



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA
GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**



Rosemary Cunha de Oliveira Ponciano

**ESTUDO DA TOXICIDADE DE LIGAS DE Ni-Ti: UMA CONTRIBUIÇÃO PARA
O USO DE LIGAS NACIONAIS E A ORTODONTIA**

CAMPINA GRANDE
março/2010

Rosemary Cunha de Oliveira Ponciano

ESTUDO DA TOXICIDADE DE LIGAS DE Ni-Ti: UMA CONTRIBUIÇÃO PARA O
USO DE LIGAS NACIONAIS E A ORTODONTIA

Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais como parte dos requisitos para
obtenção do título de MESTRE EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS
(UFCG).

Orientador: Dr. Marcus Vinícius Lia Fook

CAMPINA GRANDE

março/2010

UFCG

UFCG - BIBLIOTECA - CAMPUS I	
688	30-04.010

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

P795e

2010 Ponciano, Rosemary Cunha de Oliveira.

Estudo da toxicidade de ligas de Ni-Ti: uma contribuição para o uso de ligas nacionais e a ortodontia / Rosemary Cunha de Oliveira Ponciano. — Campina Grande, 2010.

60 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciência e Tecnologia.

Referências.

Orientador: Prof. Dr. Marcus Vinícius Lia Fook.

1. Ligas com Efeito Memória de Forma. 2. Ortodontia. 3. Níquel-Titânio. 4. Superelasticidade. 5. Biocompatibilidade. I. Título.

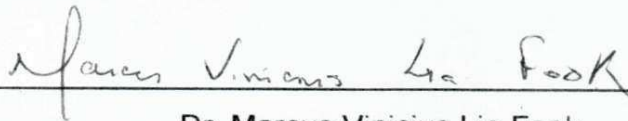
CDU – 669.018.2(043)

**ESTUDO DA TOXICIDADE DE LIGAS DE NI-TI: UMA CONTRIBUIÇÃO
PARA O USO DE LIGAS NACIONAIS E A ORTODONTIA**



Rosemary Cunha de Oliveira Ponciano

Dissertação Aprovada em 31/03/2010 pela banca examinadora constituída dos seguintes membros:



Dr. Marcus Vinicius Lia Fook

Orientador

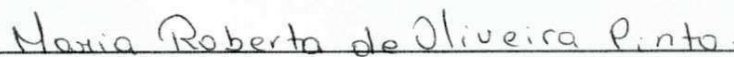
UAEMa – UFCG



Dr. Reginaldo Severo de Macedo

Examinador Interno

UAEMa/UFCG



Dr^a. Maria Roberta de Oliveira Pinto

Examinadora Externa

UEPB

UFCG

Dedico este trabalho à minha família fraterna, que tanto contribuiu para elaboração do mesmo, se doando das mais diversas formas para que tudo se concretizasse.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a **Deus**, pela força de ajudar o progresso a fim de subirmos até ele, pela caridade, pela fé e a razão. Pela simplicidade que fará de mim um espelho onde se refletirá sua imagem;

Aos meus pais **João Francisco de Oliveira e Ruth da Cunha Oliveira**, pela oportunidade da reencarnação, por serem os arcos dos quais eu fui arremessada ao infinito;

Aos meus filhos **João Gabriel, Daniel Kenae e aquele que não conheci**, por terem vindos através de mim e por me fazerem sentir o amor incondicional e infinito de mãe o que me fez uma pessoa muito melhor;

Meus agradecimentos carinhosos ao meu companheiro e amigo **João José Ponciano**, também mestrando, que pacientemente suportou minhas ansiedades, ausências... fazendo muitas vezes, com excelência, o papel de pai/mãe para os nossos filhos. É verdade que faltam agora apenas alguns dias para que a situação se inverta e eu possa merecer a mesma menção de compreensão e ajuda na realização de sua dissertação;

Ao meu orientador, Prof. Dr. **Marcus Vinícius Lia Fook**, seguem meus agradecimentos. Sua orientação clara, segura, objetiva e também exigente definiu para mim o papel do verdadeiro orientador e me inspirou a tentar fazer sempre o melhor. Sua grandiosidade espiritual demonstrada em atos nobres fez de mim sua amiga e admiradora;

Agradeço ao meu irmão **João Francisco de Oliveira Filho** pela adoção e pelo apoio constante e incondicional. Sei que posso contar sempre com você e agradeço a Deus a oportunidade de está sempre do seu lado, aprendendo o verdadeiro sentido do Amor. Você é um exemplo de Filho, Irmão, Tio etc. e etc. e é, sobretudo, um exemplo ser HUMANO;

Agradeço a minha irmã **Rosilda** por ser a Tia/Mãe dos meus filhos na minha ausência. Sou eternamente grata por sua dedicação e amor. Peço a Deus poder um dia lhe retribuir um "pouquinho" de tudo de bom que recebi;

Ao meu amigo/irmão **Rosemberg** obrigada pelo apoio. "Nós somos eternamente responsáveis por aqueles quem cativamos", que nossa amizade e respeito possa nos unir sempre;

Agradeço também a todo o grupo de Biomateriais, vocês foram importantíssimos na realização deste trabalho. Espero poder ajudar também a todos que precisarem de mim;

Agradeço ao colega **Thiago Fideles** pela realização do Teste de Citotoxicidade, assim como à **Rosemary Cunha Lima e Ana Carolina Brasil** pela realização do MEV e do ensaio de EDS;

Ao Laboratório de Bioquímica e Cultura Celular do Centro de Química da Madeira, Universidade da Madeira, Portugal;

Ao Instituto de Engenharia Biomédica- INEB, Porto, Portugal;

Ao laboratório LaMMEA do Departamento de Engenharia Mecânica, ao Professor **Carlos José**, supervisor do Projeto Casadinha, e os colegas "**O Grande**" **Niedson**, **Rômulo**, **Marcus Mesquita**, **Jorge** em fim a todos pelo o apoio e dedicação nos ensaios Mecânicos;

Agradeço a todos os funcionários do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, que estiveram direta ou indiretamente ligados a realização deste trabalho, em especial a secretária **Márcia** pela simpatia e por seus múltiplos sorrisos e por sempre dizer SIM, quando solicitada

Agradeço enfim a todas as "pessoas" encarnadas e desencarnadas que me apoiarão na realização deste trabalho. Eu só posso dizer é que Deus me deu sempre mais do que mereci nesta vida.

MUITO OBRIGADA.

Rosemary Cunha de Oliveira Ponciano

Formação Acadêmica

Bacharelado em Odontologia na Universidade Estadual da Paraíba -UEPB.
Período: 1992-1996.

Curso de aperfeiçoamento em Ortodontia pela Associação Brasileira de Especialistas e Pós-Graduação da Odontologia -ABEPO-SP.
Período: 2000-2002.

PARTICIPAÇÕES

Trabalhos apresentados em congressos

1. PONCIANO, R. C. O. ; FOOK, V. L. F.; PONCIANO, J. J. ; PONCIANO, T. N.; FONSECA, F. R. A. Estudo da toxicidade de ligas de nitinol: uma contribuição à ortodontia. In: **II Jornada Campinense de Odontologia**. Campina Grande, 2009.
2. PONCIANO, R. C. O. ; FOOK, V. L. F. ; PONCIANO, J. J. ; FONSECA, F. R. A.; BARBOSA, R. C. Biocibernética Bucal Aplicada a Ortodontia. In: **II Jornada Campinense de Odontologia**. Campina Grande, 2009.
3. PONCIANO, R. C. O. ; FOOK, V. L. F.; PONCIANO, J. J. ; PONCIANO, T. N.; BRASILINO, M. J. B. Estudo comparativo da superfície de bráquetes comerciais novos e usados. In: **II Jornada Campinense de Odontologia**. Campina Grande, 2009.
4. PONCIANO, R. C. O. Biomateriais e suas Aplicações. In: **Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA)**. Brasília, 2009.
5. PONCIANO, R. C. Estudo da toxicidade das Ligas de Nitinol. In: **Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA)**. Brasília, 2009.
6. PONCIANO, R. C. O. PONCIANO, T.; MARINHO, R. L.; MARINHO, A. V. Síndrome do Respirador Bucal: Interação Ortodontia–Fonoaudiologia com Aparelho Guia PAM. In: **III Congresso Paraibano de Odontologia**. Campina Grande, 2007.

Participações em eventos técnicos científicos

1. XVI Encontro campinense de odontologia. Período- 02/07/2005. Campina Grande, PB.
2. II Jornada campinense de odontologia. Período- 16 a 18 de junho de 2006, Campina Grande, PB.
3. III Congresso de odontologia do CRO-Pb. Período- 14 a 16 de junho de 2007. Campina Grande, PB.
4. Cirurgia oral para clínicos. Duração 8h, 02/06/2005. CRO-PB. Campina Grande.
5. Atualização em infectologia aplicada ao odontólogo. Duração 8h, 10/9/2005. CRO-PB. Campina Grande.
6. Uso de laser e técnicas de clareamento dental fotoativado. Duração 8h, 20/05/2006. CRO-PB. Campina Grande.
7. Dentística. Duração 8h, 03/06/2006. CRO-PB. Campina Grande.
8. Fibras de reforço/metal-free. Duração 4h, 16/12/2006. CRO-PB. Campina Grande.
9. Cirurgia oral ao alcance do cirurgião dentista clínico Duração 4h, 14/06/2007. CRO-PB. Campina Grande.
10. Dentística. Duração 4h, 15/06/2007. CRO-PB. Campina Grande.
11. Ética e o CRO. Duração 4h, 15/06/2007. CRO-PB. Campina Grande.
12. Saúde coletiva. Duração 4h, 16/06/2007. CRO-PB. Campina Grande.

13. Reabilitação oral. Duração 4h, 14/06/2007. CRO-PB. Campina Grande.
14. Endodontia para clínico geral. Duração 4h, 16/06/2007. CRO-PB. Campina Grande.
15. Soluções estéticas para o dia-a-dia do clínico geral. Duração 4h, 15/12/2007. CRO-PB. Campina Grande.
16. Dentística. Duração 4h, 03/04/2008. CRO-PB. Campina Grande.
17. Teoria e aplicações de espectroscopia raman e infravermelho. Duração 8h, 25/09//2008. DEMa – UFCG -. Campina Grande.
18. Cirurgia oral menor ao alcance do clínico. Duração 4h, 19/06/2009. CRO-PB. Campina Grande.
19. Novos conhecimentos: endodontia ao alcance do clínico. Duração 4h, 20/06/2009. CRO-PB. Campina Grande.
20. Interação entre a ortodontia e outras especialidades. Duração 4h, 31/05/2009. CRO-PB. Campina Grande.
21. Lesões cancerizáveis e malignas do complexo buco-maxilo-facial. Duração 4h, 31/05/2009. CRO-PB. Campina Grande.
22. Implantodontia, uma visão global. Duração 4h, 29/05/2009. CRO-PB. Campina Grande.
23. Resinas compostas: indicações e limites. Duração 4h, 30/05/2009. CRO-PB. Campina Grande.
24. Cerâmicas odontológicas: classificação atual, propriedades e indicações. Duração 4h, 30/05/2009. CRO-PB. Campina Grande.

RESUMO

O presente trabalho se dispôs ao estudo das propriedades relativas à biocompatibilidade e morfologia superficial de três composições de ligas de níquel-titânio. Estas se caracterizam por uma combinação de propriedades, como a superelasticidade e o efeito memória de forma, o que as tornam muito atrativas em aplicações biomédicas e na área tecnológica. No entanto, o alto teor de íons níquel e titânio e sua liberação merecem atenção especial, pois podem provocar efeitos alérgicos, tóxicos ou mesmo carcinogênicos, nocivos ao organismo humano. Na odontologia, o Ni-Ti é amplamente utilizado na confecção da aparelhagem ortodôntica. Porém, qualquer material usado na cavidade bucal, durante um determinado tempo, pode ser passível de corrosão. Assim sendo, é de primordial importância que o profissional escolha materiais mais biocompatíveis. Por isto, este trabalho avaliou e caracterizou a morfologia da superfície e citotoxicidade de três composições de ligas de Ni-Ti de fabricação nacional. As caracterizações foram feitas através de Microscopia Ótica (M.O), Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Raio-x por Dispersão de Energia (MEV/EDS), Calorimetria Diferencial de Varredura DSC), e Teste da Rezasurina (teste de citotoxicidade). A temperatura próxima à ambiente a microscopia óptica mostrou a estrutura martensítica típica das ligas de Ni-Ti e a microscopia eletrônica revelou o refinamento do contorno de grão, em todas as composições. Os ensaios de DSC mostraram que nenhuma liga se encontra completamente austenítica, mas completamente ou parcialmente martensítica à temperatura ambiente (25°C). Além disso, à temperatura bucal (37°C) só as ligas ricas em níquel são completamente austeníticas, sendo estas as mais indicadas na ortodontia. Os ensaios de EDS mostraram espectros típicos para estas ligas sem diferença significativa entre as composições. O teste da Rezasurina também não mostrou diferença estatística significante entre as amostras.

Palavras-chave: Níquel-Titânio. Ligas com efeito memória de forma. Superelasticidade. Biocompatibilidade.

ABSTRACT

The present work focused on the study of the properties concerning the chemical composition, microstructure, thermic behavior and cytotoxic in three Ni-Ti alloy compositions. Their characterization resides in the combination of properties such as: the superelasticity and the shape memory effect. These properties can be put to excellent use in various biomedical applications and technology. However, the high content of ions (nickel and titanium) and their release require a special attention, once they can bring about allergic, toxic or even carcinogenic effects, harmful to the human organism. In odontology, the Ni-Ti is widely used to make orthodontic accessories. But any material used in the oral cavity, during a certain time, is supposed to corrosion and it is very important that the professional choose materials more biocompatible. Therefore, this work evaluated and characterized the morphology of surface and cytotoxic of three national Ni-Ti alloy compositions. The characterizations were made by Optical Microscopy (M.O), Scanning Electron Microscopy and Energy Dispersive Spectroscopy (SEM/EDS), Differential Scanning Calorimetry (DSC) and Rezasurin Test (cytotoxic test). Near ambient temperature optical microscopy has shown the typical Ni-Ti alloy martensitic structure and the electron microscopy has shown the improving of the grain boundary in all the compositions. The DSC have shown that none of the alloy is completely austenitic, but total or partially martensitic at ambient temperature (25°C). Besides, at mouth temperature (37°) only the high nickel content alloys are completely austenitic, being more applied in orthodontic. The EDS have shown typical spectrum to these alloys without significant differences among the compositions. The Rezasurin Test has not shown any significant statistic difference among the samples either.

Key-Words: Nickel-titanium. Shape memory effect. Biocompatibility. Superelasticity.

SUMÁRIO

	Pag.
AGRADECIMENTOS.....	i
PARTICIPAÇÕES.....	v
RESUMO.....	viii
ABSTRACT.....	ix
SUMÁRIO.....	x
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xii
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xiv
1. INTRODUÇÃO.....	19
1.1 Objetivo.....	21
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	22
2.1 Características Gerais Micro-estruturais e das Transformações de Fase nas Ligas Ni-Ti (EMF).....	23
2.2 Efeito Memória de Forma e Superelsticidade das Ligas Níquel/Titânio.....	25
2.3 Diagrama de Fase das Ligas Ni-Ti (EMF).....	28
2.4 Efeito do Tratamento Térmico Sobre as Propriedades da Liga Ni-Ti.....	30
2.5 Aplicações do Efeito Memória de forma das Ligas de Ni-Ti	31
2.6 Tratamento Ortodôntico com Ligas de Ni-Ti.....	33
2.7 Essencialidade e Toxicidade de Elementos Químicos.....	36
2.8 Níquel (Ni).....	38
2.9 Reação de Hipersensibilidade ao Níquel.....	39
2.10 Titânio (Ti).....	43
2.11 Biocompatibilidade	44
2.12 Corrosão em ligas de Níquel-Titânio.....	45
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	47
3.1 Sequência de Obtenção da LMF pela Técnica Plasma <i>Skull Push-Pull</i>	47
3.2 Tratamentos Térmicos.....	48
3.3 Microscopia Ótica.....	49
3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	50
3.5 Sequência de Preparação das Amostras para Microscopia Ótica.....	50

3.6 Ensaio de DSC (Calorimetria Diferencial de Varredura).....	52
3.7 Ensaio de EDS (Espectroscopia de Raio X por Dispersão de Energia)....	52
3.8 Teste de Citotoxicidade.....	52
4. RESULTADOS DISCUSSÃO.....	55
4.1 Cálculo do Percentual Atômico.....	56
4.2 Microscopias Ótica.....	57
4.3 Microscopias Eletrônica de Varredura (MEV).....	59
4.4 Ensaio de Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raio X (EDS).....	61
4.5 Ensaio de DSC (Calorimetria Diferencial de Varredura).....	62
4.6 Teste de Citotoxicidade.....	66
6. CONCLUSÕES.....	68
7. REFERÊNCIAS	70

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pag.
Figura 2.1. Fase martensítica e a sua correspondente austenítica.....	24
Figura 2.2. Estrutura metalográfica observada no fio níquel-titânio.....	24
Figura 2.3. Estrutura metalográfica observada no fio níquel-titânio.....	25
Figura 2.4. Diagrama de fases da liga Níquel-Titânio.....	29
Figura 2.5. Parafusos com rebites de aperto térmico com efeito de memória duplo.....	31
Figura 2.6. Filtro de Simon e sua evolução de forma durante o aquecimento.....	32
Figura 2.7. Tamanho da pinça comparada a um palito de fósforo.....	33
Figura 2.8. Acessórios do aparelho ortodôntico.....	34
Figura 2.9. Dentes ectópicos, apinhados e irregulares.....	36
Figura 3.1. Processo de fusão a plasma pelo método Skull Push-Pull.....	48
Figura 3.2. Sequência das obtenções das amostras.....	48
Figura 3.3a. Cortadeira de precisão BUEHLER.....	49
Figura 3.3b. Forno TITAN Platiniun Quartz.....	49
Figura 3.4. Analisador de imagens instalado no laboratório de microscopia da UAEM – UFCG.....	50
Figura 3.5. Resina usada para o embutimento das amostras.....	50
Figura 3.6. Lixamento e polimento das amostras.....	51
Figura 3.7. Mistura para decapagem da superfície de ligas Ni-Ti, álcool etílico e as respectivas amostras.....	51

Figura 4.1. Modelo e amostras com falhas de preenchimento.....	55
Figura 4.2. Microscopia ótica das amostras sem ataque químico.....	57
Figura 4.3. Microscopia ótica das ligas de Ni-Ti no 1º tratamento com ataque químico.....	58
Figura 4.4. Microscopia ótica das ligas de Ni-Ti no 2º tratamento com ataque Químico.....	58
Figura 4.5. Microscopia eletrônica de varredura das ligas Ni-Ti nos 1º(a) e 2º (b) tratamentos com ataque químico e composição equiatômica.....	60
Figura 4.6. Microscopia eletrônica de varredura das ligas Ni-Ti nos 1º(a) e 2º(b) tratamentos com ataque químico na composição rica em níquel.....	60
Figura 4.7. Microscopia eletrônica de varredura das ligas Ni-Ti nos 1º(a) e 2º(b)..... tratamentos com ataque químico na composição pobre em níquel....	60
Figura 4.8. Espectros do EDS das LMF do 1º tratamento com ataque..... Químico nas composições: equiatômica; rica em níquel e pobre em níquel.....	61
Figura 4.9. Espectros do EDS das LMF do 2º tratamento com ataque químico nas composições: equiatômica; rica em níquel e pobre em níquel.....	61
Figura 4.10. Espectros do DSC da liga de Ni-Ti, equiatômica.....	62
Figura 4.11. Espectros do DSC Liga de Ni-Ti, rica em Ni.....	63
Figura 4.12. Espectros do DSC Liga de Ni-Ti, pobre em Ni.....	63
Figura 4.13. Espectros do DSC Liga de Ni-Ti, equiatômica.....	64
Figura 4.14. Espectros do DSC da liga de Ni-Ti, rica em Ni.....	64
Figura 4.15. Espectros do DSC da liga de Ni-Ti, pobre em Ni.....	65
Figura 4.16. Gráfico do teste de citotoxicidade (teste da rezasurina).....	67

SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

ASTM	American Society for Testing and Materials;
As	Austenita start (temperatura de início da transformação reversa (martensita- austenita));
Af	Austensita finish (temperatura de início da transformação reversa (martensita – austenita));
A-MEM	Minimal Essencial Médium;
B2	Tipo de célula unitária;
CANR	Nomenclatura das amostras da Liga Cu-Al-Ni Reprocessada;
Cr	Cromo;
CFC	Cúbico de Face Centrada;
CCC	Cúbico de Corpo Centrado;
DSC	Calorimetria Diferencial de Varredura;
DTA	Análise Térmica Diferencial;
EMFS	Efeito Memória de Forma Simples;
EMFR	Efeito Memória de Forma Reversível;
EMF	Efeito Memória de Forma;
HC	Hexagonal Compacta;
ITA	Instituto Tecnológico de Aeronáutica;
LMF	Liga com Memória de Forma;
LaMMEA	Laboratório Multidisciplinar de Materiais de Estruturas Ativas;
Ms	Martensita start (temperatura de início de transformação direta austenita- austenita);
Mf	Martensita finish (temperatura final da transformação direta austenita - (martensita

Mo	Molibdênio;
Mn	Manganês;
Nb	Nióbio;
Ni	Níquel;
Ni-Ti	Níquel-titânio;
PSPP	Plasma Skull Push-Pull;
PBS	Tampão fosfato salino;
Ra	Raio atômico;
Ti	Titânio;
TCC	Tetragonal de Corpo Centrado;
UAEM	Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica;
V	Vanádio;
W	Tungstênio;

Letras Gregas

γ	Gama (letra do alfabeto grego)
β	Beta (letra do alfabeto grego)
α	Alpha (letra do alfabeto grego)

1- INTRODUÇÃO

Nas aplicações biomédicas, combinações de propriedades como resistência mecânica, flexibilidade e biocompatibilidade são características desejáveis aos biomateriais. Dentre esses materiais, o aço inoxidável, inicialmente por seu baixo custo e alta tolerância tecidual, foi rapidamente aceito e passou a ser utilizado. Porém, com o advento de novos materiais ditos ativos, os quais apresentam características funcionais importantes vêm se mostrando como uma alternativa aos materiais estruturais e sistemas passivos usados até então. Estes caracterizam-se por reagirem a impulsos do ambiente externo, tais como temperatura, luz, tensão e/ou corrente elétrica, entre outros (CULSHAW, 1996).

Dentre os materiais que possuem características de reação a impulsos do ambiente estão as ligas com memória de forma (LMF). Os princípios fundamentais relativos ao comportamento destes são conhecidos há muito tempo e estão presentes em metais, cerâmicas e polímeros. Embora, uma grande variedade de materiais possa manifestar o efeito memória de forma (EMF), só os que possibilitam obter, uma quantidade significativa de recuperação da deformação sofrida durante a mudança de fases, possuem potencial comercial. As ligas de Ni-Ti, objeto deste trabalho, pode atender a estes requisitos, pois apresentam uma deformação máxima recuperável entre 8% e 10%, enquanto outras como, por exemplo, as ligas a base de cobre e ferro apresentam respectivamente, 4,6% e 4% (QUINTÃO, 2000; PÉRTILE, 2005).

Entretanto, a alta quantidade de Ti e Ni na composição das ligas com EMF e sua possível dissolução ainda provocam algumas discussões, pois são atribuídos ao níquel efeitos carcinogênicos, citotóxicos e, principalmente, alérgicos e ao titânio, descoloração nos tecidos, osteólise asséptica e necrose estéril. O níquel ou qualquer outro material que estiver em íntimo contato com um ser, vivo irá interagir com todo seu organismo e pode apresentar deterioração de suas propriedades mecânicas, físicas ou de sua aparência. No caso dos materiais metálicos, vai ocorrer a liberação de íons, principalmente por corrosão. Porém, se estes forem biocompatíveis, as respostas induzidas ao organismo do hospedeiro serão controladas pelo seu sistema imunológico. Apesar, dos prováveis efeitos relacionados ao níquel e ao titânio as ligas Ni-Ti possuem uma diversidade de aplicações biomédicas. Na odontologia, incluem-se os fios ortodônticos,

conectores para as próteses parciais removíveis e os instrumentos endodônticos acionados a motor. No entanto, as condições da cavidade bucal determinam que qualquer material metálico vai estar sujeito à corrosão, devido a fatores microbiológicos, enzimáticos, térmicos, correntes galvânicas, atrito entre o fio nos bráquetes, alterações de pH e temperatura, tensão cíclica, fadiga, substâncias medicamentosas, propriedades químicas e físicas dos alimentos e líquidos da dieta, dentre outros. O conhecimento destes fatores faz-se necessário aos cirurgiões-dentistas, devido à introdução e a popularização na odontologia de arcos e outros acessórios de Ni-Ti (PAIVA; 2005; GARCIA, 2003; MORAES et al., 2007).

Desta forma, foram desenvolvidas, caracterizadas e avaliadas três composições de liga Ni-Ti nacional, analisando suas propriedades quanto à composição química, microestrutura, comportamento térmico e citotoxicidade. Neste estudo, o comportamento destas ligas foi avaliado na perspectiva de utilização de ligas com memória de forma, produzidas com tecnologia nacional. Trabalho que foi realizado em parceria entre os grupos de Biomateriais da Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, o Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA) da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica (UAEM) e o ITA (Instituto Tecnológico de Aeronáutica).

1.1- Objetivos

1.1.1 Objetivo principal

- ✚ Avaliar ligas de Ni-Ti com efeito memória de forma para aplicações ortodônticas quanto à composição química, microestrutura, comportamento térmico e citotoxicidade.

1.1.2 Objetivos específicos

- ✚ Selecionar e identificar as composições das ligas Ni-Ti a serem pesquisadas;
- ✚ Avaliar a morfologia e a composição da superfície das ligas de Ni-Ti;
- ✚ Relacionar a composição química e morfológica das ligas ao comportamento térmico e aos possíveis efeitos de citotoxicidade.

2- REVISÃO DA LITERATURA

Os metais, desde tempos remotos, foram muito utilizados pelo ser humano, devido as suas propriedades mecânicas, físicas, térmicas e elétricas. Com a revolução industrial, novas tecnologias de processamento evoluíram, possibilitando o aparecimento de novas materiais metálicas. Este avanço se deu também na metalurgia física, pois a partir desta, pode-se avaliar melhor a relação existente entre composição, microestrutura, técnicas de fabricação, tratamentos térmico, químico e mecânico dos metais (VIEIRA, 1967).

Apesar da grande variedade de metais existente, a maioria não é empregada em estado puro, mas em forma de ligas, que visa, entre outros fatores, a redução dos custos de produção e melhoramento das propriedades. As ligas metálicas são materiais que contêm dois ou mais elementos químicos em sua composição, sendo que pelo menos um deles é um metal. Há também ligas formadas somente de metais e outras formadas de metais e semimetais e de metais e não-metais (COTTRELL, 1976).

Nas ligas, os átomos de impurezas são adicionados intencionalmente para conferir características específicas ao material, formando em alguns casos soluções sólidas. Para isto, é necessário que ao se adicionar os átomos do soluto ao material hospedeiro, a estrutura cristalina seja mantida, e nenhuma nova estrutura seja formada. Entretanto, caso esta regra não seja atendida, somente solubilidade parcial será alcançada entre os dois elementos, e normalmente formam-se estruturas cristalinas distintas dentro da estrutura do metal, dependendo dos tipos de impurezas, de suas concentrações e da temperatura da liga. O soluto adicionado pode ocupar duas possíveis posições na rede cristalina do solvente: *substitucional*, quando os átomos do soluto substituem os átomos da rede do solvente e *intersticial* quando o soluto se acomoda nos espaços vazios (ou interstícios) da rede. Existem várias características que os átomos do soluto e do solvente devem ter para determinar sua solubilidade um no outro. Estas relações foram determinadas por *William Hume-Rothery* (CALLISTER, 2000).

2.1 Características Gerais Micro-estruturais e Transformações de Fase nas Ligas Ni-Ti (EMF)

As propriedades mecânicas de um material metálico como dureza, resistência mecânica e ductilidade são consequências, em parte, do arranjo cristalino e do tipo das células unitárias. Entretanto, em um mesmo material pode existir mais de um tipo de célula unitária. Neste caso, diz-se que o material apresenta polimorfismo e cada célula é uma fase cristalina que guarda propriedades físicas semelhantes. As estruturas dos materiais metálicos também podem mudar de fase quando recebem energia na forma de calor, modificando também a posição dos átomos de sua rede cristalina (REIS, 2001).

Numa liga de Ni-Ti existem duas fases cristalinas presentes, dependendo da temperatura do material, austenítica e martensítica (Figura 2.1). A transformação da fase austenítica em martensítica, ou transformação martensítica termoelástica, se inicia quando a liga passa no resfriamento, por uma temperatura denominada, segundo a norma ASTM (F 2005-05) de M_s (martensita start), e se completa em M_f (martensita finish), quando o material é totalmente martensítico. A transformação reversa inicia-se no aquecimento em A_s (austenita start) e termina em A_f (austenita finish), quando então o material é completamente austenítico. As transformações de fase nas LMF se dão em 1ª ordem sem difusão, ainda podendo ser observada outra fase intermediária, além da austenítica e da martensítica, chamada de fase-R que apresenta célula unitária romboédrica. A presença desta fase em certas ligas de Ni-Ti, depende do teor de níquel e do histórico térmico da liga (SILVA, 2007).

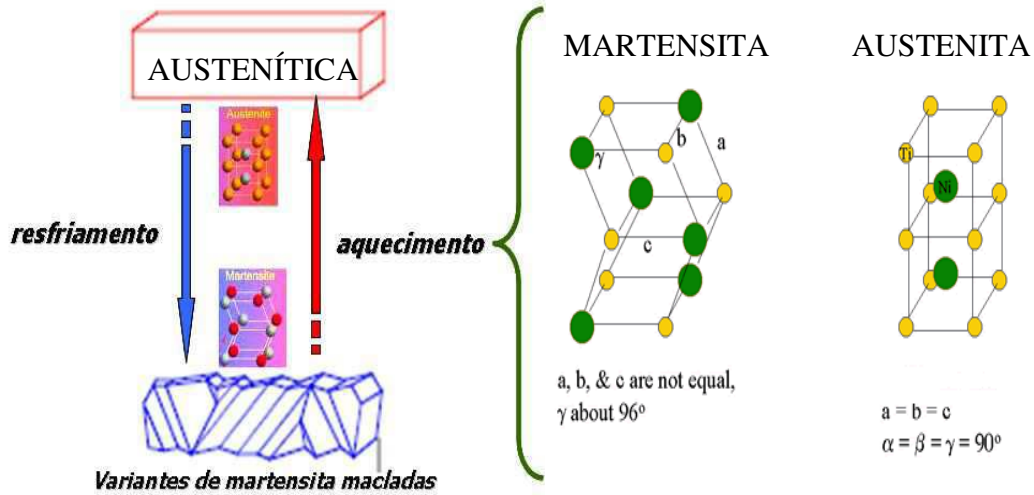


Figura 2.1 – Fase martensítica e a sua correspondente austenítica Fonte: (FERNANDES, 2006).

Segundo Ferreira (2005), a fase austenítica possui estrutura cúbica de corpo centrado ordenada (ccc ou B2), ocorre em altas temperaturas, baixas tensões e apresenta menor elasticidade que a fase martensítica. Esta, por sua vez, apresenta uma estrutura monoclinica, triclínica ou hexagonal e se forma em baixas temperaturas e altas tensões. Na fase martensítica surge uma estrutura fina na forma de lâminas (Figura 2.2) ou agulhas (Figura 2.3).

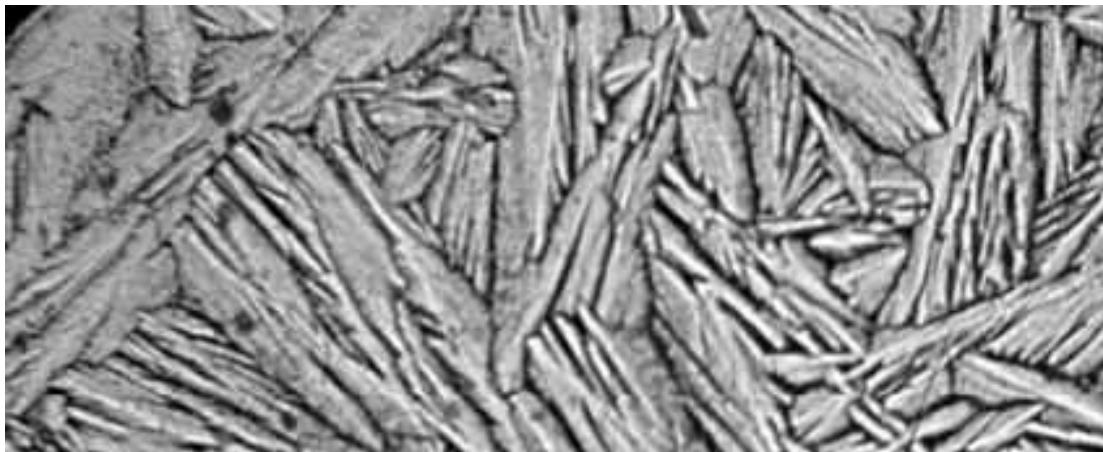


Figura 2.2- Estrutura metalográfica observada no fio níquel-titânio. Aumento 500X
Fonte: (REIS, 2001).

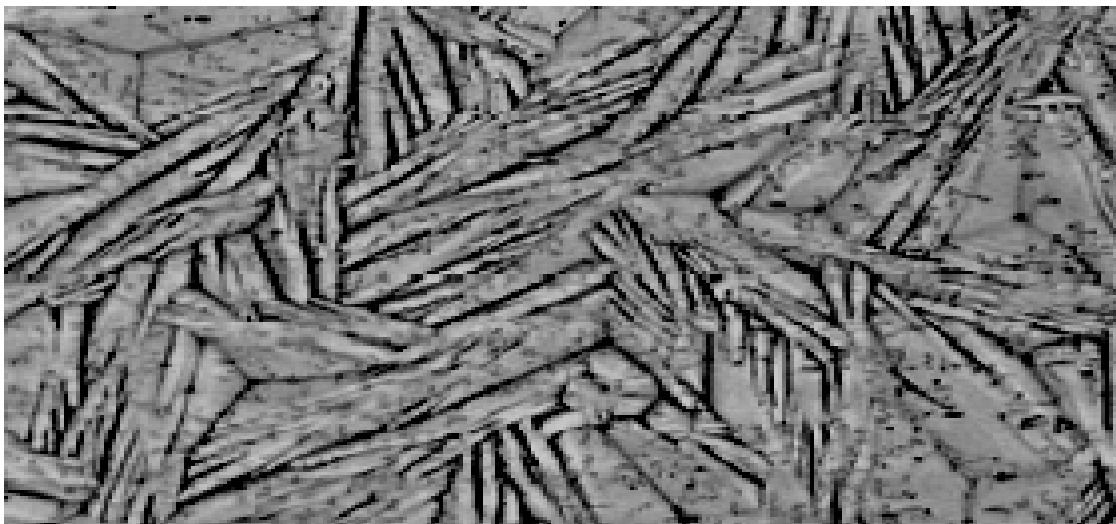


Figura 2.3- Estrutura metalográfica observada no fio níquel-titânio. Aumento 500X
Fonte: (BUCCI, 2003).

As martensitas podem ser observadas ao microscópico ótico e seu nome é uma homenagem ao seu descobridor, o metalografista alemão *A. Martens*. Nas ligas com memória de forma, estas estruturas são conhecidas como martensita maclada ou auto-acomodável que podem apresentar 24 orientações cristalográficas diferentes em relação a um sistema de referência da fase original. Todavia, quando se aplica um carregamento mecânico, as 24 variantes macladas dão lugar a apenas uma que é orientada cristalograficamente no sentido do carregamento (NISHIDA, 1986).

2.2 Efeito Memória de forma e superelasticidade das Ligas de Ni-Ti

Apesar do efeito memória de forma (EMF) ter sido observado pela primeira vez nos anos 30, sua utilização comercial deve ser remetida ao início dos anos 60, quando o pesquisador *William F. Buehler* desenvolveu uma liga metálica com memória de forma de composição, aproximadamente equiatômica, de níquel e titânio. Esta liga foi denominada Nitinol, por sua composição (Ni-Ti) e (NOL) devido ao *Naval Ordnance Laboratory*, nos EUA, onde a liga foi criada. Este fato, deu início as investigações, tanto dos aspectos metalúrgicos, como das possíveis aplicações práticas das ligas com EMF e no espaço de 10 anos surgiu então no mercado uma grande variedade de produtos comerciais, intensificando o

estudo do efeito de memória de forma. Atualmente são lançados para o mercado dezenas de novos produtos de Ni-Ti (PÉRTILE, 2005).

A maior parte dos materiais metálicos apresenta um comportamento elástico no qual, dentro de certos limites, a deformação causada é diretamente proporcional à força aplicada. Contudo, se esta é retirada antes de exceder um determinado valor máximo, a deformação provocada é totalmente recuperada (deformação elástica). Acima deste limite, entretanto, a força provoca no corpo uma deformação permanente, que na maioria dos materiais não pode ser recuperada (deformação plástica). O EMF ocorre quando um material que aparentemente tenha sido deformado, “plasticamente”, em uma determinada temperatura, não muito superior à do ambiente, é capaz de recuperar total ou parcialmente sua forma original. A diferença que existe entre a deformação plástica clássica conforme definida pela Ciência dos Materiais (deslizamento dos planos cristalinos) e a deformação que tem lugar nas ligas com memória de forma (reorientação dos variantes) encontra-se nos mecanismos internos pelos quais os átomos se arranjam para provocar esta deformação. Isto faz com que deformações de até 10% possam ser totalmente recuperadas, dependendo da composição da liga, do tamanho de grão, da textura do material, do histórico mecânico e térmico e das condições nas quais a deformação é aplicada (PAULA, 2006).

O EMF pode ocorrer de duas maneiras diferentes: efeito de memória simples (“one-way shape memory effect”), que se dar da seguinte forma: considere, uma etapa (a) no qual se forma martensita pelo resfriamento, mas a deformação de transformação é nula, sequencialmente, temos uma etapa (b) na qual não ocorre ainda transformação de fase, mas sim reorientação, induzida pela tensão aplicada nas variantes formadas durante o resfriamento (a), dando origem a uma deformação residual. Finalmente, temos uma etapa (c) na qual a deformação residual desaparece, dando lugar a transformação inversa martensítica → austenítica, induzida pelo aquecimento até uma temperatura $T > A_f$ (austenita final). O efeito de memória simples está relacionado ao fato da mudança de forma, introduzida durante a etapa (b), desaparecer por aquecimento a $T > A_f$, mas o resfriamento posterior até uma temperatura inferior a M_f não traz nova alteração de forma, ou seja, este efeito manifesta-se num único sentido, ao se resfriar o material não sofre nenhuma alteração de forma, embora ocorra uma

transformação de forma martensita que persiste até que o material seja aquecido e recupere a forma inicial no domínio austenítico (FERNANDES, 2006).

As ligas Ni-Ti, ainda, podem apresentar um efeito de memória de forma duplo (“two-way shape memory effect”) que ocorre nos dois sentidos de transformação: austenita \rightarrow martensita e martensita \rightarrow austenita. A mudança de forma associada a este efeito duplo é significativamente menos importante do que aquele que se obtém através do efeito simples; a magnitude da força que o material pode exercer ao retornar à forma de baixa temperatura (martensita) é 10 a 20 vezes menor do que o efeito memória de forma que ocorre no efeito simples. Os tratamentos termomecânicos para obtenção do efeito de memória de forma duplo baseiam-se na introdução de defeitos micro estruturais que induzem concentrações de tensões que são depois responsáveis pelo crescimento das plaquetas de martensitas. Ou seja, um ciclo completo de carga e descarga vai resultar em uma deformação residual, se forem efetuados vários ciclos termomecânicos consecutivos observa-se que a deformação residual vai acumulando e aumentando, tendendo, ao fim de certo número à estabilizar. Diz-se então que o material foi educado e que a este estado interno do material, fora do equilíbrio termodinâmico, está associado um campo de tensões interno específico que tem por efeito orientar as variantes que se formam durante o resfriamento, na ausência de tensões aplicadas (REIS, 2001).

A superelasticidade e a memória de forma são dois aspectos do mesmo efeito, ambos resultantes de um tipo peculiar de transformação cristalina denominada martensítica termoelástica que são produzidos em função da composição química, estrutura cristalina e dos ciclos de carregamentos termomecânico usados em sua fabricação e processamento. O comportamento elástico da liga de Ni-Ti também é atípico, pois enquanto a maior parte dos materiais metálicos pode ser deformada elasticamente em até 0,5%; as ligas de Ni-Ti, contudo, deformam-se em 8% ou até 10% de seu comprimento inicial e ainda retornam completamente à sua forma original. O efeito memória de forma ocorre numa temperatura abaixo da M_f seguida de um aquecimento acima de A_f , enquanto a superelasticidade ocorre acima de A_f . Quando $T > A_f$ a fase austenítica transforma-se em martensita, enquanto essa transformação estiver ocorrendo, teremos tensão praticamente constante. Todavia, ao descarregar, a martensita transforma-se novamente em austenita, ocorrendo então um retorno à

forma inicial, não por elevação da temperatura, mas pelo descarregamento da tensão aplicada (OTSUKA e WAYMAN, 1998).

Segundo Reis (2001) a superelasticidade ocorre quando um material é deformado além de seu ponto de escoamento e recupera totalmente sua forma inicial quando a carga é retirada. Normalmente é observada uma grande histerese de tensão-deformação e é um efeito que acontece em uma temperatura em que a fase presente é predominantemente austenítica ($T > A_f$). Nestas ligas, a partir de certo grau percentual de deformação elástico, usualmente em torno de 2%, a relação entre a tensão e a deformação não é mais linear e a força, em vez de aumentar à medida que o material se deforma, permanece praticamente constante. Este comportamento é chamado de curva de histerese e se assemelha mais com o que ocorre em algumas borrachas e tecidos humanos como cabelo e ossos e não com outros metais.

Diversas ligas metálicas apresentam o EMF. No entanto, a maioria, apresenta uma recuperação apenas parcial de sua forma quando aquecidas e outras são consideradas caras por serem formadas por metais nobres tais como ouro e platina. As ligas de Ni-Ti além de um poder quantitativo e qualitativo do efeito de memória de forma, apresentam um valor comercial superior com relação a outras ligas, baixo custo, não apresentarem restrição das temperaturas de transformação e possuem intervalos de histereses (FERNANDES, 2006).

2.3 Diagrama de Fases das Ligas Ni-Ti (LMF)

A análise da miscibilidade de elementos químicos nos metais pode ser feita pelos diagramas de equilíbrio de fases. Nestes estão representadas as composições químicas e temperaturas onde ocorrem equilíbrios termodinâmicos entre os diferentes elementos e compostos químicos presentes na estrutura. Na análise do diagrama de fase pode-se estudar a forte correlação entre microestrutura e algumas propriedades e, ainda, obter-se informação sobre fusão, solidificação, cristalização e outros fenômenos. Antes de ser completamente estabelecido, o diagrama de fase da liga de Ni-Ti foi controverso durante um período de aproximadamente trinta anos, atualmente, no entanto, já existe um consenso na literatura (CALLISTER, 2002; OTSUKA e REN, 2005).

No diagrama de fases da liga Ni-Ti (Figura 2.4), a fase γ (alfa) tem estrutura do tipo (ccc), destaque em vermelho. Esta fase exerce papel essencial na transformação martensítica e nos efeitos associados à memória de forma e pode ser obtida por resfriamento rápido ou lento até a temperatura ambiente. A composição da liga nesta região é praticamente equiatômica, sendo identificada a uma temperatura máxima de 1310°C e mínima de 500°C. O limite de solubilidade dessa fase no lado rico em titânio destaque em amarelo, é próximo de 50%at de Ni, enquanto que no lado rico em níquel destaque em azul, a solubilidade diminui rapidamente com a diminuição da temperatura e atinge o limite máximo em 58%at de Ni a 1118°C, tornando-se insignificante em aproximadamente 500°C (OTSUKA e REN, 2005).

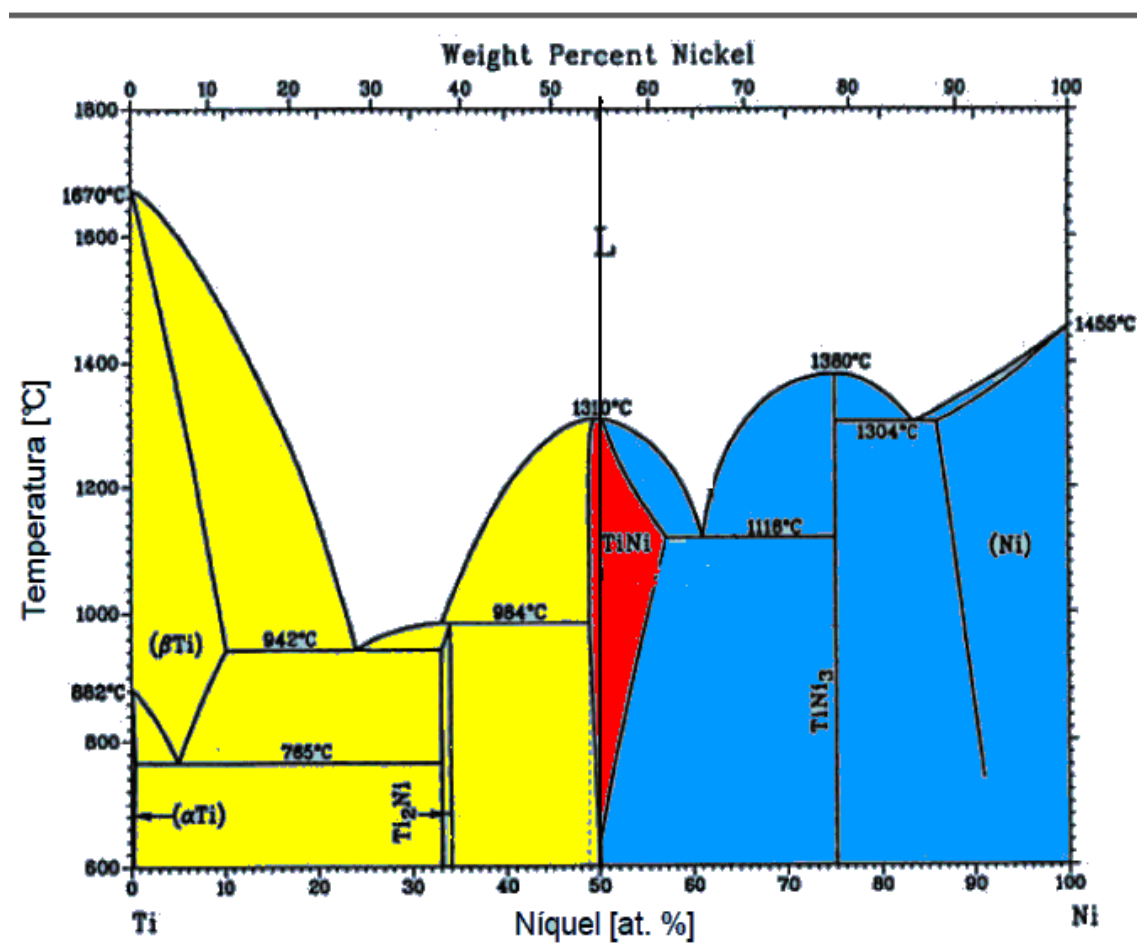


Figura 2.4- Diagrama de fases da liga Níquel-Titânio. A região demarcada em vermelho indica a possível área onde ocorre o efeito memória de forma. Fonte: (OTSUKA e REN, (2005).

2.4 Efeitos do Tratamento Térmico Sobre as Propriedades das Ligas Ni-Ti

O tratamento térmico visa diminuir as tensões microscópicas simples ou intermediárias presentes na matriz de uma liga, aquecendo e resfriando o material a certa temperatura em determinadas condições até se obter uma solução sólida e homogênea. Em alguns casos usa-se a têmpera em água, óleo ou ar com o objetivo de melhorar algumas propriedades tais como: a dureza; limite de escoamento; resistência elétrica e à tração; compressão e desgaste (CALLISTER, 2002).

Pértile (2005), caracterizou uma liga Ni-Ti na forma de fio, a diferentes condições de tratamento térmico através de ensaios mecânicos e eletroquímicos. O autor chegou à conclusão que a liga de Ni-Ti quando submetida a elevadas temperaturas geram microestruturas com tendência à memória de forma e camadas passivas mais espessas com maior propensão à presença de falhas que influenciarão no tempo de vida do material. Concluindo que a uniformidade da camada de óxido, mais do que a sua espessura e composição é um fator predominante para melhorar a resistência à corrosão. O tempo de tratamento térmico também pode gerar microestruturas macladas, que são responsáveis pela superelasticidade do material.

Segundo Mertmann (2000) e Reis (2001), as desejáveis propriedades das ligas Ni-Ti são causadas pelo tratamento térmico, composição da liga e ciclos mecânicos. A temperatura na qual a liga lembra sua forma quando aquecida, pode ser ajustada por pequenas mudanças na composição da liga e através de tratamento térmico. Nas ligas de Ni-Ti, a temperatura pode ser alterada desde 100°C até -100°C.

Para Reis (2001), qualquer adição de níquel até o limite de 50%, em peso atômico, tem pouco efeito na temperatura de transformação, mas acima deste valor, pequenas adições de níquel podem mudar a temperatura de transformação e, por conseguinte as propriedades mecânicas da liga. Como exemplo, uma adição de níquel suficiente para variar a composição da liga Ni-Ti de 50-50 para 51-49 em percentual atômico faz abaixar a temperatura A_s em aproximadamente 100°C e, praticamente, triplicar a tensão de escoamento.

Segundo Chu et al. (2005), o índice de níquel na Ni-Ti influencia fortemente as temperaturas de transformação, por exemplo, um aumento de 0.1% em níquel pode abaixar as temperaturas da transformação, aproximadamente, em 18.5°C.

Santos (2006) realizou em seu trabalho um tratamento térmico para alívio de tensões internas em diversas temperaturas com uma liga Ni-Ti comercial de 50,8% Ni. As temperaturas usadas foram de 350, 450 e 550°C por 30 minutos. As transformações de fase foram analisadas pela técnica de DSC (Calorimetria Diferencial de Varredura) mostrando que o tratamento térmico realizado foi efetivo para o alívio de tensões e análises das fases envolvidas.

2.5 Aplicações do Efeito Memória de Forma das Ligas de Ni-Ti

São muitas as aplicações possíveis do efeito de memória de forma, seja este simples, duplo ou superelástico. O efeito de memória de forma simples pode ser utilizado para realizar apertos ou posicionamento de peças quando uma das faces destas peças que irá ser ligada se encontra inacessível ao manuseio. Este efeito foi utilizado com grande sucesso na construção de mangas para ligar mecanicamente os tubos dos circuitos hidráulicos de aviões de combate. Estes tubos, quando fabricados em titânio não apresentam boa soldabilidade, porém quando se utilizou a liga de níquel-titânio permitiu uni-los com ajustes perfeitos e com força de inserção nula (FERNANDES, 2006).

O efeito de memória duplo, por sua vez é usado em dispositivos que são designados ativadores e utilizados para dar informações sobre a ultrapassagem de limites. Neste efeito os dispositivos movem-se entre duas posições em função da temperatura (Figura 2.5) (FERNANDES, 2006).

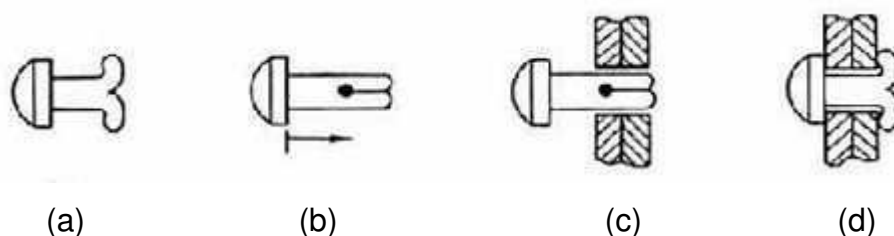


Figura 2.5 – Parafusos com rebites de aperto térmico com efeito de memória duplo (a) forma original; (b) após resfriamento e deformação no estado martensítica; (c) inserção; (d) aperto por aquecimento e mudança para a fase austenítica Fonte: (FERNANDES, 2006).

As ligas de Ni-Ti, também estão sendo bastante utilizadas em aplicações biomédicas, principalmente, devido a propriedades de resistências à corrosão e biocompatibilidade. Estas ligas podem ser fabricadas em dimensões suficientemente reduzidas, sendo com isto menos invasivas em procedimentos cirúrgicos, sua excelente elasticidade e capacidade de funcionarem como atuadores proporcionam forças significativamente importantes durante os movimentos de mudança de forma. Um exemplo deste tipo de aplicações é o filtro de coágulos sanguíneos desenvolvido por M. Simon, no qual um fio de Ni-Ti é previamente educado para assumir uma forma que lhe permita fixar-se às paredes internas das veias. Esse filtro é deformado em baixa temperatura para ser inserido na veia; ao ser exposto ao calor do corpo humano, retoma a forma para que foi educado (Figura 2.6) (FERNANDES, 2006).

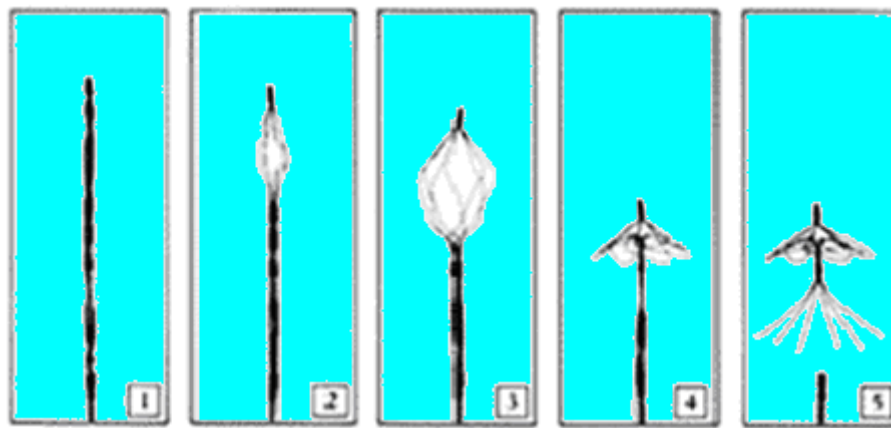


Figura 2.6- Filtro de Simon e sua evolução de forma durante o aquecimento. (1) resfriamento, (2) início da transformação de forma austenítica, (3, 4) forma austenítica, (5) retorna a forma a qual foi treinada Fonte: FERNANDES (2006)

As ligas Ni-Ti são amplamente utilizadas na confecção de pequenas pinças cirúrgicas que são menos invasivas e também mais flexíveis permitindo movimentos precisos em operações minuciosas (Figura 2.7).



Figura 2.7-Tamanho da pinça comparada a um palito de fósforo Fonte: (FERNANDES, 2006).

2.6 Tratamento Ortodôntico com Ligas de Ni-Ti

O tratamento ortodôntico busca, entre outros objetivos, alcançar o equilíbrio entre a saúde bucal, estética e função e, ainda, propiciar a estabilidade da correção ortodôntica, realizada em harmonia com o crescimento e desenvolvimento crânio-facial. Intervir no sistema mastigatório significa interagir com um complexo de forças da própria musculatura (língua, lábio, deglutição) e forças artificiais ou extrínsecas como as forças induzidas por aparelhos ortodônticos. Estes, juntamente com bandas, fios, bráquetes (Figura 2.8) são na maioria formados por ligas metálicas. Especificamente na ortodontia temos uma crescente aceitação de ligas de Ni-Ti em fios e isto reside no fato delas apresentarem forças mais leves e constantes ao longo do tratamento ortodôntico, sendo esta uma característica desejável para que se evitem danos ao tecido periodontal do paciente. Outras vantagens que são consequências diretas desta última são menores tempos de tratamentos e menor desconforto para o paciente (FERREIRA, 2005).

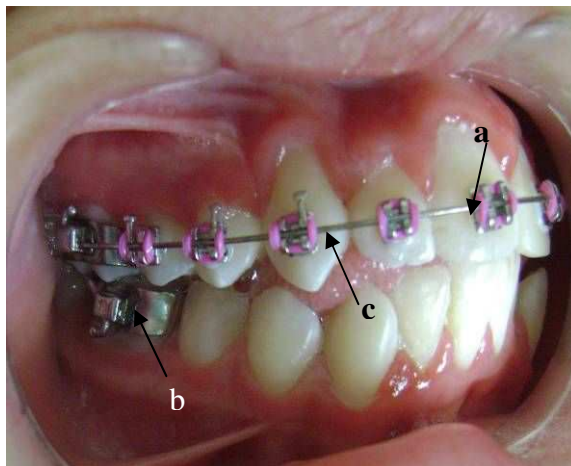


Figura 2.8- Acessórios do aparelho ortodôntico: (a) bráquetes, (b) bandas e (c) fios
Fonte: Arquivo Própria.

Há um grande número de fabricantes de fios ortodônticos de Ni-Ti com diferentes especificações e objetivos clínicos, como também outros fios de materiais diferentes disponíveis no mercado, tais como fios de titânio-molibdênio, cromo-cobalto e o tradicional aço inoxidável. Por isto, o conhecimento dos potenciais efeitos irritantes, alérgicos e tóxicos dos elementos componentes das ligas destes fios é essencial para sua comparação, avaliação e escolha pelo profissional das áreas biomédicas (GARCIA, 2003; REIS, 2001).

Para o melhor entendimento dos fenômenos presentes nas ligas com efeito memória de forma, se faz necessário a explicação de alguns termos diretamente a elas relacionados ao tratamento ortodôntico.

A efetividade do movimento ortodôntico envolve a interação adequada de fatores relacionados ao paciente, a mecânica aplicada aos dentes e suas estruturas de suporte. Sobretudo, é dependente do fio ortodôntico e de suas propriedades mecânicas que atuam transformando sua deformação em trabalho mecânico pelo acúmulo de energia elástica, que será distribuída aos dentes em direções determinadas. Assim, enquanto o dente se move, a deformação do fio diminui e a força exercida por este diminui acompanhando a curva de desativação do material. É esperado que o fio ortodôntico trabalhe todo o tempo dentro de seu limite elástico. A força mais adequada ao tratamento ortodôntico é aquela que produz movimento do dente no menor espaço de tempo sem danificar o tecido periodontal, estimulando as remodelações ósseas. Assim, a atuação do aparelho tem uma natureza dinâmica, produzindo compressão suficiente para estimular o

movimento dentário pretendido, sem, contudo, levar a tensionamento passível de causar necrose do ligamento periodontal e do tecido ósseo, proporcionando conforto ao paciente (GURGEL et al, 2001).

As propriedades mecânicas dos fios ortodônticos são medidas através de ensaios de tração, flexão e torção. Estes ensaios são eficazes na comparação do desempenho dos fios de diversos materiais e diferentes seções transversais, mas dificilmente são capazes de refletir a realidade clínica, pois existem diversos fatores, específicos presentes na boca de cada paciente que normalmente não são reproduzidos nos ensaios mecânicos e que afetam significativamente o comportamento local dos fios, dentre eles temos um grande número de substâncias químicas presentes nos alimentos e em sua decomposição, saliva, cremes dentais e agentes profiláticos que podem produzir corrosão, metabolismo da placa bacteriana, dentre outros (REIS, 2001).

Os fios ortodônticos constituem-se de metais trabalhados. Obtém-se o metal fundido e submete-se este ao estiramento através de uma fieira. Neste processo denominado encruamento, a estrutura granular se transforma, a frio, em uma estrutura fibrosa e alongada. Atualmente, existem disponível vários fios ortodônticos, dentre estes, com ligas de Ni-Ti estáveis e ativas. Estes dois grupos de ligas se distinguem por características importantes. A liga Níquel-Titânio estável ou Ni-Ti trabalhada a frio, não aceita mudança de fase apresentando-se sempre como martensítica, por isso, é chamada de M-NiTi e sua principal característica é a boa elasticidade e resiliência, oferecendo força de baixa intensidade, favorável ao movimento dentário. Já as ligas Níquel-Titânio Ativas (A-NiTi ou Ni-Ti termo ativado, superelástica ou ainda trabalhada em altas temperaturas), são os fios dos anos 90 que oferecem o fenômeno de memória de forma e da superelasticidade. Estes fios oferecem a melhor adaptação aos bráquetes mesmo quando em diâmetros maiores e isto propicia maior simplicidade e rapidez ao tratamento, principalmente, quando temos dentes ectópicos (Figura 2.12 **a** e **b**) (GURGEL et al., 2001; VELLINI, 2002)

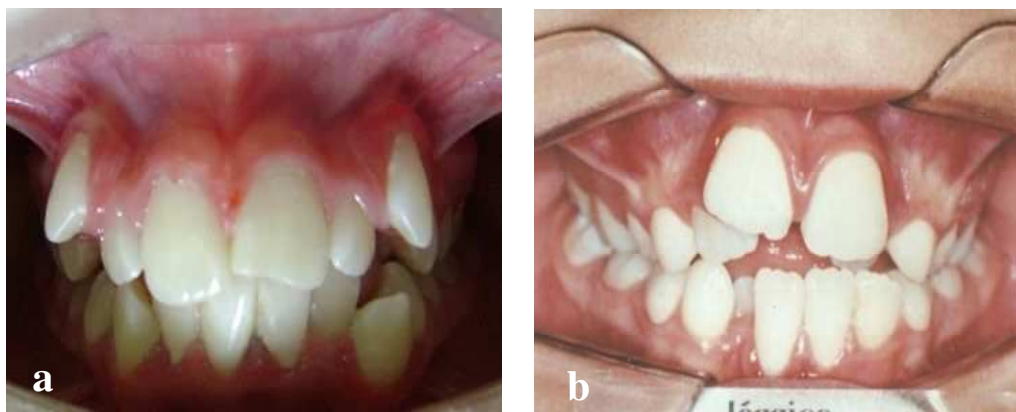


Figura 2.9 (a e b) - Dentes ectópicos, apinhados e irregulares Fonte: Arquivo próprio.

A grande vantagem do Ni-Ti sobre os outros materiais empregados na ortodontia é o seu menor módulo de elasticidade que se traduz em excelente flexibilidade. Porém, há restrições associadas ao uso clínico ortodôntico destas ligas, tais como não poder ser soldadas, o coeficiente de atrito com os bráquetes é maior do que com os fios de aço inoxidável (este problema é acentuado quando utiliza-se braquetes cerâmicos) e sua baixa rigidez ou tenacidade que é uma grande vantagem sobre os outros materiais, mas tornar-se desvantagem nos estágios finais do nivelamento quando os torques dentários são necessários. Outra desvantagem é a possibilidade de reação da liga em contato com a saliva, liberando íons e provocando hipersensibilidade ao paciente (GURGEL et al., 2001)

2.7 Essencialidade e Toxicidade de Elementos Químicos

Do ponto de vista químico, o organismo humano pode ser comparado a produção em série de uma fábrica, onde se processam inúmeras reações, parcial ou totalmente catalisadas por enzimas, algumas das quais ativadas por elementos metálicos. Desta forma, cada organismo, numa troca e dependência constante com o meio externo, sintetiza tecidos, essencialmente de natureza protéica que quando associados podem constituir órgãos e sistemas de órgãos mantendo o equilíbrio do corpo. O controle e a manutenção de atividades vitais também se baseiam em reações químicas, que se processam rápida e eficientemente, em sequências interdependentes. Todo o metabolismo celular e conjunto de processos a este associado implicam sempre em gasto de energia,

mesmo que esse seja mínimo. Por exemplo, a respiração celular, depende da chegada, às células, de substâncias, como o oxigênio e outros nutrientes, mas também da eliminação de outras substâncias tóxicas, como o dióxido de carbono e/ou outras excreções. Para repor o equilíbrio entre as necessidades fisiológicas e os recursos energéticos disponíveis, é necessário que essa energia seja fornecida ao organismo através dos alimentos ou outras substâncias (ABRANTES et al, 2007).

Cada ser vivo, desde os mais simples até a espécie humana, tem um conjunto de elementos e substâncias consideradas essenciais, que se estiverem presentes num valor inferior a uma dada quantidade, determinam deficiência no metabolismo vital desse organismo. Por outro lado, há elementos ou substâncias, que quando em excesso, inibem todo o metabolismo, podendo levar a situações letais. Convém também referir, que mesmo elementos essenciais, podem acabar por se tornar tóxicos, quando presentes em excesso nos organismos (CARVALHO, 2005).

Os vários sistemas biológicos que compõem um indivíduo cooperam entre si nas várias funções. Sabe-se que o organismo necessita em torno de 25 elementos essenciais ao seu metabolismo, entre os quais os macronutrientes (elementos químicos essenciais à vida requeridos em quantidades apreciáveis) e os micronutrientes (elementos químicos essenciais à vida utilizados em quantidades reduzidas). Os elementos essenciais, são fundamentalmente, e na maioria dos casos, aqueles que existem em maior abundância na natureza. Por outro lado, há elementos, como os metais pesados, que são rejeitados pelo próprio organismo e constituem mesmo substâncias fortemente tóxicas para algumas formas de vida (ABRANTES et al; 2007).

O Ni é considerado um elemento metálico essencial aos seres humanos e está presente em processos metabólicos diferentes tais como síntese de proteína e no metabolismo de alguns ácidos. A deficiência do níquel pode produzir efeitos deletérios com conseqüências patológicas, pois além de sua essencialidade possui aspectos locais e sistêmicos de citotoxicidade, carcinogenicidade e de imuno sensibilidade. A entrada do Ni no corpo se dar através dos pulmões, pele ou por via oral. Este elemento é encontrado nos tecidos humanos desde o seu nascimento, com maior ocorrência no tecido epitelial, e também está presente no ar, água, dieta, utensílios domésticos, cosméticos, bijuterias, e ainda é emitido na

atmosfera, através de vulcões, de gasolina com níquel em sua composição, na conversão do carvão para metano, em catalisadores de níquel, liberados por abrasão das partes metálicas dos veículos nas rodovias etc (ES-SOUNI et al; 2001). Algumas outras informações específicas ao níquel e ao titânio se fazem necessárias ao melhor entendimento de suas essencialidades e toxicidades e para a compreensão geral deste trabalho.

2.8 Níquel (Ni)

Um processo dermatológico específico da sensibilização ao níquel e seus compostos devido à exposição aos mesmos, pode se apresenta em forma micropápulas escoriadas atingindo dorso dos dedos, mãos, punhos, antebraços, abdômen (“Sarna dos Niquelados”). Além dessas formas vesiculares, as eritematoliquenoides também podem ser encontradas. Indivíduos sensíveis e expostos ao níquel também podem apresentar, dependendo do tempo e da quantidade em contato, urticária, processos asmáticos, além de câncer das vias aéreas superiores e pulmão. Atualmente o níquel é um dos alérgeno mais comuns, tendo predominância de reação de sensibilidade no sexo feminino em virtude do uso e contato das mulheres com materiais tais como brincos, colares utensílios domésticos que contém níquel (LU et all, 2009).

O níquel, assim como vários metais, é encontrado nos meios biológicos, sangue, fezes, urina, sob a forma ionizável ou ligado a proteínas. Sua dosagem nesses meios é tecnicamente difícil de ser quantificada, razão pela qual sua taxa varia de autor para autor. Na dieta alimentar, o níquel apresenta-se nos produtos de origem animal como carne, leite e ovos e em grandes quantidades nos vegetais (legumes, frutas, cereais, frutos do mar, chocolate e margarina). A ingestão média diária de níquel varia de 200 a 600 µg. Porém somente 5-10% da quantidade de níquel ingerida diariamente é absorvida pelo organismo, através do trato gastrintestinal nas primeiras 24 horas. Do total de níquel ingerido diariamente, 90%, a maior parte é excretada pelas fezes e o restante pelos rins, suor e saliva onde é encontrado em uma quantidade 0,8 a 4,5 µg/litro. A fração de íons níquel absorvida pela inalação acumula-se na mucosa nasal e pulmões. A impregnação tecidual nesses locais é intensa, pois a taxa de níquel pode

permanecer elevada mesmo até muitos anos após a exposição. (YAHIA, 2000; MOFFA, 1984).

No organismo humano o níquel pode agir como antígeno que são substâncias de baixo peso molecular, com reatividade química e solubilidade lipídica capaz de promover sua penetração e reagir com componentes do sistema imune. Os íons de níquel são capazes de provocarem reações alérgicas, para isto, devem está obrigatoriamente ligados a algumas proteínas através de ligações covalentes após serem liberados dos materiais metálicos pelo processo de corrosão. Esse conjugado (hapteno-proteína ou “níquel”-proteína) é o antígeno, que por sua vez, ligam-se as glicoproteínas da membrana plasmática das células. Para que a sensibilização de contato ocorra, o hapteno precisa permanecer em contato por 18 a 24 horas. Este fato, no entanto, é um dos motivos que tornam as manifestações bucais mais difíceis de ocorrerem, pois a cavidade bucal é um ambiente muito dinâmico, fazendo com que os íons liberados dos materiais de uso odontológicos sejam levados para outras regiões do corpo (SCROFERNEKER & POHLMANN, 1998).

2.9 Reação de Hipersensibilidade ao Níquel

As reações alérgicas ao níquel podem ser classificadas de duas maneiras: as do tipo I (imediate), a qual é mediada por Ig (imunoglobulinas) ou as do tipo IV (tardia) mediada pelos linfócitos T. A resposta imune induzida pelo níquel é geralmente chamada de dermatite de contato (na pele) e/ou estomatite de contato (na cavidade bucal) sendo considerada hipersensibilidade do tipo IV. O níquel induz o linfócito T a liberar várias citocinas, além de estimular a proliferação celular. Morfologicamente, a hipersensibilidade do tipo tardia caracteriza-se pelo acúmulo de células mononucleares ao redor de pequenas veias e vênulas, produzindo um infiltrado de linfócitos; apresentando, assim, hipertrofia (crescimento exagerado de algumas células) e em alguns casos, hiperplasias (aumento do número de célula) endoteliais acentuadas. A reação do tipo IV apresenta duas fases distintas: a fase de sensibilização, que corresponde ao contato inicial com o metal até que o linfócito T reconheça e responda ao mesmo; e a fase de indução que se dá quando ocorre uma nova exposição à substância metálica, até a manifestação da estomatite ou dermatite de contato. O níquel é

passível de estimular este tipo de resposta imune pela sua entrada através do tecido conjuntivo do hospedeiro, quando em contato direto com a pele ou mucosa e, por ter baixo peso atômico, funciona como um hapteno, pois não é incapaz de estimular resposta imune, caso não esteja associado a uma proteína (LU et al, 2009).

Segundo Paiva (2005) a reação de hipersensibilidade ao níquel é desencadeada por células linfócitos T sensibilizados e mediada por macrófagos (fagócito-mononuclear). Geralmente a imunidade celular induz a uma resposta protetora, com destruição dos organismos estranhos. Esta reação consiste em um processo sequencial, envolvendo inicialmente uma fase de reconhecimento do antígeno. Nesta fase, o linfócito T-auxiliar e, às vezes, o T-citotóxico reconhece o antígeno apresentado pela célula apresentadora de antígeno e responde secretando citocinas. Segue-se um processo inflamatório, onde as células endoteliais vasculares ativadas pelas citocinas recrutam leucócitos circulantes para o sítio da reação. Na resolução, macrófagos ativados por citocinas atuam com a finalidade de eliminar o antígeno, podendo também causar lesão tecidual.

Ainda não existe um sinal patognomônico para diagnóstico de alergia ao níquel e a sua reação de hipersensibilidade ainda se baseia na história pessoal e familiar de alergia ao contato com o metal, por meio da presença de sinais clínicos e resultados do teste de sensibilidade cutânea (patch test). Estima-se que haja uma incidência de 15% a 30% da população que apresentam reação de hipersensibilidade ao níquel. Segundo dados, como já foi dito, as mulheres são mais acometidas que os homens, em uma proporção de 10:1. Tal proporção acredita-se que é devido ao maior contato daquelas com o níquel, por meio do uso de bijuterias e utensílios domésticos, os quais apresentam níquel em suas constituições. A capacidade de sensibilização de uma substância é influenciada ainda por quatro principais fatores: o poder alergênico da substância, a concentração, a capacidade reacional do indivíduo alérgico e o tempo de exposição ao alérgeno. Estes fatores apresentam efeitos mútuos que se potencializam (CARVALHO, 1995; PAIVA, 2005).

A exposição ao níquel pode ocorrer pelo contato direto com o metal. Na clínica odontológica este pode se dá por meio da utilização de próteses e uso de aparelhos e/ou acessórios ortodônticos metálicos. Não se pode determinar de

forma precisa a influência dos materiais utilizados em Ortodontia nos processos alérgicos, pois na literatura encontram-se trabalhos que, por um lado, fazem associação entre a utilização de aparelho ortodôntico e a reação de hipersensibilidade ao níquel, principalmente, em pacientes hipersensíveis e por outro lado, muitos estudos afirmam que o aparelho ortodôntico não promove e nem desencadeia qualquer tipo de reação alérgica. É importante ressaltar que a reação de hipersensibilidade ao níquel apresenta dificuldades para ser avaliada clinicamente na cavidade bucal. Contudo algumas manifestações podem ser relacionadas como sendo de reação ao níquel, são elas ulcerações, hiperplasia gengival, queilite labial descamativa, eritema multiforme e etc. Todavia, estas reações não são específicas de uma manifestação alérgica ao níquel e podem ocorrer devido a outros agentes etiológicos como alterações endócrinas e hormonais usos de medicamentos, doenças sistêmicas, e ainda, podem estar relacionadas a uma sobrecarga bacteriana proveniente de um controle inadequado do biofilme dentário. É importante ressaltar que, caso o biofilme seja removido e medidas eficazes de controle de placa sejam instituídas, os sinais clínicos indicadores de inflamação gengival como edema, mudança do contorno gengival, vermelhidão e sangramento são reversíveis, a menos que o tecido gengival apresente um aumento de fibras ou que se trate realmente de uma reação ao metal níquel (MOFFA, 1984, MAGNUSSON et al., 1982).

O diagnóstico de alergia de contato na cavidade oral é também, usualmente, mais difícil do que na pele, porque os sintomas de vermelhidão ou pequeno edema são difíceis de serem detectados. Acredita-se que para ocorrer uma reação de hipersensibilidade na mucosa bucal, seja necessária uma concentração mais alta do alérgeno do que a necessária pra provocar a mesma reação na pele; cerca de 5 a 12 vezes maior. A cavidade bucal está constantemente exposta a uma grande variedade de antígenos. No entanto, a frequência de reações alérgicas a estes antígenos parece ser rara, provavelmente, devido aos seguintes fatores: o período de contato, muitas vezes é pequeno; a saliva dilui e remove muitos antígenos; a anatomia da mucosa permite a dispersão e absorção rápida dos antígenos. Este fato pode justificar a falta de sinais clínicos de hipersensibilidade na cavidade bucal em um paciente alérgico a uma determinada substância. Outros autores relataram que quando a pele é sensibilizada primeiramente, a mucosa poderá ou não demonstrar sinais

de sensibilização futura. Uma história de alergia e testes de sensibilidade positivos torna-se relevantes somente após a comprovação da ausência de problemas periodontais, endodônticos e oclusais, já que os sintomas de alergia se confundem com os de outras patologias dentárias. Na cavidade bucal a ardência é o sintoma mais freqüente, raramente são observadas vesículas e quando presentes se rompem rapidamente formando áreas de erosão (LENZA et al, 1997. BERGMAN et al., 1986, NEVILLE et al., 1998).

Greppi et al (1981) fizeram uma revisão e relataram que a quantidade de níquel liberada em pacientes com tratamento ortodôntico esteve em torno de 60 $\mu\text{g} / \text{l}$, o que em um meio propício pode induzir uma estomatite em pacientes sensíveis. Esta mesma quantidade quando presente nos fluídos corporais é capaz de provocar uma reação de hipersensibilidade. Porém Eliades (2002) afirma que a concentração de íons níquel encontrada no sangue de pacientes ortodônticos, não foi diferente daquela encontrada em pacientes não-ortodônticos, entretanto, não pode se descartar a possibilidade de acúmulo de níquel no organismo causado pelo tratamento ortodôntico. Por todos estes motivos, o estudo das ligas de Ni-Ti através de sua biocompatibilidade é de extrema importância dentro da Ortodontia.

Eliades et al. (2004) estudaram as ligas ortodônticas de níquel-titânio e o aço inoxidável quanto à citotoxicidade com o objetivo de avaliar qualitativamente e quantitativamente as substâncias liberadas pelos bráquetes e pelos fios de níquel-titânio, observando o efeito desses íons liberados nas células humanas. Utilizaram 2 grupos de bráquetes em aço inoxidável, com 20 unidades cada e 2 grupos de fio Ni-Ti 0.18 X 0.25., com 10 fios cada grupo. Depois imergiram em solução salina a 0,9% por 1 mês. Avaliaram por espectroscopia o conteúdo iônico, através da análise de variância (ANOVA). Os fibroblastos do ligamento periodontal e gengiva foram expostos a várias concentrações dos 2 tipos de imersões citados in-vitro, cloreto de níquel foi usado como controle para comparações. Analisaram a citotoxicidade, atividade citostática e análise da síntese de DNA. Os resultados indicaram ausência de níveis significativos de íons na solução com liga de níquel-titânio enquanto que quantidades relevantes foram encontradas nas soluções com bráquetes de aço inoxidável. Concluíram que concentrações maiores de Cloreto de Níquel foram responsáveis por reduzir em 50% a viabilidade e síntese de DNA dos fibroblastos.

2.10 Titânio (Ti)

O titânio puro é muito reativo e extremamente oxidável quando diretamente exposto e pode desenvolver vários óxidos de diferentes estequiometrias (TiO , Ti_2O_3 , TiO_2). Em ambiente livre de oxigênio, no entanto, o titânio é dúctil, dimórfico com a forma hexagonal alfa mudando para forma cúbica beta muito lentamente por volta dos 800°C . A reatividade química do titânio em temperaturas elevadas exigiu o desenvolvimento de técnicas não-convencionais de beneficiamento, fusão e fundição. Conseqüentemente, as ligas de titânio são bastante caras. Apesar de sua reatividade, nas temperaturas normais este metal apresenta resistência à corrosão muito alta e é imune ao ar, a ambientes marinhos e a uma variedade de ambientes industriais. No meio biológico o titânio também é bem tolerado pelos tecidos. Por isto, têm sido usado em diversas aplicações biomédicas, tais como parafusos ósseos, válvulas esféricas de próteses cardiovasculares, implantes ortopédicos entre outros. A biocompatibilidade deste metal se dar em parte, devido à formação de um óxido denso (TiO_2) que forma uma camada passiva protetora, de espessura entre 10 e 20 nm, quando exposto ao ar. Esta é responsável pela estabilidade deste metal em meios corrosivos. Todavia, a dissolução do titânio pode ser considerada uma fonte de metais tóxicos, pois os íons liberados, geralmente não permanecem apenas nas proximidades do metal implantado, mas são transportados pelos vasos sanguíneos ou linfáticos, células e fluidos para tecidos distantes como cérebro, pele, cabelo, unhas e trato gastrointestinal, os íons de titânio, também foram detectados em macrófagos, fibrócitos e células gigantes. São relacionadas ao titânio algumas alterações no organismo desde uma leve descoloração tecidual a osteólise asséptica ou necrose estéril em outros. Em princípio ainda, não se conhece nenhum papel biológico relacionado ao titânio ((YAHIA, 2000; WILLIAMS & ROAF, 1973).

Na odontologia o uso clínico do titânio e suas ligas tem sido rotineiro em diversas especialidades. Contudo, como a cavidade bucal pode ficar exposta a vários tipos de elementos e substâncias dentre elas: as pastas profiláticas contendo fluoretos, soluções, géis e vernizes que são sistemas à base de flúor, uma atenção especial deve ser dada ao titânio, pois tem sido observado que em

meio fluoretado, especialmente em soluções com pH abaixo de 3.5 (aciduladas), o titânio é facilmente degradado. Este fenômeno é interpretado como sendo o resultado da incorporação de íons fluoreto (F^-) na camada de óxido, cujas propriedades protetoras são consideravelmente reduzidas. Por isto, não é recomendado a utilização tópica de flúor acidulado em pacientes que tenha peças dentais em titânio ou utilizem aparelhos ortodônticos com brackets, arcos ou qualquer outro acessório em titânio e suas ligas (BUCCI, 2003)

2.11 Biocompatibilidade

A ciência dos biomateriais tem sido definida como o estudo e o conhecimento das interações entre os materiais vivos e os não-vivos. Contudo, esse conceito evoluiu e não mais se supõe que materiais biocompatíveis devam ser absolutamente inertes ou inócuos, mas que as respostas induzidas ao hospedeiro sejam controláveis pelo seu sistema imunológico (BENTO, 2000).

Segundo CARVALHO (1995) outros fatores como o poder alergênico da substância, a concentração e o tempo de exposição do alérgeno devem ser considerados em sua biocompatibilidade.

PAIVA (2005), por sua vez, define biocompatibilidade como a habilidade de um material atuar respondendo apropriadamente a uma aplicação específica. Esta é determinada também, principalmente, por dois fatores: o grande número de reações induzidas pelo material e a degradação deste no organismo. Segundo o autor, para que um material metálico seja biocompatível, basicamente, este deve ter a capacidade de não se decompor sob condições ambientais próprias do corpo humano. Assegurando suas propriedades mecânicas por longos períodos de tempo, após a fabricação e aplicação no paciente, também significa que os materiais não liberam íons, ou que o façam dentro de limites aceitáveis pelo corpo e que não geram respostas alérgicas pelo paciente.

Segundo os estudos DUERIG et al (1996) a liga Ni-Ti têm demonstrado uma boa resistência à corrosão e alguns fatores como: a forte ligação intermetálica entre os átomos de níquel e titânio que é muito maior se comparada com a força entre os elementos da liga do aço inoxidável; a formação de uma camada passivadora de TiO_2 sem a presença de níquel na superfície desta liga, tem comprovado esta afirmativa. A proteção desta camada é também, essencialmente

importante, devido à resistência à liberação de íons, evitando assim, os conhecidos efeitos deletérios no organismo.

Por este motivo, nos últimos anos, a biocompatibilidade de alguns materiais, inclusive as ligas metálicas odontológicas, tem sido tópico de inúmeras pesquisas. Entretanto, muitas questões referentes a esse assunto estão longe de serem esclarecidas (QUINTÃO, 2000).

2.12 Corrosão em ligas de Níquel-Titânio

De acordo com a norma da ASTM (Sociedade Americana de Testes e Materiais), corrosão é definida como “reações, química ou eletroquímica, entre um material, normalmente um metal, e seu ambiente, que produz uma deterioração no material e de suas propriedades”. Entretanto se a corrosão de um material metálico ocorrerá ou não, dependerá da estabilidade termodinâmica do metal em questão, enquanto a taxa de corrosão dependerá de fatores cinéticos, nesta reação o metal é convertido a um estado não metálico. Com o passar do tempo estudos mostraram diversas características quanto ao comportamento corrosivo da grande variedade dos materiais, constatando-se que para cada um deles existe um tipo de corrosão. Percebeu-se a existência de alguns materiais que se decompunham por inteiro perdendo suas propriedades essenciais, tais como resistência mecânica, elasticidade, ductilidade e outros que possuíam a capacidade de proteger sua superfície externa (passivar) através de uma camada protetora, sendo esta um produto da oxidação do próprio material que formava a peça. O fenômeno de corrosão é o mesmo para todos os metais e ligas, diferindo apenas em grau. Na corrosão aquosa, que ocorre na cavidade bucal, a reação é essencialmente de natureza eletroquímica. Isso significa que há fluxo de elétrons de algumas áreas do metal para outras, através da solução aquosa, saliva (FERREIRA, 2005; ORÉFICE, 1998).

Alguns fatores são responsáveis pelo processo de corrosão no ambiente bucal dentre eles: fatores microbiológicos (biofilme bacteriano), enzimáticos, térmicos, correntes galvânicas entre biomateriais e a saliva, atrito entre o fio nos bráquetes, flutuações de pH e temperatura, tensão cíclica, fadiga, substâncias (drogas, medicamentos usadas pelo paciente), quantidade e qualidade da saliva e seus ácidos, propriedades químicas e físicas dos alimentos e líquidos da dieta

normal. Além disso, outros fatores relacionados aos materiais devem ser considerados no processo de corrosão como: o tipo da liga utilizada, a quantidade e acabamento da superfície exposta, a técnica de fabricação, o estado termomecânico da liga, dentre outros. Praticamente em todos os materiais metálicos utilizados em restaurações e aparelhos na cavidade bucal pode-se esperar que sofram corrosão, pelo menos em alguma extensão. A corrosão de acessórios odontológicos pode ter implicações clínicas sérias variando da perda de dimensão, que resulta em forças menores sendo aplicadas aos dentes até a uma possível falha por corrosão sob tensão do aparelho. No processo corrosivo, ainda, íons metálicos são liberados, podendo entrar em contato com as células e tecidos no ambiente imediato ou serem distribuídos através de todo o corpo. A produção de possíveis produtos de corrosão tóxicos pelo aparelho e suas absorções pelos tecidos circundantes é indesejável. Portanto, é importante caracterizar o comportamento clínico destes materiais em relação à corrosão (PAIVA; 2005; GARCIA, 2003)

A extensão da liberação de íons metálicos causados pela corrosão depende substancialmente da composição química, da microestrutura da liga, das suas condições de produção e processamento. Se esses íons não são biocompatíveis, o organismo pode ser agredido, através da toxicidade e risco de sensibilização. Dessa forma, somente ligas com liberação mínima de íons metálicos deveriam ser usadas. O profissional, através do conhecimento, deve optar por um material metálico que apresenta menor biodegradação, pois assim, está reduzindo também o risco à saúde do paciente, uma vez que estes tendem a liberar menos íons metálicos para o meio intrabucal, evitando danos às funções biológicas de forma sistêmica e local. Por isto a necessidade de se avaliar várias concentrações das ligas de Ni-Ti quanto às propriedades e citotoxicidade, na busca da composição mais adequada para aplicação ortodôntica, que melhor desenvolva suas propriedades e que tenha menor toxicidade (FERREIRA, 2005).

3- MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho foram investigadas três composições diferentes de ligas Ni-Ti com as seguintes denominações: Liga Ni-Ti equiatômica (55%Ni-45%Ti em peso); Liga Ni-Ti atômica rica em níquel (55,3%Ni-44,7%Ti em peso) e Liga Ni-Ti atômica pobre em níquel (54,7%Ni-45,3%Ti em peso). Estas amostras foram fabricadas no Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA) com composições nominais selecionadas a partir de ligas comerciais da área biomédica. Os elementos usados na produção das ligas Ni-Ti foram níquel comercial puro (>99,9%) e titânio biomédico ASTM F67-00 (grau 2).

3.1 Sequência de obtenção da LMF pela técnica *Plasma Skull Push-Pull*

Inicialmente os elementos puros foram pesados em uma balança de precisão. Sequencialmente usou-se um forno de fusão a plasma da marca Discovery All da EDG Equipamentos, que utiliza o plasma térmico como meio de transmissão de energia para fundir metais como: titânio, níquel, cromo e cobalto. Neste equipamento, o gás utilizado é o argônio, que pertence à classe dos gases nobres, cuja característica principal é a de ser inerte, ou seja, não se combina quimicamente com nenhum outro elemento químico. Isto é de fundamental importância no caso do titânio que é muito reagente em altas temperaturas. Contudo, nesta atmosfera espera-se que os metais e as ligas sejam fundidas totalmente livres de oxidação. Outro recurso usado para evitar a contaminação do metal fundido, agora pelo material do cadinho, é o processo *Skull* de fusão, em que o material é fundido sobre uma fina camada dele mesmo (DISCOVERY, 2005).

Na técnica *Skull* de fusão os elementos são colocados em um cadinho de cobre dentro do forno de fusão a plasma, em ordem decrescente de ponto de fusão ($Ti \approx 1700^{\circ}C$ e $Ni \approx 1400^{\circ}C$) (Figura 3.1a). Um eletrodo rotativo de tungstênio origina uma tocha de plasma em atmosfera de argônio (Figura 3.1b) que provoca a fusão dos elementos puros e forma o botão da LMF (Figura 3.1c). Estando o metal completamente fundido, realiza-se automaticamente a injeção (Figura 3.1d) em

uma coquilha cilíndrica de alumínio. As Figuras 3.2 (a), (b), (c) mostram, respectivamente, a coquilha cilíndrica de alumínio, o molde e modelo e as amostras após o corte.

OBS: antes da injeção da liga no molde, estas foram refundidas 5 vezes para efeito de homogeneização dos componentes da liga.



Figura 3.1—Processo de fusão a plasma pelo método Skull Push-Pull. (a) Elementos no cadinho de cobre; (b) Tocha de plasma; (c) Botão de LMF após fusão; (d) Cadinho após a injeção. Fonte: LaMMEA, UFCG.

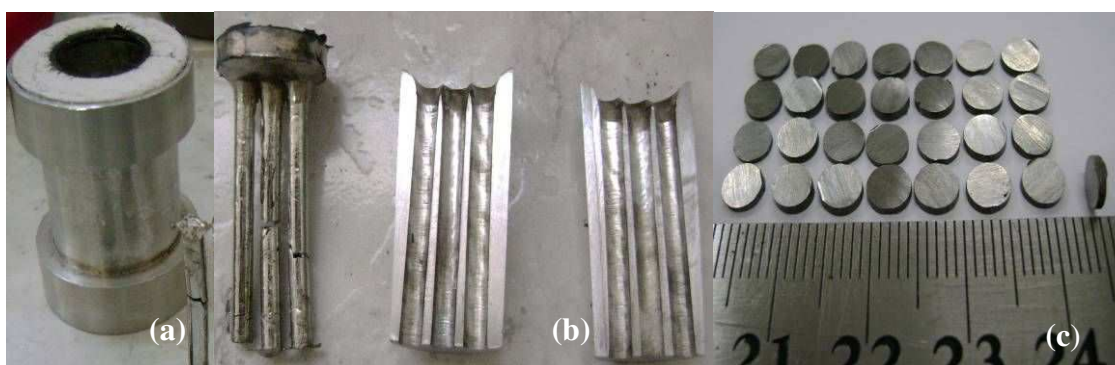


Figura 3.2—Sequência das obtenções das amostras: (a) coquilha; (b) modelo antes do corte e molde metálico; (c) amostras após o corte. Fonte: LaMMEA, UFCG.

3.2 Tratamentos Térmicos

Foi realizado um 1º tratamento térmico para a homogeneização da estrutura em todas as amostras obtidas antes do corte, a uma temperatura de 850°C durante 2 horas (esta temperatura foi escolhida baseada nos estudos do diagrama de fases da liga Ni-Ti). Em seguida, foi realizada uma têmpera em água a temperatura ambiente. Este tratamento teve a função de originar as transformações de fase responsáveis pelo efeito memória de forma através do alívio das tensões internas da liga.

O corte das amostras foi realizado em uma cortadeira metalográfica de precisão da marca BUEHLER, modelo Isomet (Figura 3.3-a). Este equipamento possui um sistema no qual o material a ser cortado é constantemente lubrificado com um fluido de corte com o objetivo de diminuir o atrito entre o disco de corte e a amostra, reduzindo o grau de deformação na mesma. Finalmente, foram obtidas amostras do tipo pastilha com diâmetro de 5 mm e espessura aproximada de 1 mm.

Um 2º tratamento térmico foi realizado em quatro amostras de cada composição, após o corte, por 30 minutos a uma temperatura de 830⁰C também com têmpera a temperatura ambiente para título de comparação com as amostras do 1º tratamento. O equipamento usado nesta etapa foi o forno elétrico *TITAN Platiniun Quartz da Discovery* (Figura 3.3-b).



Figura 3.3- (a). Cortadeira de precisão BUEHLER e (b) Forno TITAN Platiniun Quartz.
Fonte: LaMMEA, UFCG.

3.3 Microscopia Ótica

As amostras para microscopia ótica, após preparadas, foram identificadas utilizando o analisador de imagens da marca Olympus, modelo BX51 (Figura 3.4).



Figura 3.4 – Analisador de imagens Fonte: laboratório de microscopia da UAEM, UFCG.

3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura

Foi usado nesta pesquisa um microscópio eletrônico de varredura de bancada modelo TM-1000, marca Hitachi que possui aumento de até 10000x, profundidade focal de 1mm, resolução de 30nm e energia fixa de 15kV, baixo vácuo e pressão variada (1 a 270Pa), sem recobrimento metálico, mesmo em amostras não condutoras.

3.5 Sequência de Preparação das Amostras para Microscopia Ótica

- Todas as amostras submetidas à análise por microscopia ótica foram embutidas usando resina acrílica a frio (Figura 3.5).



Figura 3.5 – Resina usada para o embutimento das amostras Fonte: Arquivo Próprio.

- Em seguida, as superfícies das amostras foram lixadas até a lixa d'água de granulação 1200 e polida com uma suspensão de alumina (Al_2O_3) de granulação: 4 ($1,0 \mu$ de cor azul), 3 ($0,3 \mu$ de cor rosa) e 2 ($0,02\mu$ de cor verde). Para isto usou-se o equipamento da marca Arotec (Figura 3.6 a e b).

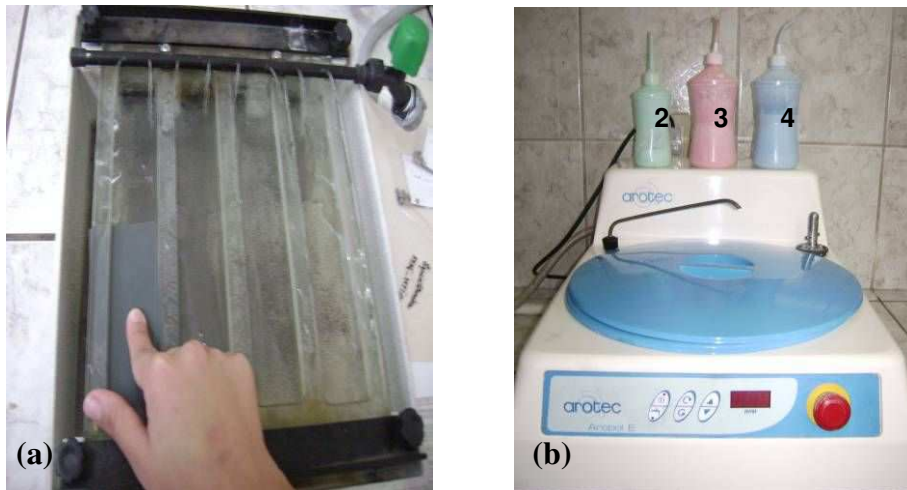


Figura 3.6- (a) Lixamento e (b) polimento das amostras Fonte: LaMMEA

- Então as superfícies das amostras foram atacadas com uma mistura de 3% HF (ácido fluorídrico), 15% de ácido nítrico (HNO_3) e 82% de H_2O deionizada (Figura 3.7) por molhamento durante 50 segundos, neutralizadas com álcool isopropílico, e depois secas com ar quente.



Figura 3.7- Mistura para decapagem da superfície de ligas Ni-Ti, álcool etílico e as respectivas amostras Fonte: Arquivo Próprio.

3.6 Ensaio de DSC (Calorimetria Diferencial de Varredura)

Esta técnica foi utilizada nas três composições das LMF do sistema Ni-Ti fabricados para determinar as temperaturas de transformação de fase, ou seja, para determinar as variações de entalpia que acompanham as transformações de fase. Os ensaios foram realizados no equipamento DSC823 da marca METTLER TOLEDO, instalado no LMI (Laboratório de Materiais Inteligentes) da UFPE. O ciclo térmico compreendeu um aquecimento até 100°C e um resfriamento até -100°C e os ensaios foram realizados a uma taxa de 10 °C/min.

3.7 Ensaio de EDS (Espectroscopia de Raio X por Dispersão de Energia)

Esta técnica faz uma micro análise não destrutiva e semi-quantitativa podendo determinar quantidades de até 1-2% dos elementos presentes na amostra através da emissão do seu espectro de raio-X. A interpretação do espectro obtido é feita através de um mapa composicional, permitindo que se relacionem as morfologias obtidas por microscopia com esta composição.

Foi usado nesta pesquisa um EDS acoplado ao microscópio eletrônico de varredura de bancada do modelo TM-1000, marca Hitachi que possui aumento 10000x, profundidade focal de 1mm, resolução de 30nm e energia fixa de 15kV, baixo vácuo e pressão variada (1 a 270 Pa).

3.8 Teste de Citotoxicidade

Todo o teste de citotoxicidade foi realizado no Laboratório de Bioquímica e Cultura Celular, do Centro de Química da Madeira, Universidade da Madeira, Portugal.

Os ensaios de citotoxicidade foram realizados com três amostras do sistema Ni-Ti nas composições: Equiatômica, rica em níquel, pobre em níquel.

Os testes de citotoxicidade foram realizados em uma placa de cultura celular de 24 poços não aderentes (que não favorecem adesão celular no fundo do poço, com isso, o crescimento celular só será possível nas superfícies das amostras). Cada amostra foi colocada com 5 réplicas

A linha celular utilizada para o teste foram células mesenquimais de ratos de passagem 4. As células foram cedidas pelo Laboratório de Bioquímica e Cultura Celular, do Centro de Química da Madeira, Universidade da Madeira, Portugal.

Para a cultura celular foi utilizado α -MEM (Minimal Essencial Médium) contendo 10% de soro fetal bovino e 1% de Pen-Strep (100 U.ml^{-1} Penicilina e $100 \text{ } \mu\text{g.ml}^{-1}$ de estreptomicina), tripsina 0,25% e solução de PBS, todas esterilizadas.

Após a confluência, as células em placas de cultura celular pequenas, foram preparadas para o ensaio seguindo o protocolo abaixo:

- ✚ Remoção do α -MEM;
- ✚ Lavagem com PBS (3 mL) para remoção de células mortas;
- ✚ Adição de $1000 \text{ } \mu\text{L}$ de tripsina (para destacar as células da superfície da placa), seguido de incubação por 10 minutos a $37^\circ \text{C}/5\% \text{CO}_2$;
- ✚ Após os 10 minutos, as células foram observadas no microscópio invertido (para observar a quantidade de células que foram destacadas) e resuspensas com adição de 5 mL de α -MEM (para paralisar a ação da tripsina), resuspendendo as células com uma pipeta graduada várias vezes, com a finalidade de destacar a maior quantidade possível de células da placa;
- ✚ Após a resuspensão, $20 \text{ } \mu\text{L}$ da suspensão celular foi coletada e adicionada no hemocitômetro para a contagem celular. A contagem celular encontrada foi 28/20/25/31/36, com uma média de 28×10^4 células/mL;
- ✚ Utilizando uma placa de 24 poços, mais oito poços do controle (que depois foram descartados) com um volume pré-determinado de $1000 \text{ } \mu\text{L}$ por poço, totalizando um volume total de 34 mL;
- ✚ A quantidade de células utilizadas: 25.000 células/Poço.
- ✚ A diluição da suspensão celular foi preparada em um tubo de 50 mL, adicionando primeiro o α -MEM e em seguida o volume da suspensão celular determinado, homogeneizando gentilmente a solução.
- ✚ Com uma micropipeta de $1000 \text{ } \mu\text{L}$, 1 mL da solução foi adicionado em cada poço, seguido de incubação a $37^\circ \text{C}/5\% \text{CO}_2$, deixando as amostras em contato com as células por um período de 7 dias, trocando o meio de cultura a cada dois dias.

- ✚ Ao final dos 7 dias, foi aplicado o teste da rezasurina (que determina a atividade metabólica através da transformação por redução da rezasurina em resofurina) nas amostras.

Seguindo o protocolo abaixo:

- Remoção do α -MEM;
- Preparação da solução α -MEM/rezasurina (500 μ L/Poço) \rightarrow 12 mL α -MEM + 1,2 mL Rezasurina;
- Adição de 500 μ L em cada poço, seguido de incubação por 3 horas a 37 °C/5%CO₂;
- Após o período de 3 horas, 100 μ L de cada poço foi transferido para uma placa de 96 poços branca e realizada a leitura da fluorescência da Resofurina no leitor modelo Victor³ 1420, PerkinElmer.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados e discussão das caracterizações a que cada amostra foi submetida estão apresentados e discutidos na seguinte ordem: Liga Ni-Ti equiatômica, Liga Ni-Ti rica em níquel e Liga Ni-Ti pobre em níquel. Todas as amostras foram caracterizadas por meio de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-x (EDS), e Teste de Citotoxicidade.

Alguns dos modelos das amostras não estavam de acordo com o previsto, pois apresentaram falhas de preenchimento Figuras 4.1 (a e b). No entanto, estas foram importantes para o desenvolvimento do projeto e aperfeiçoamento do processo de fabricação. Estas falhas ocorreram devido à presença de gás/ar no interior do molde e para solucionar este problema foram usinadas ranhuras na região externa e inferior do molde para que, durante a injeção do metal, o gás ocupasse estes espaços, promovendo um preenchimento mais eficaz daquele molde.

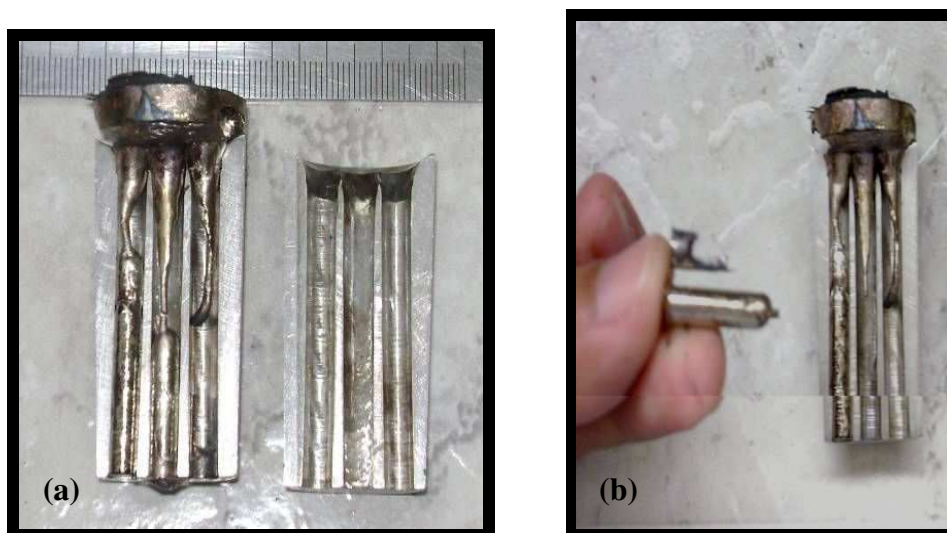


Figura 4.1– (a) Modelo e (b) amostras com falhas de preenchimento.

Devido à lubrificação e precisão da máquina de corte, as amostras apresentaram boa regularidade em sua superfície, proporcionando maior facilidade na etapa de preparação, como o polimento.

Após o polimento, a superfície das amostras mostraram-se uniformes e lustrosas, sem imperfeições a olho nu, tornando-se opacas logo após o ataque químico.

4.1-Cálculo do Percentual Atômico

Um fator importante para este trabalho em relação ao níquel e ao titânio são as suas porcentagens atômicas e em peso, pois a partir deste conhecimento se pode confirmar se, cada composição de liga, está ou não dentro do intervalo de temperatura nos quais o desejado efeito memória de forma pode ocorrer. Como os percentuais inicialmente trabalhados foram mássicos, calculou-se a porcentagem atômica para cada elemento nas diferentes composições das ligas de Ni-Ti, conforme mostra a Tabela 4.1.

TABELA 4.1- PERCENTUAIS ATÔMICOS E EM PESO DAS TRÊS COMPOSIÇÕES DE Ni-Ti

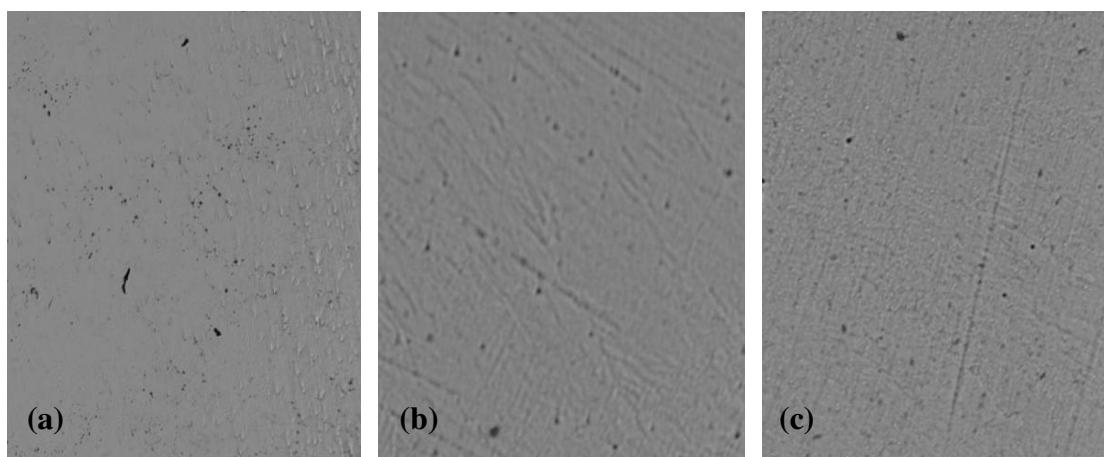
	EQUIATÔMICA	 Rica em NÍQUEL	 POBRE em NÍQUEL
% EM PESO	55Ni-45Ti%	55.3Ni- 44.7Ti %	54.7Ni-45.3Ti %
% ATÔMICO	49.9Ni-50.1Ti%	50.64Ni-49.36Ti%	49.64Ni-50.36Ti%

Fonte: Arquivo Próprio

De acordo com os resultados apresentados: a liga equiatômica apresentou 0,3% em peso a menos que a rica em níquel e 0,3% a mais que a liga pobre em níquel. Por sua vez, as diferenças atômicas foram as seguintes: a liga equiatômica tem (0,74% at) a menos que a liga rica em níquel e (0,36% at) a mais que a liga pobre em níquel. Estas pequenas diferenças de percentuais nas composições das ligas causaram alterações que foram observadas nos ensaios de DSC, EDS, na microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura, como veremos adiante.

4.2 Microscopias Ótica

As imagens de microscopia ótica estão apresentadas na (Figuras 4.2). Estas foram capturadas da superfície das amostras do 1º tratamento térmico, sem ataque químico e foram obtidas a temperatura ambiente entre 20 e 25°C.



Figuras 4.2- Microscopia ótica das ligas de Ni-Ti sem ataque químico: (a) equiatômica aumento 50X, (b) rica em níquel aumento 50X , (c) pobre em níquel. (Aumento 50X).

A seguir são apresentadas as imagens da microscopia ótica das amostras submetidas ao 1º tratamento térmico (Figura 4.3) e ao 2º tratamento (Figura 4.4). Ambas foram atacadas quimicamente, conforme citado anteriormente. Em todas as micrografias se consegue observar variantes de martensita (estruturas em forma de agulhas), as quais são responsáveis pela transformação de fase originárias do efeito de memória de forma.

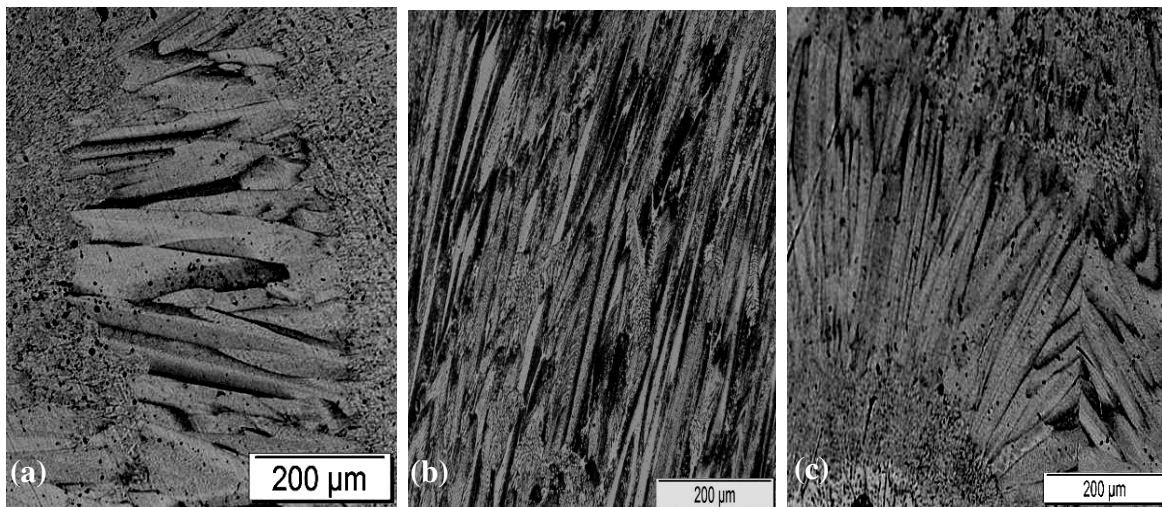


Figura 4.3- Microscopia ótica das ligas de Ni-Ti no 1º tratamento com ataque químico nas composições (a) equiatômica, (b) rica em níquel, (c) pobre em níquel. (Aumento 200X).

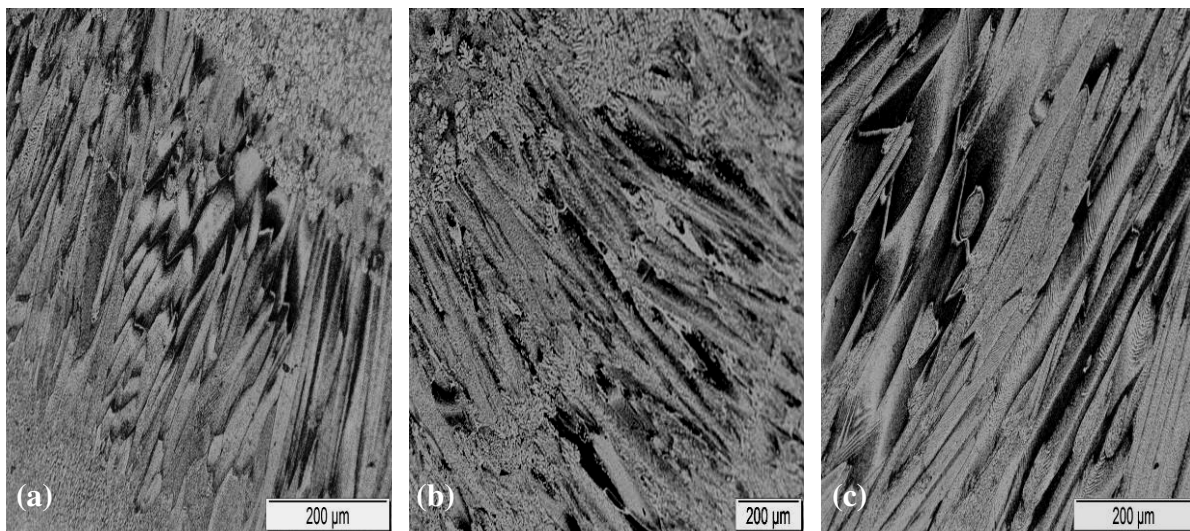


Figura 4.4- Microscopia ótica das ligas de Ni-Ti no 2º tratamento com ataque químico, nas composições (a) equiatômica, (b) rica em níquel, (c) pobre em níquel. (Aumento 200X).

A observação metalográfica das amostras acima foi feita à temperatura ambiente (20 a 25° C). De acordo com esta temperatura e levando em consideração a temperatura de transformação de fases apresentada por cada composição esperou-se visualizar as variantes martensíticas em todas as amostras do 1º e 2º tratamentos térmico, o que foi confirmado nas observações

ao microscópico ótico. Aquelas estruturas em forma de agulha são bastante semelhantes às aquelas encontradas em microscopia ótica observada por Reis, (2001) e Bucci, (2003)

As variantes martensíticas nas ligas equiatômicas do 1º e 2º tratamentos mostram-se mais concentradas na região das bordas e em menor quantidade no centro das amostras, enquanto que as estruturas austeníticas se concentram, quase que exclusivamente, no centro. A presença destas estruturas está de acordo com os resultados do DSC.

As ligas ricas em níquel também apresentaram as variantes martensíticas, porém em menor quantidade em relação às outras duas ligas estudadas. Enquanto que as estruturas austeníticas foram predominantes, também mais concentradas no centro das amostras. Isto também está em conformidade com os resultados de DSC.

As ligas pobres em níquel apresentaram a maior quantidade das variantes martensíticas, também mais localizadas nas bordas de forma irregular e no centro em pequenas quantidades. Este resultado também está de acordo com o ensaio de DSC.

4.3 Microscopias Eletrônica de Varredura (MEV)

A seguir são mostradas as imagens obtidas através da microscopia eletrônica de varredura. Conforme citado anteriormente, estas correspondem à superfície das amostras atacadas quimicamente nas composições: equiatômica do 1º tratamento térmico (a) e 2º tratamentos (b) (Figura 4.5), rica em níquel 1º(a) e 2º tratamentos (b) (Figura 4.6), pobre em níquel 1º(a) e 2º tratamentos (b) (Figura 4.7).

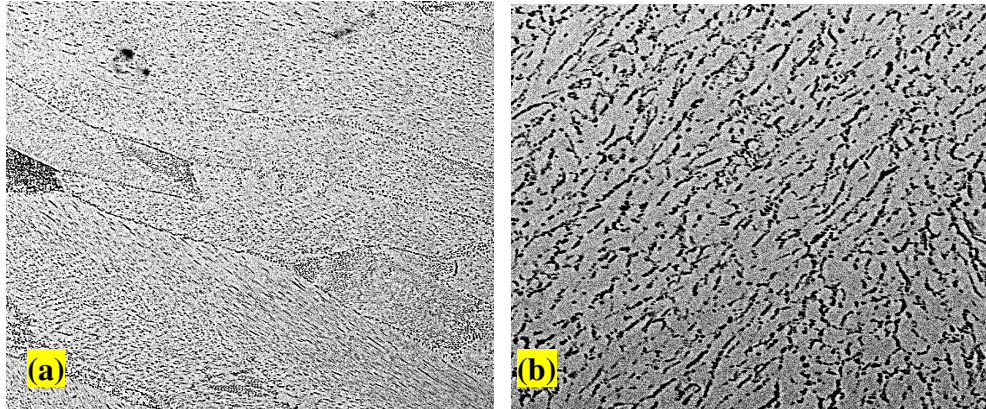


Figura 4.5- Microscopia eletrônica de varredura da liga Ni-Ti nos 1º(a) e 2º (b) tratamentos com ataque químico e composição equiatômica. (Aumento de 2000X).

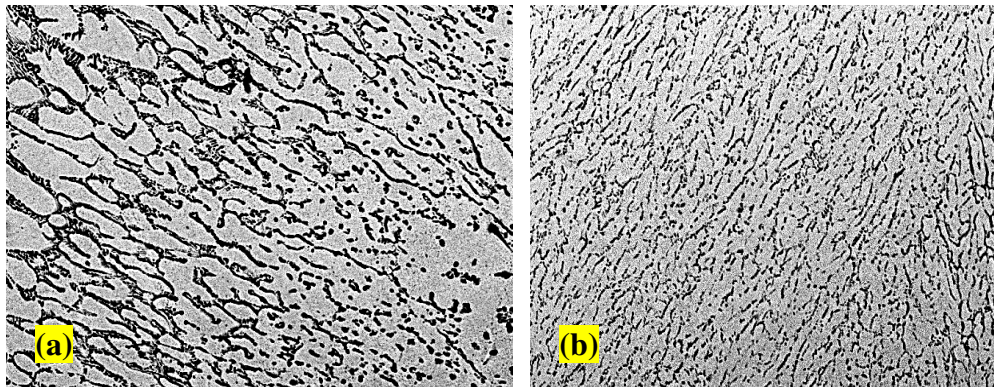


Figura 4.6- Microscopia eletrônica de varredura da liga de Ni-Ti nos 1º(a) e 2º(b) tratamentos com ataque químico na composição rica em níquel. (Aumento de 2000X).

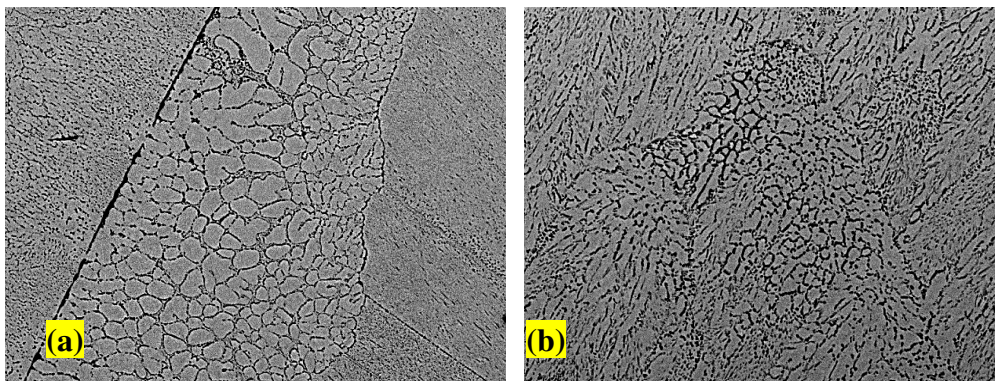


Figura 4.7- Microscopia eletrônica de varredura da liga de Ni-Ti nos 1º(a) e 2º(b) tratamentos com ataque químico na composição pobre em níquel. (Aumento de 2000X).

A microscopia eletrônica revelou o refinamento do grão, em todas as composições. Fato que, segundo a literatura (CALLISTER, 2002) diminui as distâncias nos movimentos dos átomos durante as discordâncias o que causa o

aumento do limite de escoamento e por sua é um obstáculo a ocorrência das discodâncias.

4. 4 Ensaio de Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raio X (EDS)

As imagens das (Figura 4.8) mostram os espectros dos EDS das amostras do 1º tratamento e a (Figura 4.9) do 2º tratamento, ambas realizados no aumento de 2000X.

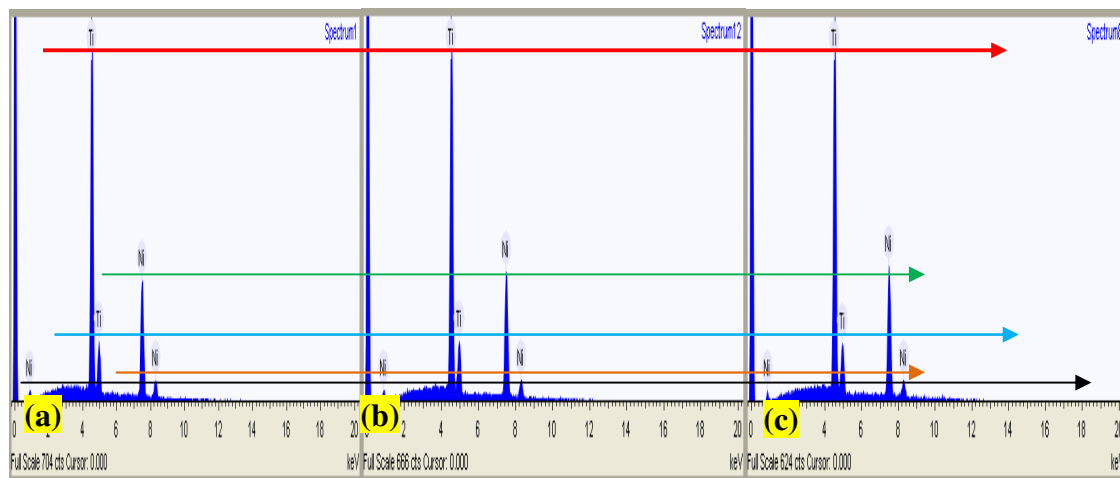


Figura 4.8- Espectros do EDS das LMF do 1º tratamento com ataque químico nas composições: (a) equiatômica, (b) rica em níquel, (c) pobre em níquel.

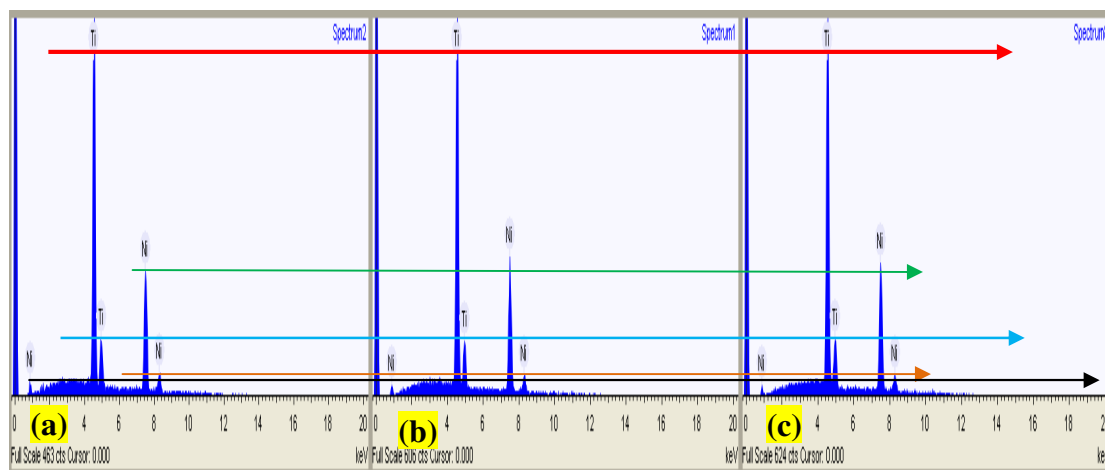


Figura 4.9- Espectros do EDS das LMF do 2º tratamento com ataque químico nas composições: (a) equiatômica, (b) rica em níquel, (c) pobre em níquel.

A análise química por EDS mostrou espectros típicos para as ligas de Ni-Ti, conforme cita (REIS, 2001), não apresentou variações características entre as

três composições e indicam a presença de concentrações específicas dos elementos químicos em todas as composições, pois o valor percentual entre as ligas foram muito pequenos o que não foi detectado pela sonda deste ensaio.

4.5 Ensaio de DSC (Calorimetria Diferencial de Varredura)

A seguir são listados os gráficos obtidos nos ensaios de DSC do 1º tratamento térmico. De acordo com os resultados fornecidos pelo equipamento, a parte exotérmica das curvas corresponde às transformações que ocorrem durante o resfriamento, enquanto a parte endotérmica corresponde aos eventos térmicos que ocorrem durante o aquecimento, conforme indicado nos gráficos das Figuras 4.10, 4.11 e 4.12. Assim, no resfriamento, tem-se a transformação martensítica exotérmica direta (austenita→martensita) e no aquecimento se observa a transformação austenítica endotérmica reversa (martensita→austenita).

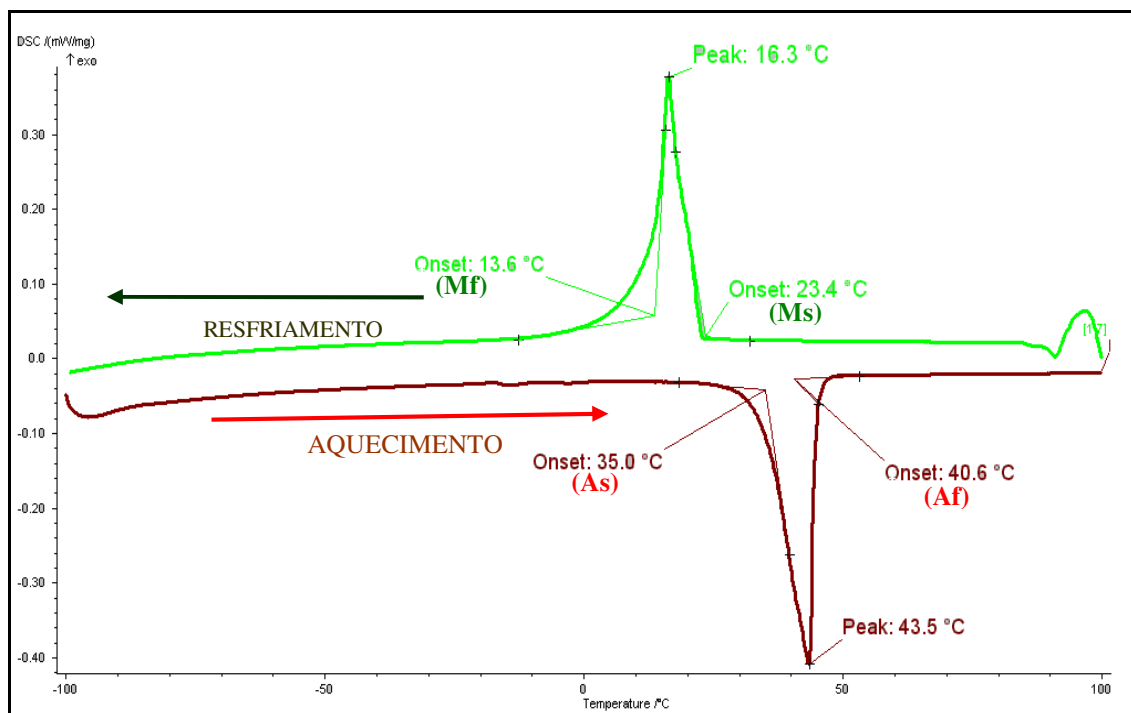


Figura 4.10– Espectros do DSC da liga de Ni-Ti, equiatômica.

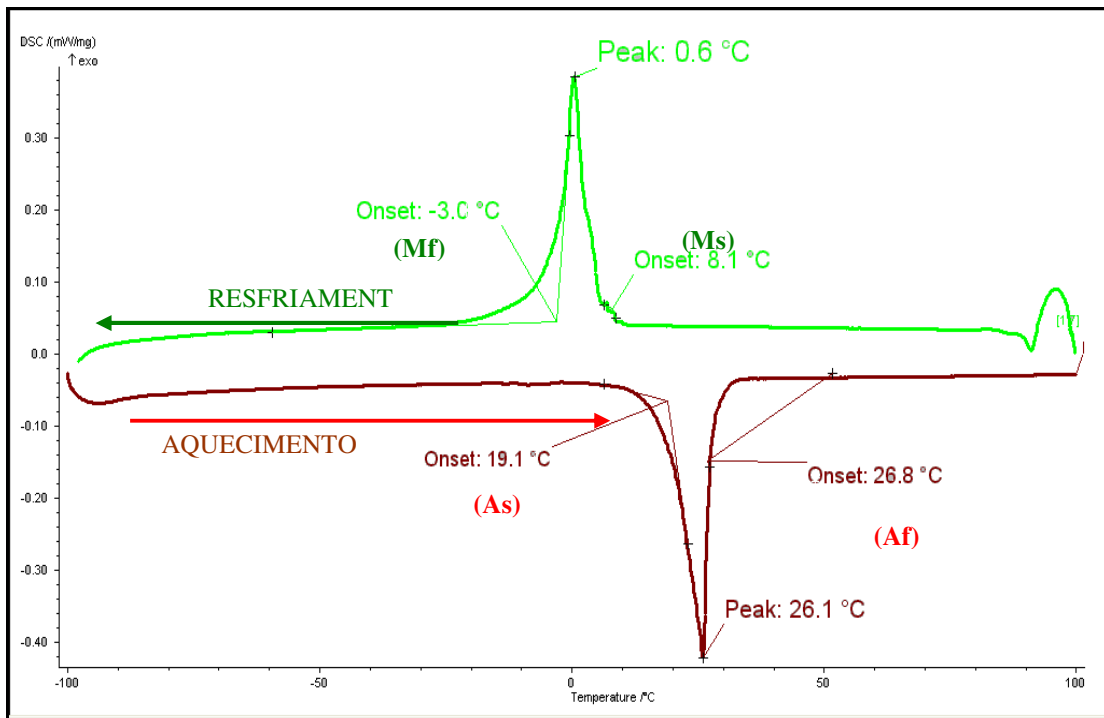


Figura 4.11- Espectros do DSC da liga de Ni-Ti rica em Ni.

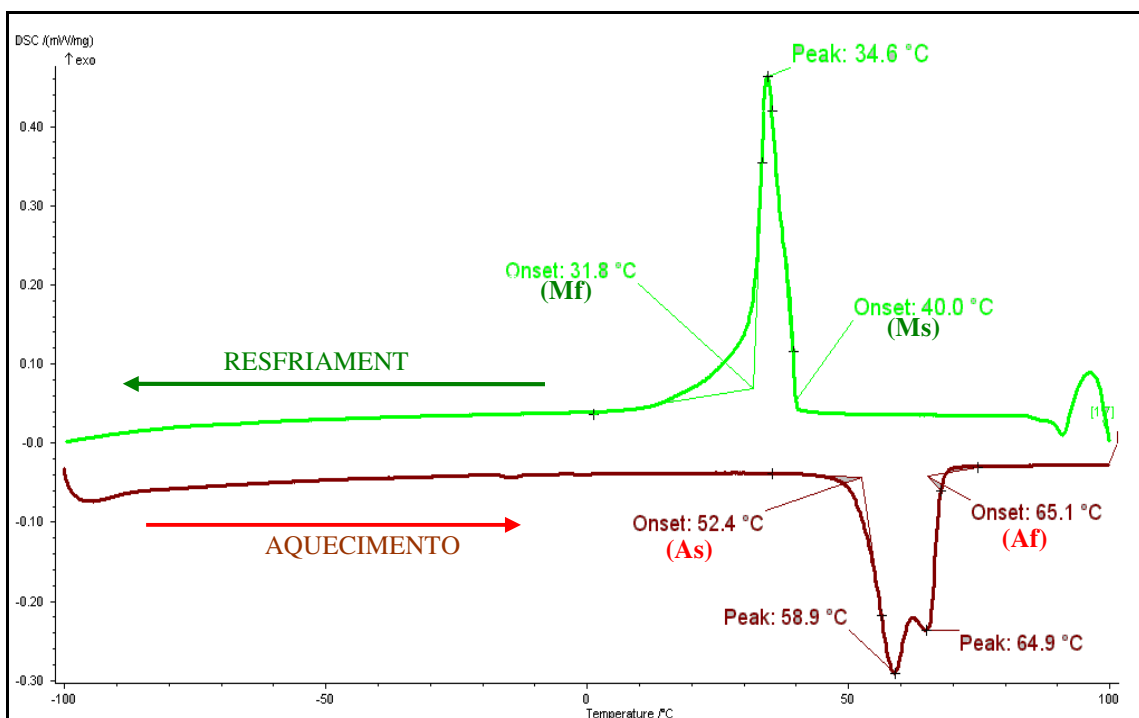


Figura 4.12- Espectros do DSC da liga de Ni-Ti pobre em Ni.

Os graficos abaixo mostram os ensaios de DSC e suas respectivas temperaturas de transformação de fase das ligas Ni-Ti com memória de forma que receberam o 2º tratamento térmico.

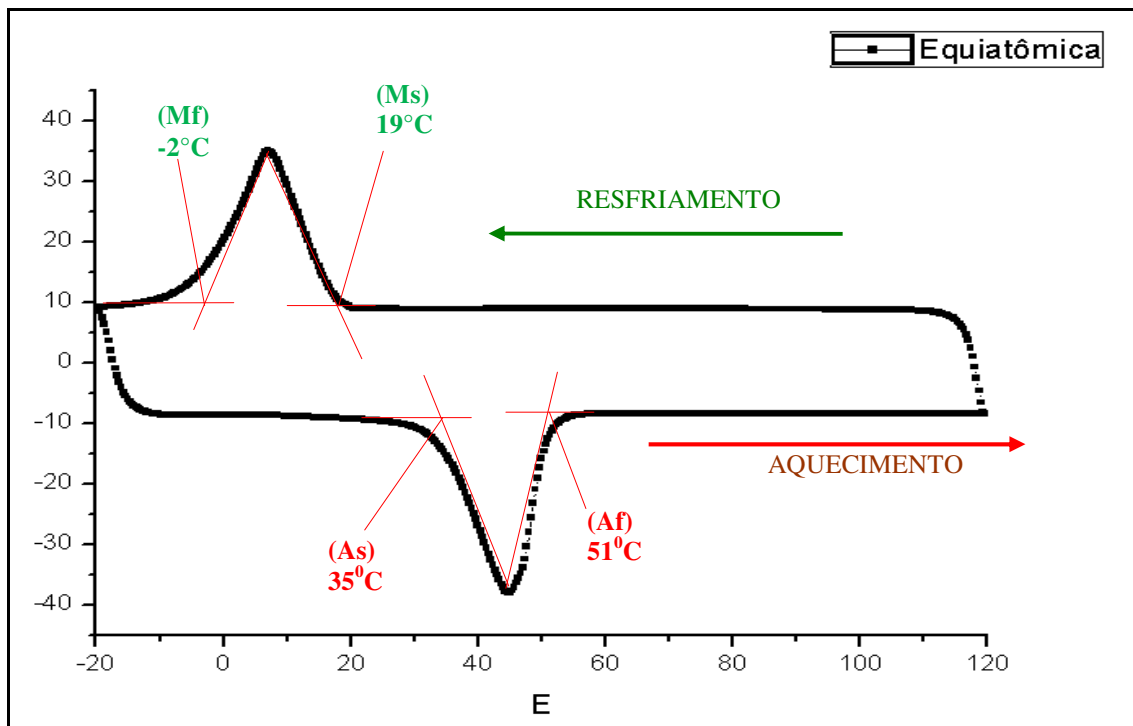


Figura 4.13 - Espectros do DSC da liga de Ni-Ti, equiatômica.

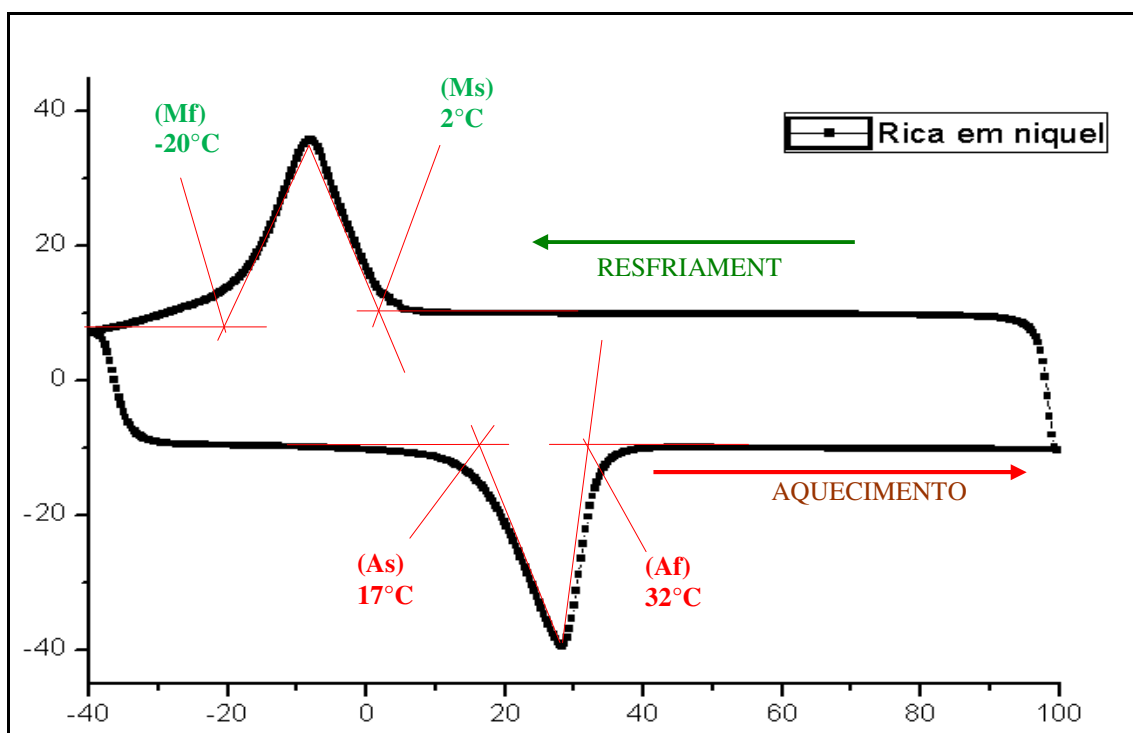


Figura 4.14-Espectros do DSC da liga de Ni-Ti rica em Ni.

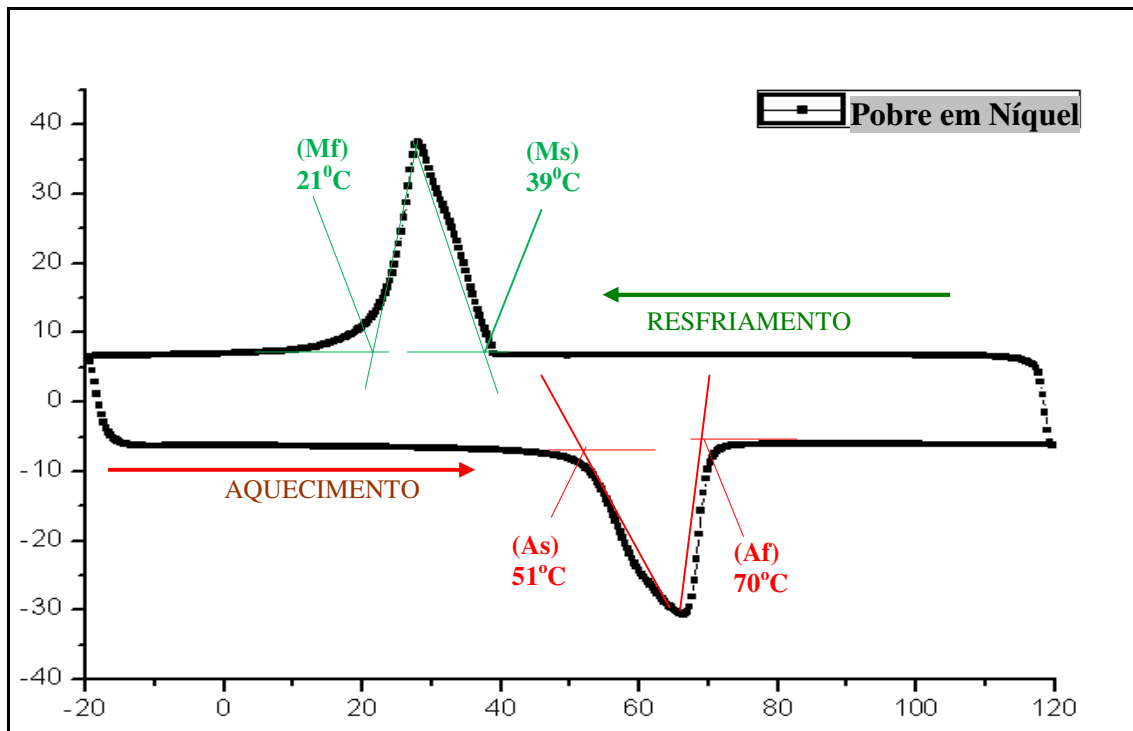


Figura 4.15- Espectros do DSC da liga de Ni-Ti pobre em Ni.

A Tabela (4.2) abaixo apresentou as temperaturas de transformação de fases das três composições das ligas de Ni-Ti do 1° e do 2° tratamento térmico, obtidas a partir das curvas de DSC.

TABELA 4.2 - TEMPERATURAS E TRANSFORMAÇÃO DE FASES DAS LIGAS DE Ni-Ti DO 1° E 2° TRATAMENTOS TÉRMICOS

	Ms	Mf	As	Af
EQUIATÔMICA 1°trat	23.4°C	13.6°C	35°C	40.6°C
EQUIATÔMICA 2°trat	19°C	-2°C	35°C	51°C
★ RICA EM NÍQUEL 1°trat	8.1°C	-3°C	19.1°C	26.8°C
★ RICA EM NÍQUEL 2°trat.	2°C	-20°C	17°C	32°C
POBRE EM NÍQUEL 1°trat	40°C	31.8°C	52.4°C	65.1°C
POBRE EM NÍQUEL 2°trat	39°C	21°C	51°C	70°C

De acordo com a tabela acima, constatou-se que o aumento da quantidade de Ni levou a uma redução das temperaturas de transformação, em conformidade com a literatura (OTSUKA e WAYMAN, 1998);

Nenhuma liga apresentou A_f (temperatura final de transformação) abaixo da temperatura ambiente (25°C). Isto significa que todas apresentam uma estrutura mista de austenita e martensita se aquecidas até a temperatura ambiente, ou seja, nenhuma liga se encontra completamente austenítica;

A única liga que se apresentou completamente martensítica foi a pobre em níquel do 1º tratamento. As demais se apresentaram parcialmente martensítica ou austenítica à temperatura ambiente. Além disso, à temperatura bucal (37°C) só as ligas ricas em níquel são completamente austenítica, sendo estas as mais indicadas para a ortodontia;

Todas as ligas, com exceção das ricas em níquel do 1º e 2º tratamentos, apresentam o término da transformação austenítica A_f mais alta que a temperatura bucal (37°C). As demais precisam ser aquecidas acima das temperaturas 40.6°C , 51°C , 65.1°C , 70°C , respectivamente, para recuperar sua forma. Portanto não trabalharia utilizando o efeito memória de forma em tratamentos ortodônticos;

O 2º tratamento térmico causou uma diminuição nas temperaturas de transformação fase martensítica das três composições. Esta diminuição foi maior na M_f , houve também um aumento nos intervalos das temperaturas desta fase. Na fase austenítica, por sua vez, houve um aumento nas temperaturas A_f das três composições, assim como, um aumento também nos intervalos das temperaturas de transformação desta fase.

4.6 Teste de Citotoxicidade

O gráfico abaixo mostra os resultados do teste de citotoxicidade da rezasurina realizados nas três composições: A (rica em níquel), B (pobre em níquel), e C (equiatômica).

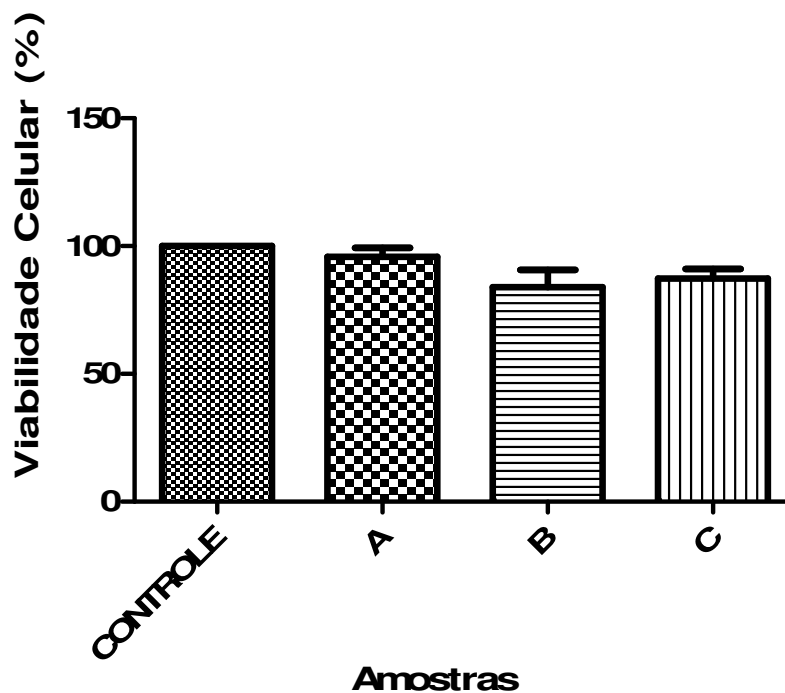


Figura 4.16- Gráfico do teste de citotoxicidade da rezasurina

De acordo com as análises estatísticas, nenhuma diferença significativa foi encontrada entre as três composições das amostras. As análises estatísticas foram realizadas utilizando o programa GraphPad Prism 5.0 para Windows. Utilizando os testes Student T-tests and 1-way ANOVA com Bonferroni Post Hoc test.

Contudo, houve maior estabilidade dos resultados na composição rica em níquel, indicando comparativamente, maior estabilidade desta liga quanto à proliferação celular.

5- CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos, constatou-se que todas as ligas Ni-Ti nacional estudadas apresentam a transformação martensítica termoelástica reversível, que origina o efeito memória de forma, assim como se concluiu que as ligas ricas em níquel do 1º e do 2º tratamento oferecem potencial aplicativo para o uso em ortodontia.

Em termos específicos, pode-se concluir:

- As composições selecionadas apresentam transformações martensíticas termoelásticas reversíveis, de fases típicas das LMF;
- Os tratamentos térmicos utilizados para estabilização das fases apresentam morfologia características e evolução qualitativa para o 1º e 2º tratamentos;
- Os valores encontrados para os percentuais atômicos das composições: equiatômica, rica em níquel e pobre em níquel das ligas de Ni-Ti estão dentro da região onde ocorre o efeito memória de forma;
- À temperatura próxima à ambiente a microscopia ótica mostrou as estruturas martensíticas e austeníticas típica para as três composições do 1º e 2º tratamentos térmicos;
- A microscopia eletrônica revelou o refinamento do grão, em todas as composições;
- Constatou-se que o aumento da quantidade de *Ni* leva a uma redução das temperaturas de transformação;
- O aumento de *Ti* na liga leva ao aumento das temperaturas de transformação de fase;

- Os ensaios de EDS mostraram espectros típicos para as ligas Ni-Ti com picos característicos apenas para o Ni e Ti sem diferença significativa entre as composições;
- O teste da Rezasurina também não mostrou diferença estatística significativa entre as amostras, porém houve uma maior estabilidade dos resultados na composição rica em níquel, indicando comparativamente, maior estabilidade desta liga quanto à proliferação celular;
- A técnica de fundição utilizada, mesmo com os tratamentos térmicos indica a formação de concentrações atômicas relativamente baixas, aproximadamente de 1%;
- Em todas as composições o desejável efeito memória de forma foi observado.

6. REFERÊNCIAS

ABRANTES, S.; AMORIM, J. R.; OLIVEIRA, S. M. de; BASTOS, P. de A; NERY, V. V. C; BAZILIO, F. S. **Avaliação de corantes artificiais em bebidas não alcoólicas e não gaseificadas**. Revista Analítica Nº 27. Pag.30-33, Rio de Janeiro, 2007.

BENTO, C. A. S. **Estudo da interface Ti-6 Al-4V/TiO₂ por microscopia eletrônica de varredura**. Dissertação de mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade de São Paulo, 2000.

BERGMAN, M. Corrosion in the oral cavity. Potential local and systemic effects. **Into Dent J**, London, v.36, N. 1, p.41-44, 1986.

BUCCI, L. et al. Avaliação da resistência à corrosão de fios ortodônticos Ni-Ti em saliva sintética contendo gel flúor acidulado. **7ª COTEQ. Conferência sobre tecnologia de equipamentos**. Florianópolis, 2003.

CALLISTER, William C. **Materials science and engineering: an introduction**. 5. ed. New York: John Wiley & Sons, 2000.

CALLISTER JR, W.D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. 5ª ed., Editora LTC, Rio de Janeiro, 2002.

CARVALHO, L. P. Eczemas por contato. In: NEGREIROS, B; UNGIER, C. **Alergologia Clínica**. Rio de Janeiro: Atheneu, cap.7, p.350-361,1995.

CARVALHO, P. R. de. **Aditivos dos Alimentos**. Faculdade de filosofia Ciências e Letras de São José do Rio Pardo. Revista Logos Nº 12. São José do Rio Pardo, 2005.

CHU, C. L.; CHUNG, C. Y.; LIN, P. H. Effects of aging temperature on the martensitic transformation in porous Ni-rich NiTi shape memory alloy fabricated by combustion synthesis. **JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE**, 2005.

COTRELL, A.H. **Introdução à metalurgia**. 2ª ed., editora Edward Arnold Ltda. London, 1975.

CULSHAW, B. **Smart structures and materials**. Artech House Optoelectronic Library, England, 1996.

DISCOVERY Plasma: **Manual de Instalação, Operação e Manutenção**. EDG Equipamentos e Controles Ltda. 2005.

DUERIG, T.W., MELTON, K.N., STÖCKEL, D. AND WAYMAN, C.M. **Engineering aspects of shape memory alloys**. Boston: Butterworth-Heinemann, 1990.

ELIADES, T.; PRATSINIS, H.; KLETSAS, D.; ELIADES, G.; MAKOU, M. Characterization and cytotoxicity of ions released from stainless steel and nickel-titanium orthodontic alloys. **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.**, St. Louis, v. 125, n. 1 p. 24-29, 2004.

ELIADES, T.; ATHANASIOU, E. A. In vivo aging of orthodontic alloys: implications for corrosion potential, nickel release, and biocompatibility. **Angle Orthod**, Appleton, v.72, n.3, p.222-237, 2002.

ES-SOUNI, Mo.; ES-SOUNI, Ma. BRANDIES, H. F. On the transformation behavior, mechanical properties and biocompatibility of two NiTi-based shape memory alloys: NiTi42 and NiTi42Cu7. **Biomaterials**. V.22, p. 2153-2161, 2001.

FERREIRA, J. T. L. **Avaliação da resistência à corrosão de materiais metálicos utilizados em aparelhos ortodônticos fixos**. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ. Rio de Janeiro, 2005.

FERNANDES, F. M. B. **Ligas com memória de forma**. Departamento de ciência dos materiais/CENIMAT. Universidade Nova de Lisboa. Portugal, 2006.

GÁRCIA, M. C. **Hipersensibilidade aos elementos metálicos dos bráquetes ortodônticos: comparação entre os bráquetes convencionais e os Nickel Free**. 142f. Dissertação (Mestrado em Odontologia). Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2003.

GJERDET, N. R.; HERO, H. Metal release from heat-treated orthodontic archwires. **Acta Odontol. Scand.**, Oslo, v. 45, n. 6, p. 409-414, 1987.

GURGEL, J. A.; RAMOS A. L.; KERR S. D. Fios Ortodônticos. **R Dental Press Ortod Ortop Facial** - v. 6, n. 4, p. 103-114, 2001.

GREPPI, A. L.; SMITH, D. C.; WOODSIDE, D. G. Nickel hypersensitivity reactions in orthodontic patients: a literature review. **Univ Tor Dent J**, v.3, n.1, p.11-14, 1981.

LENZA, M. A. *et al.* Prevalência de hipersensibilidade ao níquel em pacientes sob tratamento ortodôntico. **Revista da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás**, Goiânia, v.1, n. 1, p. 13-17, 1997.

LENZA, M. A. - A Relevância clínica da hipersensibilidade ao níquel na ortodontia . - Nova visão Ortodontia – **Ortopedia funcional dos maxilares** . p. 745-751, 2003.

LU, X. *et al.* Mechanisms of cytotoxicity of nickel ions based on gene expression profiles. **Biomaterials**. V.30, p. 141-148, 2009.

MACHADO, G. R. **Avaliação da corrosão dos braquetes ortodônticos**. SOTAUR. Virtual Odontol. (4):15-27-2007.

MAGNUSSON, B. et al. Nickel allergy and nickel-containing dental alloys. **Scand J Dent Res**, Copenhagen, v.90, n.2, p.163-167, 1982.

MENNÉ, T. et al. Patch test reactivity to nickel alloys. **Contact. Derm.** Copenhagen, v. 16, no. 5, p. 255-259, May 1987.

MERTMANN, M. NiTi: the new material for implants and instruments. Memory-Metallic, Weil am Rhein, **Technology & Services**. Germany, 2000.

MOFFA, J.P. Biological effects of nickel-containing dental alloys-Council on Dental Materials, Instruments and Equipment. **JADA**. Birmingham, v.104, n.4, p.501-505, 1982.

MOFFA, J. P. Biocompatibility of nickel based dental alloys. **CDA Journal**, v.12, n.10, p.45-51, 1984.

MORAES, L.S; GUIMARAES, G.S; ELIAS, C.N. Liberação de íons por biomateriais metálicos. **Rev. Dental Press Ortodon Ortop Facial**. v. 12, n. 6, p. 48-53, 2007.

NEVILLE *et al.* Doenças Imunológicas e Alérgicas. In: **Patologia Oral Maxilofacial**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998.

NISHIDA, M., Wayman, C.M., HONMA, T., Precipitation processes in near-equiatomic TiNi shape memory alloys. **Metallurgical Transactions**. 17A, 1505-15, 1986.

ORÉFICE, R. L. et al. **Biomateriais: Fundamentos e Aplicações**. Rio de Janeiro, Cultura Médica. 538p.1998.

OTSUKA, K., WAYMAN, C.M., **Shape Memory Materials**. Cambridge University Press. Cambridge, UK, 1998

OTSUKA, K.; REN, X. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. **Progress in Materials Science**. v. 50, p. 511-678, 2005.

PAIVA, V.C.X. **Hipersensibilidade ao Níquel presente no aparelho ortodôntico fixo metálico avaliação clínica, periodontal, histopatológica e imunoistoquímica**. 2005. 105f. Dissertação (mestrado em Ortodontia). Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Belo Horizonte.

PAULA, A.S. **Tratamentos Termomecânicos de Ligas do Sistema Ni-Ti: Caracterização Estrutural e Otimização das Propriedades Associadas ao Efeito de Memória de Forma**, PhD Thesis, FCT/UNL, Lisboa – Portugal, 2006.

PÉRTILE, L. B. **Caracterização mecânica e eletroquímica *in vitro* e *in vivo* da liga Ni-Ti**. Dissertação de Mestrado: Engenharia de Materiais. Curso de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, UFSC, Florianópolis, 2005.

QUINTÃO, C.C. **Fios ortodônticos utilizados em fase inicial de tratamento: propriedades mecânicas e desempenho clínico**. 2000. Tese (Doutorado em Ciências). Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2000.

REIS, W.P. **Caracterização de Ligas de Ni-Ti para Ortodontia**. 146 f. Dissertação (mestrado) - Instituto Militar de Engenharia no Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2001

RUSSEL, S.M. Nitinol melting and fabrication. **Nitinol Devices and Components**. Disponível em: <www.dsl-online.de/ndc2/pdf_files/russell.pdf>. Acesso em: 11 nov. 2009.

SANTOS, C.M.L. **Ligas Ni-Ti ricas em Ni: Tratamento Térmico, Termomecânico e Efeito de Micromemória de Forma**, PhD Thesis, IME, Rio de Janeiro, 2006.

SCROFERNEKER, M. L.; POHLMANN, PR; **Imunologia Básica e Aplicada**. 1ª ed. Porto Alegre: Sagra Luzzato, 1998.

SILVA, N. J. Estudos de ligas com memória de forma para aplicações no setor de petróleo e gás. 57p. **Monografia (Graduação em Engenharia Mecânica)**. Universidade Federal de Campina Grande – UFCG. 2007.

VELLINI, F. F. **Ortodontia: Diagnóstico e Planejamento Clínico**. Biomecânica do movimento dental n.5(18), p.361-398, 2002.

VIEIRA, D. F. **Metais e ligas metálicas: noções básicas para dentistas**. 2ª ed. editora Edgard Blucher Ltda. São Paulo, 1967.

WILLIAMS, D.F., ROAF, R. **Implants in surgery**. London, W. B. Saunders, 1973. Apud: ADA COUNCIL ON DENTAL MATERIALS, INSTRUMENTS, AND EQUIPMENT, "Status report on beta titanium orthodontic wires", J Am Dent Assoc v. 105, p. 684-85, 1973.

WILLIAMS. **On the mechanisms of biocompatibility** on the Ca-P coating pormation from SBF x 5 solution. *Biomaterials*, v. 29, p. 2941-2953, 2008.

YAHIA, .L. H. **Shape Memory Implants**. 345p. 1ªed. Editora Springer. New York. 2000.