



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ

CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE

DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA INTEGRADA

Vítor Marques Sapata

**Comparação da análise de DSC e das forças liberadas na
desativação de fios ortodônticos de NiTi termoativados
0,016”**

MARINGÁ

2013



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ

CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE

DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA INTEGRADA

Vítor Marques Sapata

**Comparação da análise de DSC e das forças liberadas na
desativação de fios ortodônticos de NiTi termoativados
0,016”**

**Defesa de Dissertação apresentado ao
Programa de Pós-Graduação em
Odontologia Integrada, da Universidade
Estadual de Maringá, como parte dos
requisitos para obtenção do título de
mestre em Odontologia Integrada.**

Orientador: Prof. Dr. Adilson Luiz Ramos

MARINGÁ

2013

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
(Biblioteca Central - UEM, Maringá, PR, Brasil)

S241c Sapata, Vítor Marques
Comparação da análise de DSC e das forças liberadas na desativação de fios ortodônticos de NiTi termoativados 0,016" / Vítor Marques Sapata. -- Maringá, 2013.
40 f. : il. color., figs., tabs., grafs.

Orientador: Prof. Dr. Adilson Luiz Ramos.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Maringá, Centro de Ciências da Saúde, Departamento de Odontologia, Programa de Pós-Graduação em Odontologia Integrada, 2013.

1. Fios ortodônticos - Niquel-Titânio. 2. Calorimetria Diferencial de Varredura. 3. Teste de flexão - Ensaio de três pontos. I. Ramos, Adilson Luiz, orient. II. Universidade Estadual de Maringá. Centro de Ciências da Saúde. Departamento de Odontologia. Programa de Pós-Graduação em Odontologia Integrada. III. Título.

CDD 23.ed. 617.643

AMMA-001239

Vítor Marques Sapata

**Comparação da análise de DSC e das forças liberadas na
desativação de fios ortodônticos de NiTi termoativados
0,016”**

**Defesa de Dissertação apresentado ao
Programa de Pós-Graduação em
Odontologia Integrada, da Universidade
Estadual de Maringá, como parte dos
requisitos para obtenção do título de
mestre em Odontologia Integrada.**

Orientador: Prof. Dr. Adilson Luiz Ramos

Aprovado em: 14/11/2013

Comissão examinadora

Prof. Dr. Adilson Luiz Ramos

Universidade Estadual de Maringá-Departamento de Odontologia

Prof. Dr. Antônio Medina Neto

Universidade Estadual de Maringá-Departamento de Física

Prof. Dr. Júlio de Araújo Gurgel

Universidade Estadual Paulista-Departamento de Odontologia

MARINGÁ

2013

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a **Deus**, por tudo concedido à mim, através da qual fui capaz de alcançar e realizar este sonho.

A **minha família**, por todo o amor, apoio e compreensão ao longo desses anos. Não posso descrever o quão maravilhoso Deus foi para comigo colocando vocês em minha vida, e por poder ter compartilhado com vocês cada momento desta conquista.

A Universidade Estadual de Maringá, por me permitir realizar essa etapa de minha vida. A **coordenação do PGO, professores e funcionários** que participaram na minha formação.

Ao professor **Dr. Adilson Luiz Ramos** pela oportunidade de ser seu orientado e por todo o aprendizado. Muito obrigado pela dedicação e por estar sempre disponível para ajudar. Foi uma grande honra trabalhar com o senhor.

Os professores **Dr. Antônio Medina Neto e Dr. Júlio de Araújo Gurgel** por aceitarem o convite para participarem deste importante momento em minha vida e contribuírem para o meu futuro profissional.

E finalmente a **CAPES** pela concessão da bolsa de estudo durante o curso de Mestrado.

RESUMO

As transformações de fases estruturais de cinco marcas de fios de Níquel-Titânio (NiTi) termoativados foram avaliadas mediante análise de *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) (Calorimetria Diferencial de Varredura). Foram investigadas também as forças liberadas na desativação no teste de três pontos. Os fios ortodônticos de NiTi de secção transversal 0,016": Flexy Thermal Sentalloy® (GAC International), NITINOL Termo Ativado 35°C (Eurodonto), Thermo-Plus® (Morelli), FlexyNiTi® Flexy Thermal 35°C (Orthometric) e Damon® CuNiTi 35°C (ORMCO Corp.) foram utilizados para os testes. Cinco arcos de cada fio, na condição como recebido, foram cortados em cinco segmentos com 3mm de comprimento para os testes de DSC (-20/80°C a 10°C/min). Também foram seccionados seis arcos de cada fio com 30mm de comprimento para os testes de flexão na máquina universal de ensaio, seguindo a norma ISO 15.841:2006. Os dados foram analisados através do teste ANOVA, seguido do teste post-hoc de Tukey, foi realizado um teste de Correlação de Pearson entre os resultados encontrados nos testes DSC e na análise de três pontos ($p < 0,05$). Os resultados obtidos nos testes de DSC e os da análise de três pontos apresentaram diferenças estatísticas. Com exceção dos resultados obtidos a 3mm de desativação no teste de três pontos, todos os fios apresentaram resultados estatisticamente semelhantes, além de existir correlação entre as fases Mf, Af e o pico exotérmico em relação a variação de força apresentada em cada fio no teste de três pontos.

Palavras-chave: Níquel-Titânio. Fios ortodônticos. Calorimetria Diferencial de Varredura. Teste de flexão.

ABSTRACT

The structural phase transformation of five brands of nickel-titanium (NiTi) heat activated wires were evaluated through Differential Scanning Calorimetry (DSC). We also investigated the forces released in the deactivation in three-point bending test. The orthodontic wires of NiTi with a cross section of 0,016": Flexy Thermal Sentalloy® (GAC International), NITINOL Termo Ativado 35°C (Eurodonto), Thermo-Plus® (Morelli), FlexyNiTi® Flexy Thermal 35°C (Orthometric) e Damon® CuNiTi 35°C (ORMCO Corp.) were used for the tests. Five arch of each wire in the as received condition, were cut into five segments of 3mm length for DSC testing (-20/80 ° C to 10 ° C / min). Six arch of each wire were cut into six segments of 30mm length for bend test in the universal testing machine, according to ISO 15.841:2006. Data were analyzed using ANOVA followed by post-hoc Tukey test and performed a Pearson correlation test between the results found in the DSC tests and analysis of three points ($p < 0,05$). The results obtained in the DSC analysis and the analysis of three-point present statistical differences. Except for the results obtained at 3mm of deactivation in three-point bending test, all wires showed statistically similar results and presented a correlation between the phases M_f , A_f and Exothermic Peak in relation to the force variation in the test of three points.

Keywords: Nickel–Titanium. Orthodontic wires. Differential Scanning Calorimetry. Bending test.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	08
2	OBJETIVO.....	10
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	11
3.1	AMOSTRAS.....	11
3.2	ANÁLISE DE DSC.....	11
3.3	ANÁLISE DE TRÊS PONTOS.....	12
3.4	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	14
4	RESULTADOS.....	15
5	DISCUSSÃO.....	19
5.1	ANÁLISE DE DSC.....	19
5.2	TESTE DE TRÊS PONTOS.....	21
5.3	VARIAÇÃO DE FORÇA DOS FIOS E SUA CORRELAÇÃO COM OS RESULTADOS DSC.....	24
6	CONCLUSÕES.....	26
7	REFERÊNCIAS.....	27
8	GLOSSÁRIO.....	31
9	ANEXOS.....	33

1 INTRODUÇÃO

As primeiras pesquisas sobre as propriedades dos fios ortodônticos de Níquel-Titânio (NiTi) foram realizadas por Andreasen e colaboradores na década de 1970. Devido a sua elevada recuperação elástica e baixa rigidez, a liga de NiTi exerce uma força constante e adequada à movimentação ortodôntica e, por esse motivo, os fios de NiTi têm sido amplamente utilizados em tratamentos ortodônticos^{1,2,3,4,5}. Suas propriedades se devem a suas estruturas cristalográficas dependentes da temperatura: austenita, martensita e fase-R^{6,7}. Em geral, baixas temperaturas e alta tensão favorecem a fase martensita, enquanto que a fase austenita é estável à temperatura mais elevada e tensões mais baixas.

Os fios de NiTi podem ser encontrados como superelásticos com ou sem memória de forma, ou não-superelásticos. Superelasticidade é um fenômeno em que o fio exibe uma baixa força contínua com um platô durante a carga ou descarga, proporcionando uma força quase constante e oferecendo vantagens clínicas sobre os fios não-superelásticos de NiTi^{3,4,5}. Os fios superelásticos, ou austenita-ativos, são capazes de sofrer uma transformação de fase, induzida pelo stress, de austenita em martensita quando carregados ou ativados⁸. O fio ortodôntico de NiTi com memória de forma é denominado martensita-ativo porque pode ser deformado na fase martensita, porém, quando exposto à temperaturas intrabucais, uma transformação para a fase austenita ocorre, permitindo que o fio volte a sua forma pré-deformada.

Estudos demonstraram que os intervalos de temperatura na cavidade intraoral podem ser suficientes para induzir repetidas transformações de fase em fios ortodônticos de NiTi. Moore e colaboradores monitoraram a temperatura em incisivos centrais superiores durante 24h em 20 pacientes e descobriram que a temperatura varia entre 5,6 a 58,5°C⁹. Aioldi e colaboradores constataram diferença de temperatura entre os arcos e os dentes quando um voluntário consumia bebidas frias (5°C) e quentes (60°C)¹⁰. Da mesma forma, Barclay e colaboradores registraram temperaturas em 60 voluntários e descobriram uma variação entre 1,6 e 65,4°C¹¹.

Um dos métodos mais utilizados para se obter informações sobre as fases dos fios de NiTi é a técnica de *Differential Scanning Calorimetry* (DSC)^{7,12}. A análise de DSC fornece informações sobre as variantes dessas fases de acordo com a temperatura e também determina a variação de entalpia associadas às transformações de fase⁷. Consiste em medir a quantidade de energia absorvida ou liberada por uma amostra, quando ela é aquecida ou arrefecida¹².

A análise de três pontos foi utilizada para determinar a deflexão elástica dos fios selecionados, avaliando desse modo se os fios testados apresentam a capacidade de superelasticidade.

2 OBJETIVO

O objetivo desse estudo foi avaliar, mediante a técnica de DSC e ensaios mecânicos de flexão pelo método de três pontos, as transformações de fase dos fios ortodônticos de NiTi, bem como suas forças liberadas na desativação. Nesse sentido, as seguintes hipóteses nulas foram avaliadas:

A. O comportamento na análise de DSC das ligas utilizadas nos fios não diferem entre os fabricantes.

B. As forças liberadas pelos diferentes fios não diferem entre os lotes e fabricantes.

C. Se há correlação entre os resultados da análise de DSC e o ensaio mecânico de flexão.

Diante dos resultados obtidos são discutidas as implicações clínicas relacionadas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 AMOSTRAS

Foram selecionadas cinco marcas de fios ortodônticos de NiTi que possuem secção transversal de dimensões de 0,016” : Sentalloy (GAC International, Bohemia, EUA), NITINOL Termo Ativado à 35°C (Eurodonto, Curitiba, Brasil), Thermo-Plus (Morelli, Sorocaba, Brasil), FlexyNiTi Flexy Thermal 35°C (Orthometric, Marília, Brasil) e Damon CuNiTi 35°C (ORMCO Corp., Glendora, EUA). Teoricamente, os fabricantes indicam que os fios são superelásticos e termoativados próximos à temperatura do meio bucal.

3.2 ANÁLISE DE DSC

Para análise de DSC foram selecionados segmentos de 3 milímetros de comprimento. Em um estudo piloto prévio verificou-se a diferença estatística entre fios do mesmo lote, dessa forma as 3 primeiras amostras foram compostas do mesmo lote. Como não houve diferença entre os fios do mesmo lote optou-se por selecionar mais duas amostras de lotes diferentes, totalizando 5 amostras divididas em 3 lotes de cada fio. As medidas ocorreram de modo alternado e aleatório.

Para análise de DSC foi utilizado o equipamento da marca TA Instruments modelo Q20 (TA Instruments, Wilmington, Del, EUA) (Figura 1). Foram utilizadas taxas de aquecimento e arrefecimento de 10°C/min. A amostra de teste foi inicialmente arrefecida desde a temperatura ambiente até -20°C, aquecida a 80°C, arrefecida para -20°C e aquecida novamente a 80°C. A calibração de temperatura e entalpia determinadas pelo aparelho de DSC foi realizada utilizando a fusão do Índio.

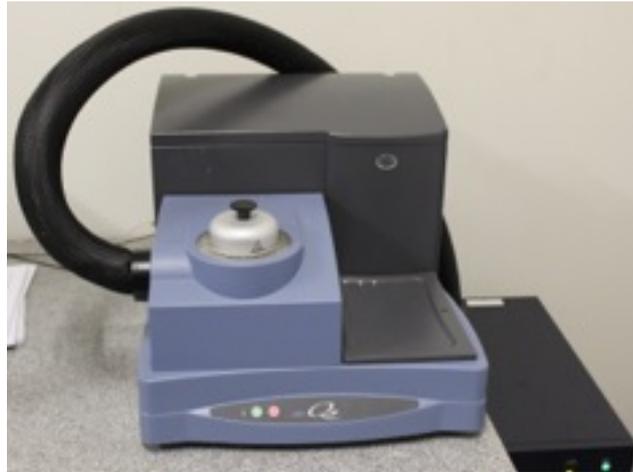


Figura 1. Máquina de ensaio DSC Q20 (TA Instruments, Wilmington, Del, EUA)
Fonte: Arquivo pessoal

Os segmentos de fio para cada amostra de teste foram colocados em um porta-amostra de alumínio (Figura 2) e um segundo porta-amostra de alumínio vazio foi usado como referência na célula de ensaio do DSC. Durante toda análise, a célula DSC foi purgada com Nitrogênio a uma taxa de 50 cc/minuto. O software de computador Universal Analysis (TA Instruments) foi utilizado para determinar as temperaturas e as mudanças de entalpia das transformações de fases nos fios de NiTi.



Figura 2. Porta-amostra de alumínio
Fonte: Arquivo pessoal

3.3 ANÁLISE DE TRÊS PONTOS

Para análise de três pontos os métodos utilizados nessa pesquisa seguiram a norma ISO 15.841: *Dentistry – Wires for use in orthodontics (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, 2006)*. Foi utilizada para o teste uma

maquina de ensaio universal DL 1000 (EMIC) e uma célula de carga modelo S com capacidade de 50N (5kgf) e resolução de leitura de 0,01N (1gf). Para realizar os testes na temperatura preconizada pela norma ISO foi utilizado uma estufa (Biopar) (Figura 3).



Figura 3. Máquina de ensaio universal DL 1000 (EMIC), célula de carga modelo S com capacidade de 50N (5 kgf) e estufa (Biopar)

Fonte: Arquivo pessoal

As amostras foram suportadas por um dispositivo para ensaio de flexão com a distância entre os dois pontos de apoio de 10mm (Figura 4), e os fios testados foram cortados em um comprimento mínimo de 30mm tomado da parte terminal do arco, o qual é a porção mais reta do fio. A velocidade dos testes foi de 2,0mm/min e os fios foram avaliados nas seguintes deflexões, recomendadas pela norma ISO: 0,5; 1; 2 e 3mm. Para esses testes, ainda de acordo com a norma ISO, o método do software foi programado para que o teste iniciasse em 3,1mm de deflexão. A partir deste ponto, os valores gerados em descarga puderam ser medidos em 3, 2, 1 e em 0,5mm. O teste de três pontos de flexão foi realizado sob as condições de temperatura constante de $36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, de acordo com a norma ISO. Foram analisadas seis amostras de cada fio ortodôntico.

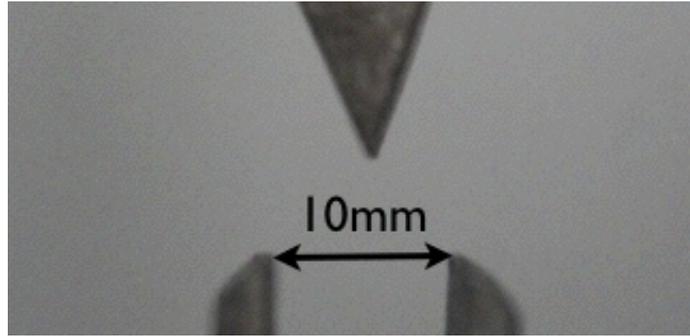


Figura 4. Esquema do dispositivo para ensaio de flexão
Fonte: Arquivo pessoal

3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados foram analisados através do teste ANOVA, seguido do teste post-hoc de Tukey. Realizou-se um teste de Correlação de Pearson entre os resultados encontrados nos testes DSC e na análise de três pontos, para a variação da força. Para essa correlação, foi utilizado o cálculo da força média durante o teste e a variação da temperatura de transformação. O nível de significância estatística foi estabelecido em 5% ($p < 0,05$). O teste foi realizado pelo programa IBM SPSS Statistic 22.

4 RESULTADOS

Os resultados obtidos na análise de DSC (Tabela 1) assim como os da análise de três pontos (Tabela 2) apresentaram diferenças estatísticas no teste ANOVA, portanto seguiu-se o teste post-hoc de Tukey. Com relação às comparações DSC, observou-se semelhança estatística quanto aos picos exotérmicos e endotérmicos entre a marca Eurodonto e a Orthometric (Tabela 1). Quanto à temperatura de início e final da fase martensita (Mi e Mf) e da austenita (Ai e Af), todos os fios praticamente diferiram. No resfriamento, apenas o ORMCO foi diferente quanto à energia de transição ao calor, além do intervalo da temperatura de transição (ITT) no resfriamento ser semelhante apenas entre ORMCO e Orthometric (Tabela 1). Já no aquecimento o fio ORMCO diferiu de todos os outros fios, com o Orthometric tendo o comportamento mais próximo (Tabela 1). Os gráficos 1 e 2 ilustram esses comportamentos.

Tabela 1. Comparação entre as médias obtidas, m= 5, na análise de DSC, mediante ANOVA seguido do teste post-hoc de Tukey

	Eurodonto	GAC	Morelli	ORMCO	Orthometric
DSC (arrefecimento)					
Pico Exotérmico (°C)	29,5 ($\pm 1,1$) ^a	20,2 ($\pm 0,6$) ^c	14,8 ($\pm 2,6$) ^b	-6,3 ($\pm 2,4$) ^d	27,2 ($\pm 1,2$) ^a
Mi (°C)	31,8 ($\pm 1,9$) ^a	22,3 ($\pm 0,7$) ^c	16,4 ($\pm 2,5$) ^b	4,9 ($\pm 0,6$) ^e	35,5 ($\pm 2,0$) ^d
Mf (°C)	27,1 ($\pm 0,5$) ^a	18,1 ($\pm 0,6$) ^c	13,0 ($\pm 2,5$) ^b	-10,6 ($\pm 1,1$) ^e	21,2 ($\pm 1,0$) ^d
Calor de Transição(J/g)	3,57 ($\pm 0,14$) ^a	3,49 ($\pm 0,19$) ^a	2,96 ($\pm 0,27$) ^a	9,29 ($\pm 1,14$) ^b	3,77 ($\pm 0,41$) ^a
ITT (Mi-Mf, K)	4,64 ($\pm 1,42$) ^a	4,13 ($\pm 0,19$) ^a	3,40 ($\pm 0,07$) ^a	15,53 ($\pm 0,83$) ^b	14,24 ($\pm 2,26$) ^b
DSC (aquecimento)					
Pico Endotérmico(°C)	33,0 ($\pm 1,6$) ^a	23,6 ($\pm 0,7$) ^c	18,2 ($\pm 2,7$) ^b	15,4 ($\pm 1,3$) ^b	34,0 ($\pm 1,8$) ^a
Ai (°C)	30,5 ($\pm 0,6$) ^a	21,4 ($\pm 0,6$) ^c	16,7 ($\pm 2,7$) ^b	5,7 ($\pm 2,2$) ^e	26,4 ($\pm 1,0$) ^d
Af (°C)	34,9 ($\pm 2,0$) ^a	25,4 ($\pm 0,8$) ^c	19,9 ($\pm 2,7$) ^b	22,0 ($\pm 1,1$) ^{b,c}	41,15 ($\pm 2,8$) ^d
Calor de Transição (J/g)	3,56 ($\pm 0,31$) ^{a, b, c}	3,53 ($\pm 0,15$) ^{a, b, c}	3,26 ($\pm 0,30$) ^{a, b}	12,76 ($\pm 0,44$) ^d	4,48 ($\pm 1,10$) ^{a, c}
ITT (Ai-Af, K)	-4,41 ($\pm 1,40$) ^{c, d}	-3,98 ($\pm 0,18$) ^{b, c}	-3,24 ($\pm 0,09$) ^{b, d}	-16,34 ($\pm 1,23$) ^e	-14,80 ($\pm 3,06$) ^f

Na mesma linha, letras diferentes representam significância estatística ($p < 0,05$)

Gráfico 1. Curvas DSC de arrefecimento

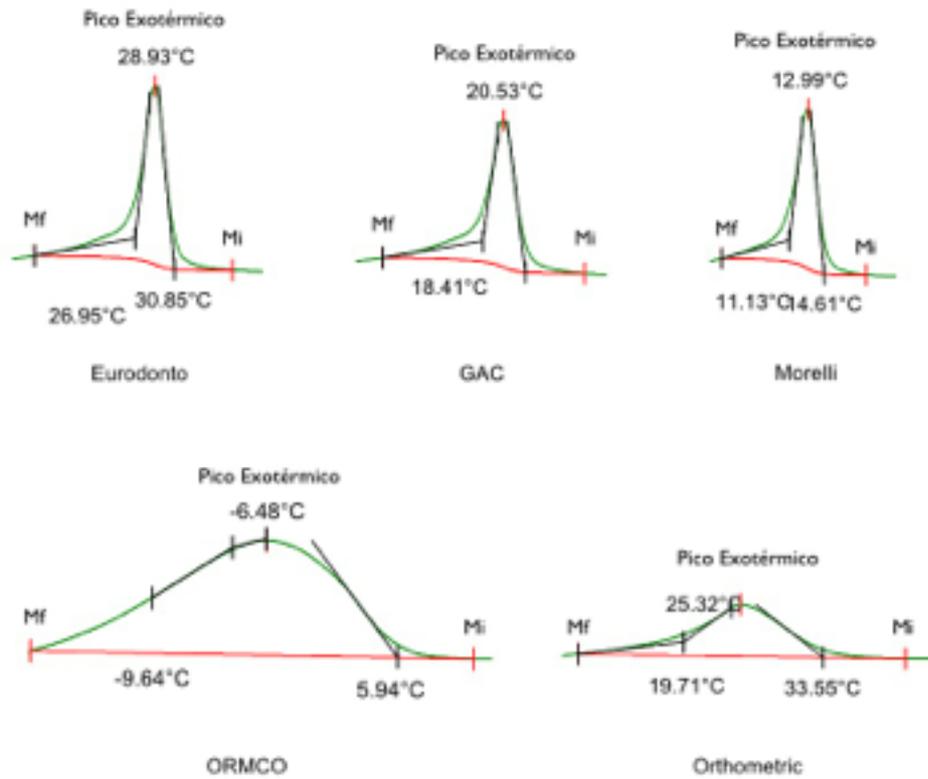
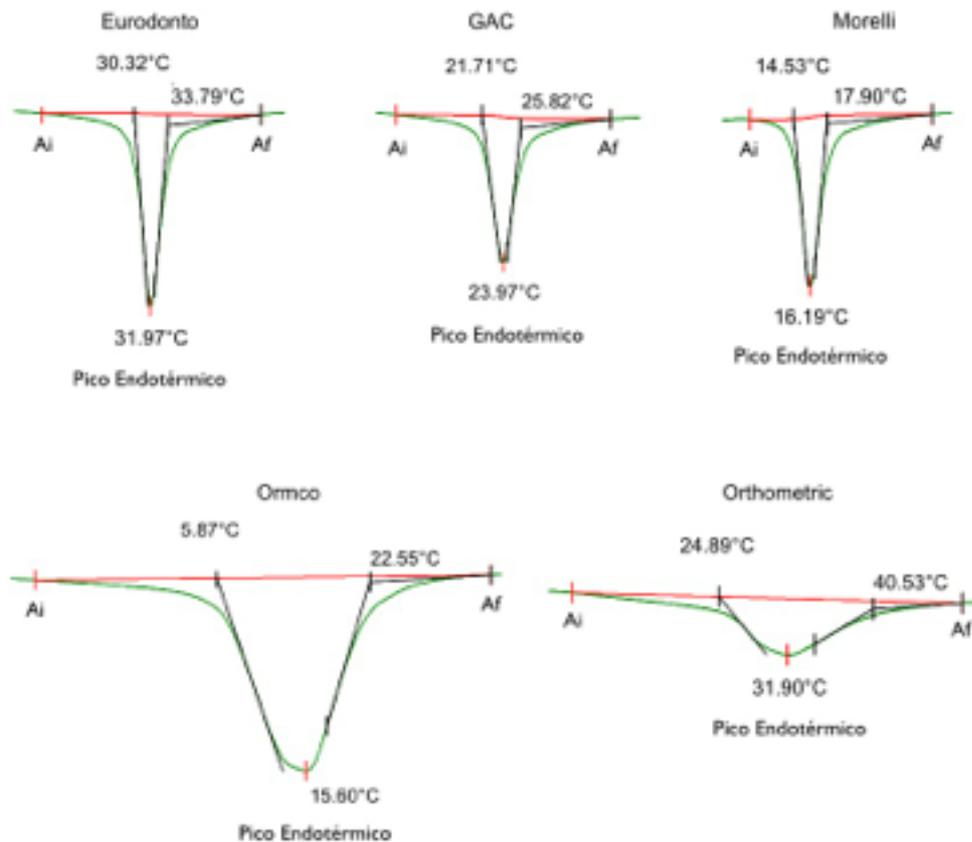


Gráfico 2. Curvas DSC de aquecimento



Com exceção da análise de três pontos à 3mm de desativação, todos os fios apresentaram resultados estatisticamente diferentes (Tabela 2).

À 3mm todas as marcas apresentaram patamares de força acima de 150g. À 2mm apenas o fio Eurodonto apresentou força abaixo de 100g ($p < 0,05$), com maior declínio até a desativação completa (155~40g). Apenas o fio ORMCO apontou todos os registros acima de 100g ($p < 0,05$). Os fios GAC (86~101g) e ORMCO (103~129g) exibiram platôs mais constantes entre 0,5 e 2mm ($p > 0,05$). As marcas Morelli (73~106g), Orthometric (77-130g) e Eurodonto (40~86g) apresentaram o comportamento do platô semelhante entre 0,5 e 2mm, embora com diferentes patamares de força ($p < 0,05$) (Tabela 2 e Gráfico 3). A tabela 3 mostra a comparação entre as médias das variações de força, e a tabela 4 mostra o coeficientes de correlação de Pearson entre a variação da força testada e a análise DSC.

Tabela 2. Diferença entre as médias, $m = 6$, das forças (cN) de desativação obtidas pelo teste de três pontos, mediante ANOVA seguido do teste post-hoc de Tukey

MARCA	Eurodonto	GAC	Morelli	ORMCO	Orthometric
Força Máx. 0,5mm (cN)	40,1 ($\pm 12,2$) ^{a, A}	86,2 ($\pm 11,6$) ^{b, c, A}	72,6 ($\pm 18,6$) ^{b, A}	103,3 ($\pm 12,7$) ^{c, A}	76,5 ($\pm 14,8$) ^{b, A}
Força Máx. 1mm (cN)	57,9 (8,1) ^{a, A}	83,2 ($\pm 10,7$) ^{b, A}	82,8 (± 9) ^{b, A}	108,3 ($\pm 17,6$) ^{c, A}	97,4 ($\pm 10,7$) ^{b, c, A}
Força Máx. 2mm (cN)	86,5 ($\pm 7,1$) ^{a, B}	100,9 ($\pm 5,6$) ^{b, A}	106,1 ($\pm 8,2$) ^{b, B}	129 ($\pm 8,7$) ^{c, A}	130,4 ($\pm 10,3$) ^{c, B}
Força Máx. 3mm (cN)	155 ($\pm 12,3$) ^{a, c}	167,1 ($\pm 10,4$) ^{a, B}	155,7 ($\pm 15,4$) ^{a, c}	163,4 ($\pm 18,8$) ^{a, B}	168,1 (± 8) ^{a, c}

Na mesma linha, letras minúsculas diferentes representam significância estatística ($p < 0,05$)
 Na mesma coluna, letras maiúsculas diferentes representam significância estatística ($p < 0,05$)
 1 cN = 1g

Gráfico 3. Diferença entre os testes realizados no teste de três pontos

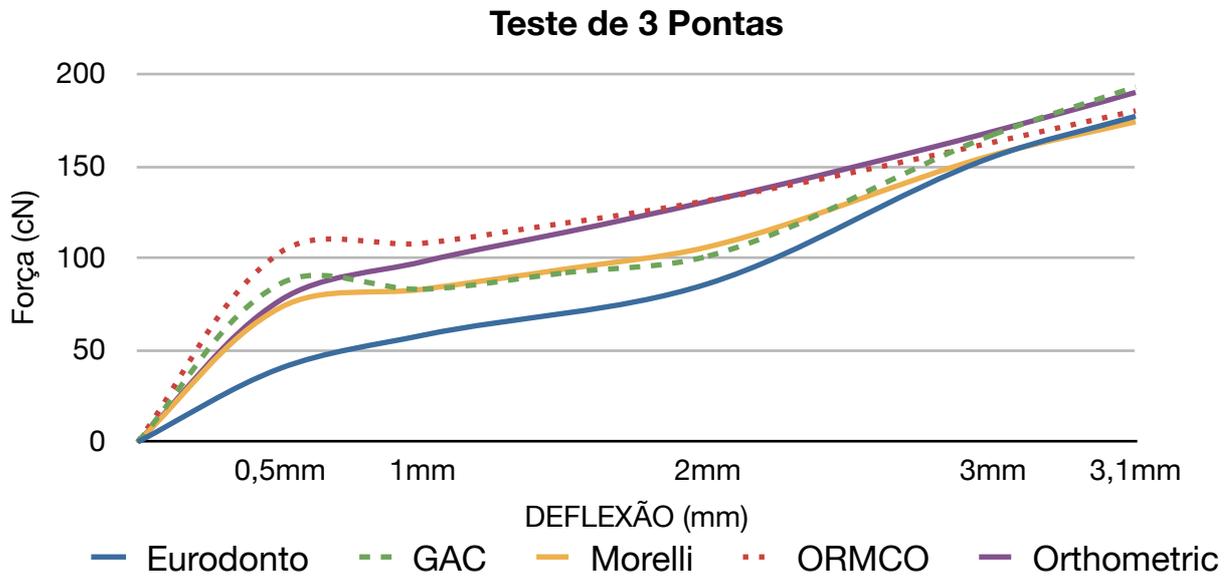


Tabela 3. Comparação entre as médias das variações de força entre as diferentes marcas, mediante ANOVA seguido do teste post-hoc de Tukey

Variação da Força entre 3 e 0,5mm	
Eurodonto	115 ^a
GAC	80,9 ^{bc}
Morelli	83,2 ^{bc}
ORMCO	60,1 ^b
Orthometric	91,6 ^{ac}

Letras minúsculas diferentes representam significância estatística ($p < 0,05$)

Tabela 4. Coeficientes de correlação de Pearson entre a variação da força testada para os diferentes fios e seus respectivos resultados DSC

	PEx	Mi	Mf	ITT (arrefeci.)	CT (arrefecim.)	PEn	Ai	Af	ITT (aquecim.)	CT (aquecim.)
Variação da Força entre 3 e 0,5mm	0,89*	0,84	0,90*	-0,48	-0,70	0,83	0,94*	0,65	0,49	-0,72

* Significância estatística ($p < 0,05$)

5 DISCUSSÃO

5.1 ANÁLISE DE DSC

De acordo com o nosso conhecimento, esse é o primeiro estudo que compara as principais marcas de fios ortodônticos de NiTi (0,016" termoativados à 35°C) vendidos no Brasil, através de uma análise conjunta entre DSC e teste de três pontos. A análise de DSC demonstrou que o término da transformação para austenita (Af) variou entre 19,9°C (Morelli) e 41,15°C (Orthometric). Já o término da transformação para martensita (Mf) variou entre 27,1°C (Eurodonto) e -10,6°C (ORMCO), onde todos os fios apresentaram diferença estatisticamente significativa.

À temperatura ambiente a estrutura cristalográfica dos fios de NiTi superelásticos é principalmente austenita^{13,14}, a sua capacidade superelástica é atribuída a uma transformação de fase de austenita para martensita. Essa transformação foi pensada para ser induzida pelo stress^{7,15}.

Meling e Odegaard¹⁶ estudaram o efeito de mudanças de curto prazo na temperatura sobre a rigidez de torção de fios de NiTi. Os autores descobriram que em repetidas exposições ao frio, alguns fios de NiTi reduziram de 60% a 85% sua rigidez à torção, sendo que um longo período de tempo foi necessário para a recuperação da rigidez original. Portanto os fios que apresentaram um ITT baixo, Eurodonto (4,64 K), Morelli (3,4 K) e GAC (4,3 K), tendem a ser fios que sofrem com a redução de sua rigidez à torção, em comparação com os fios Orthometric (14,24 K) e ORMCO (15,53 K).

Os fios da Eurodonto e Orthometric ainda apresentaram temperatura de Af consideravelmente mais altas que os outros fios estudados, 34,9°C e 41,15°C respectivamente, implicando que em condições normais no meio bucal, esses fios não estão totalmente na fase austenita.

A adição de uma pequena quantidade de metais, tais como Crômio (Cr), Ferro (Fe) e Alumínio (Al), a uma liga de NiTi, juntamente com um aumento da quantidade de Ni, são selecionados para abaixar a temperatura de transformação¹⁷. A inclusão de cobre em ligas de Níquel-Titânio dá origem a uma maior complexidade do

sistema. Nos fios ortodônticos comerciais estudados, o Cobre (Cu) é adicionado em grande parte à custa de Ni com uma pequena adição de Cr para baixar a temperatura final da fase austenita^{18,19}. O Cu tem pouco efeito sobre a diminuição da temperatura Af^{20} , nesse sentido, é plausível que a proporção de NiTi e/ou o tratamento térmico durante o fabricação desse fio¹⁷ provoque os resultados observados nesse estudo. Cu em NiTi diminui o stress na histerese, reduz a histerese de temperatura entre a formação de austenita para martensita durante o arrefecimento, além de afetar as propriedades mecânicas^{21,22}.

Como a temperatura de M_f do fio ORMCO ficou em $-10,6^\circ\text{C}$, isso mostra que esse fio não sofre transformação total para a fase martensita pura. Outra característica é que o ITT desse fio foi o maior entre todos os fios testados, permitindo uma menor mudança entre as fases de austenita e martensita.

Quanto à identificação da presença ou ausência da fase-R não foi possível observar a sua presença em todos os fios testados. Brantley *et al.* teorizou que essa fase pode estar sempre presente em fios de NiTi, superelásticos ou com memória de forma, submetidos à transformação. Entretanto, o equipamento de DSC convencional, em comparação com a temperatura modulada DSC (TMDSC), não é suficientemente sensível para detectá-la em todos os casos^{23,24}.

Estudos anteriores^{25,26,27} mostraram resultados semelhantes aos apresentados nesse estudo para os fios das marcas ORMCO e GAC. Bawart *et al.*²⁵, apesar de utilizar molas fechadas de NiTi da marca GAC (Sentalloy), obteve resultados muito parecidos para o pico exotérmico ($20,6^\circ\text{C}$) e para o pico endotérmico ($24,6^\circ\text{C}$), enquanto os picos desse trabalho ficaram, respectivamente, em $20,2^\circ\text{C}$ e $23,6^\circ\text{C}$. É importante ressaltar que o estudo de Barwart *et al.*²⁵ utilizou somente uma amostra em sua análise, enquanto que na presente pesquisa foram utilizadas 6 amostras, de 3 lotes diferentes, podendo assim justificar a variação de certos valores encontrados nos dois estudos.

Já Iijima *et al.*²⁶ ao avaliar os fios da marca ORMCO (40°C Copper NiTi) e GAC (Sentalloy), encontrou resultados para A_f de 22°C para o fio Sentalloy e 37°C para o fio 40°C Copper NiTi, onde o fio Sentalloy obteve resultados semelhantes ($25,4^\circ\text{C}$) e o fio 40°C Copper NiTi obteve resultados diferentes (22°C). Essa diferença no fio da marca ORMCO se dá pela escolha do fio com um ponto de termoativação mais alto (40°C), elevando, conseqüentemente, a temperatura de A_f .

Em 2011 Iijima *et al.*²⁷ utilizou fios de NiTi da marca ORMCO (35°C Copper NiTi), onde os valores de Ai (7,2°C a 7,6°C) e Mf (-14,8°C a -15,7°C) se equiparam aos resultados encontrados nesse estudo (5,7°C e -10,6°C, respectivamente). Porém, foram utilizadas cinco ou seis amostras de um mesmo arco de NiTi, onde uma possível variação entre lotes e arcos do mesmo lote não pôde ser determinada pelos resultados apresentados.

Entretanto, outros autores apresentaram resultados contraditórios aos observados nesse estudo. Berzins & Roberts²⁸, observaram valores diferentes para os fios ORMCO (35°C Copper NiTi) e GAC (Sentalloy). Os valores encontrados para Ai, Af, Mi e Mf do fio 35°C Copper NiTi foram de 16,8°C (5,7°C), 37,8°C (22°C), 15,8°C (4,9°C) e -3,7°C (-10,6°C) respectivamente. Os valores de Ai e Af do fio Sentalloy foram de 4,8°C (21,4°C) e 24,5°C (25,4°C). Embora os valores de Af do fio Sentalloy e Mf do Fio 35°C Copper NiTi foram semelhantes.

Nenhum estudo na literatura avaliou fios de NiTi 0,016” termoativados de empresas brasileiras, portanto os resultados obtidos neste estudo para os fios das marcas Morelli, Eurodonto e Orthometric são inéditos. Os testes DSC revelaram que somente o fio Orthometric apresentava fase martensita na temperatura próxima do ambiente bucal testado. Isso significa que a nomenclatura termoativado somente seria adequada para esse fabricante, pois os demais fios encontravam-se em fase totalmente austenita no momento do teste de 3 pontos. Entretanto, existe uma limitação da análise DSC no presente estudo, pois os fios foram testados sem dobras. E os fios NiTi martensita-ativo também possuem indução de fase martensita pela incorporação de cargas (dobras), o que poderia criar resíduos martensita para temperaturas mais altas. Essa conclusão somente pode ser feita repetindo-se o teste DSC com a inclusão de amostras dobradas.

5.2 TESTE DE TRÊS PONTOS

A célula de carga utilizada foi a de modelo S com capacidade de 50N (5kgf)¹ e resolução de leitura de 0,01N (1cN). Apesar de não haver uma padronização

¹ http://www.emic.com.br/Produtos+Mostra/5/24/65/Celula+de+Carga+EMIC+com+capacidade+de+50N+_5+kgf__+CCE50N/

através da norma ISO:15.841, Lombardo³⁶ utilizou em seu estudo uma célula de carga de 100N (10kgf), o que poderia levar a uma maior distorção dos resultados obtidos pela utilização de uma célula de carga com uma pior resolução de leitura para cargas pequenas.

Na fase de alinhamento e nivelamento ortodôntico, o fio de NiTi exerce sua principal função no contexto geral do tratamento das más oclusões. Para o ortodontista e para o paciente, um fio que dissipe uma força leve e constante parece ser mais confortável e fisiologicamente mais seguro. O conceito da força ótima para movimentação ortodôntica ainda não é consensual, haja vista o número de variáveis envolvidas nesse valor. Entre estas estão a resistência oferecida pelo osso alveolar e ligamento periodontal, a área radicular particular a cada indivíduo, o atrito entre o fio e o slot do braquete que consome parte da força liberada pelo fio, a resposta inflamatória local e consequente grau de reabsorção óssea, o ponto de aplicação da força sobre a coroa dentária (onde está colado o braquete ortodôntico), além das forças oclusais que incidem diariamente com a função mastigatória e, eventualmente, movimentos parafuncionais.

Embora essa força “leve” ótima seja teoricamente variável, alguma força resultante capaz de comprimir os vasos do ligamento periodontal inicia o processo inflamatório que, por conseguinte, desencadeará a movimentação dentária. Essa força ótima deveria ser acima da pressão capilar, por volta de 24g/cm². Portanto, uma força inferior a essa, teoricamente, não causaria resposta inflamatória. Os estudos clássicos de Reitan²⁹ avaliaram que entre 50g e 100g aplicadas sobre as coroas dos caninos seriam suficientes para provocar sua movimentação e que o aumento desta carga não resultaria em maior movimento. Diversos artigos tem reportado, entretanto, que forças intrusivas ou de inclinação, deveriam ser menores, haja vista que ocorre uma concentração dessa carga nos ápices dentários. Dalstra e Melsen³⁰, descreveram que seriam suficientes entre 5g e 10g para intrusão de incisivos superiores.

Durante o alinhamento e nivelamento inicial, ocorre uma dispersão de carga entre os dentes e de forma quase incalculável quando se utiliza a técnica do arco reto³¹. Por essa razão, torna-se prudente não aplicar arcos que liberem cargas excessivas, especialmente para casos com raízes curtas e afiladas, ou com

dilaceração radicular, haja vista a concentração de carga no ápice e a consequente reabsorção radicular.

Esse estudo buscou avaliar através da análise de três pontos, seguindo a norma ISO 15.841: *Dentistry – Wires for use in orthodontics (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, 2006)*, as características de deflexão dos fios comercializados no mercado brasileiro.

Observou-se que não houve diferença entre os fios testados para uma desativação à 3mm, porém as cargas ultrapassaram significativamente 100g. Isso simularia uma condição em que a aplicação destes fios 0,016” sobre um apinhamento dentário moderado provavelmente causaria uma alta concentração de forças sobre os ápices radiculares. Contudo, a medida em que o fio desativa, trazendo consigo os dentes para melhores posições, essa carga decresceu para patamares clínicos mais adequados.

Na flexão de 2mm os fios Orthometric e ORMCO ainda apresentaram valores razoavelmente elevados para essa condição clínica, enquanto Morelli e GAC dissiparam cargas por volta de 100g. Destaca-se que o fio Eurodonto, nessa desativação apresentou um valor de 86,5g, estatisticamente diferente dos demais.

Na flexão de 1mm e na de 0,5mm de desativação, há uma aproximação de comportamento entre Morelli, GAC e Orthometric, enquanto o fio ORMCO permanece com uma força acima de 100g. Em oposição, o fio Eurodonto apresentou um valor significativamente menor tanto para 1mm (57,9g) quanto para 0,5mm (40,1g) de flexão .

Essa variabilidade de comportamento entre os fios NiTi já vem sendo reportada^{32,33}, exigindo cautela dos ortodontistas na escolha dos materiais utilizados. No presente estudo, assim como Nakano, foi utilizado o calibre 0,016” que normalmente é aplicado. Porém, atualmente, alguns autores tem recomendado o início do alinhamento e nivelamento com o fio calibre 0,014”^{6,34,35,36}. Destaca-se que, assim como as demais ligas, o menor calibre resulta em maior deflexão e consequentemente menor carga liberada. Em média, um aumento de 0,002” na secção transversal (0,012” X 0,014” e 0,014” X 0,016”) gera 50% de aumento da força no platô e 0,004” (0,012” X 0,016”) consiste em um aumento de até 150%³⁷. Lombardo *et al.*³⁷ também constatou diferenças entre fios de mesma secção transversal de diferentes fabricantes, sendo que os fios termoativados exercem uma

menor força (~24%) e possuem um maior platô (~13%) comparado a fios tradicionais. Diante dos resultados mecânicos do presente estudo, parece razoável sugerir a redução de calibre para a marca ORMCO, quando se pretende utilizar esse fabricante.

Os diferentes resultados obtidos nos testes com relação a outros estudos pode ter ocorrido devido à complexidade do processo de fabricação, incluindo o trabalho à frio, tratamento térmico, e da composição dos fios, juntamente com uma variabilidade entre os lotes testados^{7,18,38}.

5.3 VARIAÇÃO DE FORÇA DOS FIOS E SUA CORRELAÇÃO COM OS RESULTADOS DSC

O fio que apresentou menor variação de força durante o teste de três pontos foi o fio ORMCO (60,1g), entretanto não houve diferença estatística em relação aos fios GAC e Morelli (80,9g e 83,2g, respectivamente). Os fios GAC, Morelli e Orthometric apresentaram variação semelhante, respectivamente 80,9g, 83,2g e 91,6g. O fio Eurodonto (115g) apresentou semelhança somente com o fio Orthometric (91,6g).

O teste de correlação de Pearson revelou que quanto menor a variação de força, menor foi a temperatura em que ocorria a total ausência de fase austenita no fio (Mf baixa). Por outro lado, quanto maior a variação de força, a transformação encerra-se a uma maior temperatura (Mf alta), depreciando muito a força, criando uma grande variação no platô.

No aquecimento houve correlação positiva significativa entre As e a variação de força. Verificou-se que quanto menor o valor de As (ou seja, quanto mais baixa a temperatura em que se inicia a mudança de fase martensita para austenita) menor será a variação de força. Além disso quanto maior a variação de força, maior a temperatura necessária para que se inicie a formação da fase austenita no fio, criando também uma grande variação no platô.

Dessa forma, parece razoável inferir que o fio ORMCO Damon CuNiTi 0,016”, embora tenha apresentado um patamar de forças um pouco elevado para início de nivelamento, apresentou o melhor comportamento no quesito variação e uniformidade na liberação de força, coerente com seu gráfico DSC, o qual ilustra uma distância maior entre M_i e M_f (Gráfico 1) e entre A_i e A_f (Gráfico 2).

Embora não tenha sido estatisticamente significativa e com uma correlação menor, a ITT, tanto para resfriamento quanto para aquecimento, apresentou-se negativamente relacionado à variação de força. Ou seja, quanto maior a ITT, menor a variação de força. Este comportamento foi nítido no fio ORMCO e razoavelmente explícito no Orthometric.

Outro ponto que também apresentou uma correlação clara, mas sem correlação positiva significativa foi o CT, onde o fio ORMCO obteve os maiores patamares de força (acima de 100g) e apresentou uma necessidade de energia, estatisticamente maior que de todos os fios testados, para mudar de fase (9,29J/g no arrefecimento e 12,76J/g no aquecimento), ou seja, quanto maior a energia necessária para mudar de fase, maior será a resposta do fio e conseqüentemente maior será a força liberada.

Mais estudos envolvendo outros métodos de avaliação das propriedades físicas dos fios de NiTi são necessários.

6 CONCLUSÕES

Os diferentes resultados obtidos pela análise de DSC comprovam que existem diferenças entre as ligas de cada fabricante. Não foi encontrada diferença estatística entre os lotes de cada fabricante. Por esses motivos cada fio apresenta uma característica diferente quando avaliados no teste de 3 pontos, demonstrando um padrão diferente na liberação de forças. Existe ainda correlação entre os resultados da análise DSC e teste de três pontos, demonstrando que as características de mudanças de fase nos fios tem interferência direta nos resultados apresentados no teste de três pontos.

7 REFERÊNCIAS

1. ANDREASEN, G. F.; BRADY, P. R. **A use hypothesis for 55 Nitinol wire for orthodontics.** Angle Orthod. 1972 Apr;42(2):172-7.
2. ANDREASEN, G. F.; HILLEMANN, T. B. **An evaluation of 55 cobalt substituted Nitinol wire for use in orthodontics.** J Am Dent Assoc. 1971 Jun;82(6):1373-5.
3. MIURA, F.; MOGI, M.; OHURA, Y.; HAMANAKA H. **The superelastic property of the Japanese NiTi alloy wire for use in orthodontics.** Am J Orthod 1986;90:1-10.
4. SACHDEVA, R. C.; MIYAZAKI, S. **Superelastic NiTi alloys in orthodontics.** In: Duerig TW, Melton KN, Stockel D, Wayman CM, editors. Engineering aspects of shape memory alloys, London: Butterworth-Heinemann, 1990. p. 452-69.
5. KHIER, S. E.; BRANTLEY, W. A.; FOURNELLE, R. A. **Bending properties of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontic wires.** Am J Orthod Dentofacial Orthop 1991;99:310-8.
6. ANDREASEN, G. F.; MORROW, R. E. **Laboratory and clinical analyses of nitinol wire.** Am J Orthod. 1978 Feb;73(2):142-51.
7. BRADLEY, T. G.; BRANTLEY, W. A.; CULBERTSON, B. M. **Differential scanning calorimetry (DSC) analyses of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontic wires.** Am J Orthod Dentofacial Orthop. 1996 Jun;109(6):589-97.
8. THOMPSON, S. A. **An overview of nickel–titanium alloys used in dentistry.** Int Endod J 2000;33:297–310.
9. MOORE, R. J.; WATTS, J. T.; HOOD, J. A.; BURRITT, D. J. **Intra-oral temperature variation over 24 hours.** Eur J Orthod 1999;21:249–61.
10. AIROLDI, G.; RIVA, G.; VANELLI, M.; FILIPPI, V.; GARATTINI, G. **Oral environment temperature changes induced by cold/hot liquid intake.** Am J Orthod Dentofacial Orthop 1997;112:58–63.
11. BARCLAY, C. W.; SPENCE, D.; LAIRD, W. R. E. **Intra-oral temperatures during function.** J Oral Rehab 2005;32:886–94.
12. YONEYAMA, T. *et al.* **Super-elasticity and thermal behavior of NiTi alloy orthodontic arch wires.** Dent Mater J. 1992 Jun;11(1):1-10.

13. KHIER, S.; BRANTLEY, W.; FOURNELLE, R.; EHLERT, T. **XRD and DSC studies of NiTi orthodontic wire alloys.** J Dent Res 1989;68: 386.
14. THAYER, T. A.; BAGBY, M. D.; MOORE, R. N.; DEANGELIS, R. J. **X-ray diffraction of nitinol orthodontic arch wires.** Am J Orthod Dentofacial Orthop 1995;107:604-12.
15. MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K. **Development of shape memory alloys.** ISIJ Int1989;29:353-77.
16. MELING, T. R.; ODEGAARD, J. **The effect of short-term temperature changes on the mechanical properties of rectangular nickel titanium archwires tested in torsion.** Angle Orthod 1998; 68: 369-376.
17. MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K. **Development of shape memory alloys.** ISIJ Int1989;29:353-77.
18. KUSY, R. P. **A review of contemporary archwires: their properties and characteristics.** Angle Orthod 1997;67:197–207.
19. BRANTLEY, W. A. **Orthodontic materials.** In: Brantley WA, Eliades T, editors. Scientific and clinical aspects. New York: Thieme; 2001. p. 77–103.
20. NAM, T.; SABURI, T.; SHIMIZU, K. **Cu content dependence of shape memory characteristics in Ti-Ni-Cu alloys.** Mater Trans JIM 1990;31:959-967.
21. MIYAZAKI, S.; SHIOTA, I.; OTSUKA, K.; TAMURA, H. **Effects of Cu addition on mechanical behavior of Ti–Ni alloy.** Mater Res Soc Int Meet Adv Mater 1989;9:153–8.
22. GIL, F. J.; PLANELL, J. A. **Effect of copper addition on the superelastic behavior of Ni–Ti shape memory alloys for orthodontic applications.** J Biomed Mater Res (Appl Biomater) 1999;48:682–8.
23. BRANTLEY, W. A.; IJIMA, M.; GRENTZER, T. H. **Temperature-modulated DSC provides new insight about nickel-titanium wire transformations.** Am J Orthod Dentofacial Orthop. 2003 Oct;124(4):387-94.
24. BRANTLEY, W. A.; IJIMA, M.; GRENTZER, T. H. **Temperature-modulated DSC study of phase transformations in nickel–titanium orthodontic wires.** Thermochim Acta2002:329–37.
25. BARWART, O.; ROLLINGER, J. M.; BURGER, A. **An evaluation of the transition temperature range of super-elastic orthodontic NiTi springs using differential scanning calorimetry.** Eur J Orthod. 1999 Oct;21(5): 497-502.
26. IJIMA, M.; OHNO, H.; KAWASHIMA, I.; ENDO, K.; MIZOGUCHI, I. **Mechanical behavior at different temperatures and stresses for**

- superelastic nickel–titanium orthodontic wires having different transformation temperatures.** Dent Mater 2002;18:89–93.
27. IJIMA, M.; OHTA, M.; BRANTLEY, W. A.; NAGANISHI, A.; MURAKAMI, T.; MUGURUMA, T.; MIZOGUCHI, I. **Transformation behavior of nickel-titanium orthodontic wires under tensile load.** Dent Mater J. 2011;30(3): 398-403.
 28. BERZINS, D. W.; ROBERTS, H. W. **Phase transformation changes in thermocycled nickel-titanium orthodontic wires.** Dent Mater J. 2010 Jul; 26(7):666-74.
 29. REITAN, K. **Effects Of Force Magnitude And Direction Of Tooth Movement On Different Alveolar Bone Types.** The Angle Orthodontist: October 1964, Vol. 34, No. 4, pp. 244-255.
 30. DALSTRA, M.; MELSEN, B. **Does the transition temperature of Cu-NiTi archwires affect the amount of tooth movement during alignment?** Orthod Craniofac Res. 2004;7(1):21-5.
 31. BURSTONE CJ. **Variable-modulus orthodontics.** Am J Orthod. 1981;80(1): 1-16.
 32. NAKANO, H.; SATOH, K.; NORRIS, R.; JIN, T.; KAMEGAI, T.; ISHIKAWA, F.; *et al.* **Mechanical properties of several nickel-titanium alloy wires in three-point bending tests.** Am J Orthod Dentofacial Orthop. 1999;115(4): 390-94
 33. GURGEL JA, KERR S, POWERS JM, LECRONE V. **FORCE-DEFLECTION PROPERTIES OF SUPERELASTIC NICKEL-TITANIUM ARCHWIRES.** AM J ORTHOD DENTOFACIAL ORTHOP. 2001 OCT;120(4):378-82.
 34. KUSY R.P., GREENBERG A.R. **Effects of composition and cross section on the elastic properties of orthodontic wires.** Angle Orthod. 1981;51(4): 325-41.
 35. RUBIN R.M. **Putting nickel titanium wire in its place.** Angle Orthod. 1999;69(3):214.
 36. SATHLER-ZANDA, R. **Avaliação da deflexão elástica de fios ortodônticos de Níquel-Titânio, calibre 0,014.** Tese de Doutorado, Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru. Recuperado de <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/25/25144/tde-05112012-215337/>
 37. LOMBARDO L., MARAFIOTI M., STEFANONI F., MOLLICA F., SICILIANI G. **Load deflection characteristics and force level of nickel titanium initial archwires.** Angle Orthod. 2012; 82(3):507-21.

38. THOMPSON, S. A. **An overview of nickel–titanium alloys used in dentistry.** *Int Endod J* 2000;33:297–310.

8 GLOSSÁRIO

Calor de transição (CT): É quantidade de calor necessária para que a transição de fases se efetive.

Fase Austenita: É uma das fases cristalinas que a liga de níquel-titânio pode apresentar. Ocorre em altas temperaturas e baixo stress (BRANTLEY *et al.*, 2008). Também chamada de fase de alta temperatura, apresenta-se em estrutura de cubo de corpo centrado (MIURA *et al.*, 1986).

Fase Martensita: É uma das fases cristalinas que a liga de níquel-titânio pode apresentar. Ocorre em baixas temperaturas e alto stress (BRANTLEY *et al.*, 2008). Também chamada de fase de baixa temperatura, apresenta-se em estrutura hexagonal compacta (MIURA *et al.*, 1986).

Fase R: Metalurgicamente há 3 diferentes tipos de fases em uma liga de níquel-titânio: austenita, martensita e romboidal (IIJIMA *et al.*, 2002). Esta última é a fase intermediária entre as fases austenítica e martensítica, também denominada fase R, por causa de sua estrutura romboidal. É formada tipicamente durante a transformação das fases austenítica para martensítica e também durante a transformação inversa (BRANTLEY *et al.*, 2008).

Memória de Forma: Ver Termoelasticidade.

Pico Endotérmico (PE_n): Quando um fio termoativado é aquecido é criado um pico endotérmico, entre a transformação de fase do fio de martensita para austenita, representado no gráfico 2.

Pico Exotérmico (PE_x): Quando um fio termoativado é arrefecido criado um pico exotérmico, entre a transformação de fase do fio de austenita para martensita, representado no gráfico 1.

Temperaturas de Transformação A_i, A_f, M_i e M_f: Quando um fio termoativado é aquecido, a fase austenítica começa a ser formada na temperatura de A_i (Austenita inicial) e termina a transformação na temperatura de A_f (Austenita final). Esta temperatura (A_f) é aquela disposta pelo fabricante, geralmente em torno da

temperatura bucal. Se o fio austenita for agora resfriado, a temperatura que a fase martensítica se inicia é a M_i (Martensita inicial) e a de término é a M_f (Martensita final)(BERZINS & ROBERTS, 2010).

Termoelasticidade: É o termo mais adequado para a conhecida “memória de forma”. É a capacidade que um material tem de retornar à sua forma original quando aquecido em uma determinada temperatura, passando da fase martensítica à fase austenítica(ANDREASEN & MORROW, 1978).

Intervalo de temperatura de transformação (ITT): É o intervalo na qual há a transformação de fase do fio termoativado. Dentro dela, o fio passa da fase martensita para a fase austenita.

9 ANEXOS

Dados do fio Eurodonto obtidos na análise de três pontos

LOTE/ Eurodonto	AMOSTRA	Força Máx. 0,5mm (N)	Força Máx. 1mm (N)	Força Máx. 2mm (N)	Força Máx. 3mm (N)
1	1	0,19	0,56	0,73	1,44
	2	0,35	0,55	0,86	1,54
2	3	0,43	0,54	0,9	1,51
	4	0,53	0,74	0,91	1,77
3	5	0,42	0,54	0,87	1,59
	6	0,48	0,55	0,93	1,45
Média		0,4005	0,5787	0,8651	1,55
Desvio-Padrão		0,1221	0,08133	0,07124	0,1228
Coef. Var. (%)		30,48	14,05	8,235	7,921

Dados do fio GAC obtidos na análise de três pontos

LOTE/ GAC	AMOSTRA	Força Máx. 0,5mm (N)	Força Máx. 1mm (N)	Força Máx. 2mm (N)	Força Máx. 3mm (N)
1	1	0,81	0,78	1,04	1,64
	2	0,83	0,94	1,02	1,74
2	3	0,89	0,9	1,1	1,68
	4	0,93	0,72	0,98	1,54
3	5	1,03	0,72	0,94	1,6
	6	0,68	0,94	0,97	1,83
Média		0,8619	0,832	1,009	1,671
Desvio-Padrão		0,1164	0,1071	0,05647	0,1037
Coef. Var. (%)		13,5	12,87	5,598	6,204

Dados do fio Morelli obtidos na análise de três pontos

LOTE/ Morelli	AMOSTRA	Força Máx. 0,5mm (N)	Força Máx. 1mm (N)	Força Máx. 2mm (N)	Força Máx. 3mm (N)
1	1	0,83	0,92	1,05	1,59
	2	0,94	0,83	1,1	1,63
2	3	0,64	0,78	1,16	1,43
	4	0,67	0,67	0,97	1,74
3	5	0,43	0,9	1,13	1,32
	6	0,85	0,86	0,97	1,64
Média		0,7255	0,8276	1,061	1,557
Desvio-Padrão		0,1864	0,09058	0,0822	0,1542
Coef. Var. (%)		25,69	10,94	7,745	9,904

Dados do fio ORMCO obtidos na análise de três pontos

LOTE/ ORMCO	AMOSTRA	Força Máx. 0,5mm (N)	Força Máx. 1mm (N)	Força Máx. 2mm (N)	Força Máx. 3mm (N)
1	1	1,21	1,08	1,19	1,68
	2	0,99	1,2	1,25	1,66
2	3	1,11	1,09	1,39	1,81
	4	1,01	1,26	1,34	1,81
3	5	0,83	1,12	1,36	1,54
	6	1,04	0,75	1,21	1,31
Média		1,033	1,083	1,29	1,634
Desvio-Padrão		0,1273	0,1755	0,08689	0,1882
Coef. Var. (%)		12,32	16,2	6,735	11,52

Dados do fio Orthometric obtidos na análise de três pontos

LOTE/ Orthometric	AMOSTRA	Força Máx. 0,5mm (N)	Força Máx. 1mm (N)	Força Máx. 2mm (N)	Força Máx. 3mm (N)
1	1	0,81	0,97	1,15	1,81
	2	0,68	0,84	1,44	1,68
2	3	0,9	1,05	1,28	1,59
	4	0,51	1,14	1,26	1,72
3	5	0,8	0,92	1,29	1,68
	6	0,89	0,91	1,4	1,61
Média		0,7648	0,9735	1,304	1,681
Desvio-Padrão		0,1475	0,1074	0,1029	0,07987
Coef. Var. (%)		19,29	11,03	7,894	4,751

Dados do fio Eurodonto obtidos na análise DSC

Eurodonto	LOTE 1				LOTE 2		LOTE 3			
	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 3		Amostra 4		Amostra 5	
	1°	2°	1°	2°	1°	2°	1°	2°	1°	2°
Massa da amostra (mg)	3,062mg		3,456mg		3,124mg		2,478mg		3,272 mg	
DSC (arrefecimento)										
Pico Exotérmico (°C)	28,86	28,9	28,78	28,79	28,93	28,9	31,35	31,44	29,3	29,32
Mi (°C)	30,74	30,74	30,73	30,74	30,85	30,85	35,13	35,07	31,56	31,52
Mf (°C)	26,89	26,9	26,8	26,81	26,95	26,98	27,94	27,95	27,19	27,12
Calor de Transição (J/g)	3,749	3,771	3,444	3,492	3,535	3,483	3,484	3,366	3,71	3,657
ITT (Mi-Mf, K)	3,85	3,84	3,93	3,93	3,9	3,87	7,19	7,12	4,37	4,4
DSC (aquecimento)										
Pico Endotérmico (°C)	31,88	31,92	32,1	32,15	31,97	32,02	35,8	35,82	33	33,02
Ai (onset, °C)	30,31	29,89	30,57	30,04	30,32	30	31,49	31,53	30,58	30,6
Af (offset, °C)	33,7	33,64	33,94	33,97	33,79	33,77	38,3	38,41	35	34,93
Calor de Transição (J/g)	3,734	3,73	3,863	3,721	3,624	3,56	3,071	2,99	3,649	3,689
ITT (Ai-Af, K)	-3,39	-3,75	-3,37	-3,93	-3,47	-3,77	-6,81	-6,88	-4,42	-4,33
Diferença dos Picos (exotérmico/endotérmico, K)	3,02	3,02	3,32	3,36	3,04	3,12	4,45	4,38	3,7	3,7
Diferença da quantidade de entalpia(exotérmico/endotérmico, J/g)	7,483	7,501	7,307	7,213	7,159	7,043	6,555	6,356	7,359	7,346

Dados do fio GAC obtidos na análise DSC

GAC	LOTE 1				LOTE 2				LOTE 3	
	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 3		Amostra 4		Amostra 5	
	1°	2°	1°	2°	1°	2°	1°	2°	1°	2°
Massa da amostra (mg)	3,204mg		3,122mg		3,140mg		2,790mg		2,696mg	
DSC (arrefecimento)										
Pico Exotérmico (°C)	20,31	20,2	20,66	20,67	20,53	20,54	19,23	19,21	20,55	20,58
Mi (°C)	22,36	22,33	22,8	22,81	22,65	22,68	21,02	21,02	22,49	22,52
Mf (°C)	18,05	18,03	18,58	18,58	18,41	18,45	17,19	17,14	18,45	18,53
Calor de Transição (J/g)	3,581	3,721	3,26	3,395	3,26	3,289	3,484	3,477	3,664	3,736
ITT (Mi-Mf, K)	4,31	4,3	4,22	4,23	4,24	4,23	3,83	3,88	4,04	3,99
DSC (aquecimento)										
Pico Endotérmico (°C)	23,99	23,81	24,07	23,96	23,97	23,92	22,32	22,32	23,74	23,78
Ai (onset, °C)	22,18	21,53	21,86	21,78	21,71	21,69	20,32	20,29	21,06	21,55
Af (offset, °C)	25,96	25,71	25,82	25,81	25,82	25,82	23,99	23,96	25,42	25,44
Calor de Transição (J/g)	2,927	4,126	3,205	3,514	3,262	3,76	3,354	3,598	3,693	3,876
ITT (Ai-Af, K)	-3,78	-4,18	-3,96	-4,03	-4,11	-4,13	-3,67	-3,67	-4,36	-3,89
Diferença dos Picos (exotérmico/endotérmico, K)	3,68	3,61	3,41	3,29	3,44	3,38	3,09	3,11	3,19	3,2
Diferença da quantidade de entalpia(exotérmico/endotérmico, J/g)	6,508	7,847	6,465	6,909	6,522	7,049	6,838	7,075	7,357	7,612

Dados do fio Morelli obtidos na análise DSC

Morelli	LOTE 1				LOTE 2				LOTE 3	
	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 3		Amostra 4		Amostra 5	
	1°	2°	1°	2°	1°	2°	1°	2°	1°	2°
Massa da amostra (mg)	3,118mg		3,144mg		2,668mg		2,824mg		3,036 mg	
DSC (arrefecimento)										
Pico Exotérmico (°C)	13,35	13,3	12,99	12,94	13,47	13,51	19,23	19,23	15,13	15,15
Mi (°C)	15,01	15	14,61	14,59	15,09	15,07	20,69	20,67	16,85	16,84
Mf (°C)	11,56	11,59	11,13	11,12	11,77	11,78	17,32	17,33	13,43	13,43
Calor de Transição (J/g)	2,805	2,793	2,712	2,816	2,863	2,772	3,363	3,444	3,08	2,983
ITT (Mi-Mf, K)	3,45	3,41	3,48	3,47	3,32	3,29	3,37	3,34	3,42	3,41
DSC (aquecimento)										
Pico Endotérmico (°C)	16,83	16,85	16,19	16,15	16,52	16,52	22,71	22,75	18,71	18,78
Ai (onset, °C)	15,45	15,48	14,53	14,5	15,1	15,08	21,17	21,17	17,11	17,13
Af (offset, °C)	18,68	18,68	17,9	17,86	18,25	18,22	24,35	24,35	20,37	20,44
Calor de Transição (J/g)	3,2	3,042	2,892	2,819	3,341	3,263	3,646	3,648	3,382	3,386
ITT (Ai-Af, K)	-3,23	-3,2	-3,37	-3,36	-3,15	-3,14	-3,18	-3,18	-3,26	-3,31
Diferença dos Picos (exotérmico/endotérmico, K)	3,48	3,55	3,2	3,21	3,05	3,01	3,48	3,52	3,58	3,63
Diferença da quantidade de entalpia(exotérmico/endotérmico, J/g)	6,005	5,835	5,604	5,635	6,204	6,035	7,009	7,092	6,462	6,369

Dados do fio ORMCO obtidos na análise DSC

ORMCO	LOTE 1				LOTE 2				LOTE 3	
	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 3		Amostra 4		Amostra 5	
	1°	2°	1°	2°	1°	2°	1°	2°	1°	2°
Massa da amostra (mg)	3,594mg		3mg		3,148mg		2,814mg		2,938mg	
DSC (arrefecimento)										
Pico Exotérmico (°C)	-7,74	-7,62	-7,82	-7,62	-7,81	-7,67	-6,48	-6,35	-2,09	-2,07
Mi (°C)	4,75	4,51	4,59	4,52	4,82	4,54	5,94	5,91	4,89	4,83
Mf (°C)	-11,46	-11,23	-11,5	-11,26	-11,47	-11,44	-9,64	-9,54	-9,57	-8,94
Calor de Transição (J/g)	8,489	7,805	9,111	8,463	8,845	8,284	10,34	9,755	11,3	10,47
ITT (Mi-Mf, K)	16,21	15,74	16,09	15,78	16,29	15,98	15,58	15,45	14,46	13,77
DSC (aquecimento)										
Pico Endotérmico (°C)	14,36	14,48	14,67	14,75	14,72	14,79	15,6	15,69	17,69	17,77
Ai (onset, °C)	3,71	3,83	4,6	4,75	4,54	4,75	5,87	5,87	9,47	9,47
Af (offset, °C)	20,98	21,04	21,38	21,55	21,43	21,48	22,55	22,62	23,6	23,68
Calor de Transição (J/g)	12,74	12,7	12,11	12,28	13,51	13,26	12,55	12,61	12,91	12,92
ITT (Ai-Af, K)	-17,27	-17,21	-16,78	-16,8	-16,89	-16,73	-16,68	-16,75	-14,13	-14,21
Diferença dos Picos (exotérmico/endotérmico, K)	22,1	22,1	22,49	22,37	22,53	22,46	22,08	22,04	19,78	19,84
Diferença da quantidade de entalpia(exotérmico/ endotérmico, J/g)	21,229	20,505	21,221	20,743	22,355	21,544	22,89	22,365	24,21	23,39

Dados do fio Orthometric obtidos na análise DSC

Orthometric	LOTE 1				LOTE 2		LOTE 3			
	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 3		Amostra 4		Amostra 5	
	1°	2°	1°	2°	1°	2°	1°	2°	1°	2°
Massa da amostra (mg)	3,204mg		3,032mg		3,68mg		2,8mg		3,016mg	
DSC (arrefecimento)										
Pico Exotérmico (°C)	26,77	26,8	27,77	27,79	27,33	27,35	25,32	25,42	28,75	28,77
Mi (°C)	34,4	34,28	36,03	36,19	34,71	34,72	33,55	33,42	38,67	38,59
Mf (°C)	21,42	21,39	21,1	21,14	22,53	22,88	19,71	20,33	20,52	21,18
Calor de Transição (J/g)	4,246	4,152	3,3	3,255	3,847	3,617	3,518	3,424	4,254	4,08
ITT (Mi-Mf, K)	12,98	12,89	14,93	15,05	12,18	11,84	13,84	13,09	18,15	17,41
DSC (aquecimento)										
Pico Endotérmico (°C)	33,21	33,1	35,23	34,95	33,6	33,56	31,9	31,89	36,77	36,11
Ai (onset, °C)	26,46	26,51	27,36	27,43	27,01	26,86	24,89	24,63	25,72	26,69
Af (offset, °C)	39,27	38,56	41,1	41,74	39,15	38,99	40,53	40,57	45,56	46,06
Calor de Transição (J/g)	4,245	4,004	3,402	3,605	3,798	3,892	4,591	4,663	6,706	5,9
ITT (Ai-Af, K)	-12,81	-12,05	-13,74	-14,31	-12,14	-12,13	-15,64	-15,94	-19,84	-19,37
Diferença dos Picos (exotérmico/endotérmico, K)	6,44	6,3	7,46	7,16	6,27	6,21	6,58	6,47	8,02	7,34
Diferença da quantidade de entalpia(exotérmico/ endotérmico, J/g)	8,491	8,156	6,702	6,86	7,645	7,509	8,109	8,087	10,96	9,98

Coeficientes de correlação de Pearson entre a variação da força testada para os diferentes fios e seus respectivos resultados DSC no arrefecimento

	Varição da Força	PEx	Mi	Mf	ITT (arrefecim.)	CT (arrefecim.)
Eurodonto	115	29,5	31,8	27,1	4,64	3,57
GAC	80,9	20,2	22,3	18,1	4,13	3,49
Morelli	83,2	14,8	16,4	13	3,4	2,96
ORMCO	60,1	-6,3	4,9	-10,6	15,53	9,29
Orthometric	91,6	27,2	35,5	21,2	14,24	3,77
Correlação		0,89*	0,84	0,90*	-0,48	-0,70
p		0,04	0,08	0,04	0,42	0,19

* Significância estatística ($p < 0,05$)

Coeficientes de correlação de Pearson entre a variação da força testada para os diferentes fios e seus respectivos resultados DSC no aquecimento

	Varição da Força	PEn	Ai	Af	ITT (aquecim.)	CT (aquecim.)
Eurodonto	115	33	30,5	34,9	-4,41	3,56
GAC	80,9	23,6	21,4	25,4	-3,98	3,53
Morelli	83,2	18,2	16,7	19,9	-3,24	3,26
ORMCO	60,1	15,4	5,7	22	-16,34	12,76
Orthometric	91,6	34	26,4	41,1	-14,8	4,48
Correlação		0,83	0,94*	0,65	0,49	-0,72
p		0,08	0,02	0,24	0,41	0,17

* Significância estatística ($p < 0,05$)