e duas ligas superelásticas, a pseudoelástica e a termoelástica.

Nitinol convencional

O *Nitinol* foi desenvolvido no início dos anos 1960 por William F. Buehler, um pesquisador de metalurgia do *Naval Ordnance Laboratory* em *Silver Springs, Maryland* (agora chamado de *Naval Surface Weapon Center*) [17]. O nome *Nitinol* é derivado dos elementos que compõe a liga, ni de níquel, ti de titânio e nol de *Naval Ordnance Laboratory*. Esta liga tem a característica de voltar à forma em que foi manufaturada quando é aquecida à temperatura de transição, após ter sido deformada. Este fenômeno chama-se efeito de memória de forma (*shape memory effect* - SME) [18].

O uso clínico do *Nitinol* iniciou-se em 1972 com o Dr. George Andreasen, que reconheceu o potencial desta liga. A primeira liga comercial para ortodontia foi a *Nitinol* da Unitek. Nesta liga com 50 % de níquel e 50 % de titânio (% em átomo), a memória de forma foi reduzida para 8 a 10 % durante a sua manufatura [19]. O que a tornou interessante para o uso ortodôntico, foi sua baixa rigidez. Quando comparado ao aço inoxidável, o *Nitinol* apresenta uma maior dificuldade em se deformar permanentemente, ou seja, possui um alto limite elástico e uma baixa força por unidade de desativação, isto é, um baixo módulo de elasticidade [17] (figura 2). Sua liberação de força é linear, com uma baixa perda de força por unidade de desativação no arco [20] efeito este chamado *spring back* (desativação suave)[1]. Apresenta módulo de elasticidade de $4,8 \times 10^6$ psi (33,8 GPa) [17]. Esta liga apresenta uma estrutura martensítica estabilizada, já que sua

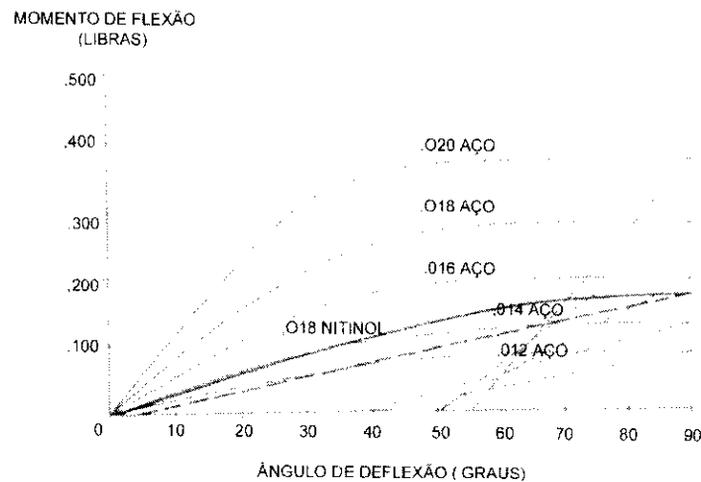


Figura 2. Comparação de arcos redondos de *Nitinol* e aço inoxidável em testes de flexão [17].

capacidade de ter memória de forma foi suprimida pelo trabalho a frio ocorrido durante a manufatura [21].

***Nitinol* pseudoelástico**

Além do *Nitinol* convencional, duas outras ligas de *Nitinol* existem atualmente, que de alguma forma apresentam memória de forma e superelasticidade: ligas martensíticas ativas, as quais apresentam temperatura de transformação entre a temperatura ambiente e a temperatura bucal e ligas austeníticas ativas, as quais apresentam temperatura de transformação abaixo da temperatura ambiente [21].

Na liga austenítica ativa, a fase martensítica representa o baixo módulo de elasticidade (31 a 35 GPa) e a austenítica representa o alto módulo de elasticidade (87 a 98 GPa) [1]. É genericamente aceito que o módulo de elasticidade da fase austenítica é quatro vezes maior que o da fase martensítica [22]. Avaliando-se o módulo de elasticidade em condições dinâmicas, a proporção da fase austenítica para a fase martensítica é de apenas 1,1 a 1,3, muito menor do que em condições estáticas [23]. Quando submetido a uma tensão, a liga austenítica ativa inicia-se com uma resistência três vezes maior do que do *Nitinol* convencional (figura 3, A-B) [19]. Este efeito é breve e surge um longo platô de

força constante onde a rigidez é semelhante a do *Nitinol* convencional (figura 3, B-C). A transformação de fase induzida pela tensão ocorre na fase austenítica desta liga, transformando-se na fase martensítica (figura 3, C-D) [1]. Na desativação, ocorre o reverso com a formação de um segundo platô com um valor de força menor (figura 3, E-F). Desta maneira a fase martensítica é gradualmente transformada na fase austenítica. Quando esta transformação induzida pela tensão é completada, a alta resistência associada à fase austenítica aparece novamente (figura 3, F-G).

A superelasticidade é um fenômeno em que os valores de força permanecem constantes independentemente da deformação no arco [24]. Na região do segundo platô, no qual a fase martensítica se transforma em austenítica, a força se mantém quase constante, com o platô quase horizontal, fenômeno este chamada de pseudoelasticidade [1].

O comportamento físico do *Nitinol* pode ser interpretado e explicado por uma análise metalúrgica. A liga NiTi é um composto metálico quase equiatômico, cuja variedade de propriedades podem ser controladas pelo método de manufatura. Existe uma zona intermediária entre a alta e a baixa temperatura. Na alta temperatura, a estrutura cristalina da liga de NiTi é uma fase austenítica, a qual é uma estrutura cúbica de corpo centrado. A fase martensítica, a qual é uma estrutura hexagonal, é a fase da baixa temperatura. Controlando-se a temperatura alta ou baixa, acontece uma mudança na estrutura cristalina, chamada transformação martensítica. Este fenômeno causa uma mudança nas propriedades físicas. Na fase martensítica, na baixa temperatura, o metal é dúctil e facilmente pode ser induzida uma mudança na sua forma. Na fase austenítica na alta temperatura, é mais difícil se induzir uma deformação [24].

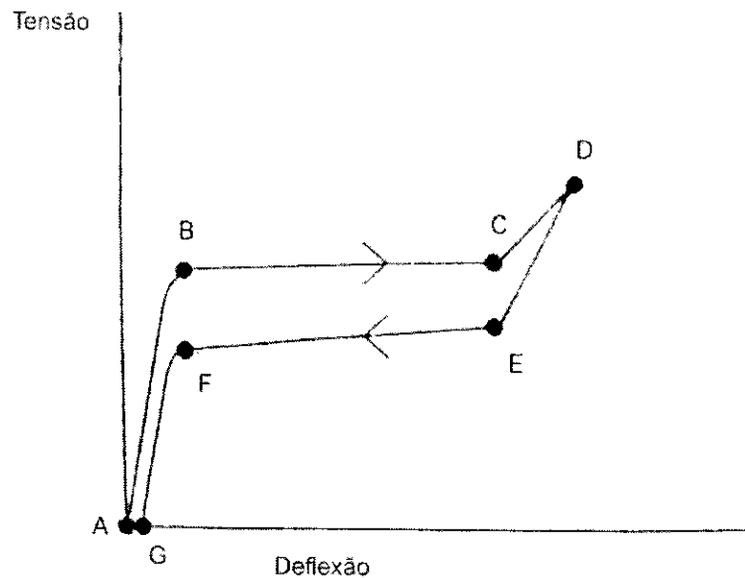


Figura 3. Diagrama esquemático de tensão-deflexão do *Nitinol* pseudoelástico: Ilustração da pseudoelasticidade. (Adaptado da referência 1)

Quando uma força externa é aplicada, a deformação da maioria dos metais ocorre pelo deslocamento de defeitos cristalinos chamados de discordância [25]. A deformação das ligas de NiTi é induzida pela transformação martensítica. A transformação martensítica pode ser revertida aquecendo-se a liga para retornar a fase austenítica, indo gradualmente para uma condição de energia estável [24]. Isto significa que a liga pode retornar à sua forma original, isto é, apresenta memória de forma. Um metal com este tipo de fenômeno, pode mostrar outras propriedades, como a superelasticidade.

A transformação martensítica pode ser produzida pela tensão e não só pela diferença de temperatura. Quando é produzida, pela tensão é chamada transformação martensítica induzida pela tensão [24]. A transformação martensítica pode ser iniciada quando uma força externa é aplicada de uma maneira que exceda um determinado valor. Quando se atinge este valor, é produzida uma progressiva deformação induzida pela tensão, semelhante à deformação por deslocamento das discordâncias. Este fenômeno é acompanhado pela superelasticidade. Se a tensão é diminuída, a liga NiTi retorna ao seu formato inicial, sem apresentar deformação permanente devido ao retorno à fase austenítica [24]. Clinicamente, o ortodontista pode alinhar dentes com uma força constante, desde que ative o arco na região do platô [1].

Os arcos de NiTi produzem movimentação dentária com grande eficiência e em um curto espaço de tempo, quando comparado com outras ligas ortodônticas e é especialmente útil em situações que requerem grandes deflexões do arco, como nos primeiros estágios do tratamento, devido ao seu baixo módulo de elasticidade e a sua superelasticidade [26]. Quando o tratamento progride para os estágios intermediários, o *Nitinol* também apresenta vantagens devido a seu prolongado período de ação e liberação de forças leves.

Uma das últimas ligas superelásticas apresentada para o uso ortodôntico é a *Copper NiTi 27 °C* da Ormco, a qual contém 5 a 6% de cobre em peso [1]. Esta é uma liga austenítica ativa, na qual adição de cobre aumenta a estabilidade da temperatura de transição e a estabilidade da força aplicada no dente [1].

***Nitinol* termoelástico**

O terceiro tipo de liga de níquel-titânio é uma liga martensítica ativa que exibe efeito de memória de forma induzido pela temperatura (figura 4). O efeito de memória de forma é a combinação de dois efeitos: a termoelasticidade e a pseudoelasticidade [9]. Após a inserção do arco, nos braquetes dos dentes desalinhados, o aparelho é ativado pela temperatura bucal, retornando a sua forma pré-determinada [1]. A temperatura de transformação desta liga é mais alta do que do *Nitinol* pseudoelástico, assim esta liga é mais influenciada pela temperatura bucal[1].

Atualmente o efeito termoelástico aparece na liga *Sentalloy Light* da GAC e na liga *CuNiTi 35 °C* e *40 °C* da Ormco [1]. Estas ligas retornam ao seu formato original na boca, quando são aquecidos até a sua temperatura de transição [27].

A transformação martensítica obedece a faixas de temperatura bem definidas, em função da composição química da liga, de sua história termomecânica e do tratamento térmico sofrido pelo material. A temperatura de início de transformação martensítica é chamada *Ms (martensitic start)* e o do fim de transformação *Mf (martensitic finish)*. No aquecimento tem-se a reversão da martensita para a austenita seguindo um percurso não coincidente com o anterior, ou seja, a reversão ocorre em temperaturas de início e fim de transformação

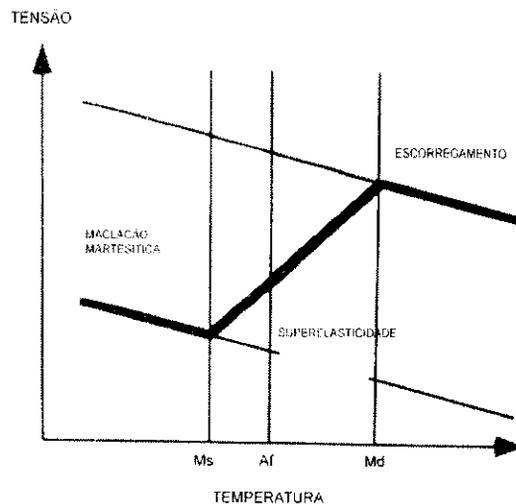


Figura 4. Diagrama de tensão-temperatura com efeito da superelasticidade [9].

respectivamente maiores que as temperaturas M_s e M_f , apresentando uma histerese térmica característica do material (figura 5) [28].

Livre de tensões externas, a transformação martensítica ocorre por abaixamento de temperatura a partir de M_s . Pode-se, por outro lado, provocar a transformação de fase em temperatura acima de M_s aplicando uma tensão externa ao material. Com o alívio da tensão e a temperatura ainda acima de A_f (*austenitic finish*), tem-se a reversão total da martensita e portanto, da deformação em consequência da tensão aplicada. Quanto maior o esforço externo, maior será a temperatura de início de transformação de fase, estando o limite associado a um esforço tal que se tem a competição entre a transformação de fase e a deformação plástica do material [28].

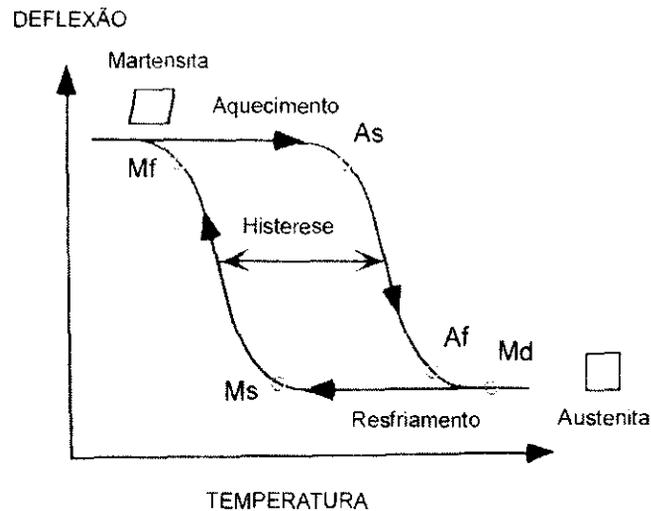


Figura 5. Diagrama de deflexão-temperatura de uma liga com efeito de memória de forma[9].

Um dos pontos mais importantes é a temperatura austenítica final (A_f). Para explorar a superelasticidade no seu maior potencial, a temperatura de trabalho do aparelho ortodôntico deve ser maior que a temperatura A_f . A diferença entre a temperatura A_f e a temperatura da boca, determina a força gerada pela liga de níquel-titânio. Esta temperatura A_f pode ser controlada dentro de um largo limite alterando a composição, o tratamento termomecânico e o processo de fabricação da liga [29]. Os arcos CuNiTi 27 °C, 35 °C e 40 °C da Ormco apresentam temperatura A_f respectivamente de 27 °C, 35 °C e 40 °C

A temperatura na região vestibular do incisivo central superior durante um período de 24 horas, varia 79 % entre 33 e 37 °C, fica 20 % abaixo e 1 % acima disto. Na região dos primeiros pré-molares superiores, fica 92 %, 6 % e 2 % respectivamente nas temperaturas citadas. A temperatura média na região dos incisivos é 34,9 °C e na região dos pré-molares 35,6 °C. A temperatura média da boca é 35,5 °C. Estas informações devem ser consideradas durante a fabricação e o uso de materiais ortodônticos sensíveis a temperatura como os arcos e molas de níquel-titânio [30].

Os arcos de níquel-titânio superelásticos são afetados pelas mudanças de

temperatura associadas à ingestão de alimentos quentes e frios. A rigidez em torção de alguns arcos é bastante afetada. O efeito da temperatura alta (80 °C) desaparece rapidamente, porém a rigidez em torção dos arcos submetidos à baixa temperatura (10 °C) permanece baixa (até 85 % da rigidez na temperatura bucal) por um período de tempo prolongado. Os arcos com maior efeito termodinâmico mostraram reduções sucessivas na rigidez em torção quando a temperatura baixa era aplicada repetidas vezes. A rigidez permaneceu baixa (50 %) e não mostrou tendência a aumentar até 2 horas após a exposição à baixa temperatura. Alguns arcos não liberaram força adequada para a movimentação dentária após a ingestão de alimentos frios [31].

As fases de ativação e desativação no gráfico de tensão-deflexão dos arcos superelásticos têm diferentes magnitudes de força de flexão. Foi comparado o efeito do resfriamento (10 °C) e do aquecimento (80 °C) num curto período de tempo, na força exercida pelos arcos de níquel-titânio. Dois fios retangulares superelásticos e um convencional, foram testados a 37 °C. Os arcos foram testados durante a fase de ativação e de desativação. O resfriamento induziu um efeito transitório de força baixa de flexão no arco na fase de desativação, mas induziu a um efeito prolongado na fase de ativação. Em contraste, o efeito do aquecimento, aumento da força de flexão, foi prolongado quando o arco foi testado na fase de desativação e transitório na ativação [9].

O comportamento tensão-deflexão de arcos de níquel-titânio de várias marcas comerciais de várias marcas comerciais foi comparado num experimento de flexão em três pontos com variação de temperatura de 5 °C a 50 °C. As curvas de ativação e desativação e a região do platô são extremamente modificadas com a temperatura e a rigidez decresce dramaticamente com uma pequena mudança de temperatura. Os valores das forças numa mesma temperatura podem variar em 600 % para arcos do mesmo diâmetros, de diferentes fabricantes [32].

A temperatura de transição de três ligas comerciais (*Active Arch Nitinol- Unitek*, *Heat Active Nitinol – Ortho Arch Co*, *Neo Sentalloy*) foi de similar magnitude (6,7 °C, 6,2 °C e 6,7 °C). A grande variação foi no desvio padrão (1,3 °C, 2,2 °C e 3,7 °C), a qual pode ser atribuída à manufatura da liga ou ao seu tratamento térmico [27].

Como o clássico modelo de mola e a lei de Hooke não podem ser aplicados nas ligas com propriedades superelásticas, novos parâmetros tiveram que ser encontrados. Três parâmetros são necessários para descrever um arco superelástico adequadamente: a nitidez do platô de pseudoelasticidade, a deflexão no começo do platô e o nível de força no platô. Em vários arcos, o início do platô e conseqüentemente, as propriedades desejáveis, começam apenas quando o arco se desloca 1 mm ou mais [6]. Outra literatura indica que as ligas superelásticas devem ser deflexionadas em pelo menos 2 mm numa distância entre apoios de 13 mm, para atingir a região de platô [32].

Simulando a aplicação de torque numa distância interbraquete de 4 mm, não houve comportamento superelástico. Os arcos de níquel-titânio superelásticos começam a mostrar o platô de desativação com 45 ° de torção ou mais. Conseqüentemente a superelasticidade destes arcos em relação ao torque tem pouco ou nenhum significado clínico, já que a maioria das prescrições tem menos de 25 ° de torção. Entretanto, estes arcos são claramente mais flexíveis que os arcos de aço inoxidável e cromo-cobalto, o que pode ser de grande valor clínico [33].

O aumento da quantidade de sulfato de condroitim (SC) no fluido gengival da gengiva marginal é indicativo de reorganização do tecido periodontal. Utilizando-se um arco *Nitinol Forrestadent 0.014*", dentes que sofreram pequena movimentação ($1,6 \pm 0,3$ mm) o SC diminuiu depois de 10 semanas. Dentes que sofreram grande movimentação ($4,3 \pm 0,6$ mm), o SC continua a aumentar após 10 semanas indicando renovação do tecido periodontal. Estes dados sugerem que o arco de níquel-titânio produz um platô de superelasticidade *in vivo* [34].

Existem três fatores para se entender o comportamento das ligas de níquel-titânio termoelásticas: tensão, deflexão e temperatura. Estes três fatores são interrelacionados no diagrama de tensão-deflexão (figura 3), no diagrama de tensão-temperatura (figura 4) no diagrama de deflexão-temperatura (figura 5)[9].

Diagrama de tensão-deflexão: a capacidade dos arcos de níquel-titânio se transformar facilmente pela tensão na fase martensítica dá origem a

superelasticidade [9]. O diagrama de tensão-deflexão apresenta três fases distintas (figura 3). A inclinação inicial e final é dada de acordo com o módulo de elasticidade, respectivamente da fase austenítica e martensítica. A transformação induzida pela tensão da fase austenítica para a fase martensítica se manifesta no platô da curva de tensão-deflexão. No platô, a liga superelástica não segue a lei de Hook porque há pouca mudança na tensão com o aumento da deflexão. Os arcos superelásticos podem exercer a mesma quantidade de força independentemente do grau de ativação num grande intervalo de ativação [9].

Arcos superelásticos também apresentam histerese. Os platôs de ativação e desativação apresentam diferentes magnitudes. Como resultado, o arco não apresenta a mesma força que foi aplicada para ativá-lo. A histerese pode ser explicada pelo atrito associado ao movimento contornos de maclas martensíticas. A magnitude da histerese depende da composição da liga [9].

Diagrama de tensão-temperatura: a superelasticidade é encontrada apenas em um determinado intervalo de temperatura, como demonstrado na curva de tensão-temperatura (figura 4). A relação entre tensão e temperatura é linear em relação à fase martensítica, um decréscimo na temperatura corresponde a um aumento na tensão [9].

Martensita normalmente forma-se na temperatura martensita inicial (M_s), mas pode se formar prematuramente acima da temperatura M_s se houver uma tensão presente. Abaixo da temperatura M_s , a deformação ocorre por maclação martensítica. Entre a temperatura M_s e temperatura austenítica final (A_f), a fase martensítica é induzida pela tensão e se induzida, é estável. Entre a temperatura A_f e a temperatura de deformação martensítica (M_d), a qual é a maior temperatura na qual a martensita pode existir, a indução martensítica por tensão torna-se instável durante a desativação e a transformação superelástica é observada. Acima da temperatura M_d , a deformação é por movimento de discordâncias, pois a martensita não pode ser mais induzida por tensão. Conseqüentemente, para a total superelasticidade, a temperatura deve ser acima da temperatura A_f . A diferença entre a temperatura A_f e a temperatura da boca determina a resistência da liga de NiTi. Assim um arco com temperatura A_f de 27 °C será mais resistente à temperatura bucal do que um arco com temperatura A_f

de 35 °C e um arco se tornará progressivamente mais resistente, se a temperatura for aumentada acima de sua temperatura Af e vice-versa [9].

Diagrama de deflexão-temperatura: O fenômeno de memória de forma é relacionado com a capacidade dos arcos de NiTi ir para a temperatura que induz a transformação martensítica (figura 5). Há um intervalo específico de temperatura para o arco na qual a transformação acontece. Abaixo da temperatura martensítica final (Mf) o arco é completamente martensítico. Aumentando-se a temperatura acima da temperatura austenítica inicial o material inicia a transformação para a estrutura austenítica. Na temperatura Af, o processo é completado e o arco é austenítico. Com o resfriamento, ocorre o processo inverso. Na temperatura Ms a estrutura martensítica começa a se formar. Na temperatura Mf o processo é completado. A histerese é também associada com a indução térmica da transformação martensítica. A temperatura de transformação é diferente no aquecimento e no resfriamento [9]. Em algumas ligas de NiTi, um estágio intermediário pode ocorrer entre as fases martensítica e austenítica, chamado de fase R [9]. A fase de transformação R é análoga a transformação austenítica-martensítica e tem uma correspondente temperatura fase R inicial (Rs) e temperatura fase R final (Rf). Ambas, memória de forma e superelasticidade, são associadas com a fase R intermediária.

As medições do atrito interno ou amortecimento nos dão informações a respeito do mecanismo microscópico responsável pelo comportamento mecânico dos metais [35]. O amortecimento do sistema ou energia perdida por ciclo pode ser medida pela tangente delta (Tand), ou conhecida também como medida do atrito interno [36].

As ligas com memória de forma apresentam uma alta capacidade de amortecimento na fase martensítica e esta capacidade esta relacionada com a movimentação dos contornos de macla localizados dentro da martensita [37]. A maioria das pesquisas de ligas com memória de forma tem-se concentrado no estudo dos picos de atrito interno que aparecem durante o resfriamento e o aquecimento. Dois picos de atrito interno aparecem durante o resfriamento e um aparece durante o aquecimento. Um módulo de elasticidade mínimo correspondente à variação da Tand foi observado durante o resfriamento e

durante o aquecimento. O primeiro pico durante o resfriamento é devido à transformação martensítica, enquanto a razão do segundo não é conhecida. Uma explicação seria a transformação da fase R. O pico durante o aquecimento é devido à transformação reversa [37].

O pico de atrito interno é pelo menos em parte explicado pelo movimento dos contornos de macla localizados dentro das plaquetas martensíticas embebidas na fase austenítica e não pela transformação martensítica. Entretanto, a existência de um grande aumento do atrito interno numa temperatura mais alta que a temperatura M_s , mostra que uma contribuição pré-martensítica no amortecimento também está presente [38].

Ligas de NiTi que sofreram recozimento acima de 300 °C, apresentam no gráfico de tensão-deformação, uma tensão inicial de valor mais alto e uma posterior depressão nesta tensão, antes da formação do platô. O platô pode ser explicado como sendo a reorientação das variantes da martensita para uma única orientação, processo chamado de maclação. A tensão de valor mais alto antes da reorientação do processo, é considerada como sendo a barreira de tensão para a reorientação da martensita. A tensão para a reorientação da martensita obedece a uma relação linear com a T_{and} . Um valor alto na barreira de tensão, corresponde a uma baixa capacidade de amortecimento da martensita e vice-versa [37].

Beta-titânio

A liga beta-titânio foi introduzida na ortodontia em 1980 e teve um grande impacto na especialidade [1]. Leva este nome por preservar a forma alotrópica beta, formada a altas temperaturas. Isto é obtido pela adição de elementos de liga ao titânio como molibdênio, zircônio e estanho [10]. Contém 80 % de titânio, 11,5 % de molibdênio, 6 % de zircônio e 4,5 % de estanho em peso [40]. O módulo de elasticidade é da ordem de 72 GPa, valor que é cerca de 40 % do valor do aço inoxidável ou 30 % da liga de cromo-cobalto [10]. Para o uso ortodôntico, o principal objetivo foi produzir uma liga que na desativação produzisse forças que fossem pelo menos um terço do aço inoxidável e o dobro do *Nitinol* convencional [41]. Esta liga foi introduzida na ortodontia por Dr. Burstone pela Ormco com o

nome de TMA [1]. Quando comparado com o *Nitinol*, apresenta maior rugosidade [42], pode ser soldada e apresenta boa formabilidade [1]. Comparado ao fio de aço, o TMA produz forças menores e apresenta maior período de ação e maior *spring back* [1]. O coeficiente de fricção desta liga é o pior entre as ligas ortodônticas e conseqüentemente, sua capacidade para deslizar os dentes é limitada.

Com a introdução do NiTi e do TMA à Ortodontia, uma nova estratégia clínica formulada por Burstone se desenvolveu, chamada de ortodontia do módulo variável [43]. Esta abordagem de tratamento oferece ao ortodontista a capacidade de controlar a força imposta aos dentes no início do tratamento, pelo simples uso de arcos retangulares fabricados com materiais com graduação do módulo de elasticidade passando de baixo para alto [29]. Burstone [43] formulou seu conceito estabelecendo a rigidez do aparelho ortodôntico (S), o qual é determinado pela rigidez do arco (Ws) e pela rigidez do desenho (As):

$$S = Ws \times As$$

A rigidez do desenho (As) depende de fatores como seção-transversal, propriedades como momento de inércia do aparelho e a rigidez do material depende do módulo de elasticidade da liga. A relação rigidez do material para os de aço inoxidável, como-cobalto, níquel-titânio e beta-titânio é na proporção de 1:1,2: 0,26:0,42, respectivamente. A rigidez do material para arcos trançados de aço varia de 1/25 a 1/5 em relação ao arco de aço inoxidável [43].

Na escolha do arco ideal no tratamento ortodôntico [1], durante os estágios iniciais de tratamento, quando o nivelamento e alinhamento inicial são realizados, são desejados um prolongado período de ação com forças leves. Nestas condições, dois tipos de arcos são sugeridos: aço inoxidável multitrancado e *Nitinol*. Quando o tratamento progride para os estágios intermediários, a liga beta-titânio apresenta vantagens devido a sua formabilidade, *spring back*, período de ação e liberação de forças leves. Largas secções transversais de *Nitinol* também podem ser utilizadas se for empregado canal de encaixe 0,022". Se for utilizado mecânica de deslize, o aço inoxidável é o mais indicado. Com o progresso do tratamento ortodôntico para os estágios finais, são desejados uma maior

estabilidade e menores movimentos dentários. Arcos com maior rigidez e menor período de ação são utilizados. Conseqüentemente, são usadas grandes secções transversais de beta-titânio e aço inoxidável. Se houver uma maior necessidade de flexão do arco, o beta-titânio é utilizado. Se a necessidade for de uma maior rigidez o arco de aço inoxidável é indicado.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este trabalho teve como objetivo a análise mecanodinâmica de ligas de níquel-titânio para uso ortodôntico de diferentes marcas comerciais. Diferentes propriedades mecanodinâmicas, como módulo de elasticidade e amortecimento, foram avaliadas frente à variação da temperatura.

Quatro tipos de arcos de NiTi 0,017 X 0,025" foram estudados. Os arcos foram o *Copper NiTi 35 °C* (Ormco), o *Neo Sentalloy F200* (GAC), o *Nitinol superelástico* (Unitek) e o *NiTi* (GAC) (figura 6 a 9).

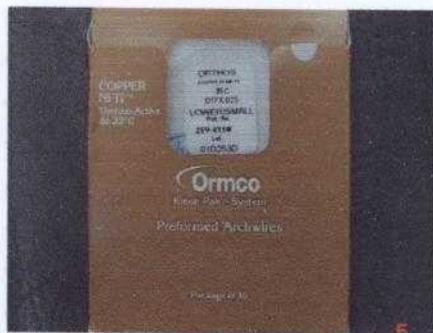


Figura 6. *Copper NiTi 35 °C* da Ormco. Figura 7. *Neo Sentalloy F200* da GAC.

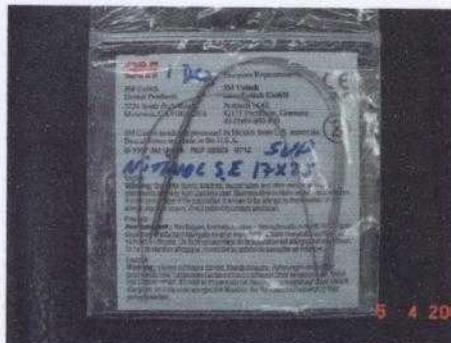


Figura 8. *Nitinol superelástico* da Unitek.

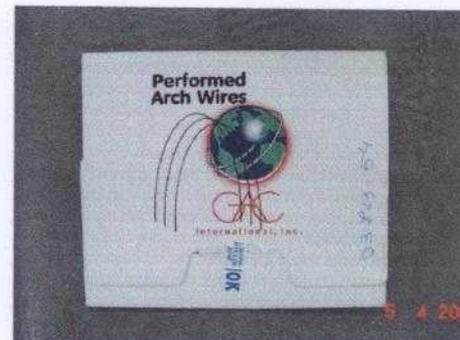


Figura 9. *NiTi* da GAC.

O analisador de propriedades mecanodinâmicas (DMA) e a calorimetria diferencial exploratória (DSC) são técnicas utilizadas neste trabalho, de obtenção de propriedades mecânicas e térmicas de materiais por meio de análises térmicas.

3.1. Analisador de propriedades mecanodinâmicas (DMA)

O equipamento utilizado para os ensaios foi um aparelho de análise mecanodinâmica (DMA) fabricado pela empresa Netzsch [44], mostrado na figura 10. No DMA é possível determinar quantitativamente propriedades mecânicas, como módulo de elasticidade, quando a amostra é submetida à uma carga oscilante, em função do tempo, da temperatura e da frequência. O DMA considera os materiais viscoelásticos (parte da energia aplicada na forma de tensão, o material absorve com deformação permanente e atrito interno, e parte o material devolve quando cessa a aplicação da carga). A figura 10 mostra o DMA Netzsch 242, usado neste trabalho.

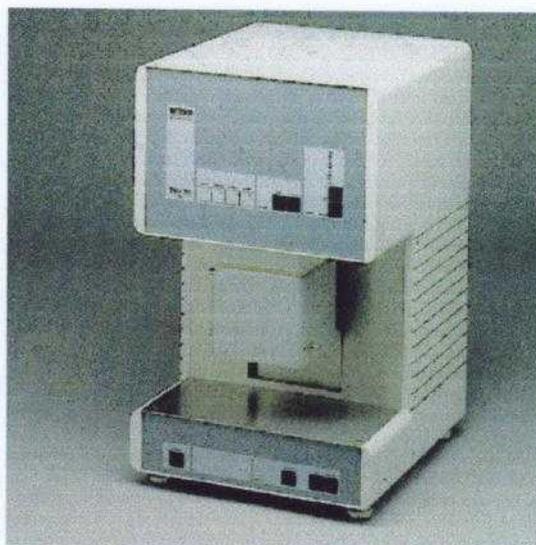


Figura 10. Analisador mecanodinâmico – DMA Netzsch 242 que foi usado neste trabalho.

O analisador consiste, conforme a figura 11, de um oscilador (frequência 0,01 a 100 Hz), que converte sinal elétrico em força, a qual é aplicada na amostra através da haste. A posição da haste é registrada pelo transdutor de deslocamento, que mede a deformação com grande sensibilidade (7,5 a 240 μm de amplitude), mesmo em altas frequências, sem distorções e defasagem no tempo. Os sinais de força, amplitude e frequência são filtrados por meio da análise de Fourier e acabam produzindo uma relação sinal/ruído, na qual é possível desenvolver valores de tangente delta (δ) de 0,00006, segundo o fabricante deste aparelho.

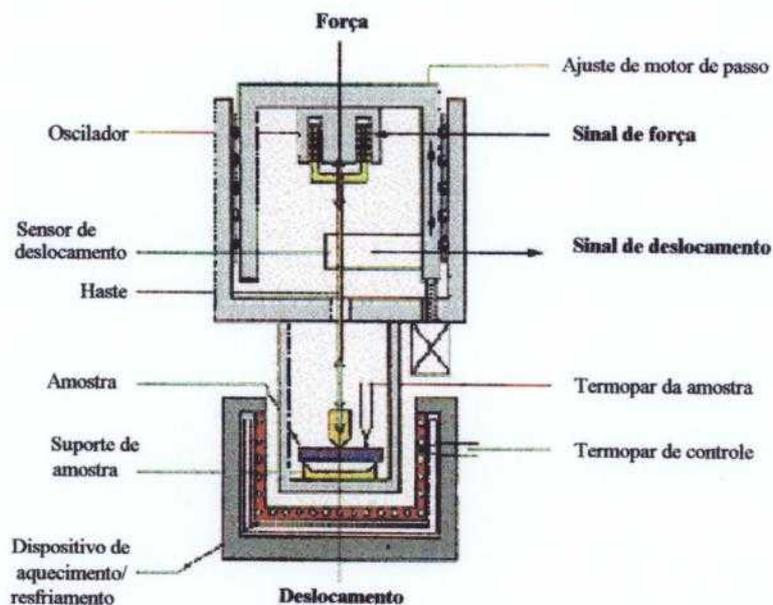


Figura 11. Nomenclatura dos principais componentes do analisador mecânico dinâmico (DMA-Netzsch 242).

O forno tem geometria retangular para se adequar à geometria da amostra e garantir um aquecimento ou resfriamento homogêneo (-170 a 600 °C). O gradiente de temperatura do forno é de ± 1 °C. A temperatura da amostra é medida por um termopar colocado na superfície lateral da amostra.

Para cada tipo de material e faixa de módulo de elasticidade esperado para o material, se escolhe o tipo de porta amostra, de modo que a amplitude de deformação fique na faixa de 1 a 240 μm . A dimensão do corpo de prova também é estudada para esta faixa de amplitude. A tabela 2, mostra os tipos de porta amostra usados neste aparelho.

A seguir são fornecidas algumas propriedades e características do DMA:

- é operável numa gama de temperaturas, com aplicação de carga com uma frequência de oscilação;
- é possível projetar-se experiências e amostras, de modo a se obter propriedades de amortecimento e rigidez (módulo de elasticidade);
- o aparelho pode investigar propriedade viscoelásticas numa gama de módulos de 10^{-3} MPa até 10^{+6} MPa;

Tabela 2. Tipos de porta amostras e suas respectivas equações para determinação do módulo complexo e faixa de aplicações.

Porta amostra	Cálculo do módulo complexo	Faixa de aplicação do módulo complexo	Nota
Flexão em três pontos	$E^* = \frac{l^3}{4bh^3} \cdot \frac{F}{a}$	Amostras rígidas, ex. fibras reforçadas por plásticos > 10 ⁵ ... 10 ¹ MPa.	Não usar em materiais moles, é necessário usar força estática na amostra
Flexão com engastamento simples	$E^* = \frac{l^3}{bh^3} \cdot \frac{F}{a}$	Corpos de prova com larga faixa de módulo, ex., elastômeros, termoplásticos e durômeros > 10 ⁵ ... 10 ⁻¹ MPa	Não é necessária a força estática na amostra e repetir a fixação da amostra em baixas temperaturas para elastômeros
Flexão com engastamento duplo	$E^* = \frac{l^3}{16bh^3} \cdot \frac{F}{a}$	Corpos de prova com larga faixa de módulo, ex., elastômeros, termoplásticos e durômeros	Não é necessária a força estática na amostra e repetir a fixação da amostra em baixas temperaturas para elastômeros
Cisalhamento	$G^* = \frac{8h}{\pi d^2} \cdot \frac{F}{a}$	Amostras moles com alto amortecimento, ex., borrachas não vulcanizadas e elastômeros, colas com alta viscosidade > 10 ³ ... 10 ⁻¹ MPa	Não é necessária a força estática na amostra
Tração	$E^* = \frac{l}{A} \cdot \frac{F}{a}$	Filmes e fibras > 10 ⁴ ... 10 ⁰ MPa	É necessária a força estática na amostra, com controle pelo motor de passo

Onde: E* é o módulo de complexo; a é a amplitude de deformação; F é a força aplicada; l é a comprimento entre os apoios; h é a altura da amostra; b é a largura da amostra; A área da secção.

- os testes com temperatura podem ir de -170 °C até 600 °C, sendo que o

controle da temperatura pode ser dinâmico, isotérmico ou em degraus;

- a gama de frequências vai de 0,01 Hz até 100 Hz;

- a força máxima é de 16 N, sendo 8 N para força estática e 8 N para força dinâmica;

- a amplitude de deformação vai de 7,5 μm até 240 μm . A amplitude de deformação e a posição da amostra são controladas independentemente uma da outra.

O porta amostra utilizado foi o de flexão com engastamento simples, com comprimento livre de 5,0 mm. Durante o aquecimento, foram avaliadas cinco amostras de cada arco sem força estática e cinco amostras de cada arco com força estática de 1 N. Durante o aquecimento e subsequente resfriamento, foram avaliadas uma amostra de cada arco sem força estática. Cada amostra foi avaliada com uma frequência de 1 Hz e com amplitude de deformação de 60 μm . Para cada teste, um segmento reto de 30 mm foi cortado do segmento posterior de cada arco.

Com o objetivo de se avaliar a variação do módulo de elasticidade e fatores de amortecimento em relação à temperatura, bem como a transformação de fase, exerceu-se um controle dinâmico da temperatura de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, com um aumento ou diminuição da temperatura de $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ por minuto.

Como não existe um critério para a avaliação do módulo de elasticidade médio que permite comparar as diversas ligas estudadas, estabeleceu-se o seguinte critério:

- a) Usou-se a parte da curva do módulo de elasticidade numa temperatura onde ela é reta e representa uma única estrutura cristalina, fora da região de transformação de fase.
- b) Na fase martensítica usou-se a temperatura de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ como ponto inicial e como ponto final, o último ponto da reta.
- c) Na fase austenítica usou-se a temperatura do primeiro ponto da reta

como ponto inicial e 80 °C como ponto final.

- d) Estabeleceu-se que o módulo de elasticidade médio é a meia altura desta reta

3.2. Caracterização por calorimetria diferencial exploratória (DSC)

A técnica DSC constitui em medir a diferença de fluxo de calor entre dois cadinhos, um com a amostra que se deseja avaliar e o outro vazio ou com um padrão, usado como referência. Estes dois cadinhos são monitorados em temperatura, por meio de termopares. O equipamento permite a propagação de um ciclo de aquecimento e/ou resfriamento, definindo limites em cada patamar e taxas de aquecimento e resfriamento. Usa-se uma atmosfera inerte para acelerar a transferência de calor e não interferir com as transições que se deseja estudar. Um registrador ou um computador é usado para gravar as informações de tempo, temperatura e fluxo de calor [36]. Neste estudo utilizou-se o equipamento *Mettler Toledo Star System*. A figura 12 mostra o diagrama esquemático de um aparelho DSC típico.

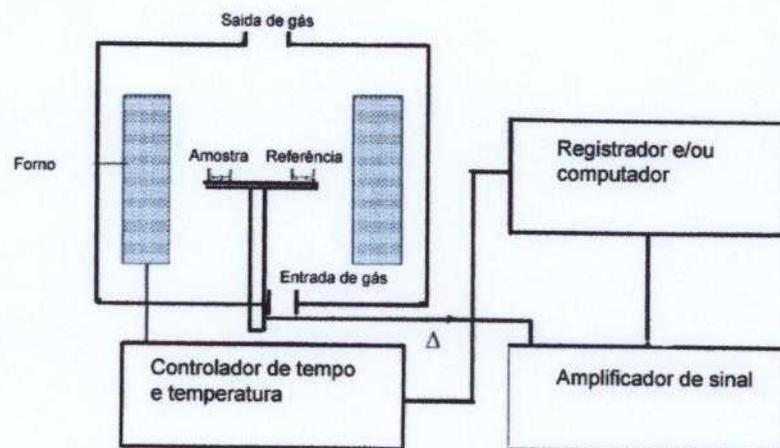


Figura 12. Diagrama de aparelho de DSC típico. Δ indica o sinal diferencial de calor [46].

O aparelho é muito delicado e as quantidades de material a serem colocadas para a análise são pequenas, da ordem de 10 a 20 mg [45]. Os cadinhos usados devem permitir um bom contato para transmissão do fluxo de

calor do cadinho para os sensores. Uma vez obtida a curva de fluxo de calor versus temperatura, inicia-se a avaliação do ensaio.

Inicialmente, as amostras das ligas CuNiTi 35 °C, *Neo Sentalloy* F200, *Nitinol* SE e NiTi, foram deixadas durante 3 minutos a 40 °C e após este período foram aquecidas a uma taxa de 10 °C /min até 80 °C. Foram deixadas nesta temperatura por 3 minutos e então resfriadas até -40 °C a uma taxa de 10 °C / min.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Analisador de propriedades mecanodinâmicas (DMA)

Cinco amostras de cada liga foram avaliadas sem força estática e com a aplicação de uma força estática de 1 N (figuras 13 a 28), durante o aquecimento de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, obtendo-se valores médios do módulo de elasticidade e do atrito interno ou amortecimento (tangente delta) (figuras 29 a 32).

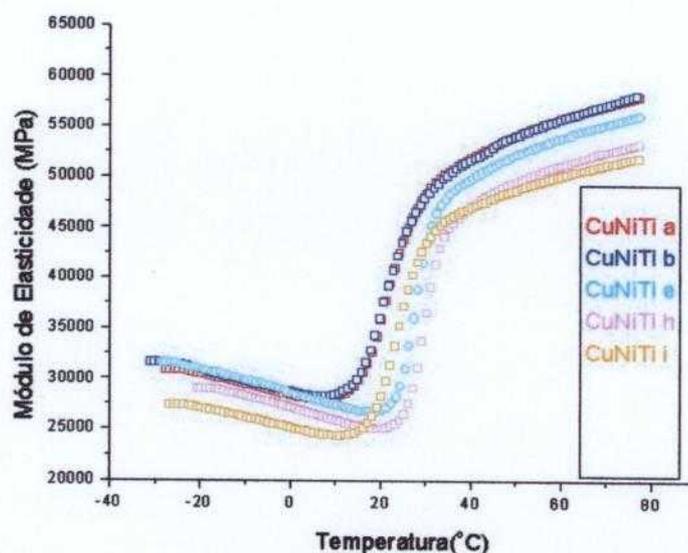


Figura 13. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura sem força estática para os arcos ortodônticos CuNiTi 35 °C.

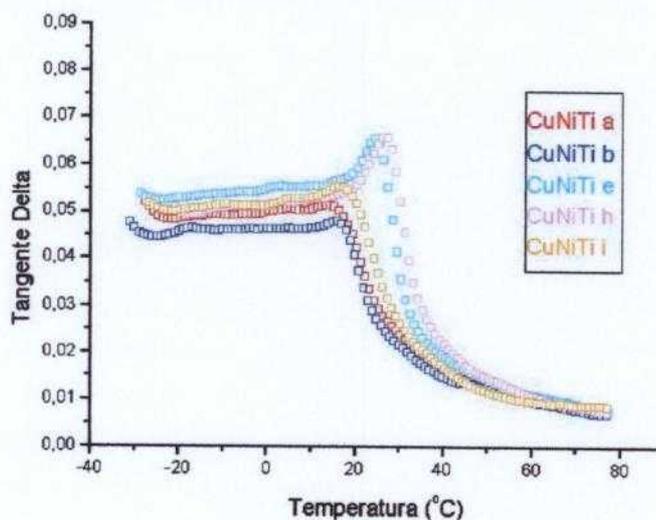


Figura 14. Variação da tangente delta em função da temperatura sem força estática para os arcos ortodônticos CuNiTi 35 °C.

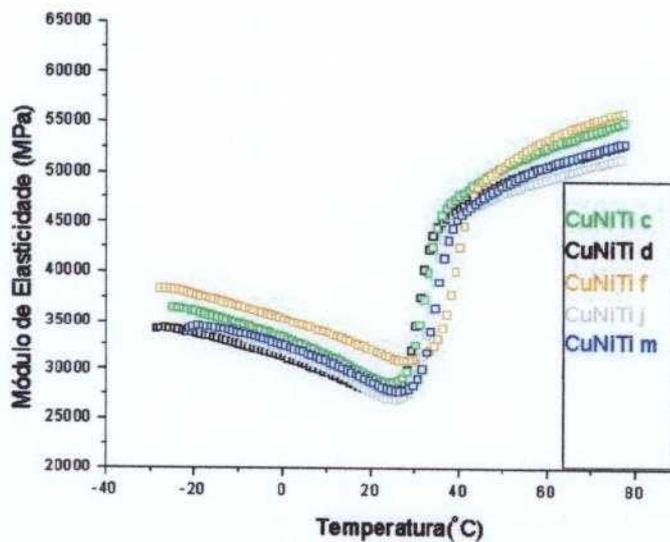


Figura 15. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura com força estática de 1 N para os arcos ortodônticos CuNiTi 35 °C.

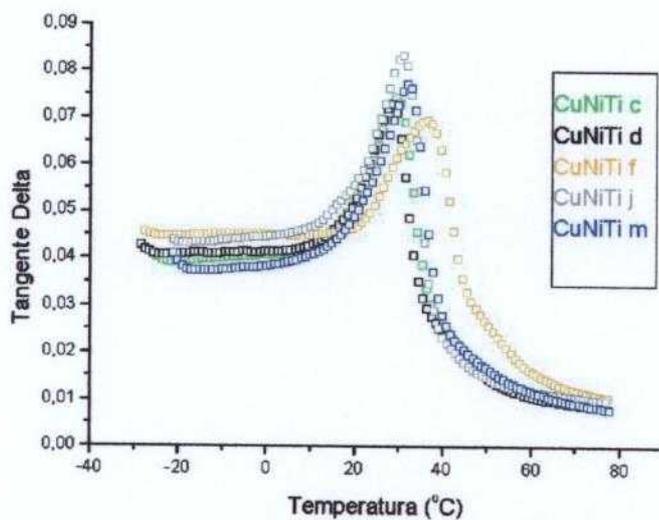


Figura 16. Variação da tangente delta em função da temperatura com força estática de 1 N para os arcos ortodônticos CuNiTi 35 °C.

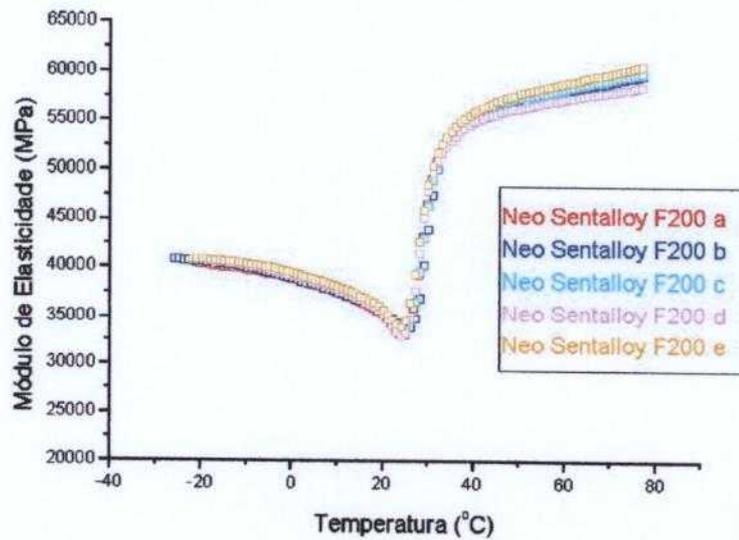


Figura 17. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura sem força estática para os arcos ortodônticos *Neo Sentalloy F200*.

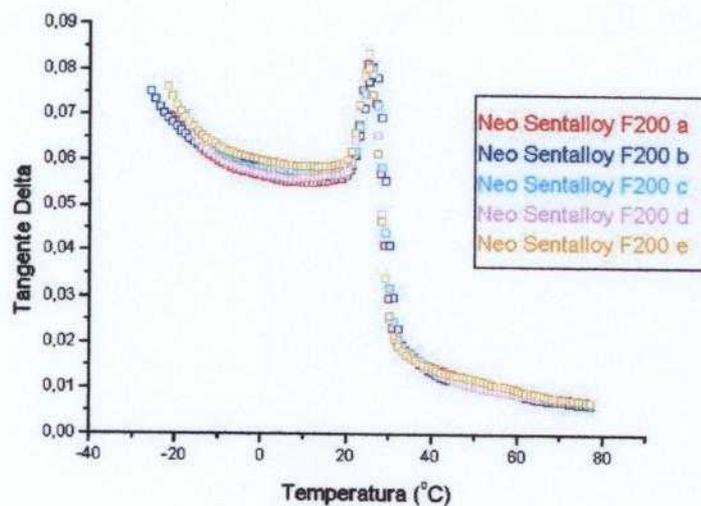


Figura 18. Variação da tangente delta em função da temperatura sem força estática para os arcos ortodônticos *Neo Sentalloy F200*.

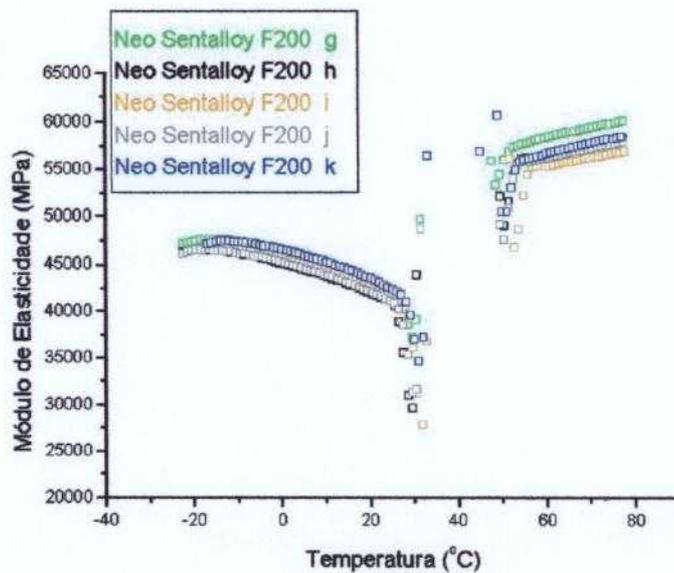


Figura 19. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura com força estática de 1 N para os arcos ortodônticos *Neo Sentalloy F200*.

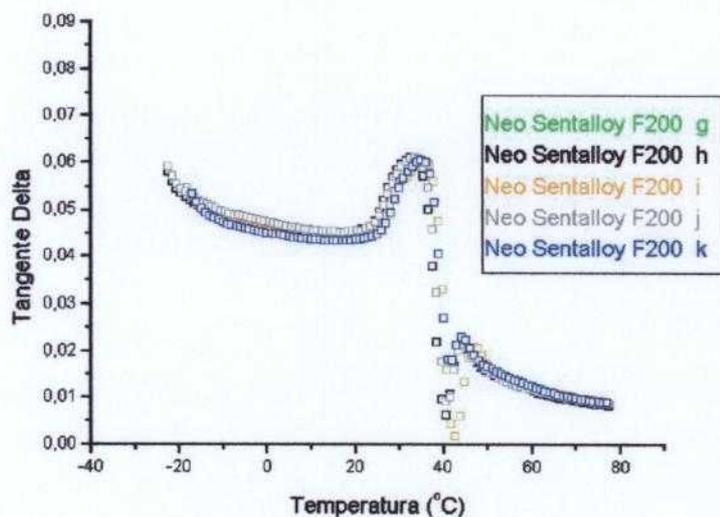


Figura 20. Variação da tangente delta em função da temperatura com força estática de 1 N para os arcos ortodônticos *Neo Sentalloy F200*.

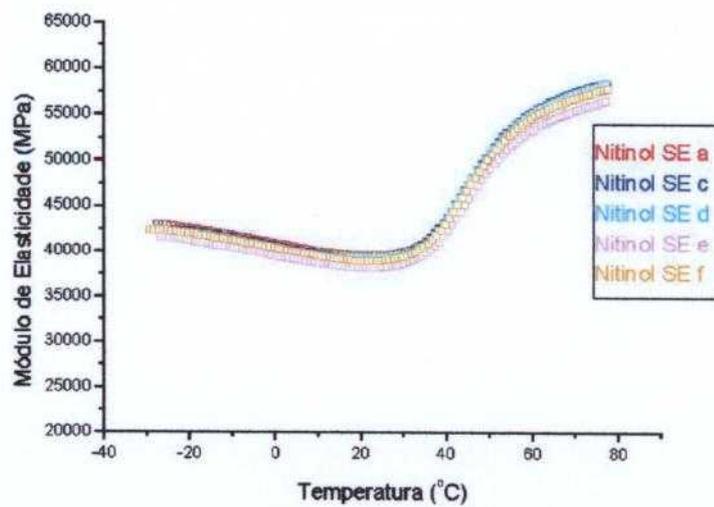


Figura 21. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura sem força estática para os arcos ortodônticos *Nitinol SE*.

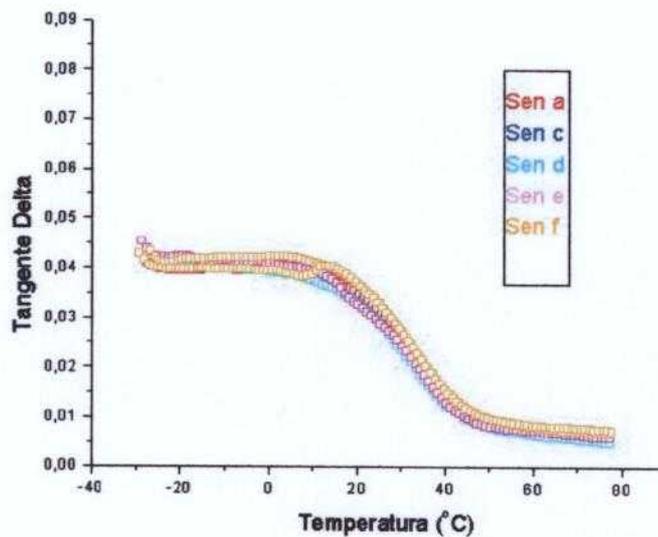


Figura 22. Variação da tangente delta em função da temperatura sem força estática para os arcos ortodônticos *Nitinol SE*.

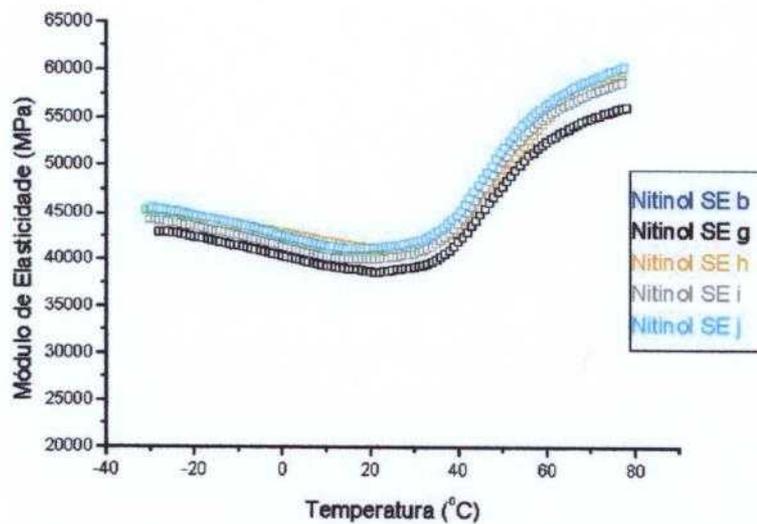


Figura 23. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura com força estática de 1 N para os arcos ortodônticos *Nitinol SE*.

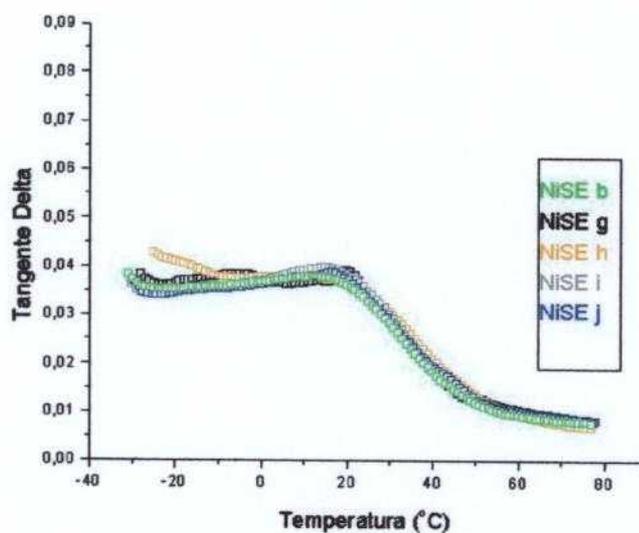


Figura 24. Variação da tangente delta em função da temperatura com força estática de 1 N para os arcos ortodônticos *Nitinol SE*.

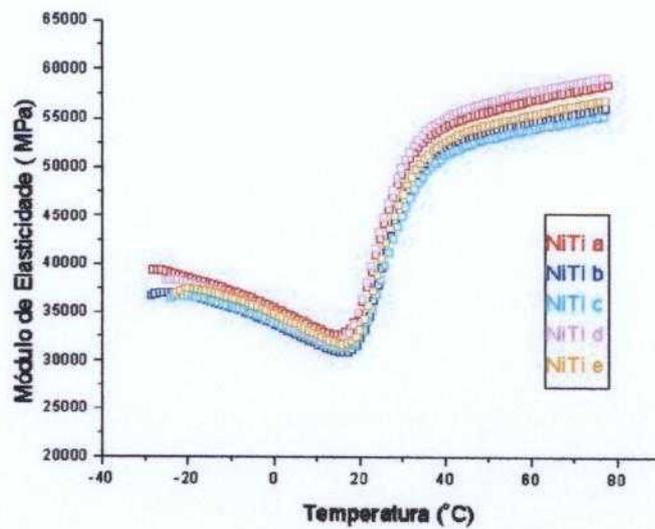


Figura 25. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura sem força estática para os arcos ortodônticos NiTi.

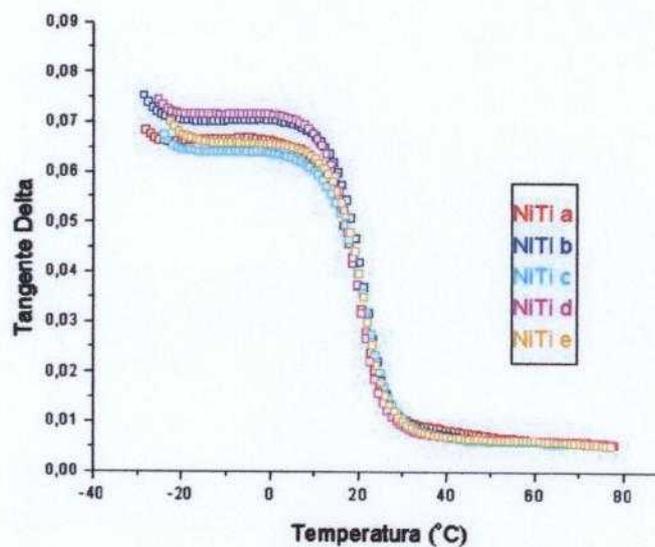


Figura 26. Variação da tangente delta em função da temperatura sem força estática para os arcos ortodônticos NiTi.

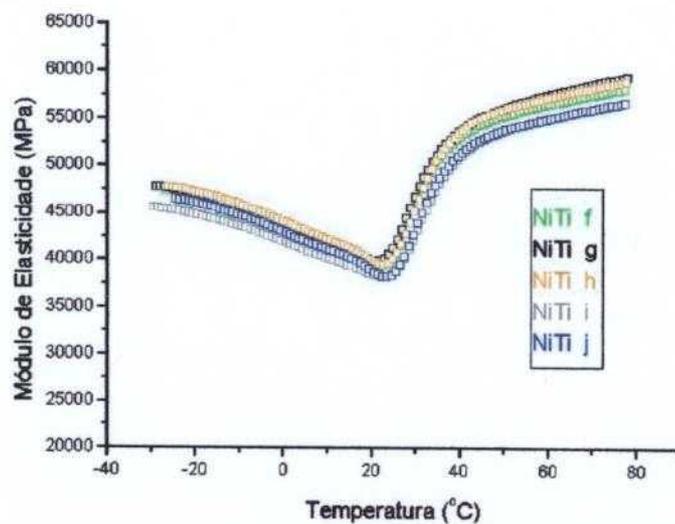


Figura 27. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura com força estática de 1 N para os arcos ortodônticos NiTi.

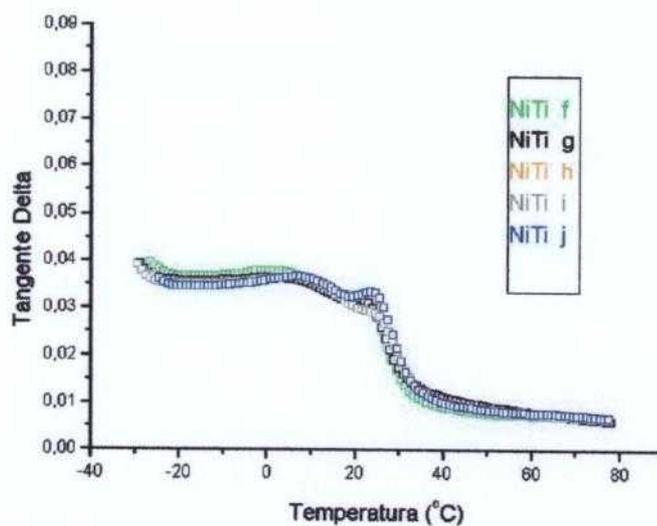


Figura 28. Variação da tangente delta em função da temperatura com força estática de 1 N para os arcos ortodônticos NiTi.

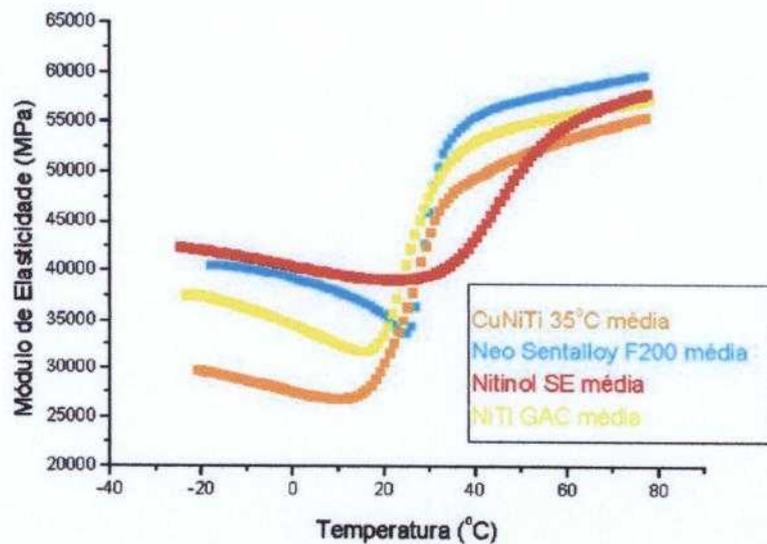


Figura 29. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura sem força estática (média de cinco experimentos para cada liga).

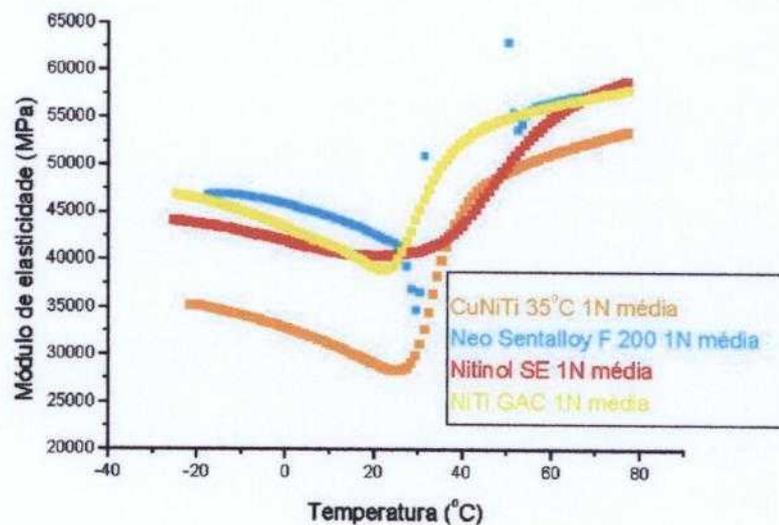


Figura 30. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura com força estática de 1 N (média de cinco experimentos para cada liga).

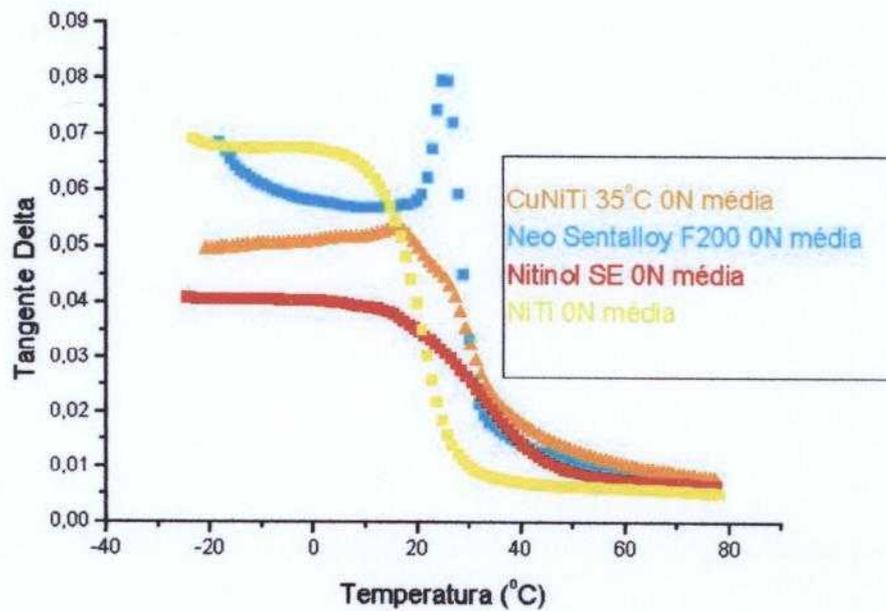


Figura 31. Variação da tangente delta em função da temperatura sem força estática (média de cinco experimentos para cada liga).

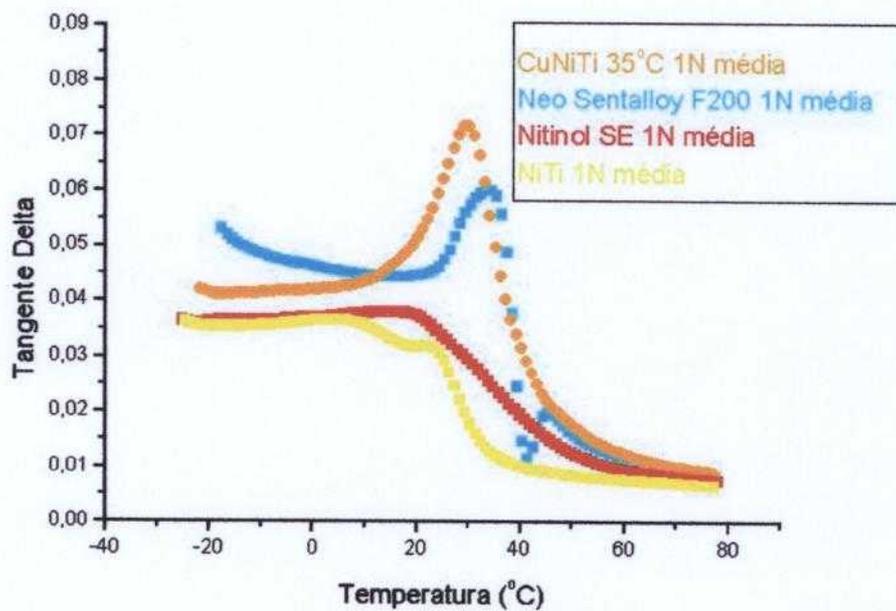


Figura 32. Variação da tangente delta em função da temperatura com força estática de 1 N (média de cinco experimentos para cada liga).

4.1.1. Variação do módulo de elasticidade em relação à temperatura

As tabelas 3 e 4 resumizam resultados das medições de módulo de elasticidade com e sem aplicação de força estática.

Tabela 3. Resultado das medições de módulo de elasticidade sem força estática.

Liga	Em (GPa)	Ea (GPa)	Tp (°C)	Ea/Em
CuNiTi 35 °C	28,7	53,0	15,3	1,85
<i>Neo Sentalloy</i> F200	39,3	58,2	25,0	1,48
<i>Nitinol</i> SE	40,8	---	---	---
NiTi	34,9	55,6	---	1,59

Nota: Em e Ea são módulos de elasticidade da fase martensítica e austenítica, respectivamente. Tp é a temperatura do pico de atrito interno durante o aquecimento. --- Não disponível.

Tabela 4. Resultado das medições de módulo de elasticidade com força estática de 1 N.

Liga	Em (GPa)	Ea (GPa)	Tp (°C)	Ea/Em
CuNiTi 35 °C	32,7	51,3	30,3	1,57
<i>Neo Sentalloy</i> F200	44,7	57,5	34,5	1,29
<i>Nitinol</i> SE	42,3	---	---	---
NiTi	44,0	56,5	---	1,28

Nota: Em e Ea são módulos de elasticidade da fase martensítica e austenítica, respectivamente. Tp é a temperatura do pico de atrito interno durante o aquecimento. --- Não disponível.

Para a liga *Copper* NiTi 35 °C, sem a aplicação de uma força estática, o módulo de elasticidade médio para a fase martensítica foi de 28,7 GPa e para a fase austenítica foi de 53 GPa. A proporção dos módulos da fase austenítica para a fase martensítica foi de 1,85. O menor módulo de elasticidade foi de 26,8 GPa a 10,3 °C, apresentando uma leve depressão na curva. Com a aplicação de uma força estática de 1 N, o módulo de elasticidade médio para a fase martensítica e para a fase austenítica foi respectivamente de 32,7 GPa e 51,3 GPa. A proporção dos módulos da fase austenítica para a fase martensítica foi de 1,57. O menor módulo de elasticidade foi de 28,4 GPa apresentando uma depressão na curva (figuras 29, 30 e 33).

A liga *Neo Sentalloy* F200, sem a aplicação de uma força estática, apresenta na fase martensítica e na fase austenítica, respectivamente, um

módulo de elasticidade médio de 39,3 GPa e 58,2 GPa, com uma proporção de E_a/E_m de 1,48. O módulo de elasticidade mais baixo foi de 33,6 GPa a 25,1 °C, apresentando uma acentuada depressão na curva de módulo de elasticidade. Com a aplicação de 1 N, esta liga apresenta na fase martensítica um módulo de elasticidade médio de 44,7 GPa e na fase austenítica um módulo de elasticidade médio de 57,5 GPa com uma proporção E_a/E_m de 1,29 (tabela 3). A curva na região da transformação de fase não se apresentou nítida (figuras 29, 30 e 34).

A liga *Nitinol* SE, sem aplicação de uma força estática, apresentou módulo de elasticidade médio na fase martensítica de 40,8 GPa. No intervalo de temperatura avaliado, não houve a formação de uma curva da fase austenítica. O módulo de elasticidade máximo apresentado foi de 57,8 GPa. Houve uma leve depressão na curva com um módulo de elasticidade mínimo de 39,1 GPa a 21,5 °C. Com a aplicação de 1 N, o módulo de elasticidade médio da fase martensítica foi de 42,3 GPa. Não houve a formação de uma curva austenítica neste intervalo de temperatura. O módulo de elasticidade máximo apresentado foi 58,8 GPa. Houve uma leve depressão da curva com um módulo de elasticidade mínimo de 40,5 GPa (figuras 29, 30 e 35).

A liga NiTi, sem aplicação de força estática, apresenta na fase martensítica e na fase austenítica, respectivamente, um módulo de elasticidade médio de 34,9 GPa e 55,6 GPa, com uma proporção E_a/E_m de 1,59. Apresenta uma depressão na curva com um módulo de elasticidade mínimo de 31,7 GPa a 15,9 °C. Com a aplicação da força estática de 1 N, apresenta módulo de elasticidade médio na fase martensítica de 42,3 GPa e na fase austenítica de 56,5 GPa com E_a/E_m de 1,28. Apresenta uma depressão na curva com um módulo de elasticidade mínimo de 39 GPa a 22,4 °C (figuras 29, 30 e 36).

As figuras 37, 38 , 39 e 40, mostram o comportamento do módulo de elasticidade das ligas estudadas durante o aquecimento seguido de um resfriamento. A transformação reversa, que ocorre durante o aquecimento e a transformação martensítica, que ocorre durante o resfriamento, obedecem a faixas de temperatura bem definidas. No aquecimento tem-se a transformação da

martensita para a austenita seguindo um percurso não coincidente com do resfriamento. A reversão ocorre em temperaturas maiores de início e fim de transformação do que as da transformação martensítica, apresentando uma histerese térmica característica do material.

Todas as curvas de módulo de elasticidade apresentaram uma depressão durante o aquecimento. O módulo de elasticidade da fase austenítica é maior do que o da fase martensítica. A proporção da fase austenítica para a martensítica nos experimentos sem carga durante o aquecimento foi de 1,59 a 1,85. Nos experimentos com carga de 1 N durante o aquecimento foi de 1,28 a 1,57, devido ao aumento do módulo de elasticidade na fase martensítica, observado em todos os experimentos. Estas proporções estão abaixo das proporções encontradas na literatura em condições estáticas, nas quais o módulo de elasticidade da fase austenítica é quatro vezes maior que o da fase martensítica [22]. Estes dados dão ao ortodontista condições de se avaliar a variação da força aplicada no dente em função das mudanças da temperatura bucal com a alimentação. Nas ligas CuNiTi 35 °C e *Neo Sentalloy* F200, na presença de força estática houve um deslocamento da curva para a direita, com a presença da fase martensítica a uma temperatura mais alta. Nestas duas ligas, as temperaturas de transformação de fase são diferentes sem a presença de força estática e com a aplicação de força estática (figuras 33 e 34). O conhecimento deste comportamento é importante para o ortodontista, pois numa situação clínica onde o arco ortodôntico está inserido no canal de encaixe do braquete de um dente desalinhado, esta-se exercendo uma força estática neste arco, o que muda o comportamento do módulo de elasticidade desta liga.

Figura 33. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura, sem força estática e com força estática de 1 N, para os arcos ortodônticos CuNiTi 35 °C (média de cinco experimentos).

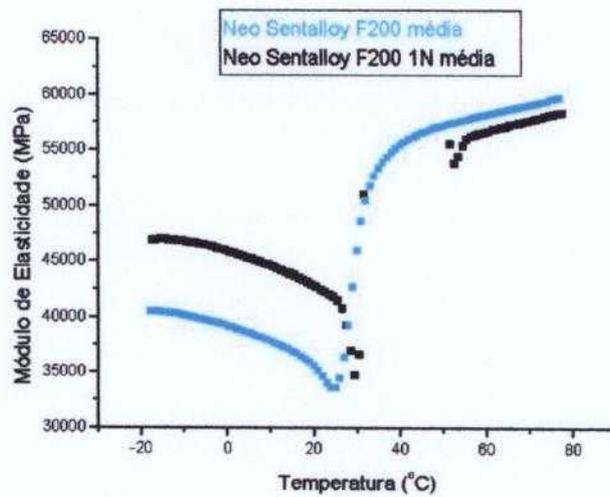


Figura 34. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura, sem força estática e com força estática de 1 N, para os arcos ortodônticos *Neo Sentalloy F200* (média de cinco experimentos).

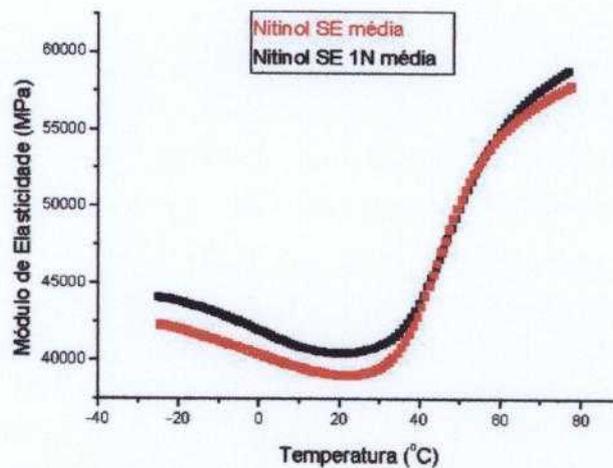


Figura 35. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura, sem força estática e com força estática de 1 N, para os arcos ortodônticos *Nitinol SE* (média de cinco experimentos).

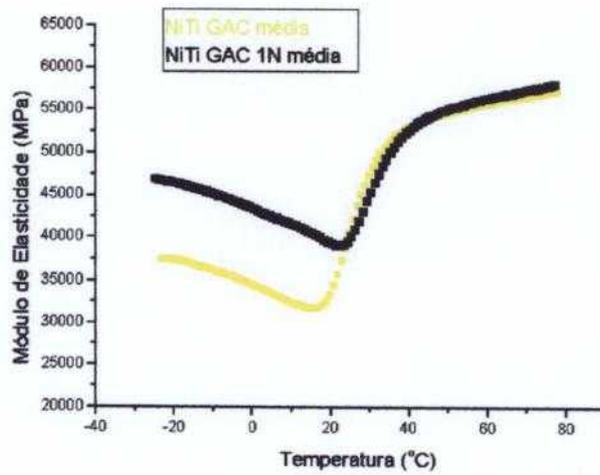


Figura 36. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura, sem força estática e com força estática de 1 N, para os arcos ortodônticos NiTi (média de cinco experimentos).

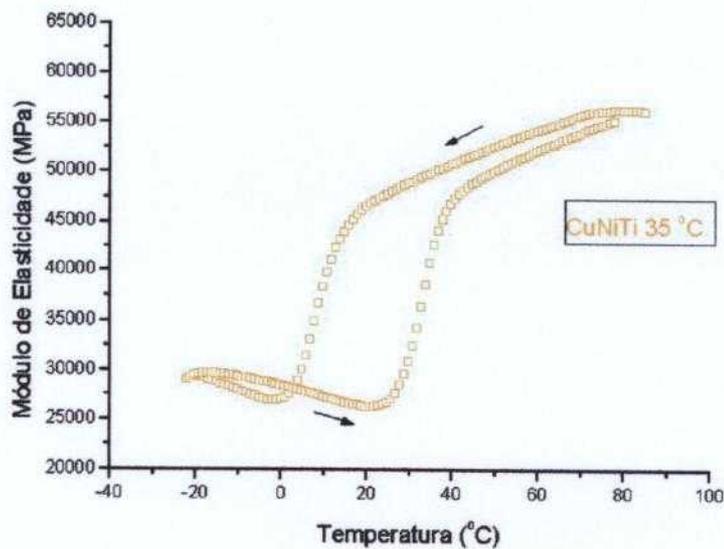


Figura 37. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura sem força estática durante o aquecimento e o resfriamento para os arcos ortodônticos CuNiTi 35 °C.

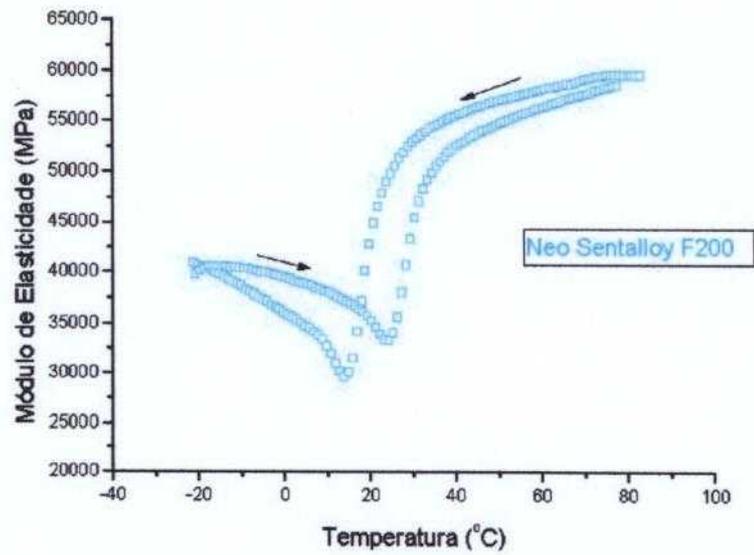


Figura 38. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura sem força estática durante o aquecimento e o resfriamento para os arcos ortodônticos Neo Sentalloy F200.

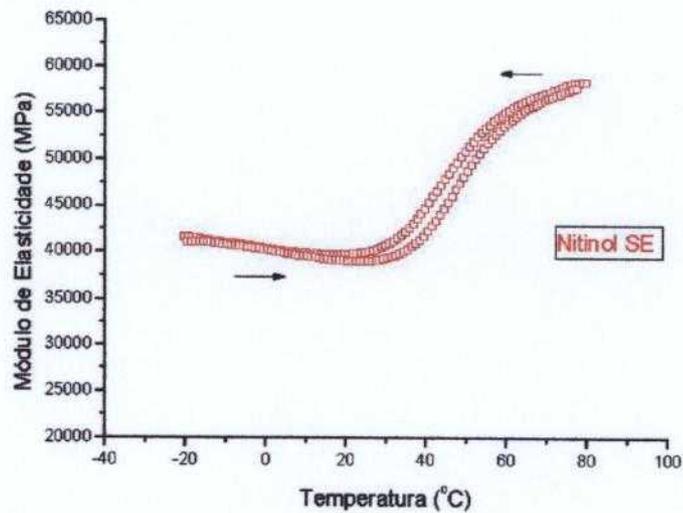


Figura 39. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura sem força estática durante o aquecimento e o resfriamento para os arcos ortodônticos Nitinol SE.

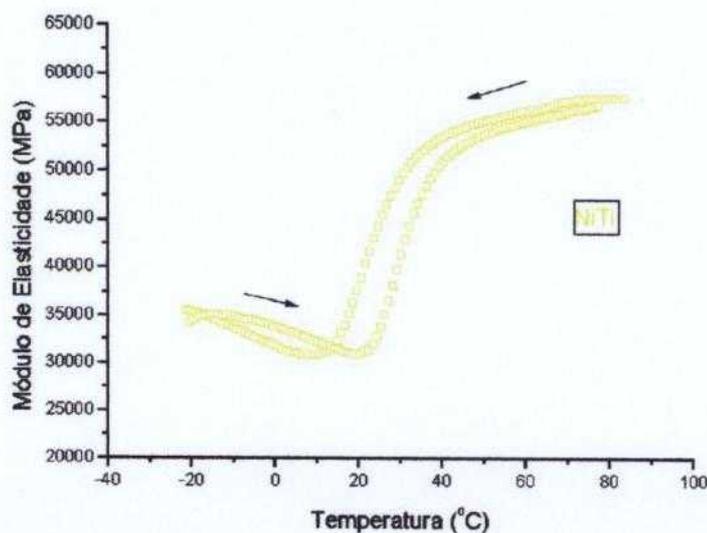


Figura 40. Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura sem força estática durante o aquecimento e o resfriamento para os arcos ortodônticos NiTi.

Os módulos de elasticidade das quatro ligas foram comparados separadamente para cada uma das fases, martensítica e austenítica. Isto foi feito de forma descritiva através de gráficos e tabelas e depois foi testado se as diferenças observadas são ou não significantes.

Fase martensítica

Foram comparados os módulos de elasticidade na fase martensítica das quatro ligas.

Análise descritiva

Para comparar-se as quatro ligas, nas tabelas 5 e 6 e nos gráficos das figuras 40 e 41, tem-se as medidas resumo para o módulo de elasticidade.

Analisando a tabela e os gráficos pode-se destacar que:

- *Copper NiTi* 35°C se destacou por ter as médias mais baixas

- aparentemente quando se coloca a força estática acontece um aumento nos módulos (em média o aumento é de 5 GPa);
- o NiTi é o que mais se alterou com a colocação da força estática, ficando bem próximo do *Neo Sentalloy F200* e do *Nitinol Superelástico*;
- O *Neo Sentalloy F200* e o *Nitinol Superelástico* apresentam médias próximas, com este último apresentando pouca mudança quando a força estática foi colocada.
- Quanto à variabilidade, pode-se ver pelos desvios padrão que o *Copper NiTi 35°C* aparentemente apresentou uma maior variabilidade em relação às demais marcas.

Tabela 5– Medidas resumo para o módulo de elasticidade – fase martensítica

Liga	Força estática	Média	Desvio padrão	Mínimo	Máximo
<i>Copper NiTi 35 °C</i>	sem	28,7	2,0	26,1	30,8
	com	32,7	1,7	31,4	35,4
<i>Neo Sentalloy F200</i>	sem	39,3	0,2	39,1	39,5
	com	44,7	0,6	44,1	45,4
NiTi	sem	34,9	0,7	34,2	35,9
	com	44,0	0,9	42,6	44,7
<i>Nitinol Superelástico</i>	sem	40,8	0,5	40,0	41,3
	com	42,3	1,0	40,8	43,1
Total		38,4	5,5	26,1	45,4

Tabela 6– Médias para o módulo de elasticidade – fase martensítica

Liga	Força estática	
	sem	com
<i>Copper NiTi 35 °C</i>	28,70	32,70
<i>Neo Sentalloy F200</i>	39,26	44,68
NiTi	34,92	44,00
<i>Nitinol Superelástico</i>	40,80	42,34
Total	35,92	40,93

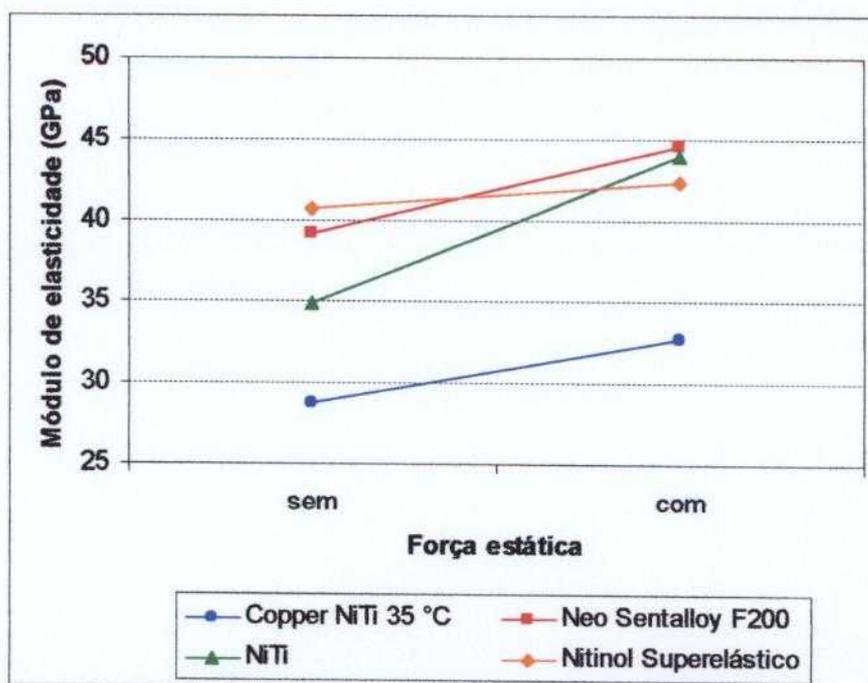


Figura 41– Médias para o módulo de elasticidade – fase martensítica.

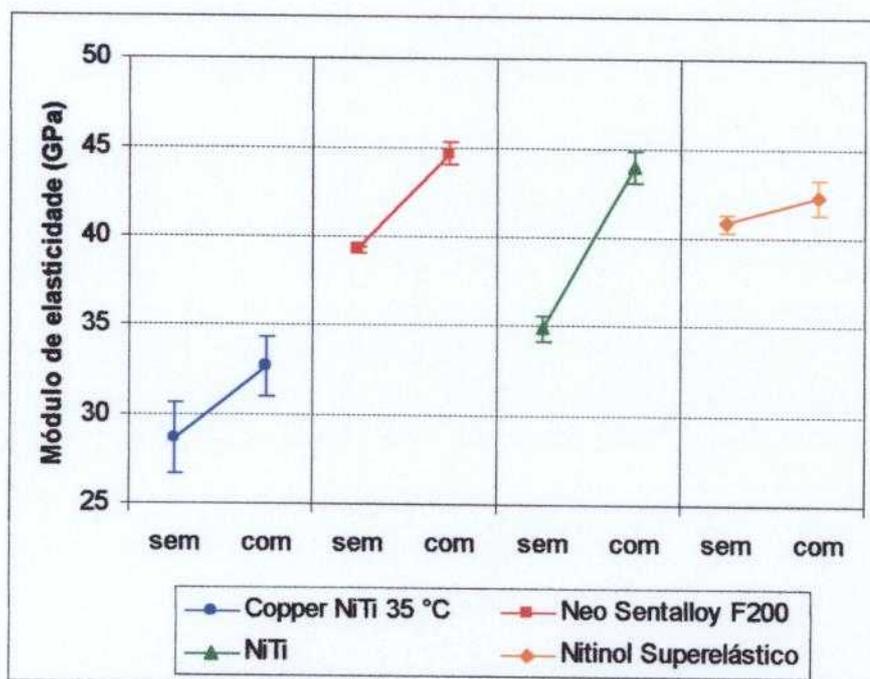


Figura 42– Médias \pm 1 desvio padrão para o módulo de elasticidade – fase martensítica.

Análise inferencial

Para verificar-se as diferenças entre as médias das ligas com e sem a força estática, utilizou-se a técnica de *análise de variância para dois fatores fixos*.

Para se utilizar a técnica de forma segura foi preciso verificar duas hipóteses: a homogeneidade das variâncias dos grupos e a normalidade para os resíduos da análise. Foram verificadas estas hipóteses respectivamente através do *teste de Levene* e do *teste de Anderson-Darling*.

Para verificar-se as hipóteses da técnica, testou-se a homogeneidade das variâncias pelo teste de Levene e obteve-se um nível descritivo de 0,118, de onde conclui-se que as variâncias são homogêneas (não existe diferença entre as variabilidades).

Para testar a normalidade dos resíduos utilizou-se o teste de Anderson-Darling e obteve-se um nível descritivo de 0,260, pelo qual não rejeita-se a hipótese de normalidade e portanto pode-se utilizar a técnica tranquilamente.

Na tabela 7 tem-se a análise de variância (ANOVA) para o módulo de elasticidade na fase martensítica, pela qual pode-se concluir através dos níveis descritivos que a interação entre as ligas e a força estática foi significativa, ou seja, que a diferença entre as médias das ligas se altera quando tem-se ou não uma força estática.

Para analisar-se melhor como são as diferenças, fez-se *comparações múltiplas pelo método de Tukey* com o resultado apresentado na tabela 8. Nesta tabela tem-se os níveis descritivos de todas as comparações duas a duas, de onde pode-se concluir que:

- Encontrou-se poucas médias iguais;
- com exceção do *Nitinol Superelástico*, as outras ligas apresentaram diferença significativa quando utilizada a força estática;
- O NiTi com força estática não é significativamente diferente nem do *Neo Sentalloy F200* com força estática, nem do *Nitinol Superelástico* com força estática, mas estes dois últimos são significativamente diferentes entre si;
- O *Neo Sentalloy F200* quando comparado com o *Nitinol Superelástico* apresentou diferença significativa quando testados com força estática, mas não são diferentes quando testados sem força estática;
- O *Copper NiTi 35 °C* com e sem a força estática apresentou-se significativamente diferente de todas as outras ligas, com exceção da

comparação entre esta marca com força estática com o NiTi sem força estática;

- Todas as outras comparações apresentaram diferenças significativas.

Tabela 7 – Tabela da ANOVA para o módulo de elasticidade – fase martensítica

Fonte de variação	graus de liberdade	Soma de quadrados	Quadrados médios	Estatística F	nível descritivo
Liga	3	832,05	277,35	223,22	0,000
Força	1	251,00	251,00	202,01	0,000
Liga * Força	3	74,48	24,83	19,98	0,000
Resíduo	32	39,76	1,24		
Total	39	1197,30			

Tabela 8 – Comparações múltiplas pelo método de Tukey para módulo de elasticidade – fase martensítica. As diferenças significativas estão hachuradas

Liga	Força estática	Copper NiTi 35 °C		Neo Sentalloy F200		NiTi		Nitinol Superelástico	
		sem	com	sem	com	sem	com	Sem	Com
Copper NiTi 35 °C	sem		0,0001	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
	com	0,0001		0,0000	0,0000	0,0615	0,0000	0,0000	0,0000
Neo Sentalloy F200	sem	0,0000	0,0000		0,0000	0,0000	0,0000	0,3870	0,0028
	com	0,0000	0,0000	0,0000		0,0000	0,9763	0,0001	0,0415
NiTi	sem	0,0000	0,0615	0,0000	0,0000		0,0000	0,0000	0,0000
	com	0,0000	0,0000	0,0000	0,9763	0,0000		0,0017	0,2971
Nitinol Superelástico	sem	0,0000	0,0000	0,3870	0,0001	0,0000	0,0017		0,3870
	com	0,0000	0,0000	0,0028	0,0415	0,0000	0,2971	0,3870	

Fase austenítica

Foram comparados os módulos de elasticidade na fase austenítica entre três ligas, uma vez que para o *Nitinol Superelástico* não foi possível obter o valor de módulo de elasticidade.

Análise descritiva

Para comparar-se as três ligas, nas tabelas 9 e 10 e nos gráficos das figuras 43 e 44, tem-se as medidas resumo para o módulo de elasticidade.

Analisando a tabela e os gráficos pode-se destacar que:

- Nota-se uma diferença entre as três ligas nas duas situações quanto à força estática, com o *Copper NiTi 35 °C* apresentando as menores médias, seguido do *NiTi* e depois pelo *Neo Sentalloy F200*, com estes dois últimos mais próximos entre si;
- Quando coloca-se a força estática acontece uma queda nos módulos do *Copper NiTi 35 °C* e do *Neo Sentalloy F200*, enquanto que no *NiTi* foi observado um pequeno aumento no módulo;
- Quanto à variabilidade, pode-se ver pelos desvios padrão que o *Copper NiTi 35 °C* aparentemente apresentou uma variabilidade um pouco maior que os demais e o *Neo Sentalloy F200* apresentou variabilidades um pouco menores.

Tabela 9 – Medidas resumo para o módulo de elasticidade – fase austenítica.

Ligas	Força estática	Média	Desvio padrão	Mínimo	Máximo
<i>Copper NiTi 35 °C</i>	Sem	53,0	2,2	49,4	54,9
	Com	51,3	1,7	49,6	53,4
<i>Neo Sentalloy F200</i>	Sem	58,2	0,7	57,1	58,9
	Com	57,5	1,1	56,2	59,3
<i>NiTi</i>	Sem	55,6	1,6	53,7	57,6
	Com	56,5	1,2	55,2	57,8
<i>Nitinol Superelástico</i>	Sem	—	—	—	—
	Com	—	—	—	—
Total		55,4	2,9	49,4	59,3

Tabela 10 – Médias para o módulo de elasticidade – fase austenítica

Ligas	Força estática		Total
	Sem	com	
<i>Copper NiTi 35 °C</i>	53,02	51,26	52,14
<i>Neo Sentalloy F200</i>	58,18	57,54	57,86
<i>NiTi</i>	55,60	56,52	56,06
<i>Nitinol Superelástico</i>	—	—	—
Total	55,60	55,11	55,35

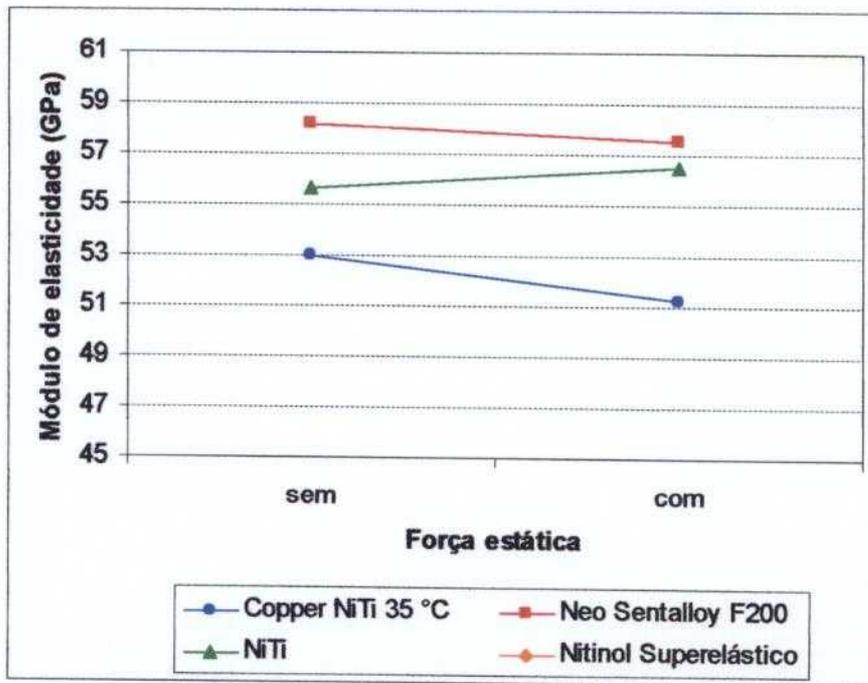


Figura 43 – Médias para o módulo de elasticidade – fase austenítica.

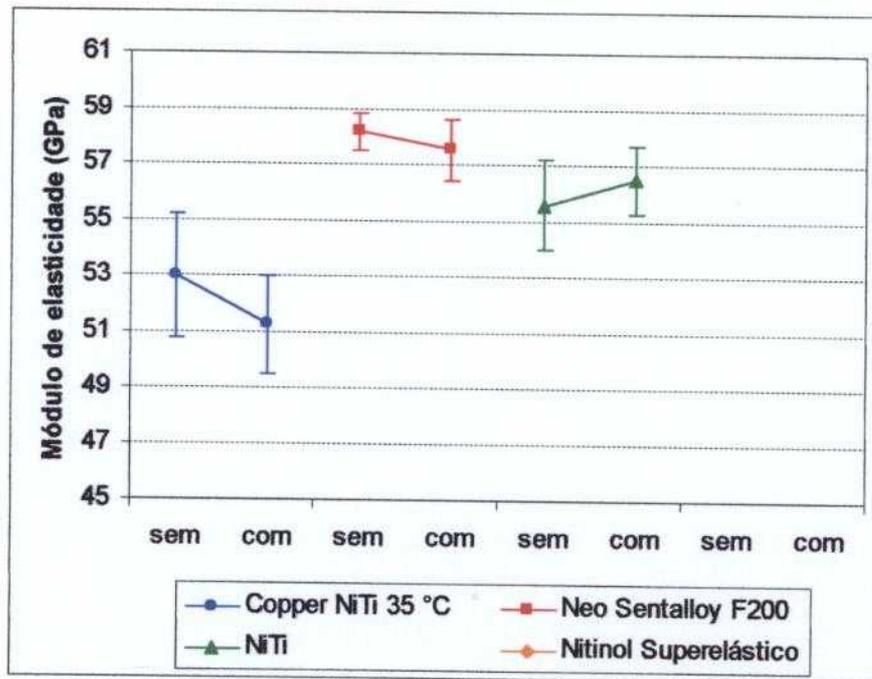


Figura 44 – Médias \pm 1 desvio padrão para o módulo de elasticidade – fase austenítica.

Análise inferencial

Para verificar-se as diferenças entre as médias das ligas com e sem a força estática, foi utilizado a técnica de *análise de variância para dois fatores fixos*.

Para utilizar-se a técnica de forma segura foi preciso verificar duas hipóteses: a homogeneidade das variâncias dos grupos e a normalidade para os resíduos da análise. Estas hipóteses foram verificadas respectivamente através do *teste de Levene* e do *teste de Anderson-Darling*.

Para verificar-se as hipóteses da técnica, foi testada a homogeneidade das variâncias pelo teste de Levene e foi obtido um nível descritivo de 0,467, de onde concluí-se que as variâncias são homogêneas (não existe diferença entre as variabilidades).

Para testar a normalidade dos resíduos utilizou-se o teste de Anderson-Darling e obteve-se um nível descritivo de 0,454, pelo qual não rejeitou-se a hipótese de normalidade e portanto pode-se utilizar a técnica tranquilamente.

Na tabela 11 tem-se a análise de variância (ANOVA) para o módulo de elasticidade na fase austenítica, pela qual pode-se concluir através dos níveis descritivos que:

- a interação entre as ligas e a força estática não é significativa, ou seja, que a diferença entre as médias das marcas se mantém quando tem-se ou não uma força estática;
- o fator força não foi significativo, ou seja não se tem diferença significativa entre as médias dos módulos quando coloca-se a força estática;
- existe diferença significativa entre as ligas.

Para analisar-se melhor como são as diferenças em relação às três marcas, fez-se *comparações múltiplas pelo método de Tukey* com o resultado apresentado na tabela 12. Nesta tabela tem-se os níveis descritivos de todas as comparações duas a duas, de onde pode-se concluir que existe diferença significativa entre todas as três ligas.

Tabela 11 – Tabela da ANOVA para o módulo de elasticidade – fase austenítica.

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Quadrados médios	Estatística F	nível descritivo
Liga	2	171,08	85,54	37,55	0,000
Força	1	1,83	1,83	0,80	0,380
Liga * Força	2	9,06	4,53	1,99	0,159
Resíduo	24	54,67	2,28		
Total	29	236,64			

Tabela 12 – Comparações múltiplas pelo método de Tukey para módulo de elasticidade – fase austenítica. As diferenças significativas estão hachuradas.

Liga	<i>Copper NiTi 35 °C</i>	<i>Neo Sentalloy F200</i>	NiTi
<i>Copper NiTi 35 °C</i>		0,0000	0,0000
<i>Neo Sentalloy F200</i>	0,0000		0,0348
NiTi	0,0000	0,0348	

4.1.2. Comportamento do atrito interno ou amortecimento

As propriedades de amortecimento (tangente delta) na fase martensítica são maiores do que na fase austenítica, em todos os experimentos. As ligas *CuNiTi 35 °C* e *Neo Sentalloy F200* apresentaram um nítido pico nas propriedades de amortecimento (tangente delta) durante o aquecimento. A transformação reversa (fase martensítica para fase austenítica), ocorre associada com um pico no atrito interno e um grande aumento no módulo de elasticidade. Abaixo das temperaturas de transformação o atrito interno se mantém quase constante em um largo intervalo de temperatura (figuras 45 a 48).

O pico de atrito interno observado é pelo menos em parte explicado pelo movimento dos contornos de macla localizadas dentro das plaquetas martensíticas embebidas na fase austenítica e não pela transformação martensítica. Entretanto, a existência de um grande aumento do atrito interno numa temperatura mais alta que a temperatura M_s mostra que uma contribuição pré-martensítica no amortecimento também está presente [38]. Nas ligas NiTi e

Nitinol SE, não houve o aparecimento de um pico de atrito interno (figuras 49 a 52).

Na liga CuNiTi 35 °C, nos experimentos com a aplicação de carga de 1 N, houve uma diminuição das propriedades de amortecimento na fase martensítica e um aumento no pico, o qual ocorreu numa temperatura mais alta em relação ao experimento sem a aplicação de força estática (figuras 45 e 46). Na liga *Neo Sentalloy* F200, com a aplicação de carga de 1 N, houve uma diminuição das propriedades de amortecimento na fase martensítica, uma diminuição da tangente delta no pico, com este pico acontecendo em uma temperatura mais alta (figuras 47 e 48).

Nas ligas NiTi e *Nitinol* SE, nos experimentos com força estática de 1 N, houve uma diminuição das propriedades de amortecimento na fase martensítica, porém com uma diminuição maior na liga NiTi, comparando-se com os experimentos sem força estática (figuras 49 a 52).

Durante o aquecimento, não foi observada uma relação direta entre a temperatura do pico de atrito interno e a temperatura de transformação de fase.

As figuras 53, 54 , 55 e 56, mostram o comportamento da tangente delta das ligas estudadas durante o aquecimento seguido de um resfriamento. As ligas CuNiTi 35 °C e *Neo Sentalloy* F200 apresentaram um pico nas propriedades de amortecimento (tangente delta) durante o resfriamento. A transformação martensítica, ocorre associada com um pico no atrito interno e uma grande diminuição no módulo de elasticidade. As ligas *Nitinol* SE e NiTi, não apresentaram pico de atrito interno associado à transformação martensítica.

Quando a proporção Ni/Ti é menor que 1, a transformação martensítica ocorre com um único estágio e o gráfico de atrito interno acontece sem a presença de um pico [47]. Caluzzi [38] sugere que o formato do gráfico de atrito interno, particularmente o pico de transformação de fase, tem uma forte dependência da história termomecânica do material.

Nas ligas com efeito de memória de forma, a alta capacidade de amortecimento é relacionada com os movimentos histeréticos das interfaces

(variações das interfaces martensíticas, planos de maclas, interfaces beta martensítica), embora a contribuição do escorregamento das discordâncias não pode ser excluída [47]. A capacidade de amortecimento das ligas estudadas depende do estado do material: fase martensítica, fase austenítica ou durante a transformação. A fase martensítica apresenta uma alta capacidade de amortecimento. Durante a transformação, um pico de atrito interno pode ser observado em algumas ligas. A fase austenítica apresenta uma baixa capacidade de amortecimento.

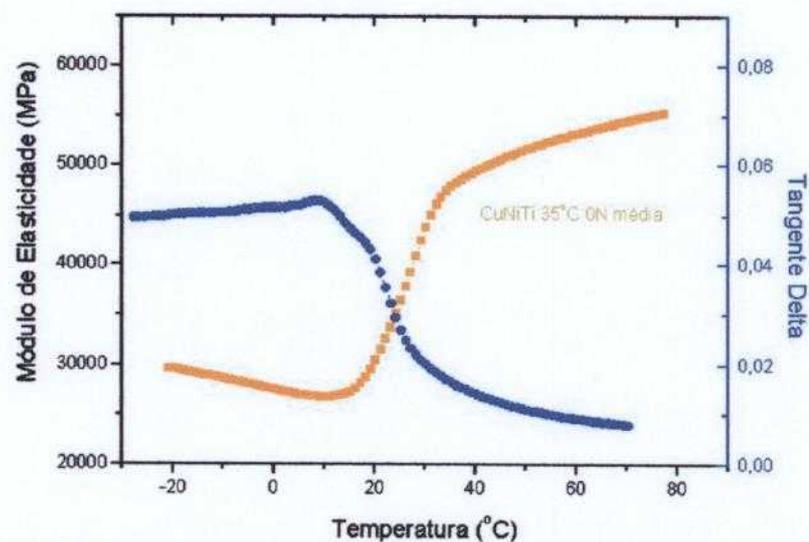


Figura 45. Variação do módulo de elasticidade e da tangente delta em função da temperatura sem força estática para os arcos ortodônticos CuNiTi 35 °C (média de cinco experimentos para cada liga).

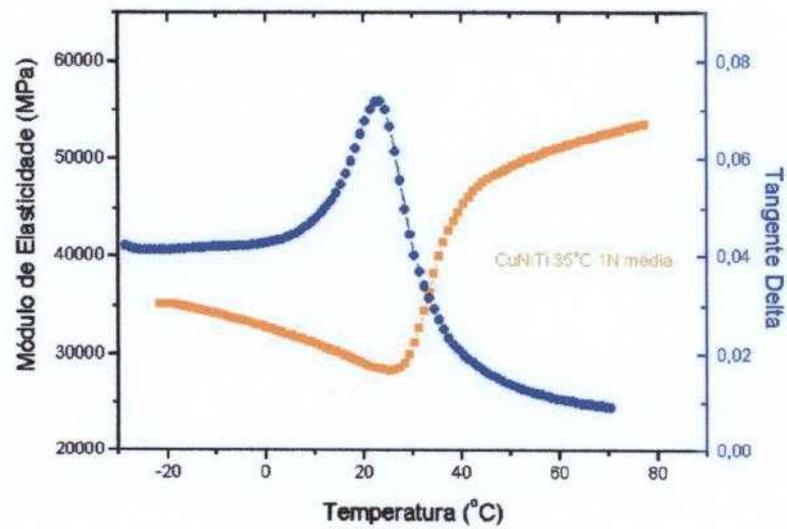


Figura 46. Variação do módulo de elasticidade e da tangente delta em função da temperatura força estática de 1 N para arcos ortodônticos CuNiTi 35 °C (média de cinco experimentos para cada liga).

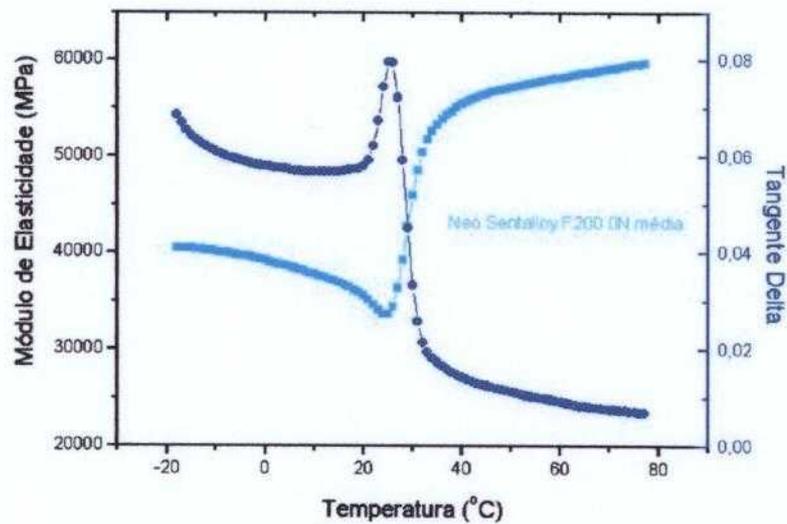


Figura 47. Variação do Módulo de elasticidade e da tangente delta em função da temperatura sem força estática para arcos ortodônticos Neo Sentalloy F200 (média de cinco experimentos para cada liga).

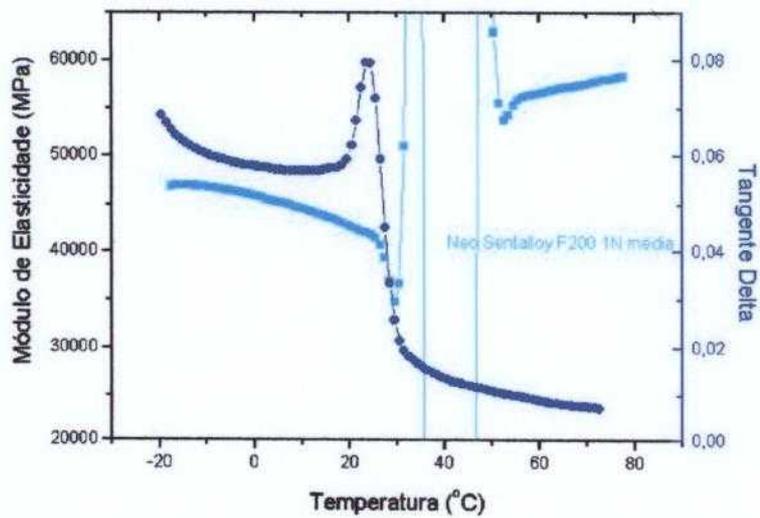


Figura 48. Variação do módulo de elasticidade e da tangente delta em função da temperatura com força estática de 1 N para arcos ortodônticos *Neo Sentalloy F200* (média de cinco experimentos para cada liga).

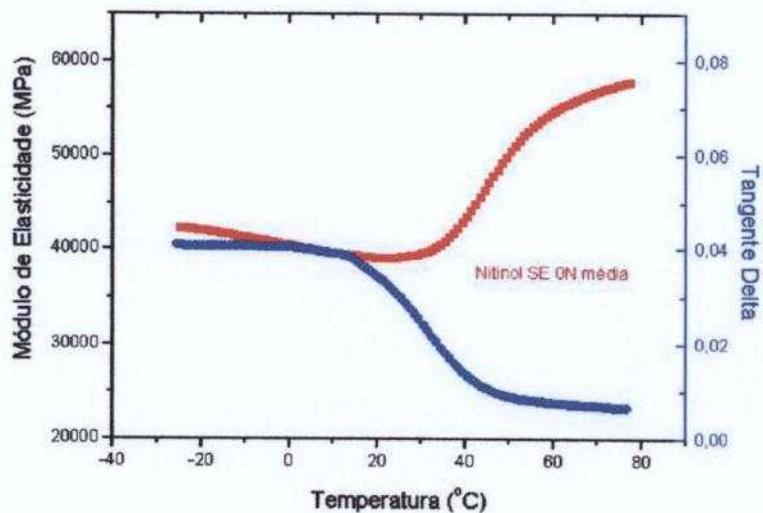


Figura 49. Variação do módulo de elasticidade e da tangente delta em função da temperatura sem força estática para arcos ortodônticos *Nitinol SE* (média de cinco experimentos para cada liga).

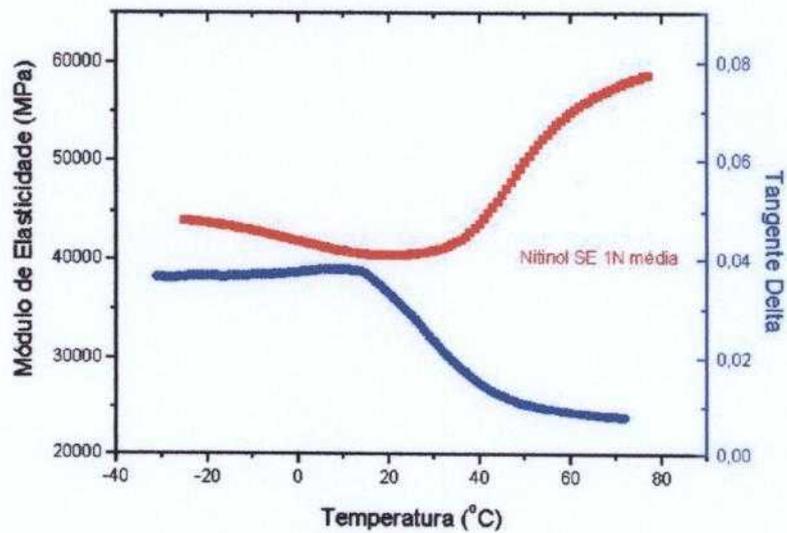


Figura 50. Variação do módulo de elasticidade e da tangente delta em função da temperatura com força estática de 1 N para arcos ortodônticos *Nitinol SE* (média de cinco experimentos para cada liga).

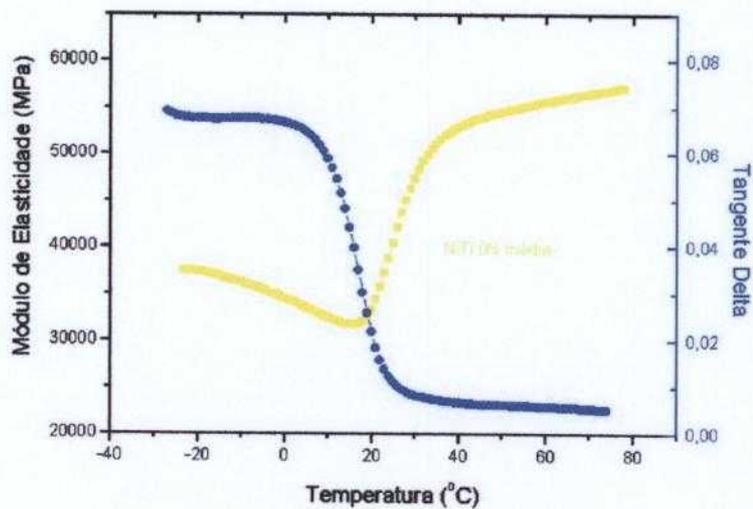


Figura 51. Variação do módulo de elasticidade e da tangente delta em função da temperatura sem força estática para arcos ortodônticos *NiTi* (média de cinco experimentos para cada liga).

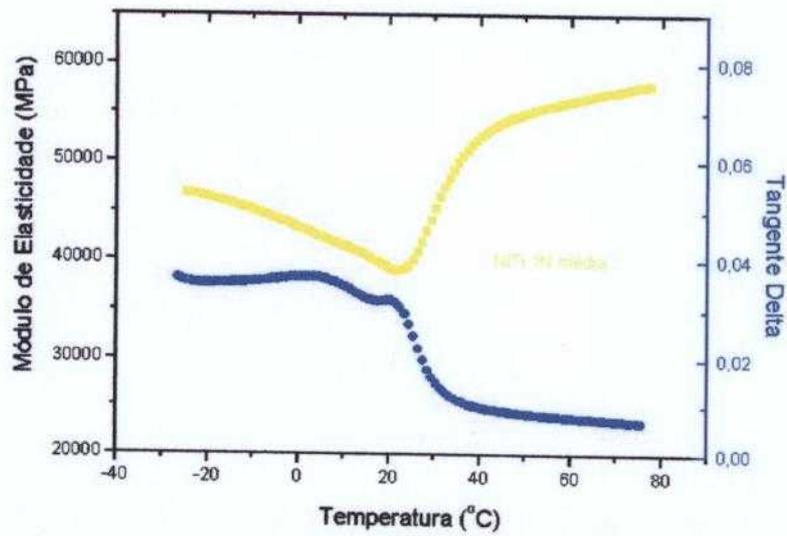


Figura 52. Variação do módulo de elasticidade e da tangente delta em função da temperatura com força estática de 1 N para arcos ortodônticos NiTi (média de cinco experimentos para cada liga).

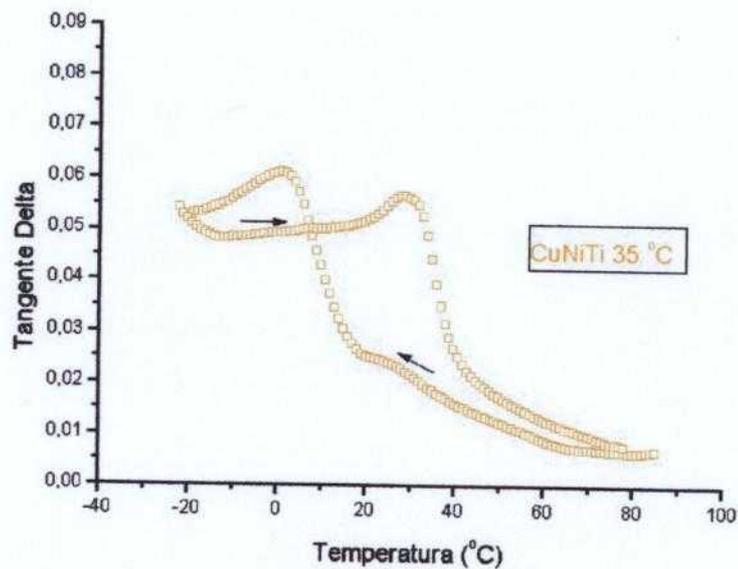


Figura 53. Variação da tangente delta em função da temperatura sem força estática durante o aquecimento e o resfriamento para arcos ortodônticos CuNiTi 35 °C.

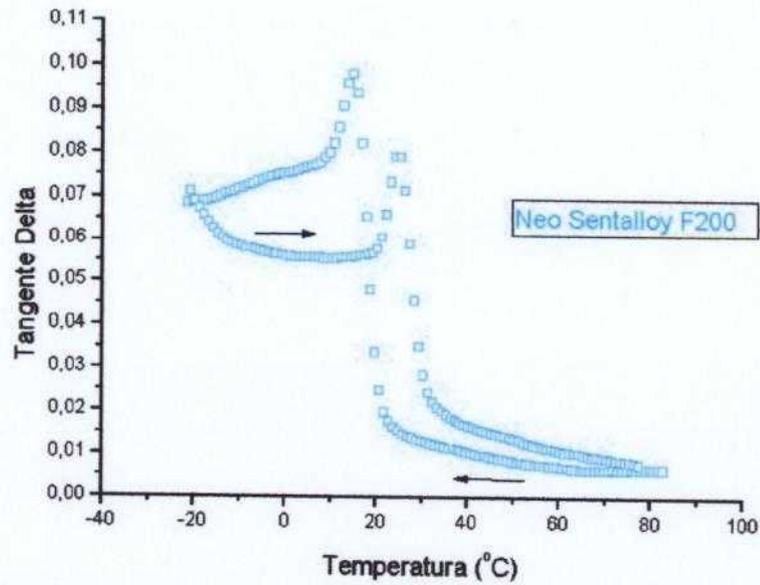


Figura 54. Variação da tangente delta em função da temperatura sem força estática durante o aquecimento e o resfriamento para arcos ortodônticos Neo Sentalloy F200.

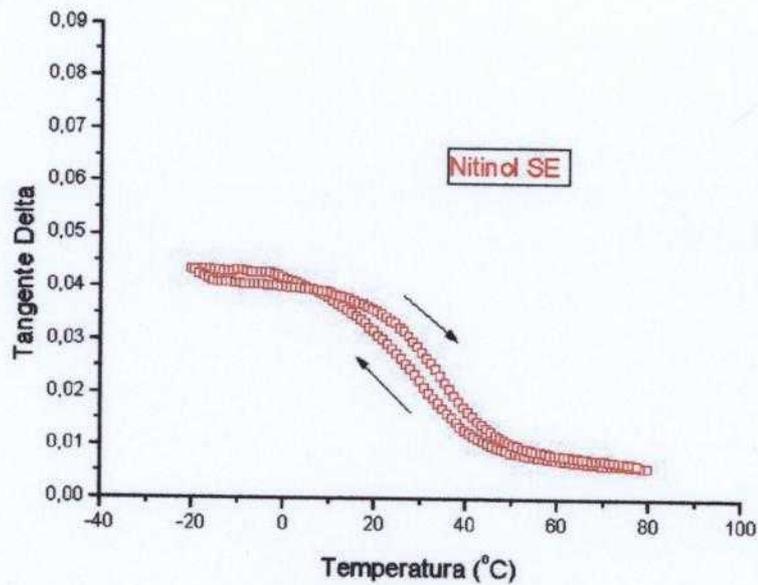


Figura 55. Variação da tangente delta em função da temperatura sem força estática durante o aquecimento e o resfriamento para arcos ortodônticos Nitinol SE.

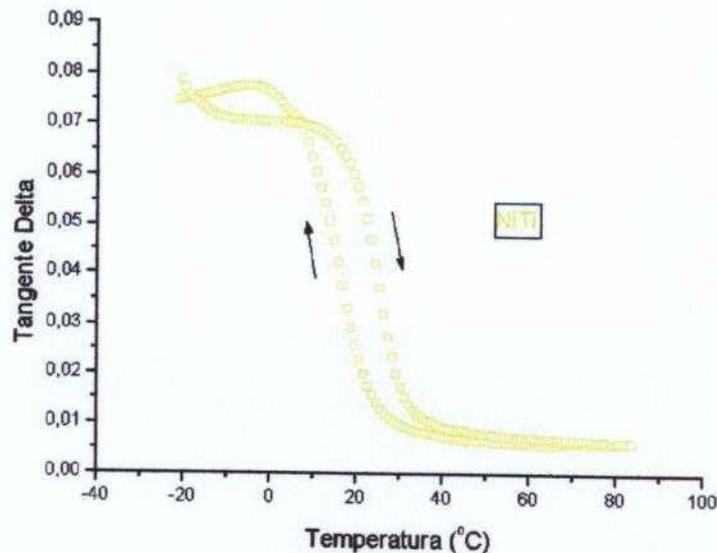


Figura 56. Variação da tangente delta em função da temperatura sem força estática durante o aquecimento e o resfriamento para arcos ortodônticos NiTi.

4.2. Análise por calorimetria diferencial exploratória (DSC)

O processo de transformação de fase é analisado avaliando-se o calor liberado ou absorvido das amostras durante a transformação. Durante o aquecimento aparece um pico endotérmico devido a transformação da fase martensítica para a austenítica. Durante o resfriamento aparece um pico exotérmico devido a transformação da fase austenítica para a fase martensítica. São então, definidos o início e o fim da transformação martensítica (M_s e M_f) e da transformação reversa (A_s e A_f) (figuras 57, 58, 59 e 60).

Como é mostrado na tabela 13, na liga CuNiTi 35 °C, o início da transformação martensítica (M_s) se dá a 19,0 °C e o final (M_f) a -1,0 °C. O início da transformação reversa (A_s) se dá a 16,5 °C e o final (A_f) a 36,5 °C. Na liga *Neo Sentalloy F200*, o início da transformação martensítica (M_s) se dá a 19,0 °C e

o final (Mf) a -3,0 °C. O início da transformação reversa (As) se dá a 14,5 °C e o final (Af) a 37,5 °C. Na liga *Nitinol SE*, o início da transformação martensítica (Ms) se dá a 57,0 °C e o final (Mf) a 22,0 °C. O início da transformação reversa (As) se dá a 33,0 °C e o final (Af) a 58,0 °C. Na liga NiTi, o início da transformação martensítica (Ms) se dá a 34,0 °C e o final (Mf) a 9,0 °C. O início da transformação reversa (As) se dá a 11,0 °C e o final (Af) a 34,5 °C.

Tabela 13. Temperatura de transformação de fase das ligas avaliadas pela análise por DSC

Liga	Ms (°C)	Mf (°C)	As (°C)	Af (°C)
CuNiTi 35 °C	19,0	- 1,0	16,5	36,5
<i>Neo Sentalloy F200</i>	19,0	- 3,0	14,5	37,5
<i>Nitinol SE</i>	57,0	22,0	33,0	58,0
NiTi	34,0	9,0	11,0	34,0

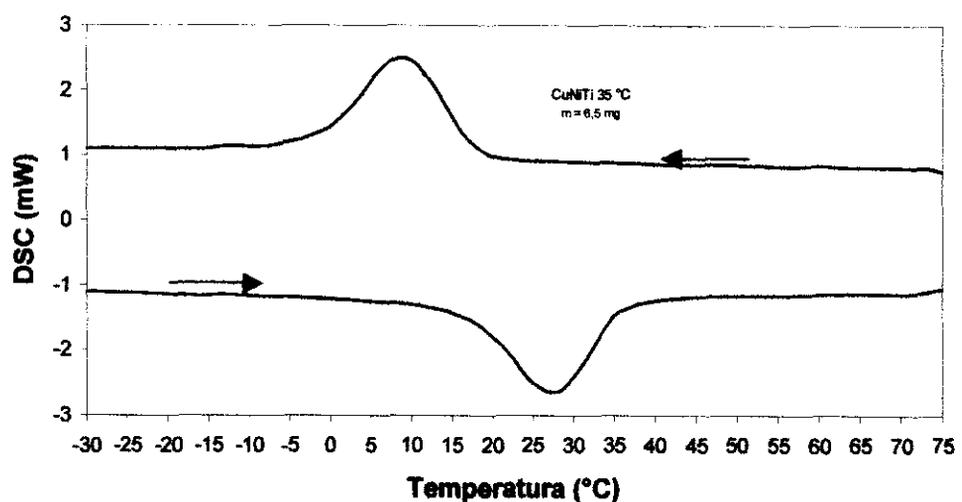


Figura 57. Resultado da análise por DSC para a liga CuNiTi 35 °C.

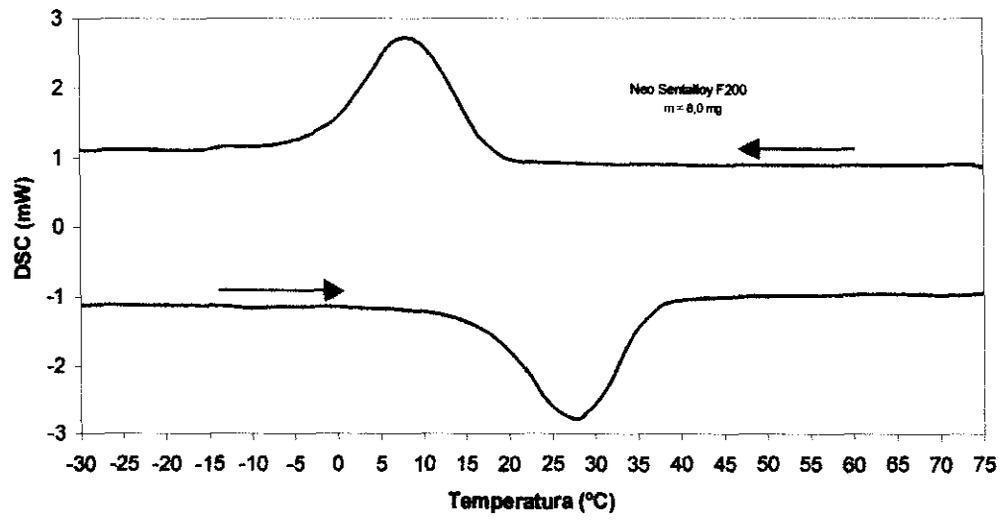


Figura 58. Resultado da análise por DSC para a liga *Neo Sentalloy F200*.

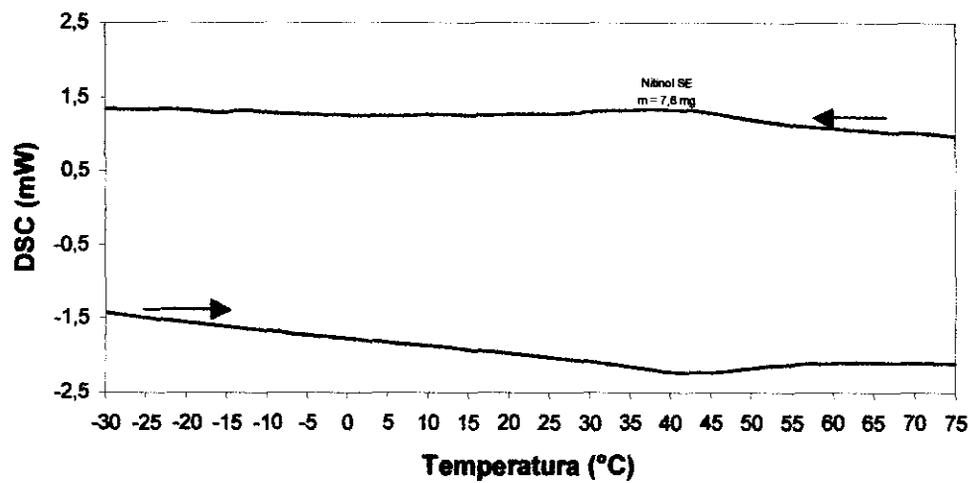


Figura 59. Resultado da análise por DSC para a liga *Nitinol SE*.

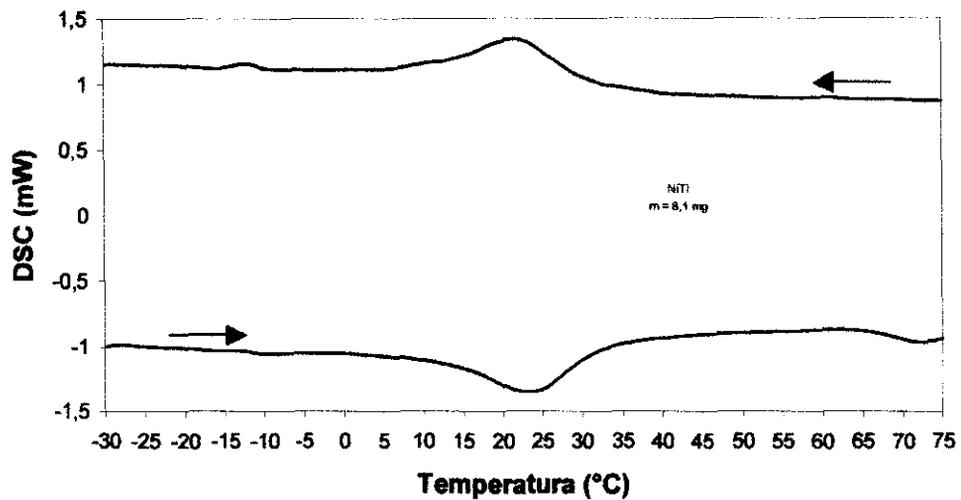


Figura 60. Resultado da análise por DSC para a liga NiTi.

5. CONCLUSÕES

Todas as curvas de módulo de elasticidade apresentaram uma depressão durante o aquecimento, com um módulo de elasticidade mínimo.

A proporção entre os módulos médios da fase austenítica para a fase martensítica nos experimentos sem força estática foi de 1,59 a 1,85. Nos experimentos com força estática de 1 N foi de 1,28 a 1,57, devido ao aumento do módulo de elasticidade da fase martensítica.

Nas ligas CuNiTi 35 °C e *Neo Sentalloy F200* com força estática de 1 N, houve um deslocamento da curva para a direita com o surgimento da fase martensítica numa temperatura mais alta.

A transformação martensítica, que ocorre durante o resfriamento e a

transformação reversa, que ocorre durante o aquecimento, obedecem a faixas de temperatura bem definidas. No aquecimento tem-se a transformação da martensita para a austenita seguindo um percurso não coincidente com do resfriamento (transformação da austenita para a martensita). A transformação reversa ocorre em temperaturas maiores de início e fim de transformação do que as da transformação martensítica, apresentando uma histerese.

O Copper NiTi 35°C na fase martensítica se destaca por ter as médias mais baixas de módulo de elasticidade. Quando se coloca a força estática acontece um aumento nos módulos (em média o aumento é de 5 GPa). O NiTi é o que aparentemente mais se altera com a colocação da força estática, ficando bem próximo do *Neo Sentalloy F200* e do *Nitinol Superelástico*. O *Neo Sentalloy F200* e o *Nitinol Superelástico* apresentaram médias próximas com este último apresentando pouca mudança quando colocada a força estática. Quanto à variabilidade, pode-se ver pelos desvios padrão que o *Copper NiTi 35°C* aparentemente apresenta uma maior variabilidade que as demais marcas.

Na fase austenítica ocorre uma diferença entre as três ligas avaliadas (*Copper NiTi 35°C*, *Neo Sentalloy F200* e NiTi), sem força estática e com força estática de 1N, com o *Copper NiTi 35°C* apresentando as menores médias, seguido do NiTi e depois do *Neo Sentalloy F200*, com estes dois últimos mais próximos entre si. Quando se coloca a força estática, acontece uma queda nos módulos para o *Copper NiTi 35°C* e para o *Neo Sentalloy F200*, enquanto que para o NiTi observa-se um pequeno aumento no módulo. Quanto à variabilidade, pode-se ver pelos desvios padrão que o *Copper NiTi 35°C* aparentemente apresenta uma variabilidade um pouco maior que os demais e o *Neo Sentalloy F200* apresenta variabilidades um pouco menores.

A capacidade de amortecimento das ligas estudadas depende do estado do material: fase martensítica, fase austenítica ou durante a transformação. A fase martensítica apresenta uma alta capacidade de amortecimento. Durante a transformação um pico de atrito interno pode ser observado nas ligas CuNiTi 35 °C e *Neo Sentalloy F200*. A fase austenítica apresenta uma baixa capacidade de amortecimento.

Durante o aquecimento, não se observou uma relação direta entre a temperatura do pico de atrito interno e a temperatura de transformação de fase.

Na liga CuNiTi 35 °C, o início da transformação martensítica (Ms) se dá a 19,0 °C e o final (Mf) a -1,0 °C. O início da transformação reversa (As) se dá a 16,5 °C e o final (Af) a 36,5 °C. Na liga *Neo Sentalloy* F200, o início da transformação martensítica (Ms) se dá a 19,0 °C e o final (Mf) a -3,0 °C. O início da transformação reversa (As) se dá a 14,5 °C e o final (Af) a 37,5 °C. Na liga *Nitinol* SE, o início da transformação martensítica (Ms) se dá a 57,0 °C e o final (Mf) a 22,0 °C. O início da transformação reversa (As) se dá a 33,0 °C e o final (Af) a 58,0 °C. Na liga NiTi, o início da transformação martensítica (Ms) se dá a 34,0 °C e o final (Mf) a 9,0 °C. O início da transformação reversa (As) se dá a 11,0 °C e o final (Af) a 34,5 °C.

6. TRABALHOS FUTUROS

Existem três fatores para se entender o comportamento das ligas de níquel-titânio termoelásticas: tensão, deflexão e temperatura. Estes três fatores podem ser interrelacionados no diagrama de tensão-deflexão e no diagrama de tensão-temperatura. Como o modelo de mola e a lei de Hooke não podem ser aplicados no diagrama de tensão-deflexão das ligas com propriedades elásticas, novos parâmetros tiveram que ser encontrados. Três parâmetros são necessários para descrever um arco superelástico adequadamente: a nitidez do platô de pseudoelasticidade, a deflexão no começo do platô e o nível de força no platô. A literatura ortodôntica é deficiente em trabalhos, nos quais são avaliados estes parâmetros das diversas ligas disponíveis comercialmente, utilizando-se braquetes com canal de encaixe 0,022”.

O ortodontista tendo a sua disposição o diagrama de tensão-deflexão na temperatura bucal e o diagrama de tensão-temperatura das diversas ligas

disponíveis comercialmente, pode conhecer seus comportamentos mecanodinâmicos na temperatura bucal, bem como a variação da força aplicada nos dentes em função da temperatura.

A sugestão para um trabalho futuro é estabelecer gráficos de tensão-deflexão de diversas ligas de níquel-titânio termoelásticas, avaliadas na temperatura bucal.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] KUSY, R. P. A. A review of contemporary archwire: their properties and characteristics. **Angle Orthod.**, v. 67, p. 197-208, 1997.
- [2] BRADER, M. T. VANARSDALL Jr., R. L. Aplicação da bioengenharia na ortodontia clínica. In: BURSTONE, C. **Ortodontia: princípios e técnicas atuais**. Rio de Janeiro, RJ, Guanabara, 1996.
- [3] PROFFIT, W. R. **Ortodontia contemporânea**. São Paulo, SP, Pancast, 1991.
- [4] RICKETTS R. M. **Bioprogressive Therapy I**. Denver, Co, Rock Mountain Orthodontic, 1980.
- [5] RETAIN, K.; RYGH, P. Princípios e reações biomecânicas. Apud: GRABER, T. M.; VANARSDALL JR, R. L. **Ortodontia: princípios e técnicas atuais**. Rio de

Janeiro - R. J., Guanabara, 1996.

[6] SEGNER, D.; IBE, D. Properties of superelastic wires and their relevance to orthodontic treatment. **Eur. Orth. Soc.**, v. 17, p. 395-402, 1995.

[7] BURSTONE, C. J.; GOLDBERG, A. J. Beta titanium: a new orthodontic alloy. **Am. J. Orthod.**, v. 77, p. 121-132, 1980.

[8] KAPILA, S.; SACHDEVA, R. Mechanical properties and clinical applications of orthodontic wires. **Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.**, v. 96, p. 100-109, 1989.

[9] MELING, T. R.; ODEGAARD, J. The effect of short term temperature changes on superelastic nickel-titanium archwires activated in orthodontic bending. **Am. J. Orth. Dent. Orthop.**, v. 119, p. 263-273, 2001.

[10] MUENCH, A. Metais em Ortodontia. Apud: INTERLANDI, S. **Ortodontia: Bases para a Iniciação**. 4 ed. São Paulo. Artes Médicas, 1999.

[11] FLINN, R. A.; TROJAN, P. K. **Engineering materials and their applications**. 3 ed. Boston. Houghton Mifflin, 1986, p. 530-531.

[12] BURSTONE, C. J. Variable-modules orthodontic. **Am. J. Orthod.**, v. 80, p. 1-16, 1981.

[13] ELGILOY, The cobalt-nickel alloy, Elgiloy Company, Elgin, literatura promocional.

[14] ELGILOY and tree-chrome stainless steel orthodontic treatment wires, RMO, Denver, Colo, literatura promocional, 1977.

[15] CALLISTER JR, W. D. **Material Science and Engineering: an Introduction**. 3 ed. New York. John Wiley, 1994, p. 337-342.

[16] ASGHARNIA, M. K.; BRANTLEY, W. A. Comparison of binding and tension test for orthodontic wires. **Am. J. Orth.**, v. 89, p. 228-236, 1986.

[17] ANDREASEN, G. F. Laboratory and clinical analyses of Nitinol wire. **Am. J. Orth.**, v. 73, p. 142-151, 1978.

- [18] GANGBING, K. B.; AGRAWAL, B. N.; LAM, P. C.; SRIVATSAN, T. S. Application of shape memory alloy wire actuator for precision position control of a composite beam. **J. Mat. Eng. Perf.**, v. 9, p. 330-333, 2000.
- [19] KUSY, R. P.; WILSON, T. W. Dynamic mechanical properties of straight titanium alloy arch wire. **Dent. Mater.**, v. 6, p. 228-236, 1990.
- [20] STUSH, A. M.; KUSY, R. P. Geometric and material parameters of a nickel-titanium and beta titanium orthodontic arch wire alloy. **Dent. Mater.**, v. 3, p. 207-217, 1987.
- [21] WATERS, N. E. Orthodontic products update superelastic nickel-titanium wires. **Brit. J. Orthod.**, v. 19, p. 319-322, 1992.
- [22] LIANG, C. ROGER, C. A. One-dimensional thermomechanical constitutive relations for shape memory materials. **J. Intell. Mater. Syst. And Struct.** v. 1, p. 207, 1990.
- [23] CARBALLO, M.; PU, Z.J.; WU, K.H. Variation of electrical resistance and elastic modulus of shape memory alloy under different loading and temperature conditions. **J. of Intel. Mat. Syst. and Struct.**, vol. 6, p.557-565, 1995.
- [24] MIURA, F.; MOGI, M.; OHURA, Y.; HAMANAKA, H. The superelastic property of the Japanese NiTi alloy wire for use in orthodontic. **Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.**, v. 90, p. 1-10, 1986.
- [25] PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades.** São Paulo. Hemus Editora, 1997.
- [26] GIL, F. J.; PLANELL, J. A. Effect of copper addition on the superelastic behavior of Ni-Ti shape memory alloys for orthodontic applications. **Biomed. Mater. Res.**, v. 48, p. 682-688, 1999.
- [27] BISHARA, S. E.; WINTERBOTTOM, J. M.; SULIEMAN, A. A.; RIM, K.; JAKOBSEN, J. R. Comparisons of the thermodynamic properties of three nickel-titanium orthodontic archwires. **Angle Ortho.**, v. 2, p. 117-122, 1995.
- [28] SAKIMA, T. **Ligas com memória de forma.** Apostila de curso. UNESP

Araraquara.

[29] SCHDEVA, R. C. L. Ortodontia com temperatura de transição variável. **Clin. Impr.**, v. 1, p. 2-9, 1997.

[30] MOORE, R. J.; WATTS, J. T. F.; HOOD, J. A. A.; BURRITT, D. J. Intra-oral temperature variation over 24 hours. **En. J. Orth.**, v. 21, p. 249-261, 1999.

[31] TORSTEIN, R. M.; ODEGGARD, J. The effect of short-term temperature changes on the mechanical properties of rectangular nickel titanium archwires tested in torsion. **Ang Orth**, v. 68, p. 369-376, 1998.

[32] TONNER, R. I. M.; WATERS, N. E. The characteristics of super-elastic Ni-Ti wires in three-point bending. Part I: The effect of the temperature. **Eur. Orth. Soc.**, v. 16, p. 409-419, 1994.

[33] MELING, T. R.; ODEGAARD, J. On the variability of cross-sectional dimensions and torsional properties of rectangular nickel titanium arch wires. **Am. J. Orth. Dent. Orthop.**, v. 113, p. 546-557, 1998.

[34] BALDWIN, P. D.; PENDER, N.; LAST, K. S. Effects on tooth movement of force delivery from nickel-titanium archwires. **Eur. Orth. Soc.**, v. 21, p. 481-489, 1999.

[35] BENOIT, W., GREMAUD, G., SHALLER, R. Plastic deformation of amorphous and semi-crystalline materials, Ulis, France, Ed. Physique, 1982, p 65-91.

[36] SILVA, N. M. Obtenção e comportamento mecanodinâmico de compósito com matriz polimérica reforçada com fibras de carbono. Dissertação de Mestrado – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2001.

[37] LIU, Y., HUMBEECK, J. V., STALMANS R., DELAEY, L. Some aspects of the properties of NiTi shape memory alloy. **J. of Alloys and Comp.**, v. 247, p115-121, 1997.

[38] COLUZZI, B.; BISCARINI, R.; CAMPANELLA, G.; MAZZOLAI, G.; TROTTAL, MAZZOLAI, F. M. Effect of thermal cycling through the martensitic transition on

the internal friction and Young's modulus of a Ni50.8 Ti49.2 alloy. **J. of Alloys and Comp.**, v. 310, p. 300-305, 2000.

[39] EDITORIAL. Properties, specifications and applications of wrought titanium alloy. Metal Progress: 1985. **Materials and Processing Databook**, v. 128, p. 87, 1985.

[40] BURSTONE, C. J.; GOLDBERG, A. J. Beta titanium: a new orthodontic alloy. **Am. J. Orth.**, v. 77, p. 121-132, 1980.

[41] KUSY, R. P.; WHITLEY, J. Q. Effects of surface roughness on the coefficients of friction in model orthodontic on the coefficients of friction in model orthodontic system. **J. Biomech.**, v. 23, p. 913-925, 1990.

[42] KUSY, R. P.; WHITLEY, J. Q. Effects of sliding velocity on the coefficients of friction in a model orthodontic system. **Dent. Mater.**, v. 5, p. 235-240, 1989.

[43] BURSTONE, C. J. Variable-modulus orthodontics. **Am. J. Orth.**, v. 80, p. 1-16, 1981.

[44] NETZSCH – **Dinamic mechanical analyser – DMA 242 – Instruction Manual**, 1998.

[45] HAINES, P. J.; WIBURN, F. W. Differential thermal analysis and differential scanning calorimetry. Apud: HAINES, P. J. **Thermal Methods or Analysis: Principles, Applications and Problems**. London, Blackie A & P, 1994.

[46] YOSHIDA, I.; ONO, T.; ASAI, M. Internal friction of Ti-Ni alloys. **J. of Alloys and Comp.**, v. 310, p. 339-343, 2000.

[47] HUMBEECK, J. V. Non-medical applications of shape memory alloy. **Mat. Sc. and Eng.**, v. 273-275, p. 134-148, 1999.



M22605



Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
Diretoria de Ensino & Informação Científica e Tecnológica
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax(0XX11) 3816 - 9148
SÃO PAULO - São Paulo - Brasil
[http: //www.ipen.br](http://www.ipen.br)

O ipen é uma autarquia vinculada à Secretaria de Ciência, Tecnologia e Desenvolvimento Econômico do Estado de São Paulo, gerida técnica, administrativa e financeiramente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência e Tecnologia, e associada à Universidade de São Paulo.