

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO ENGENHARIA DE MATERIAIS

Juliana Klemba Bristot Oliveira

Uso do Nitinol na Cardiologia e na Odontologia

Florianópolis

2023

Juliana Klemba Bristot Oliveira

Uso do Nitinol na Cardiologia e na Odontologia

Trabalho de Conclusão de Curso submetido ao curso de Engenharia de Materiais do Centro Tecnológico da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenheiro de Materiais.

Orientador: Prof. Cristiano Binder

Florianópolis

2023

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Oliveira, Juliana

Uso do Nitinol na Cardiologia e na Odontologia /
Juliana Oliveira ; orientador, Cristiano Binder, 2023. 94p.

Trabalho de Conclusão de curso (graduação) -
Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico,
Graduação em Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2023.

Inclui referências.

1. Engenharia de Materiais. 2. Nitinol. 3. Stents. 4. Aparelhos Ortodônticos. 5. Ensaios. I. Binder, Cristiano. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia de Materiais. III. Título.

Juliana Klemba Bristot Oliveira

Uso do Nitinol na Cardiologia e na Odontologia

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de Bacharel e aprovado em sua forma final pelo Curso Engenharia de Materiais.

Florianópolis, 07 de março de 2023.



Coordenação do Curso

Banca examinadora



Prof. Dr. Cristiano Binder

Orientador(a)



Me. Derek Manoel Luup Carvalho
Universidade Federal de Santa Catarina



Me. Francisco Cavilha
Universidade Federal de Santa Catarina

Florianópolis, 2023.

AGRADECIMENTOS

Não teria como começar a agradecer, sem ser primeiro para Aquele que nos dá a vida, força de continuar, renovo e Sua graça todos os dias.

Aquele que deu meu esposo, pelo qual também sou grata, por todo suporte, encorajamento, risadas e por sempre acreditar no meu melhor potencial.

Que deu meus pais, que desde sempre confiaram e deram toda base e condições de estudo, com um amor sem medidas. Meu irmão, que trouxe sempre alegria para nossa casa, com muitos abraços e carinho incansável.

Que permitiu que na hora certa, estivesse estudando na Universidade Federal de Santa Catarina, me capacitando através de incríveis professores, orientadores e coordenadores durante esses 5 anos, onde cada aprendizado, cada conversa, email e orientação fizeram toda a diferença nesta jornada.

Aquele que em meio a tantos desafios colocou meu orientador deste trabalho presente, o prof. Cristiano Binder, o qual sou imensamente grata pela oportunidade, orientação e ensinamentos.

O Mesmo que me deu amigos que caminharam perto, não só no apoio e ânimo, mas nas orações, revisões e ajudas médicas necessárias ao estudar o tema proposto.

O que permitiu que estagiasse na Inside Medical, empresa onde comecei o estudo da liga Nitinol e possibilitou a entrada em outro ramo da engenharia de materiais até então nova em meu conhecimento. Foram meses de grande crescimento profissional, pessoal e estudantil.

Aquele que cuidou de mim em todos os momentos, louvo a Deus por seu amor e por sua Graça.

RESUMO

A liga Nitinol, possui propriedades importantes que a fazem notável para diversos usos, inclusive na área da medicina. São essas: memória de forma, superelasticidade e biocompatibilidade. A memória de forma e superelasticidade estão relacionadas com a transição da martensita para a austenita e com o defeito cristalino da maclação, visto que esse facilita o escorregamento dos planos sem que haja o rompimento das ligações atômicas ao ser aplicada uma diferença de temperatura ou tensão. Sua biocompatibilidade está associada com a equiatomicidade da liga, pois o titânio presente forma uma camada de dióxido de titânio que inibe a interação do níquel com o meio que está inserido. Dessa forma, há a possibilidade do uso em stents, pequenos tubos expansíveis, que são utilizados para permitir o retorno da passagem de fluido onde houve o estreitamento por meio de gordura ou outras obstruções. E em aparelhos ortodônticos, que feitos de nitinol possibilitam a correção da arcada com uma menor força durante mais tempo. Durante este trabalho foi feita uma revisão bibliográfica do nitinol, apresentando seu histórico nos campos citados, seus métodos de fabricação sendo preferencialmente com metalurgia do pó, seguido por trefilação. Ainda é necessário passar a liga por tratamentos térmicos, esses, conferem as propriedades desejadas para a aplicação final. E por fim, os ensaios fundamentais para a verificação e garantia de que a liga, ou material (quando ensaiado com produto), estão aptos para uso. A fim de conhecer resultados da aplicação, na revisão feita, foram apresentados estudos de casos de forma a expor coeficientes e valores bases para comparação.

Palavras-chave: Nitinol. Histórico. Stent. Aparelhos odontológicos. Corrosão. Ensaio Mecânicos.

ABSTRACT

The Nitinol alloy has important properties which make it remarkable for several uses, including in medicine, such as: shape-memory, superelasticity and biocompatibility. Shape-memory and superelasticity are related to the austenite-to-martensite transformation and are also related to crystal defects of twinning, since it makes easy the planes sliding without breaking atomic bonds when a difference in temperature or voltage is applied. Its biocompatibility is related to the equiatomic alloy, because the titanium presence creates a layer of titanium dioxide inhibiting the interaction between nickel and the environment where it is inserted. Therefore, there is the possibility of using it in endovascular stents, small expanding tubes, which are used to allow the return of the fluid where there has been narrowing by means of fat or other obstructions. In orthodontic appliances made of nitinol it is possible to correct the dental arch with less strength for a longer period. During this work, a bibliographic review of nitinol was carried out presenting its historic in the mentioned fields above, its manufacturing methods opting for powder metallurgy followed by wire drawing. It is still necessary to subject the nitinol alloy to heat treatments which grant desired properties for the final application. Finally, it was presented the fundamental tests for verifying and guaranteeing that the alloy, or material (when tested with product), is suitable for use. In order to know the application results, in the carried-out review, case studies were presented to expose coefficients and base values for comparison.

Keywords: Nitinol; Historic; Stent; Dental Arch; Corrosion; Mechanical Tests.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação da rede cúbica (esquerda) e rede monoclinica (direita).....	19
Figura 2 - Termograma superior e inferior de DSC com taxa de aquecimento e resfriamento de 10°C/min.....	20
Figura 3 - Curva Tensão x Deformação apresentando a superelasticidade do Nitinol.....	21
Figura 4 - Representação do processo de corrosão por pite.....	23
Figura 5 - Processo de trefilação.....	26
Figura 6 - Representação da Feira.....	27
Figura 7 - Microestrutura de Nitinol visto através de MEV.....	29
Figura 8 - Curva DSC do Nitinol.....	30
Figura 9 - Exemplo de diagrama de espectroscopia por energia dispersiva do Nitinol.....	31
Figura 10 - Dados de referência para o Nitinol no ensaio de tração.....	33
Figura 11 - Colocação de stent expansível por balão.....	39
Figura 12 - Sistema de stent de Nitinol Cordis Precise Pro RX.....	40
Figura 13 - Stent biológico.....	41
Figura 14 - Esquema de ensaio de molhabilidade.....	45
Figura 15 - Imagem de AFM 2D e 3D da amostra eletropolidada.....	46
Figura 16 - Gráfico da análise RBS da amostra.....	46
Figura 17 - Gráficos de análise RBS da amostra A1, A3 e A4, respectivamente.....	48
.....	48
Figura 18 - Gráfico de análise RBS da amostra A2.....	48
Figura 19 - Suporte de Stent.....	50
Figura 20 - Amostra no suporte do eletrodo.....	51
Figura 21 - Gráfico potenciodinâmico cíclico após desgaste acelerado, stent de tamanho 19 mm.....	53
Figura 22 - Gráficos de profundidade de Auger de diferentes superfícies de stent exibindo a química e a composição da camada de óxido.....	54
Figura 23 - Curvas de polarização potenciodinâmica para stents SP, MP, AF e OT, mostrando a ruptura mínima e máxima, linha pontilhada e preta, respectivamente.....	55

Figura 24 - Ensaio de flexão rotativo guiado, segundo a norma ASTM E2948.	57
Figura 25 - Ensaio de flexão rotativo não guiado.	58
Figura 26 - Gráfico padrão de tensão x deformação do Nitinol superelástico.	62
Figura 27 - Gráfico tensão x deformação para o Nitinol.	63
Figura 28 - Curvas de polarização potenciodinâmica cíclica de fios de Nitinol e aço inoxidável com solução em pH 5.	71
Figura 29 - Curva de polarização potenciodinâmica cíclica de fios de Nitinol e aço inoxidável com solução em pH 2.	72
Figura 30 - Imagem obtida através de MEV: Nitinol antes do ensaio.	73
Figura 31 - Imagem obtida através de MEV. (a) Nitinol em meio de pH 5; (b) Nitinol em meio de pH 2;	73
Figura 32 - Curva Força x Alongamento.	74
Figura 33 - Curva DSC.	75
Figura 34 - Representação do ensaio de flexão em três pontos.	82
Figura 35 - Gráfico do comportamento do grupo 1 no ensaio de flexão.	84
Figura 36 - Gráfico do comportamento do grupo 2 no ensaio de flexão.	84
Figura 37 - Gráfico do comportamento do grupo 3 no ensaio de flexão.	85

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Ângulo de contato das amostras de Nitinol.....	49
Tabela 2 - Parâmetros de corrosão.....	53
Tabela 3 - Vida média de fadiga e desvio padrão para fios de Nitinol em 72 RPM.....	59
Tabela 4 - Vida média de fadiga e desvio padrão para fios de Nitinol em 9.000 RPM.....	59
Tabela 5 - Vida média de fadiga e desvio padrão para fios de Nitinol em ensaio complementar.....	59
Tabela 7 - Limite de velocidade de ensaio.....	61
Tabela 8 - Coeficientes retirados do ensaio de tração com fio de Nitinol. ...	62
Tabela 9 - Força final e alongamento para fio de Nitinol.....	63
Tabela 10 - Requisitos para fios de stent de Nitinol.....	64
Tabela 11 - Comportamento dos fios no ensaio de flexão depois de corroídos.....	68
Tabela 12 - Parâmetros de resistência à corrosão obtidos da curva de polarização potenciodinâmica cíclica.....	72
Tabela 13 - Média dos resultados obtidos a partir de DSC para diferentes fios de Nitinol.....	76
Tabela 14 - Média dos resultados da força máxima (g) a partir do teste de flexão.....	77
Tabela 15 - Propriedades do Nitinol martensítico e austenítico.....	79
Tabela 16 - Carga máxima de ruptura dos fios estéticos e não recobertos de Nitinol.....	80
Tabela 17 - Carga para atingir o patamar de ativação.....	80
Tabela 18 - Requisitos para uso do Nitinol para aparelhos ortodônticos.....	86

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AAS	Ácido Acetilsalicílico
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AFM	Atomic Force Microscopes
ASTM	American Society for Testing and Materials
ATC	Angioplastia Transluminal Coronária
AWT	Teste de desgaste acelerado
DIW	Água Deionizada
DSC	Differential Scanning Calorimetry
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
FDA	Food and Drug Administration
ISO	Organização Internacional de Normalização
ITT	Intervalo da Temperatura de Transição
LRT	Limite de Resistência a Tração
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
PBS	Solução Salina tamponada com fosfato
RBS	Espectroscopia de retroespalhamento de Rutherford
RPM	Rotações por Minuto
SCE	Eletrodo de Calomel Saturado
VAR	Refusão a arco sob vácuo
VIM	Fusão por indução a vácuo

LISTA DE SÍMBOLOS

A	Área
A_f	Temperatura final de transformação austenítica
A_i	Temperatura inicial de transformação austenítica
c	Diâmetro
°C	Graus Celsius
cm	Centímetro
E_{bd}	Potencial de quebra de passivação
E_{corr}	Potencial de corrosão
E_{lr}	Alongamento residual
E_{lu}	Alongamento uniforme
E_r	Potencial de repouso
E_p	Potencial de proteção
E_{prot}	Potencial de repassivação
F_t	Força de trefilação
g	Grama
GPa	Giga Pascoal
H	Altura
Hz	Hertz
I_{corr}	Densidade de corrente de corrosão
J	Joule
K	Kelvin
keV	Elétron-volt
M_f	Temperatura final de transformação da martensita
M_i	Temperatura inicial de transformação da martensita
min	Minuto
ml	Mililitro
mm	Milímetros
MPa	Mega Pascoal
mV	Milivolts
N	Newtons
Ni	Níquel
O	Oxigênio

s	Segundo
Sf	Área da secção transversal na saída da fieira
T	Temperatura
Tem	Taxa específica de carregamento
Ti	Titânio
TiC	Carbeto de titânio
TiO2	Dióxido de titânio
V	Volt
μ	Micrometro
ε	Deformação

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	16
1.1	OBJETIVO GERAL.....	18
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	18
2	NITINOL E SUAS CARACTERÍSTICAS.....	19
2.1	EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA.....	19
2.2	SUPERELASTICIDADE.....	21
2.3	BIOCOMPATIBILIDADE.....	22
2.3.1	Corrosão do Nitinol.....	22
3	PROCESSO DE FABRICAÇÃO DA LIGA NITINOL.....	23
3.1	FUSÃO POR INDUÇÃO A VÁCUO.....	23
3.2	REFUSÃO A ARCO SOB VÁCUO.....	24
3.3	METALURGIA DO PÓ.....	24
3.4	TREFILAÇÃO.....	25
3.5	TRATAMENTO TÉRMICO.....	28
3.5.1	Recozimento.....	28
3.5.2	Envelhecimento.....	28
4	MICROESTRUTURA.....	29
5	ENSAIOS.....	29
5.1	CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA.....	30
5.2	CARACTERIZAÇÃO DE SUPERFÍCIE.....	31
5.2.1	Microscópio Eletrônico de Varredura.....	31
5.2.2	Microscopia de Força Atômica.....	32
5.3	ENSAIO DE TRAÇÃO.....	32
5.4	ENSAIO DE DUREZA.....	33
6	USO DO NITINOL NA MEDICINA.....	33
7	USO DO NITINOL EM STENTS.....	34
7.1	PROPRIEDADES NECESSÁRIAS.....	37
7.2	TIPOS DE STENT.....	38
7.3	FABRICAÇÃO DOS STENTS DE NITINOL.....	41
7.3.1	Corte a laser.....	42
7.3.2	Fios trançados.....	43
7.3.3	Metalurgia do pó.....	43

7.4	ENSAIOS	43
7.4.1	Molhabilidade	44
7.4.1.1	<i>Resultados na Literatura</i>	45
7.4.2	Ensaio de Corrosão para Stents	49
7.4.2.1	<i>Resultados na Literatura</i>	52
7.4.3	Ensaio de Fadiga	55
7.4.3.1	<i>Resultados na Literatura</i>	58
7.4.4	Ensaio de Tração	60
7.4.4.1	<i>Resultados na Literatura</i>	62
7.5	REQUISITOS PARA FIO DE NITINOL PARA STENTS.....	64
8	USO DO NITINOL EM APARELHOS ODONTOLÓGICOS	64
8.1	PROPRIEDADES NECESSÁRIAS.....	66
8.2	FABRICAÇÃO.....	68
8.2.1	Trefilação	69
8.2.2	Recozimento.....	69
8.2.3	Fixação da Forma	70
8.3	ENSAIOS	70
8.3.1	Ensaio de Corrosão	70
8.3.1.1	<i>Resultados na Literatura</i>	70
8.3.1.2	<i>Corrosão a partir de Flúor</i>	74
8.3.2	Calorimetria de Varredura Diferencial	75
8.3.2.1	<i>Resultado na Literatura.....</i>	76
8.3.3	Ensaio de Tração	78
8.3.3.1	<i>Resultados na Literatura</i>	79
8.3.4	Flexão.....	81
8.3.4.1	<i>Resultados na Literatura</i>	83
8.4	REQUISITOS PARA FIO DE APARELHOS ORTODÔNTICOS.....	85
9	CONCLUSÃO	86
	REFERÊNCIAS	89

1 INTRODUÇÃO

Nitinol é uma liga metálica composta por Níquel e Titânio, esses, em porcentagens atômicas praticamente iguais. Foi desenvolvido em 1962, por William J. Buehler e Frederick Wang, no laboratório de materiais bélicos dos Estados Unidos da América, o *Naval Ordnance Laboratory*, o qual nomeia, junto com a composição da liga de estudo, Ni Ti N O L. (FIGUEIRA, Nádia, 2008)

A pesquisa realizada na época, buscava materiais para o cone das espaçonaves responsáveis pela reentrada na atmosfera, e a liga mostrou-se apropriada para resistir às altas temperaturas junto com sua ótima resistência mecânica.

Entretanto, uma característica marcante da liga, a capacidade de reter memória mecânica foi descoberta ao acaso em uma das reuniões no laboratório. Onde uma tira da liga foi dobrada e aquecida pelo acendedor de cachimbo do diretor, quando essa, retorna então a sua forma inicial, reta.

Além de suas aplicações demorarem para serem percebidas, a comercialização do Nitinol também retardou devido a dificuldade de fundir, processar e mecanizar a liga. Hoje, a liga é utilizada em aparelhos ortodônticos, onde o arame da liga vai se transformando e contraindo através da temperatura da boca, ajustando os dentes para a posição correta. Próteses do fêmur, considerando o alto nível de super elasticidade. Chapas para ossos quebrados, a qual, ligada nas extremidades do osso partido, o calor irradiado pelo corpo faz com que a placa contraia para seu formato original e gere uma forma de compressão sobre a fratura. Já com o osso restaurado, a placa continua exercendo a mesma força de compressão e auxilia no fortalecimento durante a reabilitação. E outra aplicação, são os stents, extensores das coronárias em pacientes cardíacos, onde a temperatura do corpo faz o stent dilatar-se e facilitar a passagem de sangue pela coronária, onde o fluxo estaria restrito ou obstruído.

A presente pesquisa visa apresentar a liga Nitinol e suas propriedades específicas as quais possibilitam e fazem com que seu uso seja interessante na cardiologia, com foco em stents, e na odontologia, nos fios de aparelhos dentários. Mostrando quais ensaios precisam ser realizados e quais os resultados buscados para que sua utilização seja viável.

Para isso, realizou-se uma revisão na literatura com base em dissertações e artigos relevantes, optando sempre por bons buscadores como o *Science Direct* e *Scientific Electronic Library Online*, e por dissertações que tivessem boas citações e de Universidades com laboratórios relevantes para as caracterizações necessárias.

1.1 OBJETIVO GERAL

Apresentar a liga Nitinol e sua eficácia na cardiologia e na odontologia para tratamento com stents e aparelhos dentários a partir de uma revisão bibliográfica.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Apresentar as propriedades da liga Nitinol e como elas são utilizadas na cardiologia e na odontologia.
- Descrever ensaios necessários para a validação do material
- Analisar o histórico de utilização e modos de fabricação

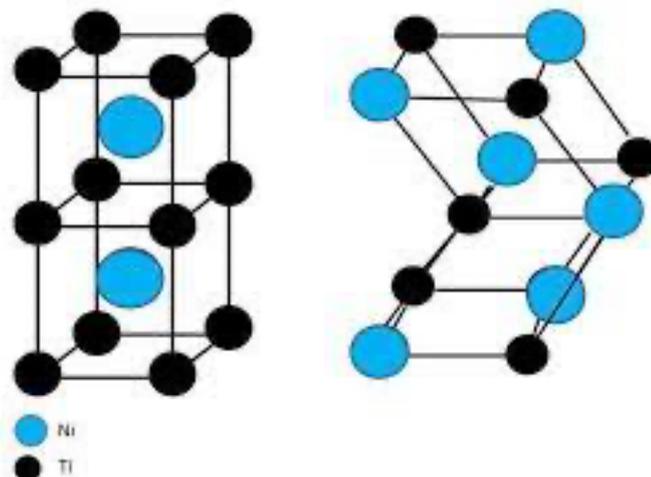
2 NITINOL E SUAS CARACTERÍSTICAS

As ligas de Nitinol têm sido amplamente utilizadas devido suas propriedades específicas, como a memória de forma e superelasticidade, consequência da transformação martensítica reversível, gerada pela tensão e/ou temperatura. Já a biocompatibilidade, proporciona o uso da liga na medicina, onde, por ação do titânio, não permite que o níquel entre em contato com nosso organismo. (MICHELON, Marcelo, 2006)

O Nitinol apresenta estrutura atômica tridimensional simétrica, onde os átomos de Ni estão cercados por quatro átomos de Ti. As forças atômicas que os unem podem apresentar uma transição de duas fases, monoclinica para cúbica.

A rede monoclinica é definida por três eixos diferentes, cujos dois ângulos são iguais a 90° e um diferente. Já a rede cúbica, é formada por três eixos iguais com ângulos retos.

Figura 1 - Representação da rede cúbica (esquerda) e rede monoclinica (direita).



Fonte: OTSUKA, 1998.

2.1 EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA

A memória de forma, fator de interesse no uso do Nitinol na medicina, é a aptidão de que quando aquecido, retorne ao seu formato inicial mesmo depois de ser deformado plasticamente.

Isso ocorre visto a transformação de fases de martensita para austenita. Onde, o material deve sofrer a deformação em temperatura baixa ou ambiente, quando a liga

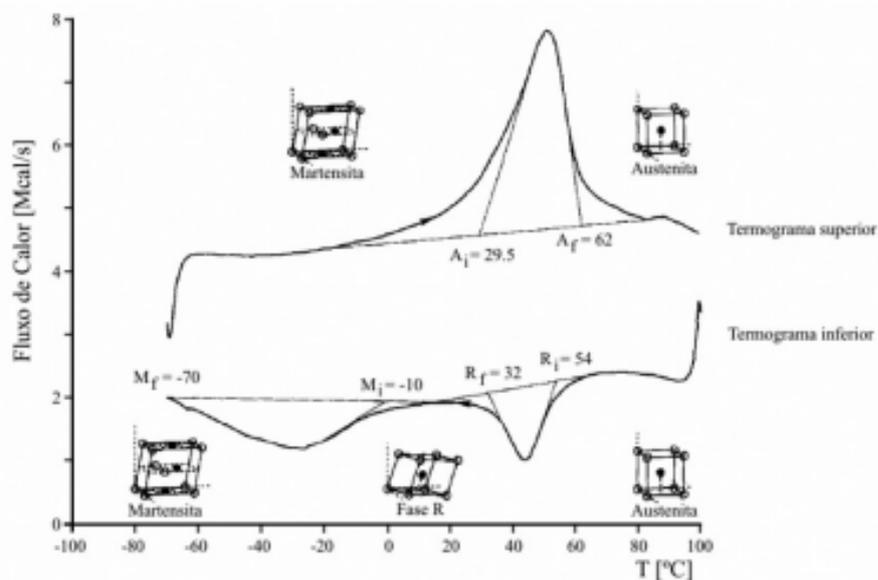
apresenta sua fase monoclinica conhecida como martensita. Quando exposto a sua temperatura de transformação ou aplica-se uma carga, a estabilidade da fase é menor e os cristais possuem formato cúbico, fase da austenita. Ao resfriar ou retirar a carga, a estrutura retorna ao inicial, martensita. (MICHELON, M. 2006. SHAHIRNIA, M. 2011. MISHRA, S. 2023)

A maclação, defeito cristalino que altera a orientação do cristal, faz com que a região deformada tenha contornos de grãos praticamente perpendiculares à rede e facilite o escorregamento dos planos, isso é fundamental para que ocorra a memória de forma. No momento em que a deformação é feita plasticamente, as ligações atômicas não são rompidas, assim, quando aquecido acima da temperatura de transformação, a fase martensítica é transformada em austenita, a qual apresenta a mesma estrutura inicial.

A conformação da liga, deve ser feita na fase austenítica, em temperatura elevada, visto que essa é a fase de memorização.

Abaixo, tem-se um termograma da liga obtido através do aquecimento do material à taxa constante de 10°C/min com temperatura entre -70°C e 100°C. Na curva superior, o pico de maior energia, com aproximadamente 50°C, apresenta a transição endotérmica para a fase da austenita, essa área, com temperatura inicial em 29,5°C e final de 62°C representa o calor latente de transformação e a coexistência das duas fases.

Figura 2 - Termograma superior e inferior de DSC com taxa de aquecimento e resfriamento de 10°C/min.

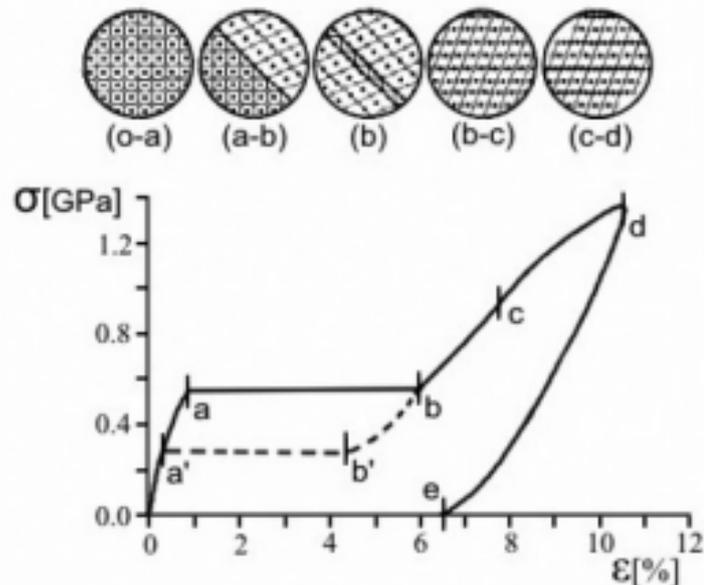


Fonte: Shaw, 1995.

2.2 SUPERELASTICIDADE

Assim como o efeito de memória de forma, a superelasticidade, tem relação com transições de fases, visto que temperatura e tensão introduzem essas alterações. A superelasticidade é então, a capacidade do material sofrer deformações quando submetido a um carregamento, e ao ter o alívio de carga, retornar ao seu estado original. Esse efeito é resultado da formação de martensita, a qual é induzida pela tensão e dessa forma, enquanto não houver a total transformação de fase, pode ocorrer a recuperação elástica. (FIGUEIRA, N. 2008. MICHELON, M. 2006. SHAHIRNIA, M. 2011)

Figura 3 - Curva Tensão x Deformação apresentando a superelasticidade do Nitinol.



Fonte: Shaw, 1995.

No gráfico acima, a curva de tensão x deformação no Nitinol foi realizada em temperatura constante de 70°C, estando na sua fase austenítica. Na primeira etapa, 0-a, a tensão aplicada representa deformação elástica da austenita, e a partir desse nível, ela começa a ficar instável e a martensita em seu formato monoclinico sofre nucleação. Essa alteração, é demonstrada no patamar a-b, com alongação macroscópica, as duas fases coexistem e a deformação não é homogênea.

Com a liberação de tensão no ponto b, o retorno elástico de fase majoritariamente martensítica ocorre. E a martensita torna-se instável no descarregamento até o ponto b', onde acontece a nucleação da austenita. Ainda no descarregamento, há um patamar de transformação em que a austenita e a martensita

concorrem e o material sofre um encurtamento. No ponto *a'* o material retorna ao seu ponto inicial.

Ao seguir o trajeto *b-c*, a deformação exige mais tensão, e o segmento *c-d*, a martensita começa a apresentar planos de escorregamento onde ocorrem deformações permanentes, e o ponto *d* o material não apresenta mais escorregamento dos planos cristalinos levando à ruptura.

2.3 BIOCOMPATIBILIDADE

Com o amplo uso da liga na medicina, a biocompatibilidade é essencial, e o uso do Nitinol torna-se preocupante, devido à sua formação com Níquel, tóxico ao nosso organismo, podendo causar uma série de reações alérgicas quando implantado. Ainda assim, o Nitinol pode ser considerado biocompatível, e isso é consequência de outra particularidade, a elevada resistência à corrosão.

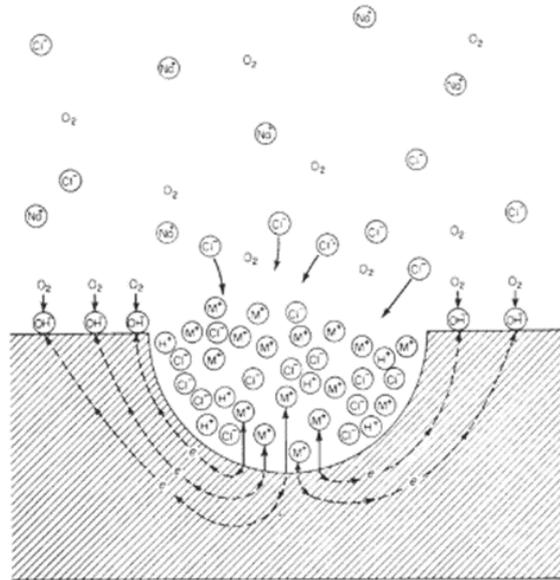
2.3.1 Corrosão do Nitinol

Neste ponto, a liga comporta-se como uma liga de Titânio, tendo a mesma camada de TiO_2 formada no Titânio puro. Esse óxido estável é formado na superfície do material como um filme aderente e protetor, gerado espontaneamente quando exposto ao ar ou umidade, devido à alta reatividade e afinidade do metal pelo oxigênio, acontecimento conhecido como passivação. (FIGUEIRA, N. 2008)

Apesar do filme ser estável, o contato com fluidos fisiológicos, como em sua utilização na medicina, pode gerar reações eletroquímicas, visto o meio agressivo do corpo humano, podendo ainda ser intensificadas com solicitações mecânicas e desgaste. Os íons de cloro, pertencentes ao plasma, podem ser dissolvidos em pontos que a camada não está completamente desenvolvida, formando uma interface metal/cloro, uma vez que as reações são influenciadas pela composição, estrutura e rugosidade da superfície.

Nesses pontos, a passivação é prejudicada e propicia a corrosão por pite, corrosão essa, caracterizada por sua ocorrência localizada, causando a formação de pequenos orifícios no metal, como uma espécie de poço.

Figura 4 - Representação do processo de corrosão por pite.



Fonte: FIGUEIRA, Nádia, 2008.

A perda da passivação em uma área, torna anódica a região, enquanto outra parte do metal torna-se catódico, iniciando de forma lenta, entretanto com rápida aceleração para o crescimento das picadas.

3 PROCESSO DE FABRICAÇÃO DA LIGA NITINOL

A composição química do Nitinol influencia diretamente nas propriedades que a liga irá apresentar, portanto, o processo de fabricação tem grande relevância no resultado. Impurezas presentes, podem impedir o uso de total potencial da liga além de fragilizar o produto e alterar suas temperaturas de transformação. O carbono e o oxigênio, são exemplos de elementos que atrapalham o bom uso da liga, reduzindo sua temperatura martensítica. (VECHIETTI, F. 2012)

3.1 FUSÃO POR INDUÇÃO A VÁCUO

O processo mais comum para a fabricação da liga, é pela fusão por indução a vácuo (VIM - Vacuum Induction Melting), onde são utilizados cadinhos de grafite de alta densidade para diminuir a contaminação de carbono, o qual pode levar à uma redução de Ti pela formação de carbeto de titânio (TiC), e por consequência, fragilizar o material. Com o produto fundido no cadinho, a movimentação do campo de indução

homogeniza ainda mais o resultado. Entretanto, ainda há uma certa contaminação de carbono pelo uso do grafite na composição do cadinho. (VECHIETTI, F. 2012)

3.2 REFUSÃO A ARCO SOB VÁCUO

Refusão a arco sob vácuo, VAR, é uma alternativa para a VIM. Neste modelo, a eliminação de carbono é uma das suas principais vantagens, isso ocorre em decorrência do uso do cadinho de cobre resfriado em água e a contaminação do oxigênio é minimizada através do forno em alto vácuo. (VECHIETTI, F. 2012)

Com este processo, forma-se um eletrodo com os componentes que é consumido pelo arco elétrico no cadinho, até sua completa fusão. A atmosfera inerte ou a vácuo, também ajuda a preservar a pureza do produto, sendo necessário realizar todo o processo de fusão neste formato, visto que o titânio é altamente reativo na sua temperatura de fusão.

A desvantagem desse método está relacionada à dificuldade de controle da homogeneidade da composição química, dado que pode ocorrer a evaporação de componentes e, conseqüentemente, alterar a temperatura de transformação martensítica. Muitas vezes, o lingote formado é dividido em pequenos pedaços e fundido novamente a fim de garantir uma melhor mistura dos componentes. Entretanto esse retrabalho, é muito custoso. Sendo um processo mais utilizado para o refinamento dos produtos feitos através do VIM.

3.3 METALURGIA DO PÓ

Com a metalurgia do pó, há maior precisão na composição e também na microestrutura do produto final, sendo outra saída muito aplicada na fabricação do Nitinol. Mistura-se partículas de Níquel e Titânio junto com pós de lubrificantes, que tem como objetivo reduzir o atrito entre os pós e molde na compactação. Feita a homogeneização das partículas, faz-se a compactação no interior do molde flexível, com formato pré-estabelecido e uso de fluido pressurizado a fim de facilitar a retirada do molde. (VIEIRA, A. 2013. JAMSHIDI, P. 2022)

A compactação pode ser realizada pela prensagem uniaxial ou isostática. Na uniaxial, é utilizado uma matriz fixa e a pressão é feita na direção uniaxial. Geralmente utilizada para peças sem grandes detalhes. Diferentemente da isostática, onde utiliza-

se uma matriz flexível que junto com fluido pressurizado facilitam a retirada do molde. A compactação neste formato oferece também uma melhor distribuição da pressão sobre toda a superfície.

O aspecto do pó, é extremamente importante nesta etapa, visto que grânulos irregulares resultam em um material mais poroso devido a dificuldade do preenchimento homogêneo no molde. Outro ponto importante na compactação, é o conhecimento da compressibilidade à verde, que é quanto que a pressão exercida pode densificar a massa de pó, visto que a massa sofrerá uma diminuição do tamanho ao aumentar a densidade da peça. (GOUVÊA, C. 2008)

O produto passa então pelo processo de sinterização em ambiente controlado, onde ocorrem as ligações das partículas, formando sua microestrutura. É feito abaixo da temperatura de fusão, cerca de $\frac{2}{3}$ da temperatura de fusão do material, sendo elevada o suficiente para levar à difusão atômica, por meio da redução da energia e da área superficial.

Entretanto, em alguns trabalhos, mostra-se uma dificuldade na sinterização da liga, atingindo a homogeneização, porosidade e densidade. Pois temperaturas muito altas, acima de 942°C, levam à fundição parcial que aumenta a homogeneidade, mas acabam resultando em mais poros no material. A solução encontrada é a sinterização em dois estágios, onde a primeira parte é feita abaixo da temperatura eutética, e a segunda acima dessa. Dessa forma, há fundição parcial, e assim, homogeneização, mas sem a perda de densidade.

Para ligas com Ti, é comum a utilização de alto vácuo a fim de evitar a formação de uma camada de óxido na superfície, devido a elevada reatividade do titânio, a mínima presença se 1,0% de oxigênio pode gerar uma redução de 92,6°C da temperatura de transição da martensita e levar à uma fase frágil na peça. Ainda assim, podem ocorrer formações de fases intermediárias como NiTi_2 e NiTi_3 , às quais não apresentam memória de forma, e de óxidos devido à alta reatividade do titânio com a presença do oxigênio. (GODOI, R. 2015)

3.4 TREFILAÇÃO

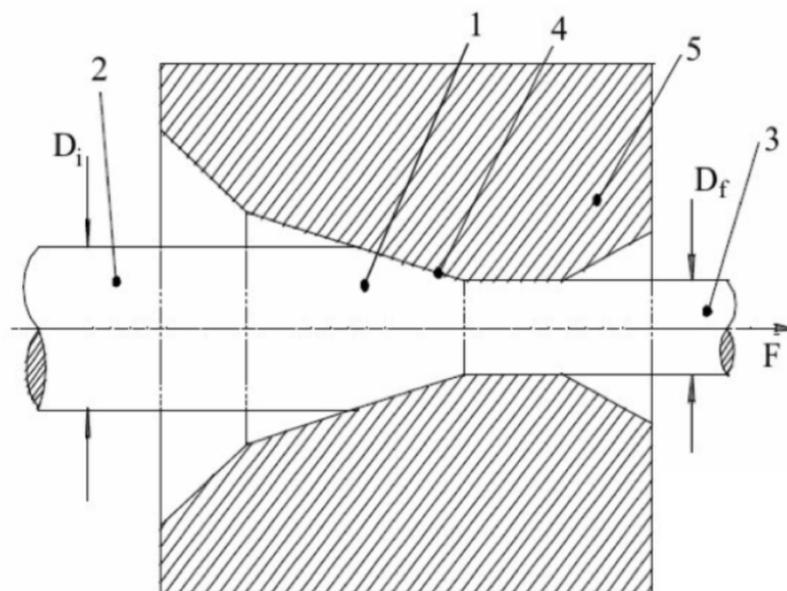
Como este trabalho tem o objetivo de apresentar o uso de fios de Nitinol, o processo mais utilizado de conformação neste formato é a trefilação. Esse processo,

garante ótimo acabamento superficial e boas tolerâncias de dimensão, produzindo fios longos e de seções constantes. (MICHELON, M. 2006. GODOI, R. 2015)

São formados fios de pequenos diâmetros, através da passagem em alta velocidade do lingote em uma fieira, atribuindo a geometria e dimensão desejada. São utilizados lubrificantes não reagentes com o objetivo de facilitar esse processo.

Por meio da análise da imagem abaixo do processo de trefilação é possível caracterizar cada zona da fabricação:

Figura 5 - Processo de trefilação.



Fonte: MICHELON, Marcelo, 2006.

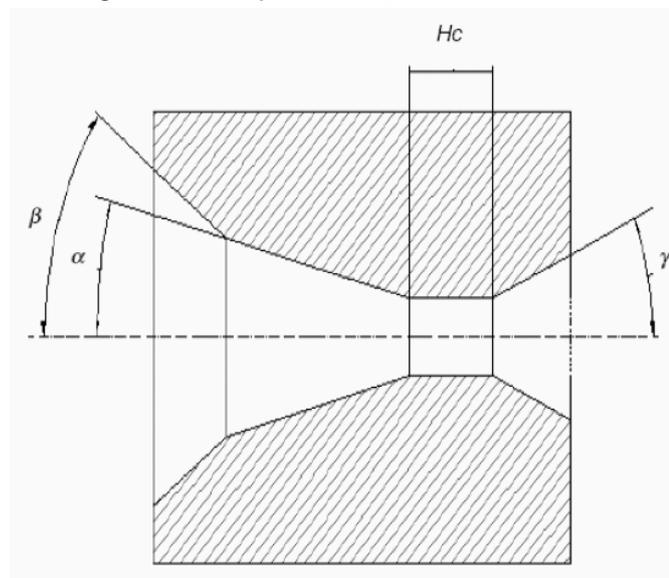
1. É a área onde há o comportamento plástico do material;
2. Tarugo que irá se conformar na fieira. É importante conhecer seus tratamentos e propriedades superficiais;
3. Produto trefilado;
4. Área onde o produto possui um comportamento elasto-plástico. Neste momento há atrito e desgaste da peça, sendo essencial o uso de lubrificantes;
5. Fieira, ferramenta de conformação nesse processo. Sua angulação, área de contato e movimento são imprescindíveis de serem conhecidos, dado que irão influenciar integralmente o resultado do processo e qualidade do produto final.

Na figura 6 temos a representação da ferramenta. A região de entrada, primeira etapa do processo é formada por 2, essa região é indispensável para conhecer a força

necessária para puxar o fio pela matriz, nela também há o uso de lubrificantes. Na área de ângulo 2, ocorre a deformação plástica do tarugo. Após isso, há a padronização das dimensões do fio, representada por H_c , altura e diâmetro, respectivamente. No ângulo 2, é a região de saída, nessa etapa, o produto sofre certa recuperação elástica. (MICHELON, M. 2006)

Após o processo de trefilação, ocorre um retorno elástico de 1 a 4% do diâmetro. Já com o uso do *plug*, consegue-se um melhor acabamento superficial, e um maior retorno elástico do diâmetro inicial, sendo de 3 a 6%, onde depois do recozimento pode chegar a 9%. (JAMSHIDI, P. 2022)

Figura 6 - Representação da Fieira.



Fonte: MICHELON, Marcelo, 2006.

Quando o material sai do equipamento é importante atentar-se com a oxidação do produto, devido ao contato do material quente com o meio.

Para conhecimento da força utilizada no processo de trefilação, tem-se F_t como Força de trefilação (N), S_f como área da secção transversal na saída da fieira (mm^2) e φ_A como a deformação real na área de secção transversal.

$$F_t = S_f \cdot k f_m \cdot |\varphi_A| \cdot \left(1 + \frac{\mu}{\alpha} + \frac{2}{3} \cdot \frac{\alpha}{|\varphi_A|} \right)$$

3.5 TRATAMENTO TÉRMICO

O tratamento térmico, tem por objetivo definir as propriedades mecânicas do material, como a superelasticidade e memória de forma. Definindo a microestrutura da liga. Entretanto, para o Nitinol, nem sempre é um processo fácil visto que diferentes propriedades podem ser requeridas, dessa forma, o processo de fabricação deve ser bem alinhado com seu emprego final.

3.5.1 Recozimento

Através da exposição da peça a alta temperatura, cerca de 700° C e 800° C durante um período de 5 a 15 min, e depois resfriado aos poucos, o recozimento, tem como objetivo trazer a memória de forma e a superelasticidade do Nitinol. Que por mais que sejam características intrínsecas do material, durante a conformação acabam sendo diminuídos em sua capacidade. (GODOI, R. 2015)

O resfriamento lento leva a formação de precipitados, os quais aumentam a quantidade de Ti na matriz e fazem com que as temperaturas de transição aumentem. Entretanto, um resfriamento rápido, também pode aumentar as temperaturas de transformação por consequência da tensão ao reter a martensita residual. (ABNT F2004-17, 2017)

O recozimento faz um rearranjo das discordâncias que foram inseridas durante os processos anteriores, sendo reposicionadas com a finalidade de originarem sub contornos de grão, criando uma estrutura livre de discordâncias para a ocorrência do movimento dos contornos de macla.

3.5.2 Envelhecimento

Através do envelhecimento, as temperaturas finais de transformação de fase são estabelecidas, sendo dependente da composição final da liga. Visto que quando a composição está muito próxima da homogeneidade equiatômica, quanto maior a temperatura de envelhecimento, maior a temperatura da transformação de fase. Já quando há maior quantidade de níquel, o aumento da temperatura de envelhecimento faz com que a temperatura de transformação seja menor, como consequência de

menores precipitações. Além da temperatura a ser utilizada na faixa de 400°C a 600°C, o tempo também é associado ao resultado do ensaio. (GODOI, R. 2015)

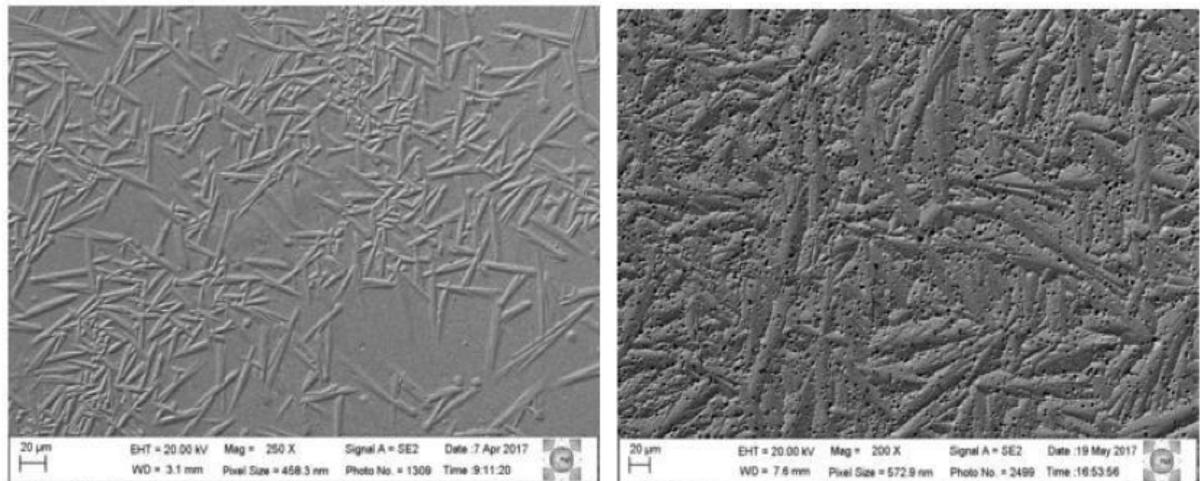
No decorrer do tratamento, são gerados precipitados, os quais garantem as propriedades buscadas, assim, para memória de forma, são necessários Ni_4Ti_3 , e para aumento da resistência mecânica, Ni_3Ti_2 por exemplo.

4 MICROESTRUTURA

A microestrutura do material será um grande resultado do processo de fabricação, composição final da liga e tratamentos térmicos submetidos, apresentando diferentes tamanhos e quantidades de martensita na matriz.

Na metalografia abaixo temos o Nitinol com efeito superelástico à esquerda, onde a compressão induziu transformações martensíticas. Já à direita, o mesmo estudo trouxe o fio de Nitinol com memória de forma, apontando uma matriz mais tomada de martensita ao ser submetido a processos térmicos. (FILHO, R. 2018)

Figura 7 - Microestrutura de Nitinol visto através de MEV.



Fonte: FILHO, Rivaldo Lins Rocha, 2018.

5 ENSAIOS

Após a fabricação da liga, é necessário verificar se suas propriedades estão dentro do esperado, de forma geral, e também de forma específica para cada aplicação. A realização da revisão bibliográfica permitiu a separação de alguns ensaios e caracterizações para a liga Nitinol de forma ampla.

5.1 CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA

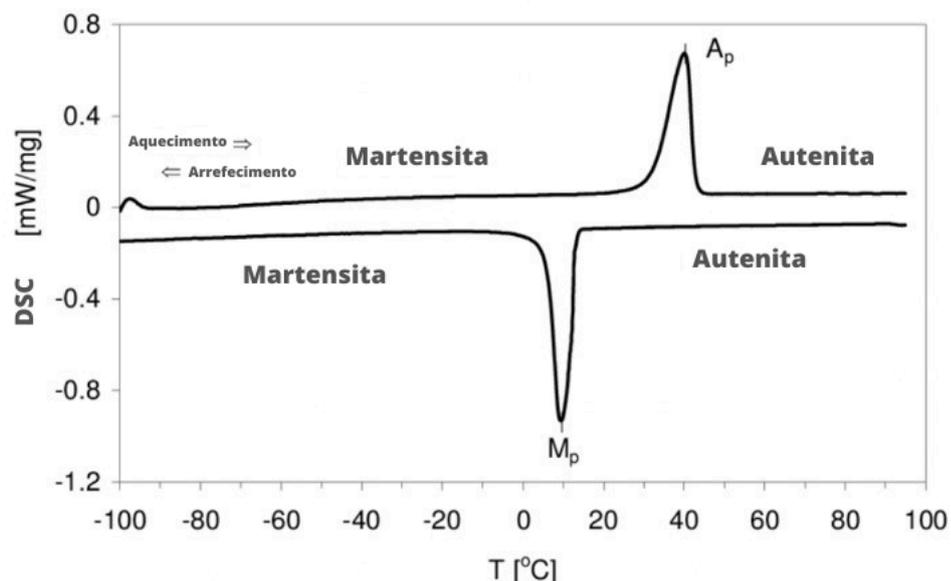
A Calorimetria Exploratória Diferencial, comumente conhecida como DSC, *Differential Scanning Calorimetry*, é a análise térmica em que amostra e material de referência, são submetidos a mudanças de temperatura, medindo a quantidade de calor emitida ou absorvida nas mudanças de fase. Ela tem como objetivo tornar conhecida as temperaturas de transição de fases, essenciais para a utilização de suas propriedades. (VECHIETTI, F. 2012. ASTM F2004-17, 2017. ABNT 15796-3, 2019)

No período de transformação de fase da amostra, a absorção de energia apresenta um pico endotérmico no aquecimento, e a liberação de energia, um pico exotérmico durante o resfriamento, onde ocorre a formação da martensita.

Para ligas metálicas como o Nitinol, que possui memória de forma, é importante estender a maior faixa de temperatura, desde temperaturas negativas até máximas de 500°C. De forma a evitar a oxidação, além do controle da temperatura, a atmosfera deve ser controlada realizando o ensaio a vácuo ou com gases inertes, como o nitrogênio e argônio.

Deve ser utilizado cadinho de alumínio e gás hélio para purga, taxa de aquecimento e resfriamento de 10 +/- 0,5°C/min. Abaixo, tem-se o gráfico com a curva DSC do Nitinol onde os picos mostram as transformações de fase ocorridas. (GODOI, R. 2015)

Figura 8 - Curva DSC do Nitinol.



Fonte: ABNT 15796-3, 2019, modificada pelo autor.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DE SUPERFÍCIE

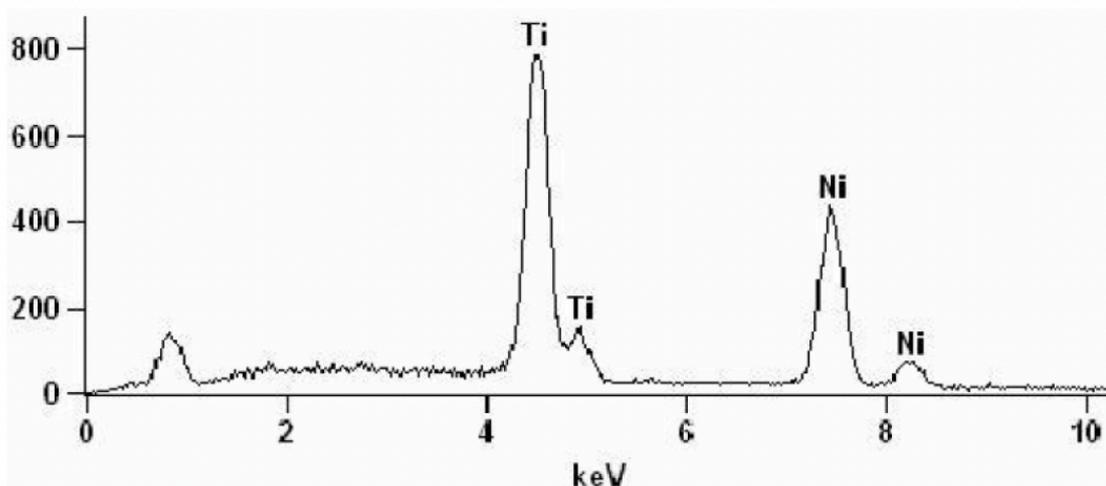
Parte do resultado de toda a aplicação de um material, depende de sua superfície e como ela interage com o meio em que está. Portanto, é essencial o conhecimento do estado da face externa do material produzido. Como irá se comportar com alterações de temperatura, atrito, fadiga, entre outros, sempre com atenção aos pontos de transição das fases martensíticas para a austenita.

5.2.1 Microscópio Eletrônico de Varredura

Com o microscópio eletrônico de varredura, MEV, é possível analisar a superfície do material por meio de imagens ampliadas em até 300.000 vezes, devido a utilização de elétrons para a formação das imagens. Assim, vê-se características do material após a realização de diferentes tratamentos superficiais, como porosidade, ranhuras e heterogeneidade. (VECHIETTI F. 2012)

O uso de Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS, *Energy Dispersive Spectroscopy*), junto com o MEV, é possível a análise da composição química do corpo de prova por meio dos elétrons retroespalhados, como apresentado no gráfico abaixo. (GODOI, R. 2015)

Figura 9 - Exemplo de diagrama de espectroscopia por energia dispersiva do Nitinol.



Fonte: Knewitz, L. 2008.

5.2.2 Microscopia de Força Atômica

Com o uso do microscópio de força atômica, também é possível observar a superfície do material. Estudando dessa forma, sua rugosidade, dureza, rigidez, elasticidade e atrito.

O microscópio é composto por uma sonda em sua ponta que varre a superfície da amostra, medindo a interação entre os átomos da ponteira e da superfície da amostra. As forças de atração, Van Der Waals, atuam durante a varredura com uma distância de 100 nanômetros. Já a força de repulsão, também atuante no processo, é chamada de exclusão de Pauli, e age quando a sonda entra em contato com a superfície. (VECHIETTI, F. 2012. GODOI, R. 2015)

A luz do laser incidente reflete na superfície do *cantilever*, sistema de armazenamento, e é refletido para um espelho o qual, novamente refletido, atinge um fotodetector de quatro secções. O fotodetector mede as deflexões do laser causadas pela rugosidade. Os resultados são codificados e transformados no mapa da superfície.

5.3 ENSAIO DE TRAÇÃO

"O ensaio de tração fornece informações sobre a resistência e a ductilidade dos materiais submetidos à tração uniaxial". (ABNT NBR 15796-5)

Com a aplicação de carga de tração uniaxial na amostra, o ensaio leva à deformação e ruptura da mesma. A fim de conhecer o limite de escoamento e a resistência à tração que o material, após sua fabricação e tratamentos feitos, irá apresentar.

No Nitinol, o objetivo do ensaio é apresentar a superelasticidade e a memória de forma. Como já visto, a transformação da austenita libera calor, dessa forma, a velocidade de deformação deve ser limitada para que a perda de calor do material evite o aumento de temperatura e conseqüentemente influencie no resultado. Assim, o ensaio deve ser realizado em diferentes temperaturas indicando os diferentes comportamentos do material.

Os dados abaixo, mostram o limite de resistência à tração (LRT), deformação máxima e deformação plástica, sendo considerados valores de referência para o Nitinol

Figura 10 - Dados de referência para o Nitinol no ensaio de tração.

Referência	LRT* (MPa)	Deformação Máxima (%)	Tensão de Patamar (MPa)
(MatWeb, 2015)	960	15,5	N/D
(MatWeb, 2015)	1070	17,50	N/D
(MatWeb, 2015)	1240	12	N/D
(SASHIHARA, 2007)	895	10	N/D
(CAMPISTA, 2005)	1223	15,2	417
(CAMPISTA, 2005)	1300	14,9	420
(CAMPISTA, 2005)	1357	13,7	386
(SANTOS, 2006)	1090	20	240
(SANTOS, 2006)	1050	15	125

Fonte: MICHELON, M. 2006.

5.4 ENSAIO DE DUREZA

O ensaio de microdureza para fios de Nitinol deve seguir o modelo de Vickers em razão do pequeno tamanho das amostras, ele possui escala contínua e as marcas feitas geralmente são tão pequenas que não inutilizam as peças. Ele tem como objetivo, medir a resistência ao risco que o material terá em relação a outro, conhecendo assim a conformidade da peça. (RIJEZA, 2023)

O corpo de prova é submetido à penetração de um diamante e o resultado é o quociente da carga que foi aplicada pela área deixada na amostra. Não é necessário fixar o valor da carga, visto que a impressão é proporcional. Entretanto, para saber a área registrada, precisa-se conhecer as medidas das diagonais vistas através do microscópio acoplado no equipamento.

6 USO DO NITINOL NA MEDICINA

Devido suas propriedades físicas, mecânicas e químicas, como as difundidas superelasticidade e memória de forma, a biocompatibilidade é que garante sua aplicação como material na medicina. Para isso, vários tratamentos de superfície devem ser realizados, a fim de garantir que o Ni não tenha contato direto com o organismo.

O uso de metais na medicina teve seu início no século XX, porém, sem grande conhecimento eram aplicados materiais não compatíveis com o corpo humano, resultando em reincidências cirúrgicas ou morte em pouco tempo. A partir da década de 30 estudos sobre corrosão em fluidos corpóreos começaram a ser aplicados na busca de melhores aplicações. (NASCIMENTO, S. 2013. LUZ, A. 2008)

O aço inoxidável, descoberto em 1912 por Harry Brearley, é uma liga de ferro e cromo, conhecida pela sua ótima resistência à corrosão. Garantindo assim grande uso na medicina, além de apresentar baixo custo e facilidade no processamento. O aço mais utilizado para aplicações médicas é o AISI 316L, o qual possui alta resistência à oxidação.

Na década de 40, o Titânio e ligas com sua presença foram introduzidos no meio, e na década de 60, teve-se a descoberta da liga NiTi, a qual já na época, chamou muita atenção. Entretanto, seu uso foi mais adotado na medicina 30 anos mais tarde com o avanço da tecnologia para tratamentos e ensaios, visando cada vez mais uma melhor aplicabilidade da liga.

Ainda hoje, para aplicações biomédicas, as ligas de Titânio são mais recomendadas que aço inoxidável, ligas de Cromo-Cobalto, e outras mais. Devido às suas propriedades como na deformação elástica, onde o aço inoxidável sofre menos de 1% até sua deformação plástica, enquanto o Nitinol chega de 8 até 10%. Outras ligas também apresentam memória de forma, entretanto, grande parte não apresenta esse retorno em temperatura ambiente corporal para que tenha um bom uso como implantes.

Hoje, o maior uso da liga na biomedicina está relacionado com stents coronários, vasculares, radiais e femorais e fios ortodônticos. Mas é também utilizado para materiais ortopédicos, fios guias e componentes de instrumentos para cirurgias. Neste trabalho, será apresentado seu emprego em stents e na ortodontia.

7 USO DO NITINOL EM STENTS

Os stents são pequenos tubos autoexpansíveis usados para o tratamento de partes vasculares e não vasculares estreitadas do corpo. Teve seu início em 1964, com Dotter e Judkins, os quais fizeram o procedimento de angioplastia com o uso de cateter de dilatação em circulação periférica. Entretanto, era alto o índice de

reestenose, quando o estreitamento do vaso volta a restringir o fluxo de sangue. (LUZ, A. 2008)

Assim, em 1969, Dotter, propôs o implante de prótese endovascular que promovesse a sustentação da parede do vaso depois da intervenção cirúrgica. Esse implante, stent, era inicialmente tubos plásticos, os quais levavam à trombose dos pacientes em até 24 horas. Os resultados começaram a melhorar quando alteraram o material para aços inoxidáveis.

Na Europa, aconteceram várias adaptações e aprofundamentos da técnica, como Andreas Grüntzig que desenvolveu um cateter de dilatação com dupla luz e um balão não elástico usando-os em artérias femorais e poplíteas. Em 1977, iniciou-se o uso para artérias coronárias, impulsionando a cardiologia. Dez anos mais tarde, Sigwart e sua equipe tiveram o primeiro sucesso ao implantar um stent na circulação coronária humana.

Inúmeros ensaios clínicos tiveram seu início, propondo viabilidade e grau de segurança no implante. E em 1992, foram levantados dados para apresentação ao *Food and Drug Administration* (FDA) aprovando a prótese para o tratamento da oclusão aguda por angioplastia transluminal coronária (ATC).

O próximo passo então, era diminuir a reestenose. Kimura e equipe, apresentaram as menores taxas com o stent de Palmaz-Schatz, sendo de 13% apenas. Contudo, havia-se ainda uma alta taxa de complicações hemorrágicas e vasculares devido a longa permanência no hospital. A estadia era necessária a fim de evitar trombose aguda pelo processo de coagulação após o implante das endopróteses coronárias.

Estudos de Serruys e Nobuyoshi mostraram que a reestenose angiográfica tem tendência a se desenvolver entre dois e seis meses após a angioplastia. A reestenose é um processo complexo e em algum nível todos que passaram pela cirurgia sofrem, ela tem início após a ATC com o recolhimento elástico e perda de 17 a 50% do diâmetro do balão inflado. Associado a isso, ainda podem ocorrer vasoespasmo, agregação plaquetária e formação de trombo. O vaso passa por um remodelamento, onde ocorre a diminuição da capacidade após dilatação, esse efeito, pode ser considerado um dos principais elementos da reestenose.

Mediante Kuntz, foi demonstrado que o stent está associado ao aumento imediato da luz arterial, caminho onde há o fluxo de sangue, visto o suporte que o

stent dá à parede do vaso, sela as dissecções, impede o remodelamento e recolhimento elástico.

Com o uso do ultrassom intracoronário os estudos posteriores de Mintz demonstraram os efeitos benéficos dos stent, sendo ainda mais completo e positivo que outros dispositivos de angioplastia.

Com estudos cada vez mais específicos para diminuição da reestenose, foi identificado a melhora da implantação quando associado à medicação antiplaquetária. Por meio do estudo BENESTENT II, estudo europeu *Belgian Netherlands Stent*, avaliou o tratamento com o implante Palmaz-Schatz recoberto com heparina, sendo ela ainda administrada 6, 12 e 36 horas após a cirurgia. Na última fase do estudo, a heparina e cumarínicos, anticoagulantes, foram alterados pelo ácido acetil-salicílico (aas) e ticlopidina, anti agregante plaquetário. Não houve relatos de trombose subaguda e as complicações vasculares foram zeradas da primeira para a última fase, os dias de internação também diminuíram para 3,1 dias e a taxa de reestenose foi de 6%.

Com relatos de trombose pelo stent, o uso dos anticoagulantes foi apontado como os responsáveis. Palmaz e equipe, demonstraram em estudo que a deposição plaquetária era menor com o uso de heparina, aas, dipiridamol e dextran, também foi apresentado uma incidência menor com anticoagulantes orais do que com tratamento antiplaquetário.

Em 1995, na França, provou-se um novo regime de medicação, apresentando que seria necessário o tratamento antiplaquetário, sendo capaz de inibir a interação entre células endoteliais e plaquetas.

O aas inibe a formação de plaquetas de tromboxane A₂, através da ciclo-oxigenase, de forma que haja uma diminuição da adesão e agregação plaquetária. A ticlopidina contrapõe a interação do fibrinogênio com os receptores das glicoproteínas da membrana plaquetária, com efeito máximo de 3 a 6 dias. Com esses medicamentos agregado ao uso de heparina por 30 dias, a equipe teve uma taxa de TSA de 1,2%. Atualmente a ticlopidina não é mais utilizada devido seus grandes efeitos colaterais, como a queda plaquetária e alterações hepáticas não podendo ser utilizada por muito tempo. Hoje, na mesma classe de medicamentos, utiliza-se o clopidogrel ou ticagrelor, remédios mais novos e com menos efeitos colaterais.

Já com bons resultados angiográficos, a expansão do stent ainda precisava ser melhorada, visto que 80% eram feitas de formas inadequadas. Todo leve estreitamento dentro do stent poderia causar a diminuição no fluxo, gerando circunstâncias para TSA. Alterando o foco da anticoagulação para a otimização da implantação.

Em novo estudo feito por Colombo e sua equipe, seria feito somente tratamento antiplaquetário, e na otimização do implante, foi preciso uso de pressões mais altas. Desse formato, apenas 0,9% dos pacientes apresentaram TSA. O STRUT, *Stent Treatment Region Assessed by Ultrasound Tomography*, apresentou estudo pela angiografia com o ultrassom de 48% dos stents com expansão pobre, 11% aposição incompleta à parede do vaso e 17% com dissecções marginais. Sendo proposto os seguintes critérios: expansão completa da prótese, aposição completa à parede do vaso e cobertura completa da lesão. A fim de alcançar um caminho uniforme dos vasos, com hiperinsuflação de balões não complacentes combinado com o calibre normal do vaso.

Alguns fatores de risco para TSA permanecem, tais como: síndromes coronárias agudas, vasos pequenos, lesão ostial, doença distal, presença de trombo intra coronários ou dissecção residual.

7.1 PROPRIEDADES NECESSÁRIAS

Para um ótimo emprego do Nitinol para fios de stent, alguns requisitos precisam ser atendidos para manter as artérias abertas e prevenir a reestenose, buscando sua melhor eficiência e segurança do paciente.

A biocompatibilidade é um desses requisitos, onde os fios devem ser feitos de materiais que não causem reações adversas no paciente em curto e longo prazo. Para isso, deve-se atentar para potenciais de corrosão e ângulo de molhabilidade. Visto que a hidrofobicidade está relacionada com o quanto que o fio de Nitinol se permite molhar, o que é importante para a aplicação em stents, pois a superfície precisa garantir que haja atividade celular, possibilitando o crescimento e proliferação de células. Assim, junto com a não corrosão, reitera a biocompatibilidade do material. (VECHIETTI, F. 2012. GODOI, R. 2015. NASCIMENTO, S. 2013. LUZ, A. 2008)

O fio também deve ser flexível o suficiente a fim de facilitar sua inserção e posicionamento com precisão nas artérias, mas também suficientemente rígido para

manter sua forma e suportar a pressão arterial. O módulo de elasticidade do Nitinol costuma ser baixo para garantir a boa aplicação. (VIEIRA, A. 2013)

A memória de forma garante a compressão para que o stent possa ser inserido no vaso, e em seguida, sua expansão para seu diâmetro original a fim de manter o vaso aberto. do stent ao ser inserido na artéria. É dependente da temperatura de transição da austenita, uma vez que precisa estar na faixa da temperatura corporal. (MICHELON, M. 2006)

Outra propriedade essencial para aplicação do stent, pois permite a deformação do fio sem a deformação plástica ou fratura do mesmo. Trabalha junto com a memória de forma, facilitando a compressão do stent para inserção, utilizado no stent com aplicação por cateter. Além disso, a superelasticidade faz com que o stent se adapte a diferentes regiões do corpo, onde existem diferentes diâmetros, pressões e contrações musculares.

7.2 TIPOS DE STENT

Há, atualmente, dezenas de modelos disponíveis de stents, sendo divididos em grupos com base na forma de liberação e expansão, são esses: stents metálicos que podem ser expansíveis por balão e autoexpansíveis, biodegradáveis, farmacológicos e radioativos.

O stent metálico é mais convencional, formado por uma trama de aço inoxidável, podendo ser de Nitinol ou Cobalto-Cromo, esse formato não possui revestimento e age na sustentação dos vasos. (LUZ, A. 2008)

Com a colocação do stent metálico, as células do vaso sanguíneo crescem ao redor e ajudam a manter o stent no lugar correto em primeiro momento, mas com o passar do tempo, o crescimento excessivo das células pode levar a reestenose.

O stent expansível por balão, também é feito também de metal, ele é comprimido dentro de um cateter de balão e tem seu diâmetro final determinado pelo tamanho do balão quando cheio.

O cateter é colocado até a obstrução, então o balão é enchido com mistura de solução salina e meio de contraste, para melhor visualização da posição correta através da fluoroscopia. Com o posicionamento correto do stent, deve-se esvaziar o balão e por fim, retirar o cateter.

Figura 11 - Colocação de stent expansível por balão.



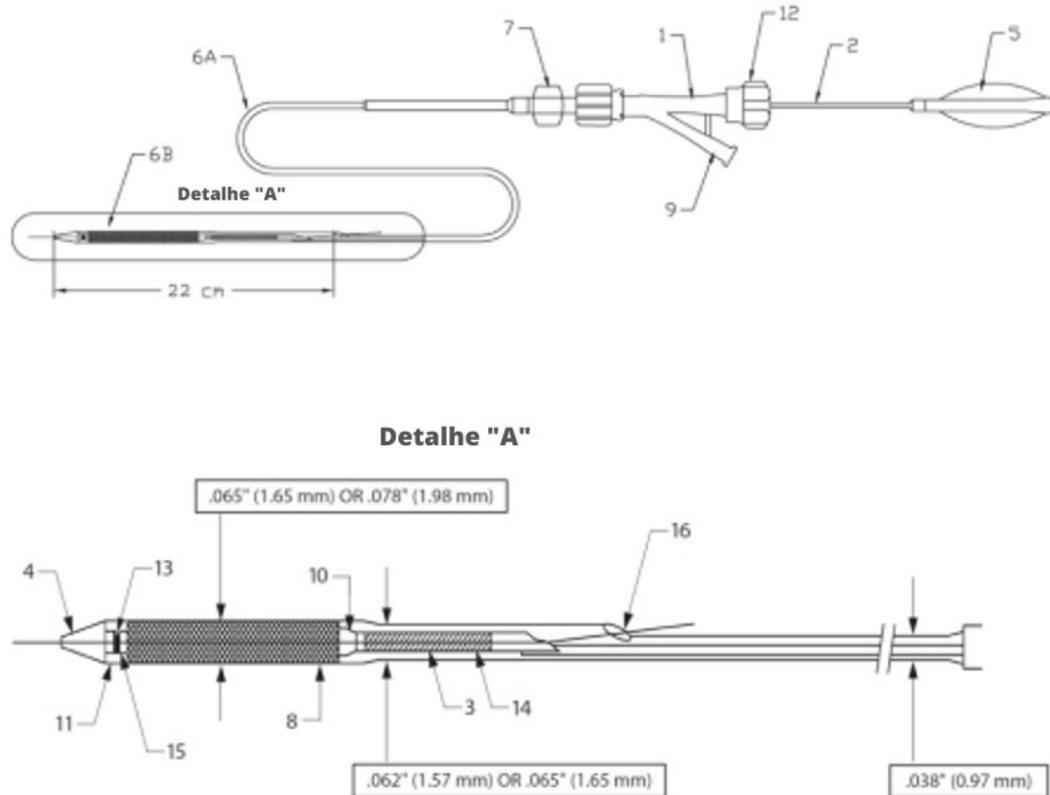
Fonte: Crystal Light, 2023.

Esse tipo de stent possui uma melhor precisão para ser colocado e apresenta boa resistência à compressão radial, porém, são pouco flexíveis, não indicados para implantações próximas às articulações, volta de ossos e ligamentos.

Na figura abaixo, tem-se o stent autoexpansível, é possível visualizar o sistema de aplicação do stent, onde o stent fica comprimido dentro do espaço entre o corpo interior (6A) e a secção distal da bainha exterior (6B), localizado entre os marcadores distais e proximais (10) do stent no corpo interior. (FRANÇA, L. 2008)

O stent é expandido até seu diâmetro normal quando liberado do cateter de colocação, devido ao efeito de memória de forma presente no Nitinol. Esse tamanho, é pré-estabelecido durante o processo de fabricação, variando entre 2,5 e 3,5 mm para artérias, por exemplo.

Figura 12 - Sistema de stent de Nitinol Cordis Precise Pro RX.

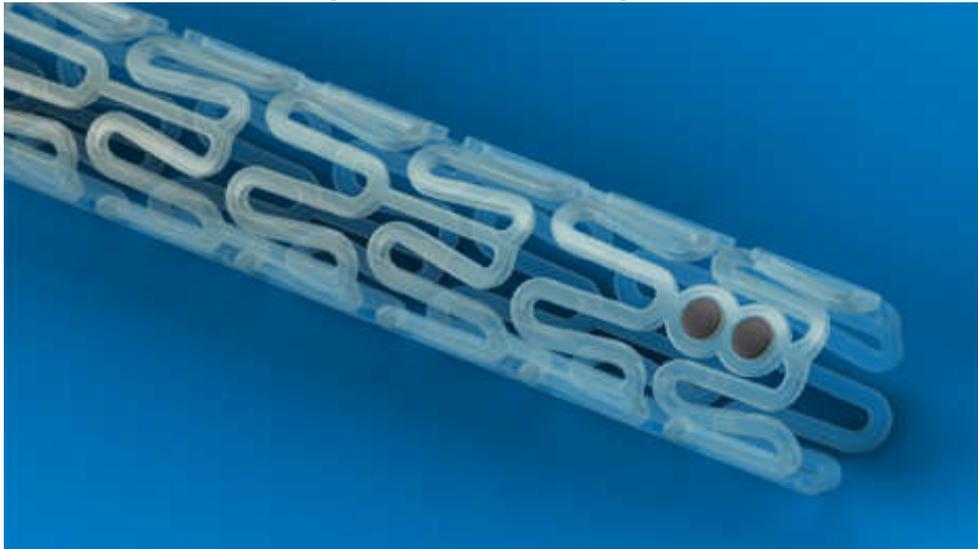


Fonte: Cordis, 2022.

Esses stents possuem alta flexibilidade e são fáceis de serem implantados, entretanto, possuem pequena resistência à compressão radial, sendo mais indicados para eixos aorto-ilíaco e femoro-poplíteo, carótidas e lesões não-ostial da artéria subclávia.

O stent biodegradável é formado por polímeros de poliácido lático, permitindo uma estrutura mais flexível e que é absorvida ao longo do tempo ao transformar-se em ácido lático após 2 a 3 anos. Pode ser também revestido com o fármaco everolimo ajudando no controle de coágulos. (CORDIS, 2022)

Figura 13 - Stent biológico.



Fonte: Estado – Medicina Intensiva, 2022.

O stent recoberto com fármacos também é feito com uma malha de metal, entretanto, também possui o objetivo de liberar o remédio diretamente na artéria, ajudando a evitar a formação de coágulos e assim, diminuindo as chances da reestenose. Os medicamentos com ação anti-inflamatória são liberados lentamente, são esses: sirolimo, paclitaxel, zotarolimo ou everolimo.

Possuem um valor mais elevado, sendo mais indicado em pacientes que possuem um risco maior de reincidência, como diabéticos, pessoas com lesões nos vasos sanguíneos obesos, idosos e pacientes que necessitam da colocação de vários stents.

O stent radioativo, apresenta a liberação de baixas doses de radiação ionizante, ele reduz o risco de formação e acúmulo de tecido da cicatrização além do retorno ao entupimento da artéria.

É um stent pouco utilizado, com indicação reduzida à braquiterapia intracoronariana, como uma radioterapia usada na prevenção da reestenose em pacientes que apresentaram obstrução mesmo após o uso de outros tipos de stent.

7.3 FABRICAÇÃO DOS STENTS DE NITINOL

Dentro da cardiologia existem variadas formas e tamanhos de stents para diferentes tratamentos, os mais conhecidos são os stents para artérias com cerca de

3 mm, mas há também stents para a aorta que já possuem bifurcação e diâmetro maior, entre 19 e 32 mm. (NASCIMENTO, S. 2013. ESTADO, 2022)

A estrutura do stent está muito relacionada com a formação do trombo (quando há a formação de coágulo sanguíneo), pois instantes após a inserção do implante, há o depósito de fibrina e outras proteínas na estrutura, tendo assim aderência de plaquetas e leucócitos na superfície do stent, contribuindo para a formação inicial do trombo e de células endoteliais.

O diâmetro das hastes do stent merece atenção, visto que ele influencia a resposta da hiperplasia intimal, que é o aumento da quantidade de células junto ao aumento de gordura na camada íntima, diminuindo a luz do vaso. Poucas hastes, mais espaçadas, mesmo que bem distribuídas, geram uma hiperplasia intimal maior do que a que ocorre no stent com mais hastes e de maior diâmetro, pois os últimos têm mais área de obstáculos à migração celular. (LUZ, A. 2008)

Como visto, além dos diferentes tipos de implantes, o modo de fabricação também interfere no resultado da cirurgia. Os stents, entre outras formas, podem ser fabricados através de corte a laser, metalurgia do pó e trançado de fios.

7.3.1 Corte a laser

É o método mais indicado atualmente, produz uma estrutura forte e possui baixo encurtamento do stent. O corte é feito no tubo da liga metálica, tanto de Nitinol como cromo e cobalto (liga também utilizada para stents), formando a típica malha.

O feixe é controlado de laser faz então a usinagem conforme molde computadorizado através do movimento circular e translacional do tubo. (MEDTRONIC, 2022)

Terminada a primeira parte, já com formato final, a peça ainda passa por uma imersão em meio ácido, conhecida como decapagem, a fim de retirar a oxidação superficial que surge naturalmente durante o processo de corte. A seguir, aplica-se um tratamento térmico a vácuo para alívio de tensões e ajuste do tamanho de grãos da liga. Neste momento, o stent adquire suas características mecânicas como flexibilidade e memória de forma. Um eletropolimento ainda é preciso, para a formação da camada de proteção da superfície do stent, ajudando a evitar o processo de corrosão. O último passo, é a esterilização e montagem do sistema.

7.3.2 Fios trançados

Os fios trançados permitem maior flexibilidade ao stent, característica importante para áreas tortuosas dos vasos, além da possibilidade de recolhimento de aproximadamente 87%. Entretanto, podem apresentar baixa conformidade às paredes arteriais, devido sua rigidez e as superfícies irregulares das paredes. Seu encurtamento é alto, podendo ser de até 50% do comprimento inicial do stent. (LUZ, A. 2008)

7.3.3 Metalurgia do pó

A metalurgia do pó vem se mostrando interessante para a fabricação de implantes, devido à estrutura porosa obtida deste processo. São feitos stents com porosidade de 30 a 70% e tamanho do poro entre 60 e 100 μm com a presença de fase líquida na fabricação. (VIEIRA, A. 2013. GODOI, R. 2015)

Seu processo de manufatura segue o mesmo já apresentado para o Nitinol, entretanto, a prensagem deve ser feita de forma isostática, garantindo uma distribuição homogênea da pressão sobre a superfície do molde, devido ao seu formato complexo.

O uso da usinagem é muito corriqueiro, a fim de garantir com excelência o acabamento final. Entretanto, o Nitinol acaba desgastando muito o ferramental de fresas e de torneamento, sendo mais empregado a usinagem a laser ou por eletroerosão e processos de corrosão fotoquímicos.

7.4 ENSAIOS

Após a fabricação dos stents, são necessários ensaios específicos para sua validação e aplicação. Entretanto, quando se utiliza o Nitinol, há ensaios ainda mais particulares, visto a preocupação com a presença do Níquel, metal que ao dissolver-se em nosso organismo, pode levar à uma citotoxicidade, hipersensibilidade e distúrbios na função de órgãos. Portanto, a superfície do stent deve ser tratada e não possibilitar a degradação da liga.

7.4.1 Molhabilidade

A reação do organismo em relação a inserção do stent é basicamente uma consequência das propriedades superficiais apresentadas, como a hidrofiliabilidade, rugosidade e composição química. A rugosidade afeta a fixação, orientação e proliferação celular, onde stents com maiores rugosidades, apresentam um maior crescimento e adesão de células. A composição química está completamente relacionada com o processo de corrosão e toxicidade, sendo mencionada no próximo tópico. E a hidrofiliabilidade, é o processo de molhabilidade da superfície. (NASCIMENTO, S. 2013)

O ângulo de molhabilidade entre uma gota de líquido e a superfície em que ela está, define a capacidade de um líquido molhar uma superfície ou não. Essa característica é importante para o uso do Nitinol em stents, pois é necessário que a superfície seja favorável à atividade celular, crescimento e proliferação de células, uma vez que, quanto maior a molhabilidade, maior a interação da superfície do stent com o ambiente inserido. Dessa forma, o stent não é visto como um corpo estranho frente às outras células. (LUZ, A. 2008)

Ao aplicar uma gota líquida sobre uma superfície horizontal e plana, a molhabilidade será apresentada pelo ângulo de contato entre a linha tangente à superfície do líquido e a tangente da superfície. Assim, quando o ângulo for maior que 90° não há interação, diz-se, portanto, que a superfície não molha. Já quando o ângulo for menor que 90° , a superfície molha e é chamada de hidrofílica, de forma que quando menor a relação entre as tangentes, mais hidrofílica será a superfície, e mais interação entre meio e peça haverá.

A molhabilidade está relacionada com a rugosidade, sulcos e ângulo de contato, como também, com o equilíbrio termodinâmico entre o sistema das interfaces: sólido, líquido e o vapor, onde que o ângulo de contato representa uma medida quantitativa da molhabilidade.

Ela é vinculada com a energia de superfície, pois tecidos vivos influenciam no comportamento celular, tanto na propriedade de resistir a água como de deixar-se molhar. Toda superfície de sistema apresenta um excesso de energia ao comparar com o interior do material, assim a energia de superfície é o aumento da energia livre do sistema pela área superficial. Sendo descrita da seguinte maneira:

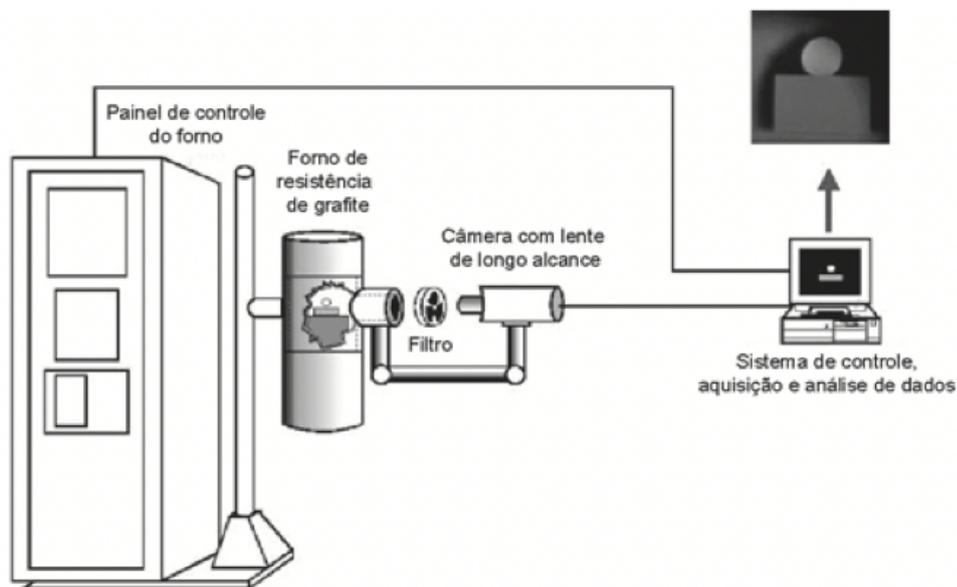
$$dw_r = -\Delta G = \gamma \cdot dA$$

Onde dW_r é o trabalho reversível, ΔG , a energia livre do sistema e dA a área superficial.

Para o conhecimento da molhabilidade de uma superfície, tem-se o método da gota séssil, processo mais utilizado atualmente. O qual coloca-se o material de menor ponto de fusão sobre a superfície preparada e leva-se ao aquecimento até completa fusão do material. Após isso, o sistema é levado à temperatura de ensaio. Através desse formato é analisada a maior ou menor capacidade hidrofílica do material.

Na figura abaixo, tem-se um esquema de ensaio de molhabilidade pelo método da gota séssil:

Figura 14 - Esquema de ensaio de molhabilidade.



Fonte: LUZ, A. P. 2008.

7.4.1.1

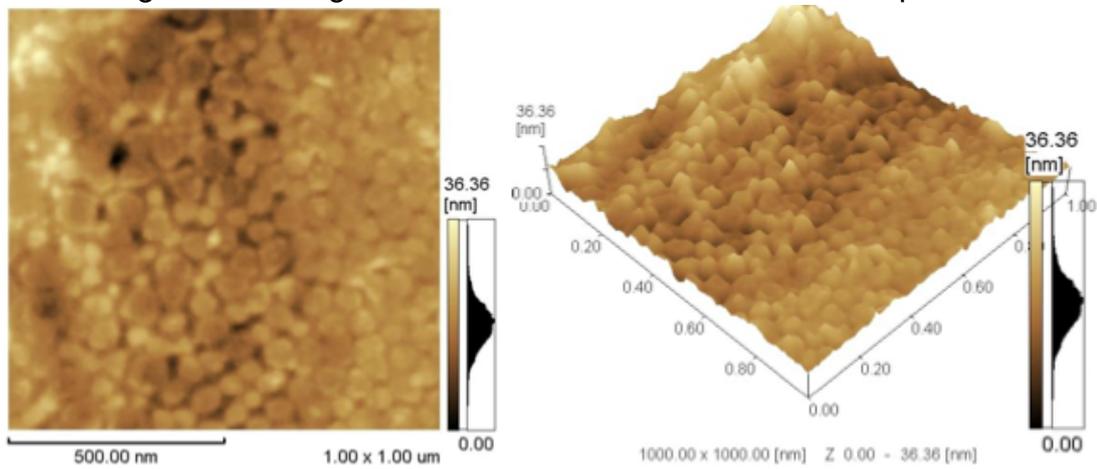
Resultados na Literatura

No estudo feito por Stephane Nascimento, *Tratamento superficial do Nitinol para aplicação biomédica*, o ensaio de molhabilidade foi realizado em comparação entre dois tipos de amostras: o Nitinol com e sem tratamento superficial.

O primeiro tratamento proposto é o eletropolimento. Para isso, as amostras foram eletropolidas com densidade de corrente de $0,125 \text{ A/cm}^2$ à 7°C e com agitação

mecânica durante 4 minutos. Na imagem abaixo é possível verificar a morfologia e topografia da superfície.

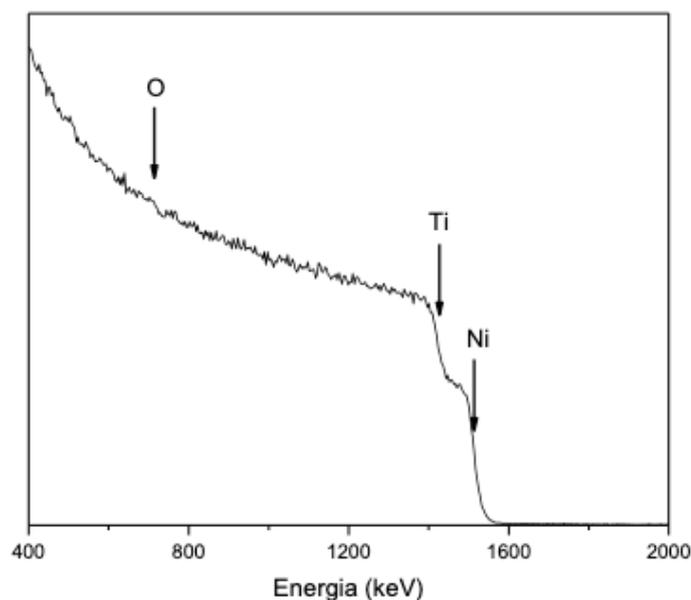
Figura 15 - Imagem de AFM 2D e 3D da amostra eletropolidada.



Fonte: NASCIMENTO, S. 2013.

Foi realizada a análise da composição química da superfície através do espectro de RBS (Espectrometria de retroespalhamento de Rutherford) para verificar se o eletropolimento diminuiu a quantidade de níquel existente no exterior da peça, essencial para aplicação na medicina. Com o gráfico abaixo, pode-se notar o patamar de Ti e Ni, com curvas bem semelhantes apresentando ainda a presença de Níquel na superfície do material.

Figura 16 - Gráfico da análise RBS da amostra.



Fonte: NASCIMENTO, S. 2013.

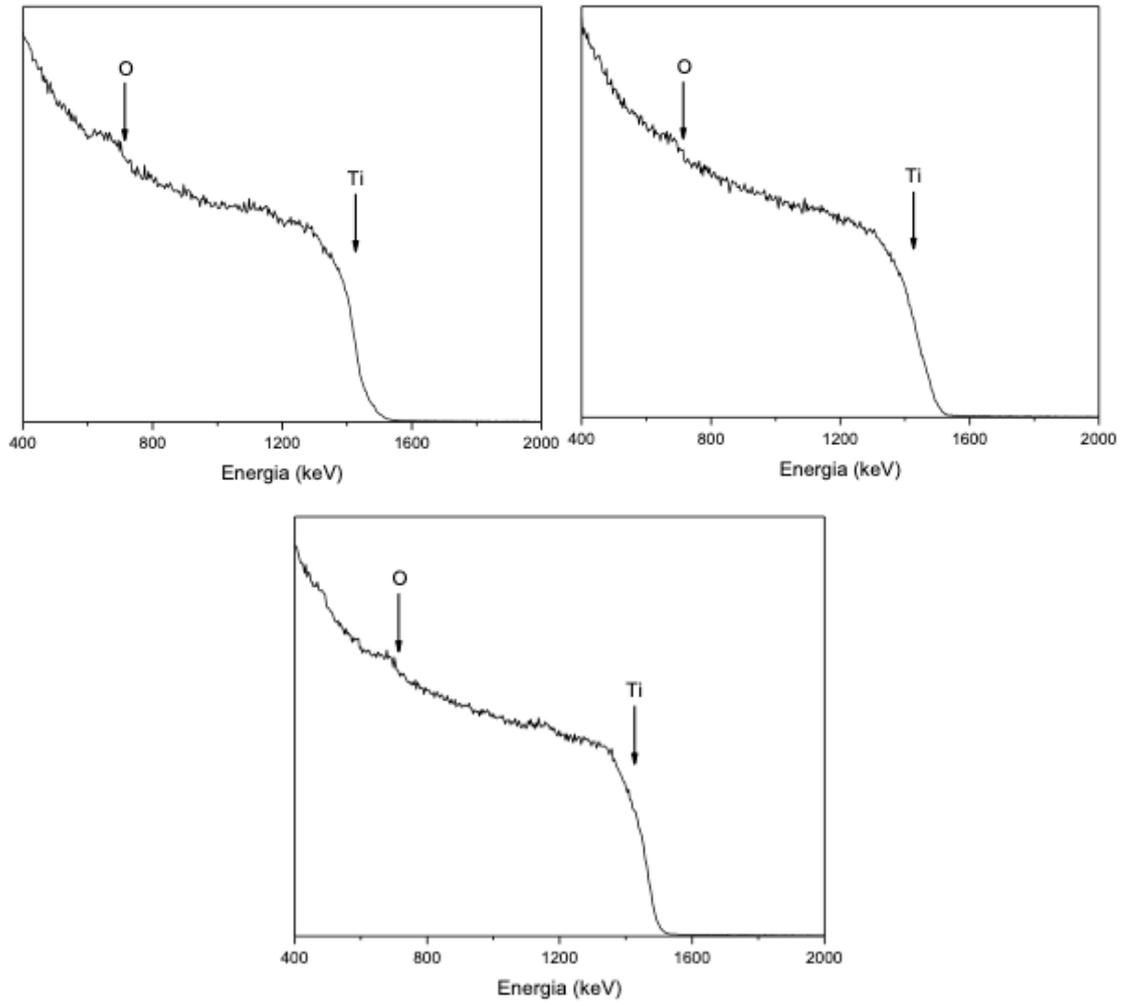
Com isso, alterou-se o processo para anodização:

As amostras tiveram diferentes etapas para ensaio: A1, lixada, eletropolida e anodizada por 10 minutos, A2, lixada, eletropolida e anodizada por 30 minutos, A3, lixada e anodizada e A4, lixada, polida mecanicamente e anodizada.

Os corpos de prova que foram eletropolidos, seguiram o tratamento mencionado, visto já dado como melhor resultado da etapa anterior. O polimento mecânico se deu com lixa de carbeto de silício grana #2000, seguido com pasta de diamante para diminuição da rugosidade micrométrica. A diferença de tempo empregada na anodização tem como objetivo verificar a diferença com uma maior deposição do filme anódico.

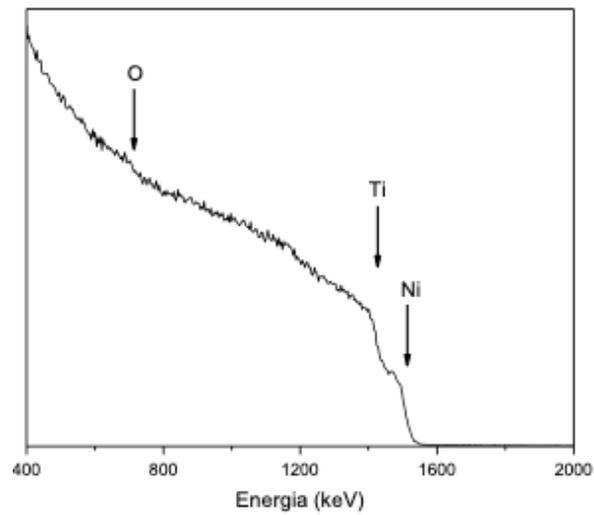
Segundo os resultados da análise de RBS, Figura 17, as amostras A1, A3 e A4 não apresentam níquel em suas superfícies, de forma que o pré-tratamento realizado não interfere diretamente no resultado. Entretanto, já a amostra A2 volta a aparecer o Níquel, indicando que com o aumento do tempo de anodização, o que contribuiria para o espessamento da camada de filme, também contribui para o seu rompimento, tornando a aparecer o níquel na superfície.

Figura 17 - Gráficos de análise RBS da amostra A1, A3 e A4, respectivamente.



Fonte: NASCIMENTO, S. 2013.

Figura 18 - Gráfico de análise RBS da amostra A2.



Fonte: NASCIMENTO, S. 2013.

Com as amostras anteriormente citadas, o ensaio de molhabilidade pelo método da gota séssil foi realizado. Dessa forma, pode-se avaliar como o filme formado durante a anodização interfere ou não na adesão celular.

Tabela 1 - Ângulo de contato das amostras de Nitinol.

Amostra	Ângulo de contato
A1	45,57 ± 8,11
A2	87,34 ± 11,38
A3	60,15 ± 4,44
A4	61,63 ± 4,31
Lixada	59,12 ± 9,30
Como Recebida	85,80 ± 8,21

Fonte: NASCIMENTO, S. 2013.

A partir dos resultados, pode-se observar que a amostra mais hidrofílica foi a A1 (lixada, eletropolida e anodizada por 10 minutos). As amostras A3 e A4 também tiveram ângulos menores, sendo considerados hidrofílicos também. Entretanto, a amostra A2, anodizada durante 30 minutos, aumentou muito o ângulo de contato, já caracterizando uma superfície hidrofóbica. O aumento da rugosidade micrométrica existente em A2 também faz com que o ângulo de contato seja maior, visto que são diretamente proporcionais.

7.4.2 Ensaio de Corrosão para Stents

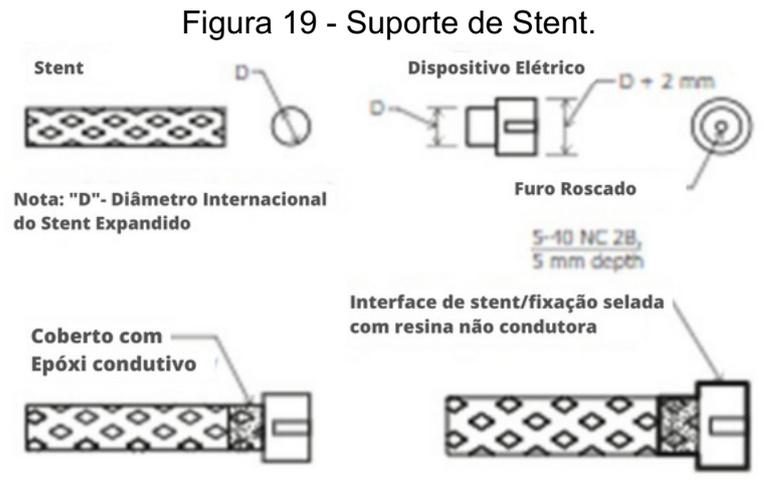
Com o uso do Nitinol para a fabricação de stents, o ensaio de corrosão tem como objetivo garantir a biocompatibilidade da liga no corpo humano, não permitindo que o níquel tenha contato com o meio e, conseqüentemente, cause reações alérgicas devido sua toxicidade. As normas ASTM F2129, G3, G5 e G125 dão base para a realização do mesmo.

O ensaio deve ser feito com o produto acabado, pronto para uso, os quais, geralmente, são submetidos a simulações de uso. As amostras são usadas como eletrodos de trabalho. Utiliza-se o potenciostato a uma faixa de potencial de -0,6 a 1,6 V e uma faixa de saída de corrente anódica de 1,0 a $10^5 \mu A$.

Amostras curtas de fio ou bobina podem ser mantidas suspensas em um dispositivo de fixação. Expondo-as à interface ar/líquido que fica sujeita a corrosão em fendas localizadas. A área de superfície da amostra deve ser calculada com base na

área de superfície do stent em contato com a solução de teste. Se as amostras evidenciarem corrosão nessa região, deve ser selado com revestimento impermeável. (DENTON, M. 2005. SULLIVAN, S. 2017)

O método para assegurar stents ou dispositivos cilíndricos consiste em um mandril como mostrado na figura abaixo:

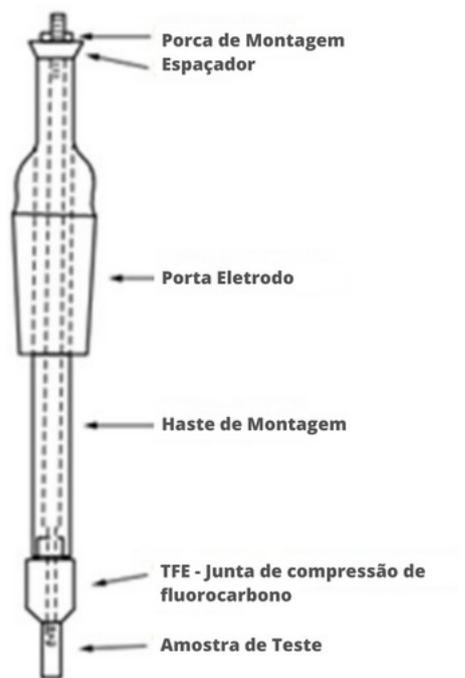


Fonte: ASTM F2129, 2020, modificada pelo autor.

O eletrodo de referência utilizado, é o Eletrodo de Calomel Saturado (SCE), o qual tem sido o eletrodo padrão para estudos gerais de corrosão. Ele é composto por cloreto de mercúrio, conhecido como calomel, originando o nome.

Dois eletrodos auxiliares (contra eletrodos) são também utilizados, podendo ser de platina ou grafite, ambos de alta pureza, garantindo que não sejam contaminados durante o teste. A área de superfície do eletrodo deve ser pelo menos quatro vezes maior que a área da superfície da amostra. Os eletrodos são montados em um suporte conforme demonstrado no protocolo.

Figura 20 - Amostra no suporte do eletrodo.



Fonte: ASTM G5, 2020, modificada pelo autor.

Usa-se um capilar de Luggin com conexão de ponte de sal entre o eletrodo de trabalho e de referência. Os níveis da solução nas células devem ser os mesmos a fim de evitar a sifonação.

A célula de teste, ou de polarização, deve ser constituída de material que não corra, ou contamine a solução, considerando vidro de borossilicato e fluorocarboneto adequados. Seu volume deve permitir que a solução cubra a amostra e o contra eletrodo, evitando alterações do pH durante o ensaio. A célula precisa estar adequadamente selada para evitar o acesso do oxigênio e possuir um borbulhador para liberação de gases de escape.

Deve-se ensaiar em banho maria, mantendo a temperatura da solução de teste a $37 \pm 1^\circ\text{C}$. O método de aquecimento precisa ser cuidadosamente escolhido de forma a evitar a criação de ruído eletromagnético, gerando um desvio de deslocamento no sistema.

O meio utilizado para o ensaio, deve ser a solução salina tamponada com fosfato (PBS). Ajustando o pH do eletrólito conforme necessário para a solução. É importante que seja utilizado o pH de 7,4 a fim de simular o sangue e fluido intersticial.

A aplicação de gás nitrogênio também deve ser feita, e tem como função a eliminação do ar da solução, reduzindo a concentração de oxigênio dissolvido. Feito

necessário para determinação dos potenciais críticos de corrosão (E_{corr}) e de proteção (E_p).

Quanto maior o potencial crítico de corrosão (E_{corr}), mais resistente o metal é à corrosão por pite. Se o potencial de proteção (E_p) for alto, o metal é considerado muito resistente à corrosão em fendas. Se houver alguma histerese, o metal pode ser suscetível à corrosão em fendas. Entretanto, para materiais que exibem um valor de E_{corr} acima da faixa fisiológica de potenciais, a presença de histerese durante a varredura não indica necessariamente a suscetibilidade à corrosão em fendas em condições fisiológicas normais. Se o metal não for repassivado até que um potencial abaixo do potencial de repouso (E_r) seja alcançado, é muito suscetível à corrosão em fendas.

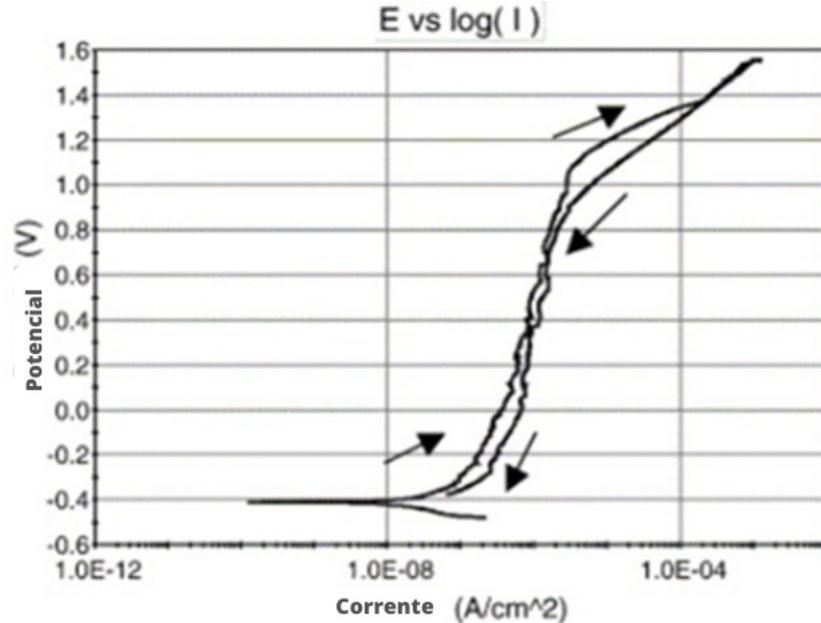
7.4.2.1 *Resultados na Literatura*

Devido a importância do estudo da corrosão do stent, foram compilados ensaios para apresentação de parâmetros, segundo os trabalhos *Corrosion evaluation of wear tested Nitinol wire*, de M. Denton e J. C. Earthman e *The effects of surface processing on in-vivo corrosion of Nitinol stents in a porcine model* de Stacey Sullivan e Daniel Madamba.

O primeiro a ser observado, realizou teste de desgaste acelerado antes do ensaio de corrosão, permitindo que as válvulas sejam testadas em uma taxa acelerada de até 20Hz, para que os efeitos do desgaste ao longo do tempo possam ser verificados. As amostras foram tratadas termicamente em banho de sal e eletropolidas até o acabamento espelhado. O teste de corrosão foi executado em solução fisiológica de Hank a temperatura de $37,3 \pm 1^\circ\text{C}$. Feito o ensaio segundo as normas mencionadas, apresenta-se os seguintes resultados: (DENTON, M. 2005)

Devido ao seu eletropolimento, verificou-se boa resistência à corrosão com potenciais de ruptura maiores que 800 mV.

Figura 21 - Gráfico potenciodinâmico cíclico após desgaste acelerado, stent de tamanho 19 mm.



Fonte: DENTON, M. 2005, modificada pelo autor.

Na curva acima é observado ruídos durante o teste, provavelmente, ocasionado devido à superfície não uniforme durante o processamento.

Todos os parâmetros de corrosão, Potencial de corrosão (E_{corr}), Densidade de corrente de corrosão (I_{corr}), Potencial de quebra da passivação (E_{bd}) e Potencial de repassivação (E_{prot}), obtidos com as curvas potenciodinâmicas cíclicas estão listadas na tabela abaixo:

Tabela 2 - Parâmetros de corrosão.

Amostra	E_{corr} (mV)	I_{corr} (nA/cm ²)	E_{bd} (mV)	E_{prot} (mV)
23 mm antes do desgaste acelerado	-152	35	950	800
19 mm depois do desgaste acelerado	-410	18	1200	800
23 mm depois do desgaste acelerado	-300	2	1100	900
29 mm depois do desgaste acelerado	-404	9	1200	900

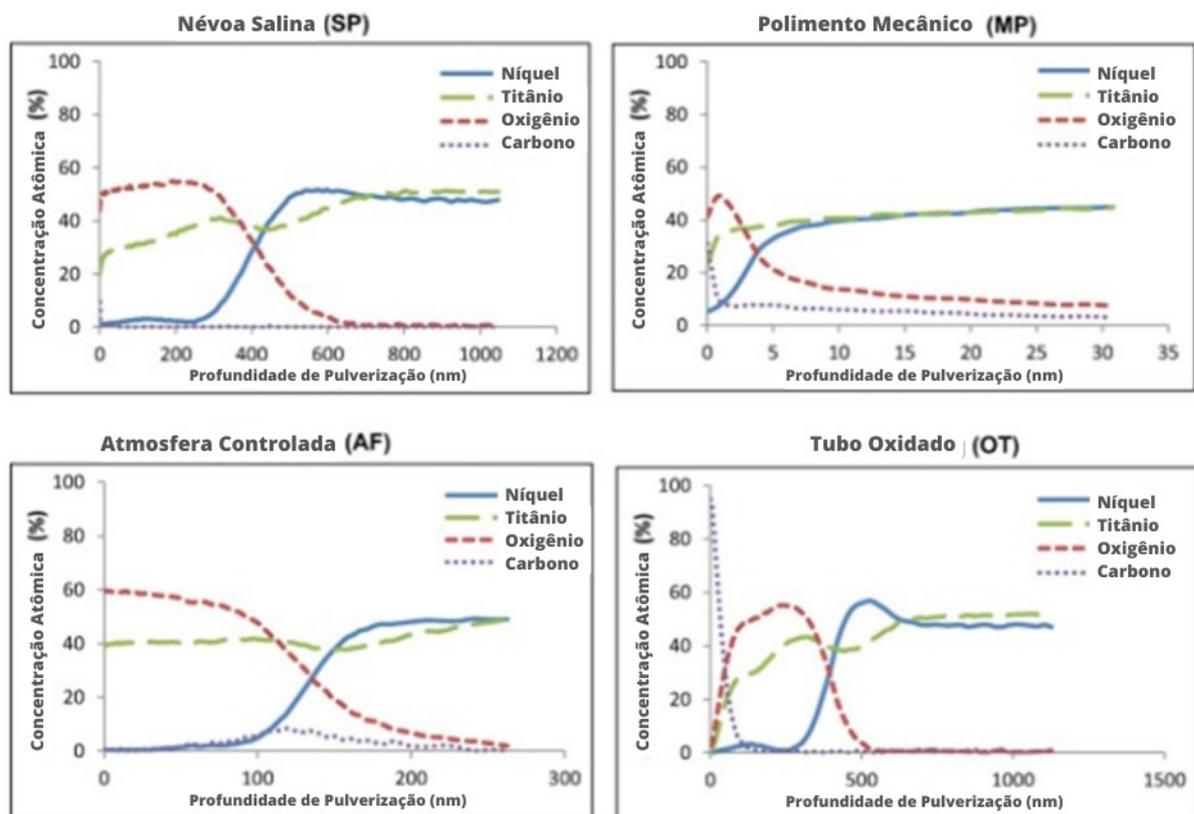
Fonte: DENTON, M. 2005.

Vê-se que o fio de Nitinol processado apresentou bons resultados de resistência à corrosão com e sem o teste de desgaste acelerado. Isso é mostrado pelos valores de potencial de ruptura maiores que 1100 mV obtidos durante as varreduras de polarização do potencial cíclico. Um E_{bd} mais alto, geralmente significa uma região maior de resistência à corrosão. Os valores I_{corr} foram muito mais baixos após 200 milhões de ciclos de desgaste, podendo ocorrer em consequência a uma

camada de passivação formada durante o teste pela interface salina e o ar. Menores valores indicam uma camada de proteção mais uniforme.

Em outro trabalho, quatro condições de superfície foram criadas usando diferentes métodos de processamento: Salt Pot (SP), polimento mecânico (MP), Air Furnace (AF) e Oxidized Tube (OT). O teste de corrosão, realizou-se segundo as normas. Nos gráficos abaixo, são mostradas diferentes composições da camada de óxido, consequência dos diferentes processamentos de superfície os quais resultaram em cores distintas para cada grupo de stent, indicando camadas de óxidos exclusivas.

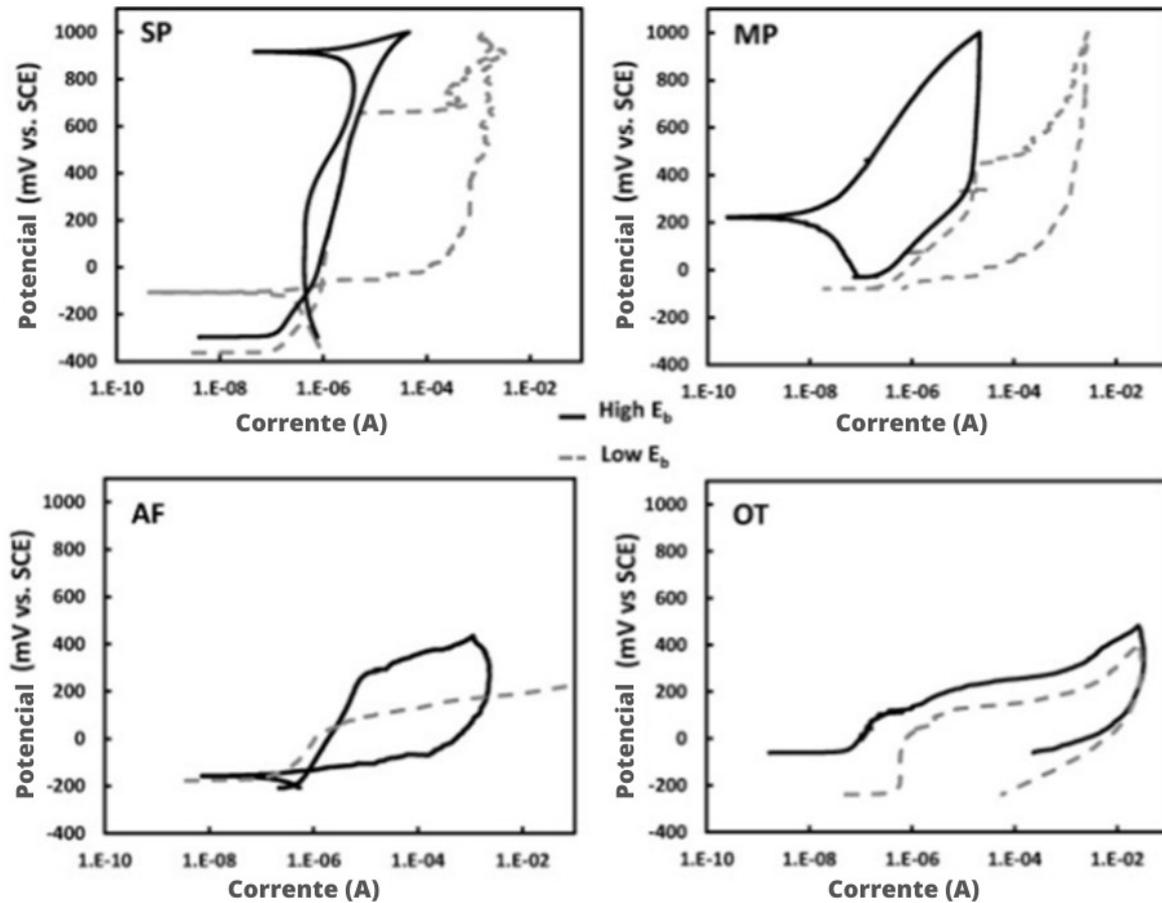
Figura 22 - Gráficos de profundidade de Auger de diferentes superfícies de stent exibindo a química e a composição da camada de óxido.



Fonte: SULLIVAN, S. 2017, modificado pelo autor.

Novamente o ensaio de corrosão demonstrou diferença no comportamento entre diferentes processamentos, os stents MP e AF, tinham potenciais de repouso semelhantes e aproximadamente 100 mV mais anódicos em comparação com os SP e OT. Onde os stents SP exibiram a maior resistência à corrosão por pite e MP com segundo maior potencial de ruptura. (SULLIVAN, S. 2017)

Figura 23 - Curvas de polarização potenciodinâmica para stents SP, MP, AF e OT, mostrando a ruptura mínima e máxima, linha pontilhada e preta, respectivamente.



Fonte: SULLIVAN, S. 2017, modificado pelo autor.

Com esses resultados, pode-se observar a importância do processamento do stent antes da realização do ensaio, podendo ter vários fatores que trazem consequências diretas aos resultados. Portanto, é inevitável a execução do ensaio de corrosão para cada processo, garantindo a segurança na implantação.

7.4.3 Ensaio de Fadiga

O ensaio de fadiga deve ocorrer com o stent em seu estado final de aplicação, com o objetivo de garantir que ao estar no corpo humano, ele poderá suportar cargas mecânicas cíclicas. Caracterizando a vida útil da amostra, com diferentes cargas aplicadas e análises estatísticas. (WEAVER, J. 2022)

O teste de fadiga para fios com flexão cíclica deve ser feito segundo a ASTM E2948, *Standard Test Method for Conducting Rotating Bedding Fatigue Tests of Solid Round Fine Wire*, que descreve um ensaio para obter a resistência à fadiga de

materiais metálicos cujas deformações são predominantemente elásticas e lineares, sendo de fácil aplicação e com altas velocidades de teste. Já o ambiente, deve seguir os padrões implementados pelo FDA, específicos para dispositivos médicos implantados.

O fio utilizado deve ser menor ou igual a 1,60 mm de diâmetro, seguindo a especificação de fio fino, conforme a F562. Sendo submetido a uma tensão constante de flexão enquanto gira em uma velocidade fixa. O objetivo da rotação é criar uma tensão de flexão invertida em qualquer ponto do fio.

O meio utilizado deve imitar os fluidos corpóreos, como a solução salina tamponada por fosfato (PBS) e a temperatura em 37°C. É importante para a verificação da transformação de fase do stent, ela deve ser constante garantindo que não haja o aquecimento da peça.

Pode-se realizar o ensaio de flexão rotativa guiada (Figura 24) ou não guiada (Figura 25), o primeiro modo é mais recomendado para peças que estarão sob alta tensão de flexão, a qual pode levar a transformações de fase, como é o caso dos stents. Possui o nome de flexão rotativa guiada pois o mandril guia mantém a geometria da amostra.

Uma extremidade do fio é conectada a um eixo, que deve passar por uma bucha a fim de diminuir a vibração e levar a resultados mais reais. Na sequência, o fio é dobrado ao redor do mandril, que deve ser de material de baixo atrito. A outra extremidade, é colocada em um mandril intermediário, para que o fio gire livremente.

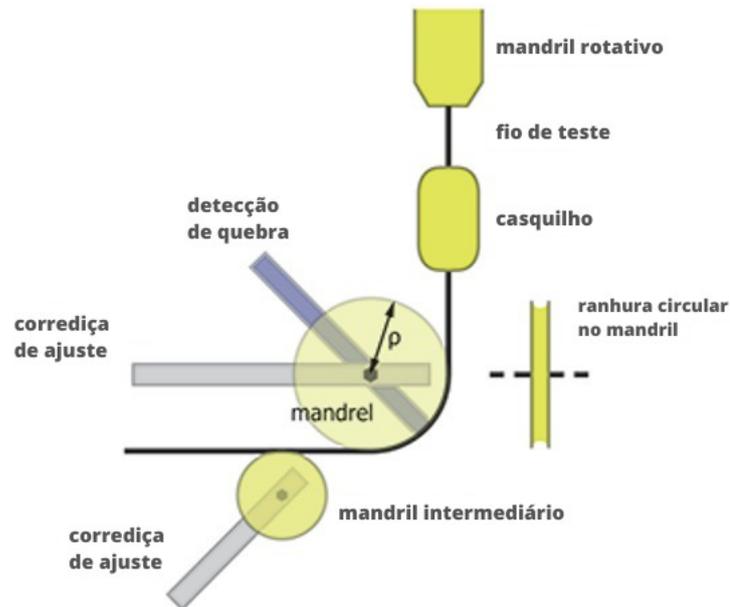
Ao girar, a amostra é dobrada no mandril até que ocorra uma falha, encerrando o teste. A detecção da fratura é feita a partir da conexão de um fio metálico, resistente à corrosão, com o corpo de prova. Assim, a detecção da fratura é feita pela continuidade elétrica entre as pinças, quando o contato é feito em um material fraturado o ensaio é encerrado e o contato de ciclo para.

O mandril está completamente relacionado com a amplitude da deformação por fadiga, seu raio de curvatura e o diâmetro do fio influenciam diretamente no resultado do ensaio. Para isso, deve-se atentar ao mandril escolhido para que garanta que a amplitude específica seja alcançada.

A escolha dos materiais utilizados no ensaio também deve ser feita com cautela, a fim de garantir o melhor estado para sua realização. O uso de mandris poliméricos, podem diminuir o atrito e desgaste superficial dos fios, as guias metálicas

não são recomendadas, por mais que com o uso de lubrificantes, e uma ranhura no mandril pode auxiliar na estabilidade do fio.

Figura 24 - Ensaio de flexão rotativo guiado, segundo a norma ASTM E2948.

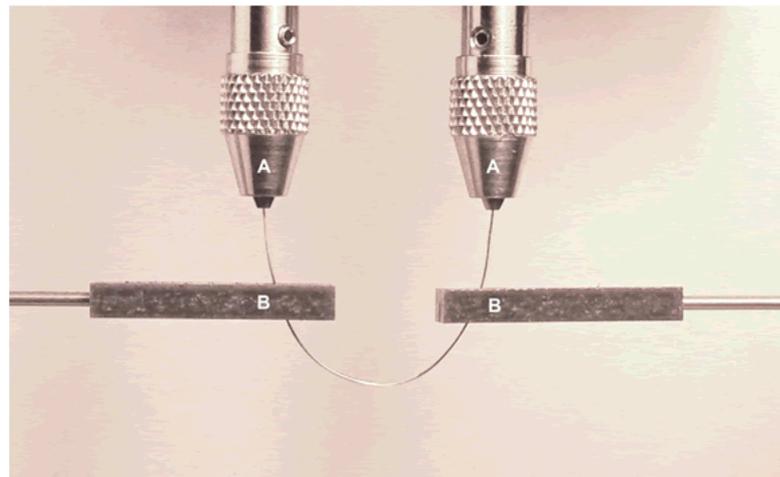


Fonte: ASTM E2948-22, 2022, modificado pelo autor.

O outro modo, ensaio de flexão rotativa não guiada, tem as extremidades do fio conectada a dois eixos acionados, paralelos e com rotação contrária. A amostra é girada na geometria do arco até que ocorra falha e encerre o ensaio. A distância entre os eixos de rotação e o comprimento do corpo de prova, resulta na deformação de flexão, dessa forma, é possível ajustar a deformação. Esses dois valores devem ter o mesmo tamanho para que o ensaio veja validado. Com essa relação, o momento de flexão nas pinças deve ser zero e a tensão axial desprezível em comparação com a tensão de flexão máxima no ponto médio da amostra. (ASTM E2948-22, 2022)

Para os materiais de suporte são indicados polímeros como polioximetileno ou politetrafluoretileno, esses, diminuem o atrito com o fio durante o ensaio. Assim como no processo com mandril, os suportes metálicos não são recomendados devido a maiores coeficientes de atrito e possibilidade de corrosão.

Figura 25 - Ensaio de flexão rotativo não guiado.



Fonte: ASTM E2948-22, 2022.

7.4.3.1 Resultados na Literatura

Como parte da segurança a ser demonstrada pelos fabricantes, o stent precisa garantir que pode suportar cargas mecânicas cíclicas. O artigo *On the influence of test speed and environment in the fatigue life of small diameter nitinol and stainless steel wire*, apresenta o ensaio para o Nitinol em estado recozido em comparação com o aço inoxidável submetido a um trabalho a frio. (WEAVER, J. 2022)

Foi realizado o ensaio de flexão rotativo não guiado em ambiente de PBS e Água Deionizada (DIW) à 37°C com pH em 7,4 e ar em temperatura ambiente, para o Nitinol, já com o aço, realizou-se o ensaio com guia em mesmos ambientes.

As velocidades foram de 72 e 9.000 RPM, onde o primeiro tinha como objetivo imitar o batimento cardíaco, e o segundo, com taxa acelerada para conclusão do teste com alto ciclo em tempo menor. Foi realizado o ensaio até fratura ou até 106 ciclos para a velocidade menor e 108 para a maior.

Durante o ensaio do Nitinol em ar, foi utilizado um ventilador para que o fio fosse resfriado durante o processo, com isso, pode ser visto nos resultados apresentados na Tabela 2 e 3, o número de ciclos para fratura com tensão alternada entre 0,8 e 2,0, aproximadamente, se eleva bastante ao comparar com os outros meios. O que também não é esperado pela literatura convencional, onde não é utilizado o ventilador, pois, há uma redução na vida útil, já que a transição de fase martensítica para austenita libera calor.

Tabela 3 - Vida média de fadiga e desvio padrão para fios de Nitinol em 72 RPM.

Deformação	72 RPM		
	DIW	PBS	Ar
2,0	762 ±75	774 ±31	1.020 ±91
1,2	3.107 ±222	3.694 ±471	6.828 ±578
1,0	5.927 ±408	7.914 ±567	15.341 ±1.141
0,9	10.068 ±825	15.435 ±1.023	23.697 ±4.817
0,8	15.747 ±2.594	31.226 ±18.827	48.678 ±494.567
0,7	1.000.000 ±341.989	1.000.000 ±392.398	1.000.000 ±0
0,6	1.000.000 ±0	1.000.000 ±0	1.000.000 ±0

Fonte: WEAVER, J. 2022.

Tabela 4 - Vida média de fadiga e desvio padrão para fios de Nitinol em 9.000 RPM.

Deformação	9.000 RPM		
	DIW	PBS	Ar
2,0	1.352 ±304	1.587 ±220	1.126 ±190
1,2	5.417 ±554	4.795 ±175	6.959 ±703
1,0	10.953 ±890	8.884 ±624	16.041 ±2.673
0,9	15.504 ±2.234	15.992 ±1.378	21.256 ±1.751
0,8	25.936 ±625	23.172 ±6.350	29.665 ±2.694
0,7	55.141 ±8.927.357	18.920.441 ±11.236.586	52.451 ±40.601.500
0,6	100.000.000 ±0	100.000.000 ±7.875.174	100.000.000 ±0

Fonte: WEAVER, J. 2022.

A fim de obter resultados mais próximos com o esperado, o ensaio foi refeito sem fluxo de ar, na deformação de 0,8, 1,2 e 2%. Na tensão de 2%, pode-se notar uma grande redução nos ciclos de vida ao comparar com a tabela anterior. Já nas outras condições, não se encontra uma diminuição proporcional, assim, pode-se concluir que apenas uma transformação mínima de fase estava ocorrendo nas deformações de 0,8 e 1,2% de forma que a geração de calor não influenciou o resultado.

Tabela 5 - Vida média de fadiga e desvio padrão para fios de Nitinol em ensaio complementar.

Deformação	Ar		
	72 RPM	9.000 RPM	9.000 sem fluxo de ar
2,0	1.020 ±91	1.126 ±190	752 ±44
1,2	6.828 ±578	6.959 ±703	6.720 ±393
0,8	48.678 ±494.567	29.665 ±2.694	33.901 ±3.108

Fonte: WEAVER, J. 2022.

O dano de fadiga no fio de Nitinol, possui certas singularidades, já que é produzido uma camada de óxido na superfície da peça quando exposto em ambiente que faça interação da peça com o meio, como o PBS no caso do ensaio. Durante o ensaio de fadiga, fissuras são abertas e fechadas com o óxido de titânio, expondo regularmente o Nitinol no meio. Com a repassivação, a peça acaba tendo uma certa fragilidade e assim, perda de força. Essa diminuição na força, pode gerar a propagação de rachaduras e por consequência, há a fratura.

A repassivação, é um processo dependente do tempo, assim, em velocidades mais lentas, o tempo de cada ciclo é maior, de modo que se tenha mais contato do hidrogênio com o Nitinol. Esse maior contato, resulta na aceleração no processo de fadiga. Em tensões alternadas mais altas, há ainda mais probabilidade da formação de fissuras.

7.4.4 Ensaio de Tração

Como citado no ponto 5.3 deste trabalho, o ensaio de tração tem como objetivo tomar conhecimento o limite de tração e a ductilidade da peça. Com a norma ABNT NBR 15796-5 e ASTM F2516-22, específica para materiais superelásticos, mede-se a resistência à tração através da tensão máxima alcançada antes da ruptura do fio, e se identifica os parâmetros da superelasticidade que a peça irá apresentar. (ABNT 15796-5, 2019. MOTTA, A. 2003)

A temperatura utilizada no ensaio pode ser a ambiente, entretanto, tem melhor avaliação do resultado ao realizar 5°C acima da temperatura final de austenitização, para garantir que o implante esteja praticamente todo transformado.

A transformação de fase de austenita para martensita libera calor, dessa forma, durante o ensaio de tração, a velocidade de deformação precisa ser limitada para que o resfriamento do stent ocorra, e assim, evite o aumento da temperatura do material para que não influencie na relação tensão-deformação.

O transdutor de força é zerado, e a amostra fixada nas garras da máquina para execução. Na primeira etapa do ensaio, o fio deverá ser tracionado até uma deformação de 6% e então descarregado a uma tensão abaixo de 7 MPa. Na segunda parte, a amostra é tracionada até sua ruptura.

O corpo de prova tem pequena tensão aplicada, visto que folgas mecânicas, desalinhamento das garras de fixação e curvatura do corpo de prova, podem gerar

erros e dificuldades no estabelecimento da curva tensão-deformação, assim, o alongamento residual pode ser apresentado como negativo em força zero. Conseqüentemente, é importante que o ensaio seja feito com uma baixa tensão.

A deformação do corpo de prova deve ser medida com extensômetro para diâmetros maiores que 0,2 mm, para tamanhos menores também pode ser utilizado o deslocamento do travessão.

O uso de extensores do tipo *clip-on* pode gerar certa distorção nos fios, dessa forma a movimentação do travessão da máquina durante o ensaio pode minimizar os danos de deformação manual do fio ao instalar o extensômetro. Também, o comprimento mínimo entre as garras de fixação deve ser de 150 +/- 3 mm para que a deflexão do equipamento não interfira nos resultados com erros de alongamento.

A velocidade do ensaio é determinada em razão do diâmetro ou espessura do corpo (d) a ser tracionado e da taxa específica de carregamento (Tec), essa é apresentada na tabela a seguir:

Tabela 6 - Limite de velocidade de ensaio.

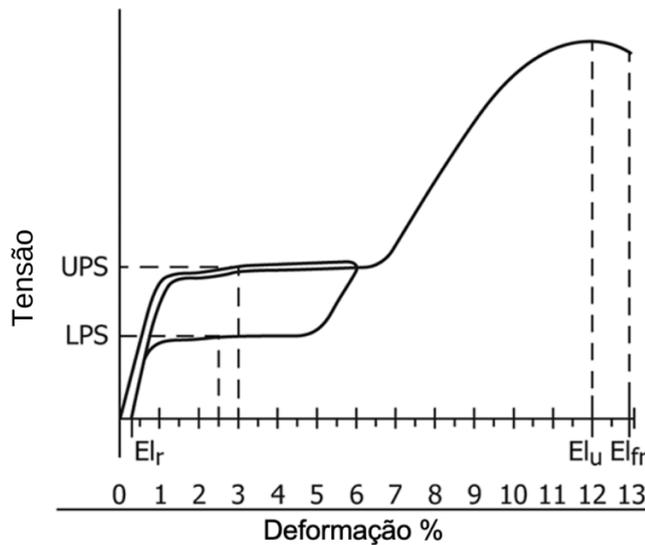
Diâmetro ou espessura do corpo de prova d^A mm	Taxa específica de carregamento	
	Primeira etapa	Segunda etapa
$d \leq 0,2$	0,08	0,8
$0,2 < d \leq 0,5$	0,04	0,4
$0,5 < d \leq 2,5$	0,02	0,2
$d > 2,5$	0,01	0,1

Fonte: ABNT NBR 15796-5, 2019.

O diâmetro para fios vazados deve ser medido com a diferença entre os diâmetros externos e internos.

Para a execução do gráfico tensão x deformação do ensaio, deve-se verificar o valor na primeira etapa do ensaio, da tensão no momento de deformação em 3%, a fim de garantir o patamar superior de resistência, ponto representado no gráfico abaixo como LPS. Na sequência, com o descarregamento em 2,5% de deformação, o valor da tensão gera o patamar inferior de resistência, ponto UPS.

Figura 26 - Gráfico padrão de tensão x deformação do Nitinol superelástico.



Fonte: ASTM F2516-22, 2022.

O alongamento residual (El_r) é dado pela diferença entre a deformação na tensão máxima do descarregamento da primeira etapa, e a deformação sob tensão de 7 MPa de carregamento da segunda etapa. Já o alongamento uniforme (El_u), é relacionado com a resistência à tração, ponto onde a tensão máxima é alcançada antes que haja estricção ou fratura no fio.

Durante o ensaio de tração, há uma série de deformações, como a elástica, a que acontece com a transformação de fase, reorientação da martensita, até a deformação plástica, neste ponto, ocorre uma instabilidade na estrutura e o ponto com maior tensão tem o estreitamento e fratura do fio.

Na tabela abaixo são expostos dados de referência para o alongamento residual, resistência à tração e alongamento uniforme:

Tabela 7 - Coeficientes retirados do ensaio de tração com fio de Nitinol.

Diâmetro do fio (mm)	Resistência à tração (MPa)	Alongamento Uniforme (%)
0,2	0,11	11,5
0,5	0,07	12,4
2,5	0,11	13,3

Fonte: ABNT NBR 15796-5, 2019.

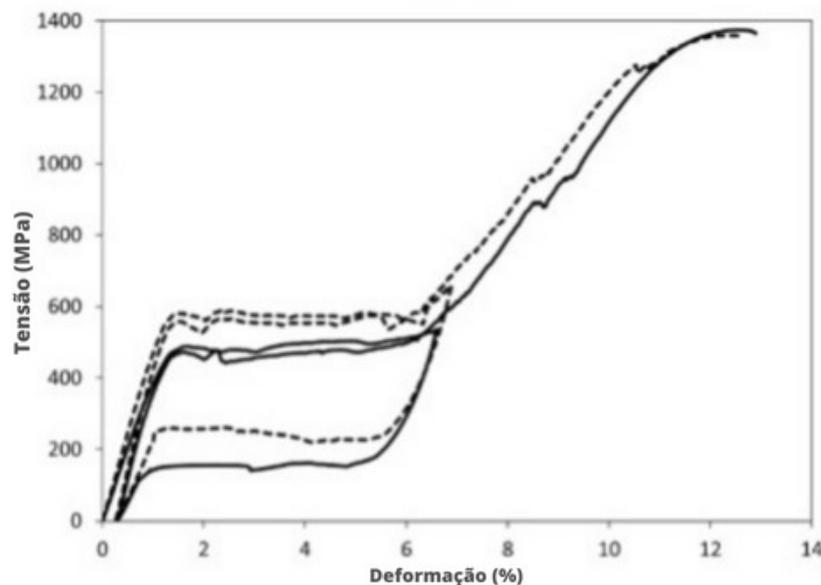
7.4.4.1 Resultados na Literatura

No mesmo estudo apresentado anteriormente para o ensaio de fadiga, *On the influence of test speed and environment in the fatigue life of small diameter Nitinol and*

stainless steel wire, o ensaio de tração foi realizado a fim de comparar valores com a literatura sobre a superelasticidade apresentada. (WEAVER, J. 2022)

O ensaio foi realizado no ar em temperatura ambiente e a 37°C, a taxa de deslocamento empregada foi de 2 mm/min, segundo as normas já apresentadas. A curva tensão x deformação obtida é apresentada abaixo onde a linha pontilhada representa o ensaio feito em temperatura de 37°C e a linha sólida, os resultados a temperatura ambiente.

Figura 27 - Gráfico tensão x deformação para o Nitinol.



Fonte: WEAVER, J. 2022, modificado pelo autor.

Ao compararmos os resultados em temperaturas diferentes, pode-se observar um deslocamento da curva. Assim, para a mesma deformação, a tensão precisa ser maior para a temperatura de 37°C. Fazendo com que os valores resultantes para a temperatura ambiente sejam melhores.

Observando o gráfico e os resultados, pode verificar a superelasticidade do fio ensaiado e que em temperatura ambiente, o fio, se encontra em estado austenítico.

Tabela 8 - Força final e alongamento para fio de Nitinol

	Temperatura Ambiente	37°C
Força Final (MPa)	1.375,90	1.361,30
Alongamento (%)	12,9	12,6

Fonte: WEAVER, J. 2022.

7.5 REQUISITOS PARA FIO DE NITINOL PARA STENTS

Abaixo, foram compilados algumas propriedades e requisitos para a aplicação do Nitinol para fios em stent. Todos os valores são passíveis de variação de acordo com a composição final do material, visto que pequenas alterações já podem afetar significativamente suas características, seu processo de fabricação que deve ser ajustado com o tratamento térmico para afinar as propriedades.

Tabela 9 - Requisitos para fios de stent de Nitinol

PROPRIIDADE	IDEAL	LITERATURA	Observações	Fonte
Molhabilidade	20° a 30°	45,57° a 61,63°	Necessária a hidrofiliabilidade, ângulo < 90°, para que haja atividade celular, crescimento e proliferação de células	NASCIMENTO S. 2013
Potencial de Proteção (Eprot)	Quanto mais alto o potencial, mais resistente à corrosão em fendas	900 mV		ASTM F2129 DENTON, M. 2005
Potencial de corrosão (Ecorr)	-519 mV ASTM	-404 mV	Quanto mais alto o potencial, mais resistente à corrosão por pite	ASTM F2129 DENTON, M. 2005
Tensão de ruptura	1500 MPa	1361,30 MPa*	*Ensaio a temperatura de 37°C	ASTM F2516-22 WEAVER J. 2022.
Alongamento	10-15%	12,60%	Em estado austenítico, o Nitinol pode ir até 20% de alongamento	ASTM F2516-22 WEAVER J. 2022.
Fadiga (ciclos)	12.000 ciclos 3600 rpm 1.0 deformação ASTM	8.884 ciclos 9.000 rpm 1.0 deformação	O modelo citado como ideal é encontrado na ASTM E2948 e pode variar de acordo com as especificações do fio e velocidade de ensaio	ASTM E2948 WEAVER, J. 2022

Fonte: Compilado pelo autor

8 USO DO NITINOL EM APARELHOS ODONTOLÓGICOS

Os fios de aparelhos dentários, tem como função, transmitir força para a movimentação dos dentes pela acumulação de energia elástica que é convertida em trabalho mecânico. Essa acumulação de energia é feita com a deformação do fio no seu estado elástico e liberado como força sobre os dentes. Com a força sendo exercida, a arcada passa por uma remodelação em sua estrutura a fim de se organizar com as novas posições. (ALMEIDA, P. 2021)

O Nitinol tem ganhado grande espaço dentro da odontologia, principalmente na fabricação de aparelhos odontológicos para correção da arcada dentária. Há inúmeros benefícios em seu uso, principalmente nas fases iniciais do tratamento, visto sua baixa

rigidez e boa resiliência. Dentre os benefícios estão: a grande elasticidade da liga que oferece facilidade no manuseio durante a colocação dos fios nos *brackets* conferindo um maior conforto ao paciente, a energia armazenada com a deformação elástica resultando em uma força maior para a movimentação do dente sem que seja necessário a alteração de fios com tanta regularidade e menor tempo de tratamento, pois a liga aplica sua força de forma mais suave e contínua durante um longo período.

Outra vantagem na utilização da liga é a variação química de Níquel e Titânio na composição do fio. Uma vez que dentes diferentes (incisivos, pré-molares e molares) necessitam de forças diferentes para se locomoverem, pode-se realizar tratamento térmico localizado no fio, e assim, é possível que o fio aplique forças mais baixas nos incisivos e ir intensificando até os molares. Dessa forma, cada região recebe a força específica necessária e mais uma vez diminui-se a troca de fios do aparelho no paciente.

Contudo, possui uma baixa formabilidade, assim, seu formato deve ser requisitado anteriormente, pois pode fraturar durante o encaixe e manuseio do dentista ao desejar fazer uma nova dobra. O Nitinol também não aceita solda, o que dificulta a fixação de peças auxiliares.

Os fios a serem utilizados podem estar em dois formatos, o primeiro com a fase martensítica ativa, é chamado de termo ativável, onde a temperatura de transformação é próxima a temperatura corporal. Isso é vantajoso uma vez que o fio pode ser deformado plasticamente antes de ser posicionado na boca, onde irá retornar ao seu formato definido. Já o segundo formato, é quando a fase austenítica que está ativa, esse, é denominado como fio superelástico. Nessa forma, a temperatura de transição é mais baixa que o termo ativável, propiciando os efeitos de memória de forma e superelasticidade à temperatura corporal.

Apesar de tantos benefícios e com o descobrimento do Nitinol em 1963, somente em 1971 Andreasen e Hillerman iniciaram o estudo das propriedades mecânicas do Nitinol para uso na ortodontia, tendo seu uso em paciente pela primeira vez, um ano depois. O fio não apresentava superelasticidade e memória de forma devido seu processo de fabricação com endurecimento por encruamento, assim, na época, não foi considerada um avanço. Apenas em 1976 que a liga foi devidamente fabricada e apresentada com suas melhores propriedades sendo então iniciado o uso do Nitinol para o tratamento com aparelhos dentários. (MOTTA, A. 2003)

Antes disso, em 1900 o Dr. E. Angle, considerado o pai da ortodontia moderna, começa o uso do arco de aparelhos dentários feitos com ouro, metal que já era comum no meio, por ser encontrado na natureza e possuía boa resistência à corrosão, contudo, agora, com um novo uso. Dez anos mais tarde o arco, com formato alterado para uma secção retangular, mantinha o metal base, mas, dificultava a manutenção e o cuidado com os dentes. (ROSANI, G. 2001)

Em 1929 estreou o uso do aço inoxidável, permitindo uma melhor movimentação da arcada dentária, ainda que possuísse uma força maior. Com seu baixo custo, alto módulo de elasticidade e boa resistência à corrosão, tornou-se um ótimo material para uso, sendo a aplicação principal até 1970.

Dependendo do tratamento a ser realizado, o dentista irá analisar a melhor liga a ser utilizada no paciente, podendo até mesmo ser alterada durante o processo, visto as diferentes propriedades que podem ser oferecidas com diferentes metais. Anteriormente, para que houvesse um avanço no procedimento alterava-se os diâmetros dos fios utilizados, buscando tamanhos maiores para uma maior rigidez.

8.1 PROPRIEDADES NECESSÁRIAS

Entre as propriedades buscadas para fios de aparelho odontológico estão a baixa dureza, biocompatibilidade, memória de forma, alta energia acumulada e baixo coeficiente de atrito.

"A resiliência é a capacidade de um material armazenar energia quando deformado elasticamente e de a libertar durante o descarregamento." Na odontologia, o descarregamento é realizado nos dentes, fazendo a movimentação da arcada. Assim, é necessário que o fio tenha boa resiliência, entretanto, com uma baixa carga, para que a energia liberada aconteça de forma contínua e por mais tempo, diminuindo a troca de fios e tempo de tratamento. (ALMEIDA, P. 2021)

O módulo de elasticidade está relacionado com a tensão aplicada e a deformação elástica. Sendo referente à rigidez do material, onde, quanto maior o módulo, maior a sua rigidez. Conseqüentemente, para os fios de aparelhos, é desejado que o módulo seja baixo no início do tratamento para que não gere desconforto ao paciente. Já no final, é necessário um módulo maior, para que os dentes se estabeleçam nas novas posições.

A memória de forma é uma propriedade importante em aparelhos dentários porque a força no fio permanece constante durante mais tempo, evitando a constante troca de fios no paciente. Ela também é importante devido à tensão gerada com a colocação do fio nos *brackets*, pois há a tendência de transição de fase, mas com a propriedade de memória de forma, a liga retorna à sua estrutura original. (QUINTÃO, C. 2009)

O limite de elasticidade é a tensão máxima que o material suporta antes de sofrer deformação permanente. Para os fios, é requerido um alto limite de elasticidade a fim de impedir que a própria mastigação do paciente leve à uma deformação ou uma fratura do fio.

A formabilidade é a habilidade de produzir um formato específico na peça sem que ocorra fratura ou deformação permanente. Nos fios é desejado, para que possam se encaixar ao formato da boca.

Por mais que os fios não estejam internamente do organismo, a cavidade oral é muito adversa. O aparelho fica em contato direto com a saliva, tecidos humanos e agentes microbiológicos, portanto, é necessário que sejam biocompatíveis a fim de não gerarem nenhuma toxicidade ao corpo.

O principal cuidado com a biocompatibilidade, neste caso, é a resistência à corrosão, o meio possui elevadas características iônicas que propiciam a corrosão do fio. A saliva é formada por uma composição aquosa de cloro e componentes como sódio, potássio, cálcio e minerais como o fosfato, servindo como eletrólito na corrosão dos fios junto com as enzimas, que potencializam a corrosão galvânica da peça.

Seu pH em torno de 7, pode ser alterado em lugares onde há deposição de bactérias, podendo chegar a 2, conseqüentemente, torna um meio muito mais favorável à corrosão. Outra forma de alteração do pH é a ingestão de diferentes bebidas e alimentos, que podem levar ao mesmo ponto de alteração.

Com a ocorrência da corrosão, os íons libertos podem ser ingeridos e levar a danos nos tecidos internos. A liga NiTi, já citada, é biocompatível e apresenta uma ótima resistência devido a formação da camada passivadora, a qual atua como barreira à saída de íons e impede a corrosão da peça. Mas ainda assim, tem sua atuação prejudicada, o estudo feito por T. Hosseinzadeh Nik e sua equipe, apresenta diferentes fabricantes, separados em 3 grupos, onde o primeiro foi testado conforme recebido pelos fabricantes, o segundo, foi submetido à solução artificial de saliva

durante 30 dias de pH 7 e depois testado, e o terceiro grupo, deixado em ar ambiente durante 30 dias. (T. HOSSEINZADEH, 2012)

As amostras foram ensaiadas com teste de flexão de três pontos, conforme relatado por Cláudia Nakandakari em seu estudo de *Caracterização química, metalúrgica e estudo das propriedades mecânicas dos fios ortodônticos de titânio-molibdênio TMA*, apresentando os seguintes resultados:

Tabela 10 - Comportamento dos fios no ensaio de flexão depois de corroídos.

Fabricante	Grupo	Força (N)	
		Alongamento 2mm	Alongamento 3mm
A	1	1,758	1,833
	2	1,109	1,555
	3	1,615	1,895
B	1	1,452	1,56
	2	0,976	1,045
	3	1,373	1,492
C	1	0,59	0,689
	2	0,546	0,624
	3	0,624	0,643

Fonte: NAKANDAKARI, C. 1999.

Pode-se observar que no grupo 1 e 3 há pouca diferença de resultados, entretanto, no grupo 2, os fios dos fabricantes, denominados de A e B, sofreram uma grande perda em sua força de atuação ao compararmos com o estado rececionado. Mas o fabricante C, continua apresentando pouca diferença nos resultados em comparação com o grupo 1. Porém, seus fios são inferiores aos demais ao verificar sua força em detrimentos dos anteriores.

8.2 FABRICAÇÃO

Os fios ortodônticos, nem sempre são cilíndricos, eles podem ter secções retangulares ou quadradas também. Os fios de secção circular transmitem a força de forma mais leve, ao comparar-se com os retangulares, assim, normalmente são utilizados no início do tratamento. O tamanho dos fios também influencia nas propriedades como já citado, principalmente na rigidez. Assim, quanto mais espesso, maior a força aplicada nos dentes.

8.2.1 Trefilação

O processo de trefilação é a base para a fabricação dos fios para aparelhos ortodônticos. Sendo feitos geralmente através da metalurgia do pó para fabricação dos lingotes e na sequência trefilação, para a diminuição do diâmetro e formação do fio.

Durante a fabricação, há o encruamento dos grãos cristalinos, os quais se alongam, e criam uma estrutura fibrilar. A dureza, limite de proporcionalidade e resistência máxima são elevados nesse processo, porém, diminui o alongamento, o que torna a formabilidade mais difícil de ser realizada sem que haja deformação plástica na liga. Para corrigir essa estrutura, faz-se o tratamento térmico de recozimento. (ALMEIDA, P. 2021)

8.2.2 Recozimento

O recozimento, tem como objetivo fornecer a memória de forma e a superelasticidade da peça depois de ter passado pelo processo de trefilação. Entretanto, a tensão de escoamento diminui. Assim, a combinação desses fatores deve ser cuidadosamente analisada e encontrar o ponto ideal de realização. Os fios são submetidos a temperaturas de 700°C a 800°C com atmosferas controladas, e intervalo de tempo de até uma hora. Depois, as peças são resfriadas em ar ambiente ou recipiente de gás inerte para evitar a contaminação e oxidação dos metais.

Ao realizar o recozimento, há a recristalização da peça, reorganização da estrutura cristalina. Com isso, as discordâncias são rearranjadas e os subcontornos de grãos são formados. Na ausência de discordâncias, a movimentação dos contornos de macla estão livres para ocorrer e, conseqüentemente, a superelasticidade e memória de forma são possibilitados.

Também é possível alterar a composição da liga, aumentando o Ti ou introduzindo elementos precipitados como Ni_4Ti_3 .

8.2.3 Fixação da Forma

Os fios termoativados precisam ter a sua forma final definida antes de serem aplicados, para isso, é feita a fixação da forma como um outro tratamento térmico. A liga é levada rapidamente a uma temperatura entre 450°C e 550°C e depois, quando resfriada, a forma pode ser estruturada.

8.3 ENSAIOS

Os aparelhos ortodônticos com seus fios, geram forças na arcada dentária, a fim de provocar a movimentação dos dentes, como já citado. À vista disso, é necessário conhecer suas propriedades químicas e mecânicas para que possam apresentar seu melhor resultado no paciente.

8.3.1 Ensaio de Corrosão

Para o fio de aparelhos dentários, utiliza-se como ensaio de resistência à corrosão, um teste eletroquímico onde a amostra é submersa a uma saliva artificial, para que conheça o potencial de corrosão, densidade de corrente resistência à polarização e potencial de picada. (ALMEIDA, P. 2021. ISO 15841, 2020)

O teste é realizado em diferentes pH para que se conheça a resposta do material em diferentes situações. Assim, são realizados os ensaios cíclicos potenciodinâmicos e potencioestáticos.

8.3.1.1 *Resultados na Literatura*

No estudo realizado por H. Huang "*Corrosion resistance of stressed NiTi and stainless steel orthodontic wires in acid artificial saliva*", foram utilizados os métodos citados com saliva artificial Fusayama de eletrólito.

O ensaio foi realizado com pH 2 e 5 a uma temperatura de 37°C, o eletrólito foi desacelerado com gás argônio por uma hora antes da amostra ser submersa no fluido de saliva, o eletrodo de referência foi o Calomel Saturado. Antes de iniciar o ensaio de corrosão, as amostras foram submetidas a um teste de tração a fim de aplicar carga

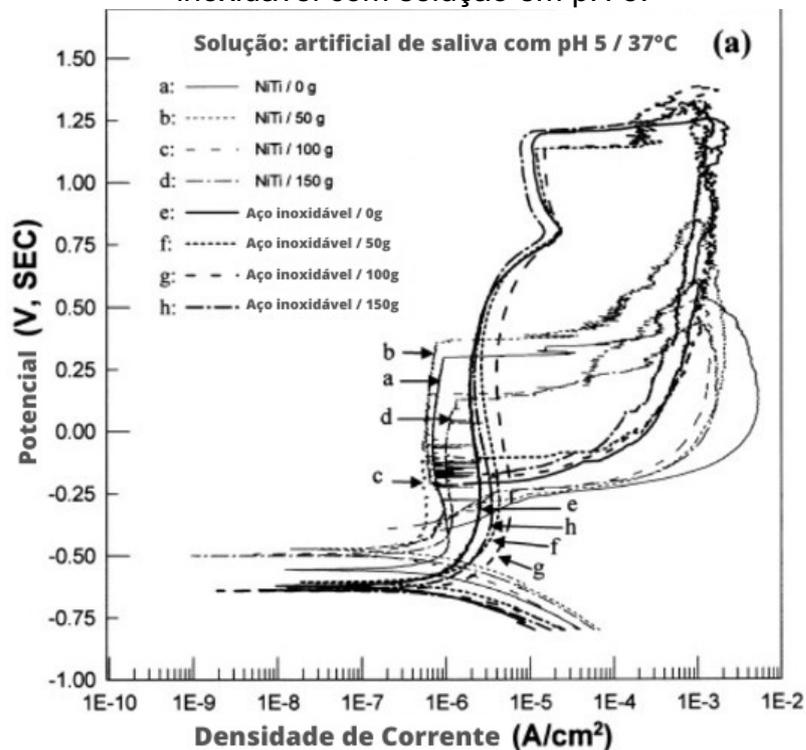
no fio para a realização do ensaio de forma mais fiel à prática. As cargas utilizadas foram de 15 a 150 g variando conforme a posição do dente. (HUANG, H. 2003. ISO 15841, 2020)

As curvas foram medidas a partir de -800 mV na direção anódica, com taxa de varredura de 1 mV/s depois de mergulhado o corpo de prova. Retirado do eletrólito após duas horas de ensaio, os corpos de prova são secos através de argônio para que as análises químicas de superfície possam ser realizadas a fim de avaliar a superfície.

Os resultados foram obtidos a partir da quebra do filme de passivação, momento em que a densidade de corrente anódica foi elevada. As cavidades de corrosão foram observadas após o ensaio através MEV.

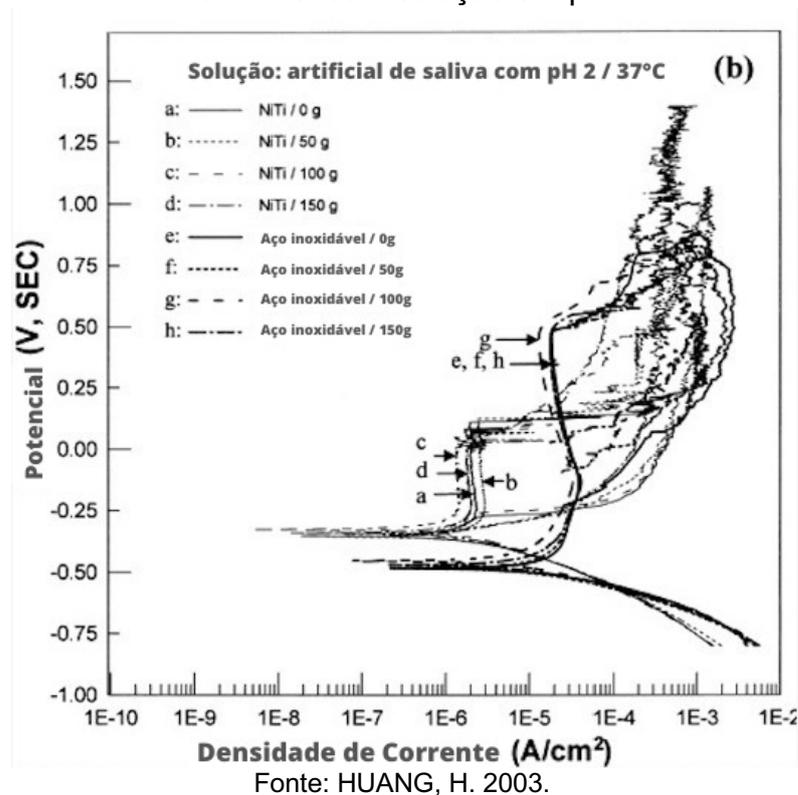
Nas imagens abaixo podemos observar as curvas de polarização potenciodinâmica cíclica de Nitinol e de fios de aço inoxidável sob diferentes cargas aplicadas, 0, 50, 100 e 150 g, para os quatro casos.

Figura 28 - Curvas de polarização potenciodinâmica cíclica de fios de Nitinol e aço inoxidável com solução em pH 5.



Fonte: HUANG, H. 2003 modificado pelo autor.

Figura 29 - Curva de polarização potenciodinâmica cíclica de fios de Nitinol e aço inoxidável com solução em pH 2.



Em todos os casos são apresentados um comportamento de transição ativo para passivo.

Tabela 11 - Parâmetros de resistência à corrosão obtidos da curva de polarização potenciodinâmica cíclica.

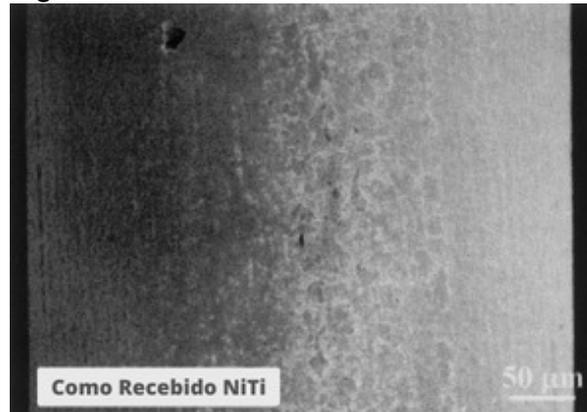
Amostra	Carga (g)	Ebd (mV)	Eprot (mV)	Icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)
pH 5	0	314 ± 101	-455 ± 172	0,693 ± 0,121
	50	326 ± 139	364 ± 132	0,624 ± 0,217
	100	141 ± 159	362 ± 107	0,503 ± 0,093
	150	126 ± 70	455 ± 99	0,995 ± 0,173
pH 2	0	104 ± 136	280 ± 91	1,970 ± 0,949
	50	126 ± 48	354 ± 96	2,752 ± 1,079
	100	43 ± 120	262 ± 121	1,354 ± 0,626
	150	86 ± 109	342 ± 94	1,745 ± 0,601

Fonte: HUANG, H. 2003.

As variações de resistência à corrosão e de quebra de passividade do fio de Nitinol, não apresentou grande relação com a variação de pH, assim como com as diferentes cargas aplicadas. O potencial de quebra da passivação e de proteção diminuiu ao diminuir o pH do meio, já a densidade de corrente de corrosão aumentou.

Com o microscópio eletrônico de varredura são dadas as imagens abaixo, os corpos de prova tiveram carga aplicada de 100 g. Pode-se observar que inicialmente o Nitinol apresentava mais defeitos de superfície que o aço, por tanto, se deveria ter tido um cuidado melhor com a peça no processo de fabricação, a fim de diminuir possíveis alterações de resultados.

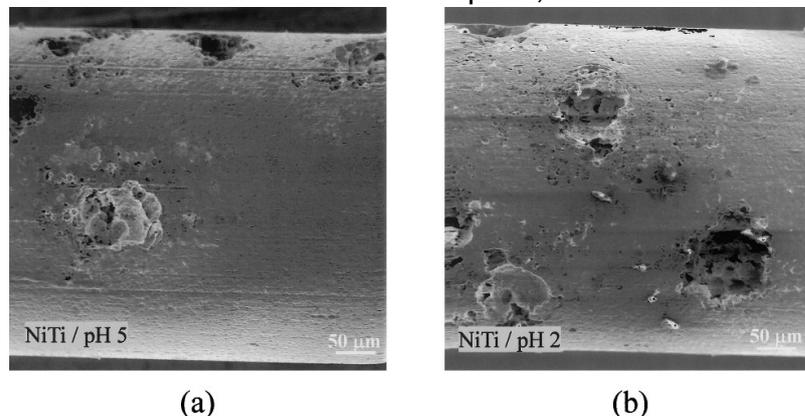
Figura 30 - Imagem obtida através de MEV: Nitinol antes do ensaio.



Fonte: HUANG, H. 2003, modificado pelo autor.

Após o ensaio, pode-se visualizar a ocorrência de corrosão por pite, neste caso, em maior quantidade no meio de pH 2. Esse desgaste proporciona mais locais para a iniciação de poços de corrosão localizada. Portanto, é imprescindível o cuidado com o acabamento da superfície da peça, podendo trazer consequências diretas ao paciente.

Figura 31 - Imagem obtida através de MEV. (a) Nitinol em meio de pH 5; (b) Nitinol em meio de pH 2;



(a)

(b)

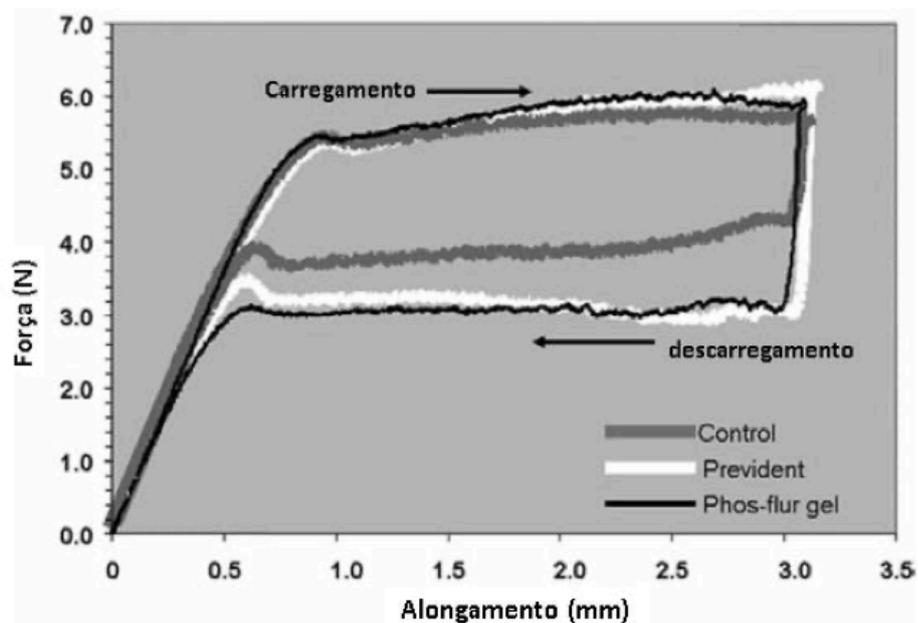
Fonte: HUANG, H. 2003.

8.3.1.2 Corrosão a partir de Flúor

Observa-se também que o flúor, elemento muito presente nos cremes dentais convencionais, propicia a corrosão e descoloração de fios com titânio. Dessa forma, as propriedades mecânicas são diminuídas e Walker apresenta isso em seu estudo: (HUANG, H. 2003)

Ele faz o ensaio com fios de secção retangular de dois fabricantes diferentes, com arcos prontos, utilizando a parte mais reta. O fio é imerso durante 1,5 hora em solução de 2 ml com diferentes pH e temperatura de 37°C. O tempo escolhido é relativo a uma exposição de 3 meses com 1 minuto diário de aplicação (equivalente a escovação). Após isso, as amostras são ensaiadas pelo ensaio de flexão de três pontos.

Figura 32 - Curva Força x Alongamento.



Fonte: HUANG, H. 2003.

Segundo o gráfico acima, os fios expostos ao flúor possuem um menor módulo de elasticidade e de tensão durante o descarregamento, ao comparar com o fio que não teve exposição ao elemento. Para equivaler à perda das propriedades, é necessário tempo maior de tratamento, desperdiçando uma de suas características primordiais.

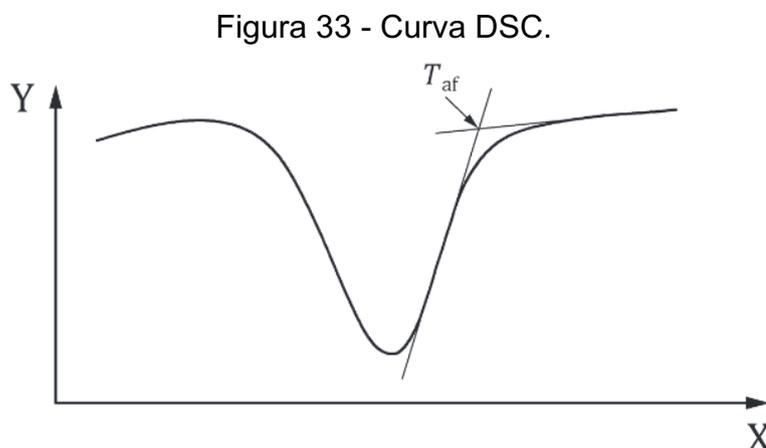
8.3.2 Calorimetria de Varredura Diferencial

O conhecimento da temperatura de transição de fase da martensita para a austenita é importante pois garante que a superelasticidade e memória de forma estarão presentes e atuantes no meio para a qual serão fabricadas, neste caso, para o meio bucal. Seguindo a norma ISO 15841, "*Dentistry - Wires for use in orthodontics*", o ensaio de Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC), pode ser realizado e apresentada a temperatura de transição da austenita. (SAPATA, V. 2013)

De acordo com as diretrizes dadas pela ISO 15841, os fios podem ser classificados conforme seu comportamento elástico, sendo de Tipo 1, o fio que possui comportamento elástico linear durante a diminuição de temperaturas até 50°C, e Tipo 2, os fios que apresentam um comportamento não linear durante a mesma faixa de temperatura. (ISO 15841, 2020. ASTM F2082, 2016)

Para fios de Tipo 1, deve ser apresentado o módulo de elasticidade com 0,2% de resistência, o alongamento após a fratura, taxa de deflexão e a força de flexão para um deslocamento de 0,1 mm. Já para o Tipo 2, devem ser indicadas as forças medidas na deflexão durante a retirada de carga em 3,00, 2,00, 1,00 e 0,5 mm e o valor permanente após o ensaio.

O aparelho de DSC, precisa estar calibrado em uma temperatura de 1°C, e a taxa de aquecimento deve ser de 10 +/- 2°C/min. Através da curva obtida no ensaio, a temperatura de transição da austenita é a temperatura dada com o ponto de interseção entre a tangente da curva do aumento da temperatura e a linha seguinte à depressão, conforme a imagem abaixo, onde o X representa a temperatura (°C) e Y o fluxo de calor (J/s):



Fonte: ABNT NBR ISO 15841, 2019.

8.3.2.1 Resultado na Literatura

Através do DSC faz-se a medição da quantidade de energia absorvida ou liberada pelo corpo de prova quando aquecido ou arrefecido. (ISO 15841, 2020)

No estudo realizado por Vítor Sapata, *Comparação da análise de DSC e das forças liberadas na desativação de fios ortodônticos de NiTi termoativados 0,16"*, o fio a ser ensaiado foi colocado em um cadinho de alumínio, e um segundo cadinho, vazio, foi utilizado como referência. A taxa de temperatura mencionada foi utilizada, iniciando em temperatura ambiente e indo a -20°C , depois aquecida a 80°C , resfriada a -20°C e aquecida novamente a 80°C . A atmosfera aplicada foi de Nitrogênio. (SAPATA, V. 2013)

O ensaio também seguiu com o Tipo 2 da ISO 15841, avaliando os pontos de deflexão em 3,00, 2,00, 1,00 e 0,5 mm, para comprovar as características de deflexão dos fios selecionados.

Tabela 12 - Média dos resultados obtidos a partir de DSC para diferentes fios de Nitinol.

DSC (Arrefecimento)	Eurodonto	GAC	Morelli	ORMCO	Orthometric
Pico Exotérmico ($^{\circ}\text{C}$)	29,5	20,2	14,8	-6,3	27,2
Mi ($^{\circ}\text{C}$)	31,8	22,3	16,4	4,9	35,5
Mf ($^{\circ}\text{C}$)	27,1	18,1	13,0	-10,6	21,2
Calor de Transição (J/g)	3,57	3,49	2,96	9,29	3,77
ITT (Mi-Mf, K)	4,64	4,13	3,4	15,53	14,24
DSC (Aquecimento)					
Pico Endotérmico ($^{\circ}\text{C}$)	33,0	23,6	18,2	15,4	34
Ai ($^{\circ}\text{C}$)	30,5	21,4	16,7	5,7	26,4
Af ($^{\circ}\text{C}$)	34,9	25,4	19,9	22,0	41,15
Calor de Transição (J/g)	3,56	3,53	3,26	12,76	4,48
ITT (Ai-Af, K)	-4,41	-3,98	-3,24	-16,34	-14,8

Fonte: SAPATA, V. 2013.

Na tabela acima vê-se uma grande diferença de resultado entre as marcas praticamente em todos os pontos medidos, a temperatura da austenita final variou de $19,9^{\circ}\text{C}$ a $41,15^{\circ}\text{C}$, já da martensita final, de $27,1^{\circ}\text{C}$ até $-10,6^{\circ}\text{C}$. Pode-se contatar, apesar da significativa diferença, que a temperatura ambiente e a de uso para aparelhos ortodônticos está mais caracterizada dentro da fase da austenita, como esperado. O Af da Orthometric, $41,15^{\circ}\text{C}$, identifica que ao ser utilizado, não estaria

totalmente em fase austenítica, não apresentando completamente suas propriedades desejadas.

Os picos endo e exotérmicos da Eurodonto e Orthometric são os mais próximos. No arrefecimento, a ORMCO foi a única que apresentou resultado negativo na energia de transição, e no aquecimento seus dados divergiram em todos os resultados dos outros fios.

Segundo Meling e Odegaard, o intervalo da temperatura de transição (ITT) está relacionado com a rigidez de torção dos fios. Onde expondo repetidas vezes o Nitinol ao frio, os fios diminuíam sua rigidez, necessitando de um longo período para retornar à sua propriedade inicial. Nos resultados obtidos, os fios que apresentaram o ITT baixo, possuem a tendência de terem sua rigidez à torção reduzida em comparação com os fios da Orthometric e ORMCO. Essa, por sua vez, já apresentou o maior ITT, como consequência possui uma menor mudança entre as fases.

Os resultados a partir do teste de flexão de três pontos da norma citada, não apresentaram grande diferença entre os fios testados para 3,00 mm de deflexão. Já para 2 mm, tem-se algumas diferenças onde para ORMCO e Orthometric os valores são maiores que o desejado.

Na deflexão de 1,00 e 0,5 mm, somente a ORMCO permanece com valores maiores que 100 g. Sendo desnecessário para o tratamento, visto que não irá acelerar o processo de alinhamento da arcada, além de ser desaconselhado seu uso no início, pois é o momento em que há uma maior dispersão de carga. Tem-se recomendado o início com o diâmetro de 0,35 mm, pois quanto menor, maior a deflexão e menor carga liberada.

Tabela 13 - Média dos resultados da força máxima (g) a partir do teste de flexão.

	Eurodonto	GAC	Morelli	ORMCO	Orthometric
0,5 mm	40,1	86,2	72,6	103,3	76,5
1,0 mm	57,9	83,2	82,8	108,3	97,4
2,0 mm	86,5	100,9	106,1	129	130,4
3,0 mm	155	167,1	155,7	163,4	168,1

Fonte: SAPATA, V. 2013.

8.3.3 Ensaio de Tração

Na mesma norma, ISO 15841 e na ISO 6892-1, estão relacionadas as diretrizes necessárias para a realização do ensaio de tração, que tem como princípio deformar a amostra através da tração da mesma, até sua fratura, a fim de conhecer as propriedades mecânicas como módulo de elasticidade, resistência à deformação e alongamento após a fratura. (ISO 6892-1, 2019)

O conhecimento dessas propriedades, para o fio de Nitinol em aparelhos ortodônticos, está relacionada com a força que é feita durante a mastigação sobre os arcos. Visto que forças pontuais em regiões de lacunas, impurezas e defeitos na estrutura do fio causadas pela fabricação, podem deixar o arco fragilizado e possibilitar sua quebra. (MARTINS, C. 2007)

O ensaio deve ser realizado em temperatura entre 10°C e 35°C. As amostras precisam ser retas, e ainda que retiradas diretamente dos arcos de aparelhos ortodônticos, algo muito comum de ser feito para este ensaio, é necessário endireitá-las ou cortar na parte mais reta do arco.

A taxa de deslocamento do travessão para a realização é de 0,5 mm/min a 2,0 mm/min, a velocidade deve ser mantida constante durante toda a deformação elástica da amostra. Na parte plástica, a taxa de deformação deve ser de no máximo $0,0025s^{-1}$. Após a fratura, mede-se o alongamento, e com o gráfico feito, é determinado o módulo de elasticidade.

A resistência na região plástica é medida através da curva tensão x deformação, onde faz-se uma linha paralela à parte linear da curva, com uma distância igual a extensão plástica percentual especificada, onde a linha traçada interceptar a curva corresponde à resistência de prova na extensão plástica. Para determinar a resistência de prova na extensão total, traça-se uma linha paralela ao eixo da força, com uma distância do eixo da extensão total percentual, o ponto que houver interseção com a curva, é correspondente à resistência de prova.

Para determinação do alongamento percentual após a fratura, deve-se seguir a fórmula abaixo, onde L_u é o comprimento de medida final após a fratura e L_o o comprimento da medida inicial:

$$Af = \frac{L_u - L_o}{L_o} \cdot 100$$

Se o alongamento mínimo for menor que 5%, é recomendado que seja feita uma pequena marca nas extremidades da amostra inicial, após a fratura o corpo de prova deve então ser colocado sobre um apoio para que uma força de compressão axial seja aplicada mantendo as duas partes da amostra juntas para medição. Então, uma segunda marcação de mesmo raio é traçada, com centro na marca inicial mais próxima da fratura, essa distância entre as duas marcações é então medida. Para validação do resultado, é necessário que a distância entre a fratura e a marcação do comprimento de medida inicial não seja inferior a $L_o/3$ ou que seja usado um extensômetro durante o ensaio, dessa forma, o tamanho todo da amostra é considerado.

Visto que o Nitinol apresenta duas formas, martensítico e austenítico, é importante que o ensaio seja feito para cada condição, como mostra Ryhänen, há grandes divergências nos resultados:

Tabela 14 - Propriedades do Nitinol martensítico e austenítico.

	Nitinol	
	Martensítico	Austenítico
Tensão de Ruptura (MPa)	800-1500	103-1100
Limite de Escoamento (MPa)	100-800	50-300
Módulo de Elasticidade (GPa)	70-110	21-69
Alongamento (%)	1-20	até 60

Fonte: Ryhänen, 1999.

Quando a liga está acima de 70°C encontra-se na fase austenítica, no momento em que é aplicada a tensão de tração, a austenita começa a ficar instável e a nucleação da martensita começa a acontecer. Paralelo à transformação de fase, há uma alongação macroscópica, onde a deformação pode chegar a 5% de forma não homogênea. Na sequência, com o alívio de tensão, o retorno elástico acontece. E então, a martensita passa a ficar instável para transição de retorno à austenita.

8.3.3.1 *Resultados na Literatura*

No estudo feito por Cristiane Martins, *Propriedades mecânicas de fios estéticos obtidas em ensaios de tração*, foram ensaiados fios estéticos e não recobertos de diferentes marcas a fim de comparar os resultados de carga máxima

para ruptura. As amostras utilizadas foram de 0,45 mm de diâmetro, essas, foram tracionadas até sua ruptura com taxa de 1 mm/min após aquecimento em temperatura de 37°C. (MARTINS, C. 2007)

O ensaio feito apresentou os limites de escoamento e patamares constantes de ativação, assim, para a próxima etapa de carregamento e descarregamento, as cargas máximas de ativação seriam inferiores as medidas para os limites de escoamento. Garantindo uma maior certeza aos resultados.

Outras amostras foram ensaiadas sob carga individual de ativação, com uma carga menor, para que estivesse abaixo do valor da região de deformação plástica. Pode-se analisar as curvas tensão x deformação e os patamares constantes de força de carregamento e descarregamento para evitar que os fios fossem deformados permanentemente durante o ensaio.

Tabela 15 - Carga máxima de ruptura dos fios estéticos e não recobertos de Nitinol.

	Carga Máxima de Ruptura (N)					
	GAC		MASEL		TP	
	Não recoberto	Estético	Não recoberto	Estético	Não recoberto	Estético
Ensaio 1	221,9	155,3	192,1	158,3	217,6	193,0
Ensaio 2	220,8	155,3	193,2	149,2	217,2	189,7

Fonte: MARTINS, C. 2007.

Tabela 16 - Carga para atingir o patamar de ativação

	Carga para atingir o patamar de ativação (N)					
	GAC		MASEL		TP	
	Não recoberto	Estético	Não recoberto	Estético	Não recoberto	Estético
Ensaio 1	85,3	49,0	73,7	49,6	82,9	68,1
Ensaio 2	88,6	48,3	76,7	45,9	83,4	70,4

Fonte: MARTINS, C. 2007.

A força da mastigação pode ir de 50 a 522 N que é distribuída pela área de contato entre os dentes. Neumann, Bourauel e Jäger em seu estudo apresentam que, a partir de 20 N de força na arcada já é possível causar deflexões milimétricas que afetariam os fios.

Com os resultados acima, temos a carga máxima de ruptura indo de 149,2 a 193,0 N para os fios estéticos e 192,1 a 221,9 N para os não recobertos. Os valores são bons, verificando as forças normais de mastigação e a área de extensão do arco, o que pode garantir baixo risco de ruptura em uso clínico. Antes da fratura, geralmente

há a descolagem dos brackets visto que seus valores de adesão são de 8 ou 9 MPa, servindo como margem de segurança para o fio.

Vê-se a grande diferença entre as médias dos fios estéticos e não recobertos, onde aqueles apresentaram valores de força máxima menores. Isso pode acontecer pela própria fabricação do fio estético, onde o recobrimento levaria a uma fragilização da estrutura e conseqüentemente, redução da tensão máxima de ruptura. Outra opção, é que o próprio material de revestimento tenha propriedades mais frágeis, ou que ao aplicar o revestimento, o diâmetro real de Nitinol seja reduzido. Esse estudo não é abordado na literatura consultada de ensaio.

O patamar de ativação é onde há a transmissão de força para o dente, assim, quanto menor a carga, maior a biocompatibilidade que o material apresenta. Sabendo que o uso do Nitinol em fios de aparelhos ortodônticos tem como objetivo proporcionar uma força constante com baixa intensidade, quanto menor a força necessária para alcançar esse patamar, menores forças o fio irá produzir e de forma mais constante, de forma que irá absorver a energia, mas sem deformações permanentes.

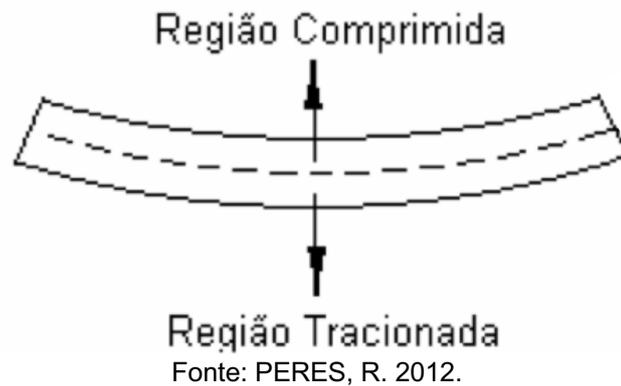
De acordo com a tabela 17, os fios estéticos apresentaram valores consideravelmente menores que os não recobertos, onde nesse ponto, é um resultado melhor que dos fios não recobertos.

8.3.4 Flexão

O ensaio de flexão é importante para avaliar o comportamento da liga com a curvatura da arcada dentária frente a pressão que o fio irá receber. Em algumas literaturas, pode-se encontrar esse ensaio com o nome de teste de curvatura, como acontece também na ISO 15841, norma base para sua realização em fios para arcos odontológicos. (ISO 15841, 2020)

O corpo de prova, geralmente de 25 mm, é apoiado em suas duas extremidades e submetido a uma força central e perpendicular à amostra. Com isso, são geradas duas regiões no corpo de prova, uma comprimida (a face que recebe a força externa), e outra tracionada, região que é alongada.

Figura 34 - Representação do ensaio de flexão em três pontos.



A flexão do material é relacionada com a força exercida somente no período em que há a deformação elástica, quando ocorre a deformação plástica, o material passa a receber um esforço de dobramento. Quando se busca materiais de alta resistência, como é o caso dessa aplicação, o esforço de flexão é o mais importante de ser conhecido.

Existem basicamente dois tipos de fios de NiTi para aplicação em arcos de aparelhos, e por isso devem ser ensaiados com algumas diferenças. Para fios de Tipo 1, superelásticos, realiza-se o ensaio à temperatura ambiente, e sua taxa de deflexão é determinada pelo diagrama força x deformação através da inclinação da linha paralela à curva na posição de 0,1 mm. Já para o Tipo 2, termoativados, os fios devem ser testados à temperatura corporal, e a taxa de flexão é medida pelo gráfico de deflexão de forças, nos pontos com deflexões em 3,0, 2,0, 1,0 e 0,5 mm. (PERES, R. 2012)

Fios de Tipo 2, predominantemente martensíticos, quando aplicados, possuem uma maior flexibilidade antes de ter sua temperatura igualada a temperatura da boca, devido sua menor tensão de carregamento, assim, facilitam o manuseio e amarração aos brackets, principalmente quando há um grande desnivelamento dos dentes ou uma pequena distância entre os brackets.

Para o cálculo da tensão de flexão é preciso medir o momento fletor (Mf) e o Momento de inércia (J). Para conhecer Mf , deve-se calcular através de metade da força (F) e metade do comprimento da amostra (L), conforme a fórmula abaixo:

$$Mf = \frac{F \cdot L}{4}$$

O momento de inércia é relacionado com o formato da amostra, variando sua fórmula por secção circular ou retangular, onde d é o diâmetro do fio cilíndrico, b a base e h a altura da secção retangular a ser ensaiada:

$$\text{Secção Circular: } J = \frac{\pi \cdot d^4}{64}$$

$$\text{Secção Retangular: } J = \frac{b \cdot h^3}{12}$$

Com o resultado do momento de inércia e a distância entre a linha neutra e a superfície da amostra (metade do diâmetro em amostras com secções circulares e metade da espessura para secções retangulares), pode-se calcular o módulo de resistência da secção transversal (W):

$$W = \frac{J}{c}$$

E por fim, tem-se a fórmula final para a tensão de flexão (Tf):

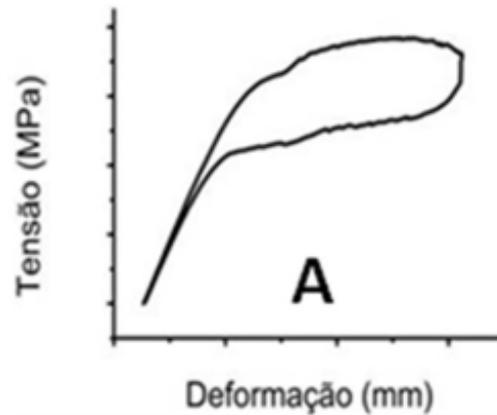
$$Tf = \frac{Mf}{W}$$

8.3.4.1 Resultados na Literatura

Por meio do trabalho de Rafael Vidal Pires, *Propriedades em flexão de fios de liga de Ni-Ti*, tem-se a realização do ensaio de flexão de três pontos conforme a ISO 15841, ele tem por objetivo comparar diferentes fios de Nitinol para verificar se há diferenças entre as propriedades.

Após a realização do ensaio, foram identificados três tipos de resultados com diferenças na região de descarregamento. No primeiro gráfico, Figura 29, é representado o mais comum: o descarregamento acontece com tensões mais altas e há a formação de um platô, praticamente paralelo com o eixo das abcissas. Nesse caso, os fios são superelásticos.

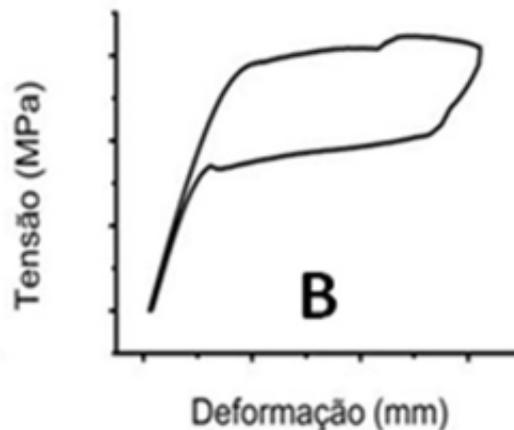
Figura 35 - Gráfico do comportamento do grupo 1 no ensaio de flexão.



Fonte: PERES, R. 2012.

No segundo grupo, também superelástico, o platô de descarregamento é inclinado quanto às abscissas, indicando uma taxa de descarregamento maior, visto que o fio recupera seu formato de forma mais rápida.

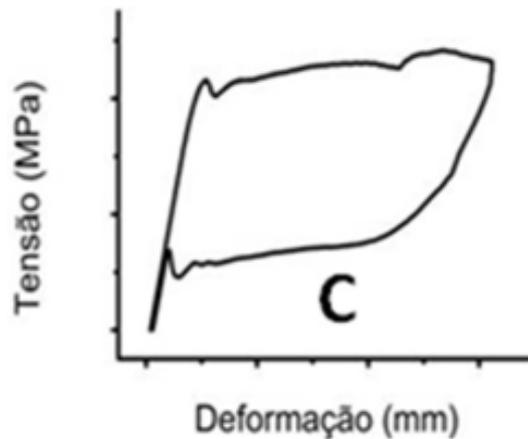
Figura 36 - Gráfico do comportamento do grupo 2 no ensaio de flexão.



Fonte: PERES, R. 2012.

E, finalmente, no grupo 3, o descarregamento acontece de forma que o platô também é dado paralelo a abscissa, entretanto, com tensões menores. As tensões menores, indicam que são fios com propriedades termoativáveis.

Figura 37 - Gráfico do comportamento do grupo 3 no ensaio de flexão.



Fonte: PERES, R. 2012.

As diferenças encontradas, apresentam uma falta de ordem com a manufatura dos fios, que podem ter como consequência resultados equivocados no tratamento do paciente, visto que para cada tipo de fio terão forças diferentes para os movimentos. A melhor curva apresentada é a terceira, a que possui certo paralelismo e proximidade do platô de descarregamento e a abscissa, essa terá menor taxa de descarregamento e baixa força aplicada aos dentes.

8.4 REQUISITOS PARA FIO DE APARELHOS ORTODÔNTICOS

Para a devida aplicação dos fios de Nitinol em aparelhos ortodônticos, são necessárias certas propriedades e requisitos, assegurando uma melhor aplicação. Outrossim, elas também são dependentes do processo de fabricação e seu diâmetro final, a composição final pode alterar por exemplo as temperaturas de transição e resistência à corrosão, os tratamentos térmicos escolhidos precisam ser precisos para os ajustes necessários das propriedades, pois podem afetar o desempenho final do material.

Na tabela 18 são apresentados alguns parâmetros base para certas propriedades:

Tabela 17 - Requisitos para uso do Nitinol para aparelhos ortodônticos.

PROPRIEDADE	IDEIAL	LITERATURA	Observações	Fonte
Potencial de Proteção (Eprot)	Quanto mais alto o potencial, mais resistente à corrosão em fendas	364 mV*	*Ensaio com carga aplicada de 50g	ISO 15841, 2020 HUANG, H. 2003
Densidade de corrente de corrosão (Icorr)	Quanto menor a densidade de corrente, mais uniforme a camada de proteção da superfície	0,624 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ *	*Ensaio com carga aplicada de 50g	ISO 15841, 2020 HUANG, H. 2003
Potencial de quebra da passivação (Ebd)	Quanto mais alto, maior a região de resistência à corrosão	326 mV*	*Ensaio com carga aplicada de 50g	ISO 15841, 2020 HUANG, H. 2003
Temperatura Final da transformação austenítica (Af)	< 35,5°C*	25,4°C GAC**	*Para que a superelasticidade esteja atuando **Marca de fio de Nitinol para aparelhos ortodônticos	ISO 15841 SAPATA, V. 2013
Força máxima flexão	25 a 100g	83,2g GAC	*Ensaio com 1,00 mm de deflexão A força para a movimentação de cada dente é diferente, ainda assim, forças maiores que as necessárias não aceleram o tratamento e podem atrapalhar no alinhamento visto a maior dispersão de carga	FERREIRA, E. 1998 SAPATA, V. 2013
Tensão de ruptura	> 150 N	220,8 N GAC	A força de mastigação pode ir de 50 a 522 N, onde a partir de 20 N já podem haver deflexões milimétricas nos fios	FERREIRA, E. 1998 MARTINS, C. 2007
Módulo de elasticidade	Baixo, para aplicação no início do tratamento e mais elevado ao final	86 a 98 GPa	Quanto maior o módulo de elasticidade, mais rígido é o material. O Nitinol apresenta valores mais baixos, sendo interessante para o início do tratamento e fios com módulos elásticos maiores, são utilizados no final do tratamento para segurar a correção realizada	PERES, R. 2012

Fonte: Compilado pelo autor

9 CONCLUSÃO

A superelasticidade, memória de forma e biocompatibilidade são propriedades que fazem o Nitinol ser uma liga tão interessante para sua aplicação em diversos meios, neste trabalho vimos especialmente seu uso com stent e com os arcos de aparelhos dentários.

Para os stents, o uso do Nitinol permite que sua inserção seja mais fácil devido sua expansão com a temperatura do corpo garantindo o retorno do fluxo de fluidos.

A superfície deve apresentar certa rugosidade para que se tenha boa atividade celular, visto que está diretamente relacionada com a fixação e proliferação celulares. Para isso, o ensaio de molhabilidade deve ser realizado, buscando ângulos menores que 90°, a fim de garantir que haja hidrofiliabilidade no fio de stent. O melhor ângulo de contato entre a amostra e a gota apresentada foi de 45,57°, após a realização da anodização, ainda assim, valores com até 65° podem ser considerados hidrofílicos.

A superfície do stent também precisa garantir que o níquel não terá contato com o meio exposto, evitando alergias e rejeição do stent. Para isso, o ensaio de corrosão é de extrema importância. Diferentemente do ensaio de molhabilidade, os resultados obtidos através do ensaio de corrosão para potencial de ruptura, com o eletropolimento de tratamento superficial já foram o suficiente para bons resultados de resistência à corrosão, sendo de 800mV.

Neste ensaio, o fio com melhor resultado foi o de 29 mm depois do desgaste acelerado pois, obteve-se altos valores de potencial de ruptura e de quebra da passivação que se refere a uma maior região de resistência à corrosão e menores valores de densidade de corrente de corrosão, indicando uma camada de proteção mais uniforme.

A vida útil do stent, pode ser conhecida através do ensaio de fadiga com diferentes velocidades e ambientes, mas principalmente com o meio de PBS, que simula os fluidos do corpo. Com a execução da flexão do fio de Nitinol de forma cíclica, a camada de óxido que se forma na superfície do fio acaba sendo quebrada e por mais que ela se refaça, o níquel é exposto ao meio. Junto a isso, quanto mais lento o ensaio, mais tempo de exposição do níquel, assim, o processo de fadiga é acelerado.

Todas as amostras ensaiadas chegaram em 106 ciclos, embora o Nitinol tenha apresentado divergências na resistência à fadiga quando as condições de teste eram alteradas. Apresentando uma resistência à fadiga reduzida quanto maior a velocidade de teste.

Para garantir as propriedades de superelasticidade do Nitinol, o ensaio de tração deve ser realizado, visto que apresenta o limite de tração e a ductilidade da peça. Os valores de alongamento podem variar de acordo com o diâmetro do fio, e a resistência tem como valor base 0,11 MPa de acordo com a norma ABNT 15796-5.

E nos aparelhos, o Nitinol possibilita um tratamento melhor, pela aplicação da sua menor força e contínua de forma a diminuir o tempo de tratamento. Por mais que o fio não esteja diretamente em contato com o sangue, a saliva e outros agentes bactericidas podem ser tão corrosivos quanto, conseqüentemente, o fio deve ter boa resistência à corrosão. Para simular um ensaio mais próximo com o uso clínico, os fios foram previamente submetidos a um ensaio de tração com forças diferentes, relacionadas com a posição do dente, entretanto as diferentes cargas aplicadas não resultaram em um grande impacto nos resultados. Foram utilizados dois meios de pH, 2 e 5, os quais influenciaram o potencial de quebra de passivação e de proteção, os

quais diminuíram com o menor pH. Já a densidade de corrente de corrosão, aumentou, com a mesma alteração.

A superelasticidade e a memória de forma tornam o uso do Nitinol interessante para uso dos fios em aparelhos ortodônticos, para isso, é necessário conhecer as temperaturas de transição da fase martensítica para a austenita. Um ensaio que propicia essa identificação é o DSC, os resultados precisam garantir que na temperatura de uso a fase esteja completamente em estado austenítico, assegurando as melhores propriedades de uso para este fim, esta temperatura costuma estar dentro de 20 a 50°C.

O ensaio de tração, tão tradicional para o conhecimento de propriedades mecânicas, tem como objetivo identificar a força máxima que o fio irá aguentar para a tensão feita pela mastigação. Todos os fios ficaram dentro do esperado, confirmando suas aplicações. O resultado precisa estar acima de 50 N.

A curvatura da arcada dentária é assegurada pelo ensaio de flexão, que deve possuir uma baixa taxa de descarregamento para confirmar a menor força aplicada aos dentes. Assim, seu gráfico de tensão x deformação deve apresentar um paralelismo e certa proximidade do patamar de descarregamento com a abscissa.

Atualmente se tem uma crescente nas pesquisas relacionadas a esses temas, para que cada vez mais, haja um conforto do paciente e uma melhora durante seu tratamento. Ainda é necessário firmar valores buscados como ideais a fim de que os materiais sempre estejam dentro desses limites, evitando as variações encontradas durante este trabalho.

REFERÊNCIAS

- FIGUEIRA, Nádía. **Caracterização do comportamento face à corrosão da liga NiTi – Qualidade em aplicações biomédicas**. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Técnica de Lisboa, Lisboa, 2008.
- MICHELON, Marcelo. **Estudo para obtenção de fios NiTi através de metalurgia do pó**. 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.
- SHAHIRNIA, M. FARHAT, Z. JARJOURA, G. Effects of temperature and loading rate on the deformation characteristics of superelastic TiNi shape memory alloys under localized compressive loads. **Materials Science and Engineering: A**. Vol 530, pp 628-632. Dez, 2011.
- MISHRA, Shivam, KUMAR, Mukesh, SHARMA, Yugal Kishor. Fabrications and characterization of nitinol reinforced metal matrix smart composite: A review. **Materials today: Proceedings**. Jan, 2023.
- VECHIETTI, Fernanda Albrecht. **Estudo das temperaturas de transformação de fases e da caracterização da superfície da liga NiTi submetida a diferentes tratamentos térmicos para aplicação em órtese metálica**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012.
- VIEIRA, Adriano Silva. **Ligas Ti-Sn processadas via metalurgia do pó**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2013.
- JAMSHIDI, Parastoo, PANWISAWAS, Chinnapat. ENZOH, Langi, COX, Sophie, FENG, Jiling, ZHAO, Liguó, ATTALLAH, Moataz. Development, characterisation, and modelling of processability of nitinol stents using laser powder bed fusion. **Journal of Alloys and Compounds**. Vol 909. Jul, 2022.
- GOUVÊA, Carlos Alberto Rodrigues. **Desenvolvimento de Laminador Para Confecção de Fios Ortodônticos Retangulares e suas Caracterizações**. 2008. Dissertação (Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos. São Carlos, 2008.
- GODOI, Renan Pereira. **Estudo e caracterização da liga Nitinol**. 2015. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM F 2004 - 17**: Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys by Thermal Analysis. Estados Unidos, 2017

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT 15796-3**: Implantes para cirurgia - Liga com memória de forma de níquel-titânio. Parte 3: Determinação de temperatura de transformação por análise térmica. Brasil, 2019.

FILHO, Rivaldo Lins Rocha. **Caracterização Microestrutural da transformação martensítica induzida por deformação em uma liga NiTi superelástica**. 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT 15796-5**: Implantes para cirurgia - Liga com memória de forma de níquel-titânio. Parte 5: Ensaio de tração para liga superelástica. Brasil, 2019.

Rijeza metalurgia. **O que é Dureza Vickers?** Disponível em: <https://rijeza.com.br/blog/conheca-mais-sobre-a-dureza-vickers/> Acesso em: 27 jan. 2023.

NASCIMENTO, Stephane. **Tratamento superficial do Nitinol para aplicação biomédica**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2013.

LUZ, A. P. RIBEIRO, S. PANDOLFELLI, V. C. Uso da molhabilidade na investigação do comportamento de corrosão de materiais refratários. **Cerâmica**. Vol 54, pp. 174-183. 2008.

FRANÇA, Luís Henrique, PEREIRA, Adamastor Humberto. Atualização sobre endopróteses vasculares (stents): dos estudos experimentais à prática clínica. **Jornal Vascular Brasileiro**. Vol. 7, pp. 351-363. Dez, 2008.

Cordis. **PRECISE PRO RX Carotid Stent System**. Disponível em: <https://cordis.com/na/products/intervene/endovascular/self-expanding-stents/precise-pro-rx-carotid-stent-system-self-expanding> Acesso em: 25 set. 2022.

Estado. **Paciente recebe primeiro stent biodegradável na Inglaterra**. Set, 2010. Disponível em: <http://www.medicinaintensiva.com.br/stent-biodegradavel.htm>. Acesso em: 25 set 2022.

Medtronic. **Important Safety Information: Abdominal Aortic Aneurysm (AAA)**. Disponível em: <https://www.medtronic.com/us-en/patients/treatments-therapies/stent-graft-aaa/important-safety-information.html>. Acesso em: 26 set 2022.

Pesquisa FAPESP. **Engenharia Biomédica: Agora feito no Brasil**. Disponível em: <https://revistapesquisa.fapesp.br/agora-feito-no-brasil/>. Acesso em: 01 out 2022.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM F2129**: Método de teste padrão para realizar medições de polarização potenciodinâmica cíclica para determinar a suscetibilidade à corrosão de pequenos dispositivos de implantes. São Paulo, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G5**: Método de teste de referência padrão para fazer medições de polarização anódica potenciodinâmica. São Paulo, 2020.

DENTON, M; EARTHMAN, J. C. Corrosion evaluation of wear tested nitinol wire. **Materials Science and Engineering: C**. Vol. 25, ed. 3, pp. 276-281, Mai. 2005.

SULLIVAN, Stacey; MADAMBA, Daniel; SIVAN, Shiril. The effects of surface processing on in-vivo corrosion of Nitinol stents in a porcine model. **Acta Biomaterialia**. Vol. 62, pp. 385-396, Out. 2017.

WEAVER, J. D. SENA, G. M. FALK, W. M. SIVAN, S. On the influence of test speed and environment in the fatigue life of small diameter nitinol and stainless steel wire. **International Journal of Fatigue**. Vol. 155. Fev. 2022.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E2948-22**: Standard Test Method for Conducting Rotating Bending Fatigue Tests of Solid Round Fine Wire. Estados Unidos, 2022.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM F2516-22**: Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials. Estados Unidos, 2022.

ALMEIDA, Paulo Manuel Marques. **Materiais Inteligentes em Aplicações Ortodônticas: Nitinol**. 2021. Dissertação. Universidade D Coimbra, 2021.

MOTTA, Alexandre Trindade Simões, GRAVINA, Marco Abdo, QUINTÃO, Cátia Cardoso Abdo, MENDES, Alvaro de Moraes. Histórico de fios utilizados em ortodontia. **Ortodontia Gaúcha**. Vol. 7, pp. 66 - 70. Jun, 2003.

ROSANI, Genésio Aparecido. **Fios ortodônticos, propriedades mecânicas e suas aplicações clínicas**. 2001. Monografia. Universidade São Francisco, 2001.

QUINTÃO, Cátia Cardoso Abdo, BRUNHARO, Ione Helena Vieira Portella. Fios ortodônticos: conhecer para otimizar a aplicação clínica. **R Dental Press Ortodon Ortop Facial**. Vol. 14, pp. 144 - 157. Maringá, Dez. 2009.

T. Hosseinzadeh Nik, H. Ghadirian, M. N. Ahmadabadi, T. Shahhoseini, and M. Haj-Fathalian, "Effect of saliva on load-deflection characteristics of superelastic nickel-titanium orthodontic wires.", **J. Dent. (Tehran)**, Vol. 9, pp. 171 – 179, 2012.

HUANG, Her. H. Corrosion resistance of stressed NiTi and stainless steel orthodontic wires in acid artificial saliva. **Journal of Biomedical Materials Research**. Vol. 66A, pp. 829 - 839. Ago, 2003.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 15841** Dentistry - Wires for use in orthodontics. Estados Unidos, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM F2082**: Standard Test Method for Determination of Transformation Temperature of Nickel-Titanium Shape Memory Alloys by Bend and Free Recovery. Estados Unidos, 2016.

SAPATA, Vítor Marques. **Comparação da análise de DSC e das forças liberadas na desativação de fios ortodônticos de NiTi termoativados 0,016"**. 2013. Dissertação (Mestrado em Odontologia Integrada). Universidade Estadual de Maringá, 2013.

MARTINS, Cristiane Canavarro Rodrigues. **Propriedades mecânicas de fios estéticos obtidas em ensaios de tração**. 2007. Dissertação (Mestrado em Odontologia). Universidade do Estado do Rio de Janeiro, 2007.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 6892-1** Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at room temperature. Estados Unidos, 2019.

PERES, Rafael Vidal. Propriedades em flexão de fios de liga de Ni-Ti. **Revista Brasileira de Odontologia**. Vol. 69, pp. 266 - 271. Dez, 2012.