

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais
(PPGEM)

**Caracterização de uma liga NiTi visando confecção e
aplicação como material biomédico em órtese
Grampo de Judet**

Denis Jardim Villarinho
Engenheiro Mecânico

Dissertação para obtenção do título de
Mestre em Engenharia

Porto Alegre
2010

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais
(PPGEM)

Caracterização de uma liga NiTi visando confecção e aplicação como material biomédico em órtese Grampo de Judet

Denis Jardim Villarinho
Engenheiro Mecânico

Trabalho realizado no âmbito da Escola de Engenharia da UFRGS, no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de concentração: processos de fabricação.

Porto Alegre
2010

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração processos de fabricação e aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador : Prof. Dr. Eng. Lírio Schaeffer

Banca Examinadora: - Prof. Dr. Mauricio G. Saueressig - HCPA.

- Dr. Eng. Carlos Raimundo Frick Ferreira – C.T. UFRGS.

- Prof. Dr. Newton Fuentesfria – CHPB.

Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann
Coordenador do PPGEM

2010

*Dedico este trabalho a minha esposa
Conceição e aos meus filhos Dennis
Daniel e Lauren.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, a minha esposa Maria da Conceição, aos meus filhos Dennis, Daniel e Lauren pelo incentivo, motivação constante e apoio em todos os momentos por acreditarem, que eu poderia e deveria retornar a Universidade para pesquisar, algo, que sempre foi muito importante na minha vida.

Agradeço muito ao Professor Dr. Engenheiro Lírio Schaeffer pela confiança, pela oportunidade e orientação em cada etapa do desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço aos profissionais mecânicos-ferramenteiros Sr. Willy Webber e Sr. Willy Webber Júnior, pela paciência em confeccionar a usinagem das ferramentas de forno utilizadas no processo.

Agradeço ao engenheiro Daniel Neumann Villarinho pelo auxílio nas pesquisas e ensaios elétricos para conhecimento da liga.

Agradeço aos engenheiros Igor Diehl (LdTM) , Nelson Freitas Costa (LAFUN) e Marcelo Macedo (LAMEF), pelo valioso auxílio nos testes de tração e metalografias.

Agradeço ao Eng. Fabio Royes Regada pelo auxílio em diversas etapas do trabalho.

Agradeço ao Prof. Dr. Quím. Carlos Ferreira e MSc. Eng. Pedro Barrionuevo Roesse pela disponibilidade de ensaios DSC e BFR, no Laboratório de Polímeros - LAPOL, que foram fundamentais na caracterização do material de pesquisa.

Agradeço o apoio dos professores e doutores da UFRGS: Ivan G. Machado, Antônio Vilela, Marco Vilhena, Francisco J. Kiss, Jaime Spim, Jane Zoppas Ferreira, Alexandre Rocha, Afonso Reguly.

Agradeço ao Prof. Dr. Carlos Thadeu Schmidt Cerski do HCPA/FAMED/UFRGS pelos valiosos depoimentos sobre fisiologia humana.

Agradeço ao Prof. Dr. Cirurgião torácico Amarílio Vieira de Macedo Neto do HCPA/FAMED/UFRGS pelo incentivo no desenvolvimento da órtese grampo de Judet.

Agradeço o auxílio de Tiago Bassani Rech, Tiago Medeiros Villarinho e Pedro Medeiros Villarinho, quanto aos recursos computacionais utilizados.

Agradeço a Dimme Equipamentos Médicos e Hospitalares e seus colaboradores, pelo tempo que fiquei ausente dedicando-me a esta pesquisa.

SUMÁRIO

	Lista de figuras.....	VIII
	Lista de tabelas.....	X
	Lista de abreviaturas.....	XI
	Lista de símbolos.....	XII
	Resumo.....	14
	<i>Abstract</i>	15
1	INTRODUÇÃO.....	16
1.1	Importância e Utilização das Ligas de Nitinol.....	16
1.2	Objetivo deste trabalho.....	16
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	17
2.1	Histórico das Ligas Memória de Forma (LMF) – Conceito geral.....	17
2.2	Conceituação de Órteses, Ossos, Trauma Torácico.....	19
2.3	Grampos de Judet e Outras Aplicações das LMF na Área de Saúde.....	23
2.4	Inclusão de Grampos para Estabilização de Ossos no Corpo Humano.....	29
2.5	Aplicação Clínica. Inclusão do Grampo de Judet em Animais	30
2.6	Biomateriais, Biocompatibilidade do NiTi.....	31
2.6.1	Biomateriais.....	32
2.6.2	Biocompatibilidade.....	33
2.6.3	A Superfície do NiTi.....	34
2.6.4	Passivação e Ionização.....	36
2.6.5	Corrosão de NiTi.....	36
2.6.6	Corrosão in Vivo.....	37
2.6.7	Melhora da Resistência a Corrosão NiTi com Modificação de Superfície.....	37
2.6.8	Formabilidade.....	38
2.6.9	Soldabilidade.....	38
2.6.10	Conceitos Básicos do Efeito Memória de Forma e Superelasticidade.	38
2.6.11	Curva de Histerese por Tensão-Deformação.....	40
2.7	Estrutura Atômica dos Materiais.....	41
2.8	Transformações Martensíticas – Princípios e Características Básicas.....	43
2.8.1	Variantes, Determinantes nas LMF(s).....	44
2.8.2	Transformações Martensíticas.....	45
2.8.3	Fator de Tetragonalidade.....	45
2.9	Transformações Martensíticas Termoelásticas.....	50
2.10	O Efeito Memória de Forma e Superelasticidade.....	54
2.10.1	Memória de Forma.....	55
2.10.2	Superelasticidade.....	57
2.10.3	Efeito Memória de Forma de Uma Via.....	60
2.10.4	Efeito Memória de Forma de Duas Vias.....	61
2.10.5	Mecanismos de Deformação e Pré-Requisitos Para o Efeito Memória de Forma e Superelasticidade.....	62
2.10.6	As Temperaturas de Transformações de Fases.....	64
2.11	BFR - ASTM F2082 -06.....	66
2.11.1	Escopo.....	66

2.12	Caracterização das Ligas Memória de Forma Por Meio das Temperaturas Críticas de Transformação	69
2.13	Diagrama de Fases do NiTi.....	70
2.14	Ensaio de Tração – Propriedades Mecânicas.....	72
2.14.1	Tensão e Deformação na Tração.....	72
2.14.2	Conceituação Geral: Deformação, Resistência, Dutilidade e Módulo de Elasticidade.....	74
2.14.3	Conceito Geral de Elasticidade.....	77
2.15	Especificação da Chapa NiTi Memory- Metalle.....	78
2.16	Eletro-Polimento.....	79
2.17	Lavagem Ultrassônica.....	79
2.18	Embalagem.....	80
2.19	Esterilização em Vapor Saturado.....	82
3	PROCEDIMENTOS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS.....	84
3.1	Aquisição das Chapas.....	84
3.2	Especificação Comercial do Fio Termoativado – 3M.....	84
3.3	Desenho do Grampo de Judet.....	85
3.4	Ensaio DSC – Calorimetria Diferencial de Varredura.....	85
3.5	BFR - Bend and Free Recovery, Curvatura e Livre Recuperação	86
3.6	Microscopia Óptica.....	87
3.7	Ensaio de Tração.....	87
3.8	Experimentos Termomecânicos Práticos, para Observar o Comportamento das Ligas.....	88
3.9	Ciclo Operacional de Fabricação.....	90
3.9.1	Corte da Chapa.....	91
3.9.2	Estampagem dos Grampos.....	92
3.9.3	Tratamento Termomecânico do Grampo de Judet.....	92
3.9.4	Tamboreamento Para Eliminação de Rebarbas.....	93
3.9.5	Lavagem Intermediária.....	93
3.9.6	Eletropolimento.....	94
3.9.7	Lavagem Ultrassônica.....	94
3.9.8	Seladora Cirúrgica.....	94
3.9.9	Esterilização da Peça em Autoclave em Vapor Saturado.....	95
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	96
4.1	Ensaio DSC.....	96
4.2	BFR - Bend and Free Recovery - Curvatura e Livre Recuperação –	99
4.3	Determinação das Temperaturas Críticas de Transformação	102
4.4	Ensaio de Microdurezas.....	103
4.5	Microscopia Óptica.....	104
4.6	Ensaio de Tração.....	105
4.7	Tratamentos Termomecânicos Práticos.....	111
5	CONCLUSÕES.....	115
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	117
	REFERÊNCIAS	118

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1– Trauma torácico.....	22
Figura 2.2 – Tipos de fraturas.....	23
Figura 2.3 – Ossos fraturados ligados por grampos.....	24
Figura 2.4 – Modelo de grampo de Judet.....	26
Figura 2.5– Modelos de pinças.....	26
Figura 2.6 – Aplicação do grampo de Judet em aço inoxidável.....	27
Figura 2.7 – Fio ortodôntico em ação.....	27
Figura 2.8 – Stent desenvolvido no LdTM.....	28
Figura 2.9 – Mão Robótica.....	28
Figura 2.10– <i>Basket</i> , Cesta para cirurgia urológica.....	28
Figura 2.11 – Tridente para cirurgia urológica.....	28
Figura 2.12 – Estabilização de tórax através da inclusão dos grampos de Judet em animal.....	31
Figura 2.13 – Deformações.....	39
Figura 2.14 – Comportamento elástico.....	40
Figura 2.15 – Um cristal esquematizado;	43
Figura 2.16 – Seis planos equivalentes.....	44
Figura 2.17 – Gráfico esquemático da energia livre x temperatura.....	47
Figura 2.18 – (a) Alívio superficial; (b) uma linha reta traçada na superfície do corpo continua reta após a transformação.....	48
Figura 2.19. – Observação progressiva do alívio superficial em uma amostra de liga NiTi.....	51
Figura 2.20 – Estrutura monoclinica da martensita em ligas NiTi equiátomica.....	51
Figura 2.21 – Gráfico esquemático da energia livre x temperatura próprio das ligas de NiTi.....	52
Figura 2.22 – Mecanismos de memória de forma do NiTi.....	56
Figura 2.23 – Gráfico tensão-deformação da liga NiTi a 10°C associado ao esquema de mudanças micro-estruturais.....	57
Figura 2.24 – Representação esquemática da deformação isotérmica de uma liga NiTi onde $A_s < T < M_s$	59
Figura 2.25 – Esquema mostrando vista lateral de dispositivo de teste usando LVDT verticalmente montado e contrabalançado.....	67
Figura 2.26 – Simples estágio de transformação – Linhas tangentes e temperatura de transformação.....	67
Figura 2.27– Duplo estágio de transformação – Linhas tangentes e temperatura de transformação.....	68
Figura 2.28 – Temperaturas de transformação de uma LMF.....	70
Figura 2.29 – Diagrama de fases do NiTi.....	71
Figura 3.1 - Arco ortodôntico 3M – termoativado.....	84
Figura 3.2 – Desenho.....	85
Figura 3.3 – Modelo de Grampo de Judet.....	85
Figura 3.4 – Molde para grampo de Judet.....	88
Figura 3.5 – Forno Mufla.....	88
Figura 3.6 – Gás refrigerante 134a para resfriamento de amostras até - 23,6°C.....	89

Figura 3.7 – Guilhotina para corte de chapa.....	91
Figura 3.8 – Estampo para grampo de Judet.....	92
Figura 3.9 – Prensa.....	92
Figura 3.10 – Tambor Roto Finish, e chips cerâmicos.....	93
Figura 3.11– Lavadora.....	93
Figura 3.12 – Lavadora Ultrassônica.....	94
Figura 3.13 – Seladora Cirúrgica.....	94
Figura 3.14 – Autoclave em vapor saturado.....	95
Figura 4.1 – Máquina de ensaio DSC.....	96
Figura 4.2– Gráfico do DSC da liga M – Memory Metalle.....	97
Figura 4.3 - Gráfico do DSC da liga termoativada 3M®	97
Figura 4.4 – Sobreposição de temperaturas mostrando as fases austenítica, martensítica e fase R da liga M – Memory Metalle.....	98
Figura 4.5 – Aparelho onde foi realizado o ensaio BFR.....	99
Figura 4.6 - Liga M – Deformação versus temperatura.....	99
Figura 4.7 - Reprodutibilidade. – Teste reproduzido da liga M. Deformação versus Temperatura, mostrando linearidade dos resultados.....	100
Figura 4.8 - Variação dimensional em μm versus temperatura da liga M.....	100
Figura 4.9 - Sobreposição dos ensaios DSC e BFR da liga 3M®.....	101
Figura 4.10 - Sobreposição dos ensaios DSC e BFR da liga M.....	101
Figura 4.11 – Metalografia da chapa de NiTi aumento de 50x.....	104
Figura 4.12 – Metalografia da chapa de NiTi aumento de 200x.....	104
Figura 4.13 – Liga Termoativada 3M - (x200).....	105
Figura 4.14 – Liga Termoativada 3M – (x500).....	105
Figura 4.15 e 4.16 – Máquina para ensaio mecânico Emic.....	105
Figura. 4.17 - Ruptura do fio 3 M.	108
Figura. 4.18 - Tensão-deformação, corpos de prova 1,2,3, fio 3M®.	109
Figura. 4.19 - Ruptura, chapa M, Longitudinal.....	109
Figura 4.20 - Tensão-deformação, corpos de prova 1,2,3, chapa M Longitudinal.	110
Figura 4.21 - Tensão-deformação, corpos de prova 1,2,3, chapa M Transversal..	110
Figura 4.22 - Ruptura – Chapa M Transversal.	110

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Sistemas cristalinos e células unitárias de Bravais que compõe o Nitinol.....	41
Tabela 2.2 – Ligas Comercializadas pela Memory Metalle, GmbH (MMG).....	78
Tabela 4.1 – Temperaturas transformação de fases, em °C e entalpia ΔH obtidas no DSC.....	96
Tabela 4.2 – Tabela das temperaturas de transformação de fases e entalpia ΔH obtidas no ensaio DSC, de Reis, W.P.....	96
Tabela 4.3 – Ligas caracterizadas pelas temperaturas críticas de transformação.....	
Tabela 4.4 – Temperaturas críticas.....	103
Tabela 4.5 – Tabela das microdurezas.....	103
Tabela 4.6 - Valores dos módulos de elasticidade (E) obtidos nos ensaios de tração.....	106
Tabela 4.7 - Propriedades mecânicas do NiTi e do Aço Inoxidável.....	107

LISTA DE ABREVIATURAS

ASTM	<i>American Society for Testing and Materials.</i>
BFR	<i>Bend and Free Recover (Curvatura e Livre Recuperação).</i>
BT	<i>Body Temperature (Temperatura Corporal).</i>
CCC	Cúbico de Corpo Centrado.
CME	Centro de Materiais e Esterilização.
CHPB	Complexo Hospitalar Parque Belém.
DSC	<i>Differential Scanning Calorimeter.</i> Calorímetro Diferencial de varredura.
Ec	Amplitude Térmica de Resfriamento.
Eh	Amplitude Térmica de Aquecimento.
EMF	Efeito Memória de Forma.
ETO	Óxido de Etileno.
F	Força.

FAMED	Faculdade de Medicina da UFRGS.
HCPA	Hospital de Clínicas de Porto Alegre.
HÁ	<i>Heat Activated</i> , Termoativada.
IME	Instituto Militar de Engenharia
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial.
LMF	Liga Memória de Forma.
LAFUN	Laboratório de Fundição da UFRGS.
LAMEF	Laboratório de Metalurgia Física da UFRGS.
LAPOL	Laboratório de Polímeros da UFRGS.
LVDT	Transdutor Linear Diferencial Variável.
LdTM	Laboratório de Transformação Mecânica da UFRGS.
MMG	Memory-Metalle – GmbH (Atual Memry GmbH)
M.O.	Microscópio Óptico
MRI	Magnetic Resonance Imaging, Imagem por Ressonância Magnética.
NOL	Naval Ordnance Laboratory – Laboratório de Artilharia Naval
NDC	Nitinol Devices Componentes – Freemont –Ca. U.S.A.
Nitinol	Nome comercial :Niquel-Titânio Naval Ordnance Laboratory.
RVDT	Transdutor Diferencial Rotativo Variável.
SE	<i>Super-Elastic</i> (Superelástica).
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

LISTA DE SÍMBOLOS

A	Alongamento total de um corpo. (%).
As	Temperatura na qual ocorre o início da transformação austenítica durante o aquecimento da liga.
Af	Temperatura na qual ocorre o final da transformação austenítica durante o aquecimento da liga.
$DG_{\gamma \rightarrow \alpha}$	Energia livre de transformação martensítica.
$DG_{\alpha \rightarrow \gamma}$	Energia livre de transformação austenítica.
E	Módulo de elasticidade (GPa).
Ec	Amplitude térmica de resfriamento.
Eh	Amplitude térmica de aquecimento.
ϵ_{an}	Deformação anelástica.
ϵ_{tr}	Deformação de transformação.
ϵ_p	Deformação plástica.
G	Energia Livre de Gibbs.
G_{γ}	Energia livre de Gibbs da fase austenítica.
G_{α}	Energia Livre de Gibbs da fase martensítica.
GPa	Giga Pascal.
ΔH	Varição da entalpia de formação.
Ht	Histerese térmica.
L	Distância final após a ruptura do corpo de prova.
Lo	Distância inicial marcada no corpo de prova antes do ensaio.
Md	Temperatura máxima onde ocorre a transformação martensítica por tensão.
Mf	Temperatura na qual ocorre o final da transformação martensítica durante o processo de resfriamento da liga.
Ms	Temperatura na qual ocorre o início da transformação martensítica durante o processo de resfriamento da liga.
Mpa	Megapascal (Newton/m ²).
NiTi	Liga de Níquel-titânio.
R's	Temperatura na qual ocorre o início da transformação, da fase R durante o resfriamento da liga.

$R'f$	Temperatura na qual ocorre o final da transformação, da fase R durante o resfriamento da liga.
R_s	Temperatura na qual ocorre o início da transformação, da fase R durante o aquecimento da liga.
R_f	Temperatura na qual ocorre o final da transformação, da fase R durante o aquecimento da liga.
S	Área da secção transversal de um corpo.
T_0	Temperatura de equilíbrio para ligas metálicas (aço).
T_0'	Temperatura de equilíbrio para liga NiTi.
U_r	Módulo de resiliência.
ν	Coefficiente de Poisson.
α	Fase martensítica.
γ	Fase austenítica.
σ_e	Tensão de escoamento.
σ_p	Limite de proporcionalidade.
σ_r	Tensão de ruptura.
ϵ	Deformação relativa (%).
ϕ	Estricção.

RESUMO

No presente trabalho foi feito estudo em ligas metálicas comerciais de NiTi , chapa atuador tipo M com 0,5 mm de espessura e liga 3M termoativada , fio com 0,48mm X 0,64mm referência 4297-919, com secção transversal retangular, afim de caracterizar material a ser utilizado no ciclo operacional de fabricação do grampo de Judet. . Para a caracterização do fio e da chapa foi decidido se usar inicialmente o DSC (*Differential Scanning Calorimeter*) Calorímetro Diferencial de Varredura. Esses testes foram realizados com o intuito de se determinar as temperaturas de transformação de fases das ligas. Com esse teste foi observado, que a liga M não era a melhor escolha para ser utilizada como grampo de Judet, devido às temperaturas mostradas, M_f , M_s , A_s e A_f por serem apropriadas para atuadores.

A liga 3M com características de liga tipo BT, *Body temperature*, temperatura corporal, mostrou-se adequada ao grampo em estudo. Mesmo assim foi decidido caracterizar e fabricar o grampo com a liga tipo M pela disponibilidade. Com a liga 3M seria preciso para resfriar a peça, somente soro fisiológico esterilizado a 4°C para a completa transformação martensítica, também significava que esta peça teria total transformação austenítica a 37°C, temperatura do corpo humano, quando incluída.

Depois disso a chapa tipo M, e o fio 3M, foram observadas com o teste BFR (*Bend and Free Recovery*) Curvatura e Livre Recuperação, que mostra sua recuperação depois de deformada, em relação a variação de temperatura, teste recomendado para caracterizar ligas níquel-titânio com $A_f = -25^\circ\text{C}$ até 90°C . Suas secções transversais foram observadas ao microscópio óptico. Ensaios de tração foram realizados nas duas ligas. Das curvas obtidas nos testes, foi calculado o módulo de elasticidade e observada a resiliência. Depois de vários experimentos com diversas amostras, observando-se a memória de forma e a superelasticidade foi estabelecido o ciclo operacional de fabricação: a) Corte da chapa na guilhotina; b) Estampar o grampo de Judet na prensa; c) Tratamento térmico no forno Sanchis; d) Tamboreamento para retirar rebarbas na Roto Finish; e) Lavagem Intermediária; f) Eletro-polimento; g) Lavagem ultrassônica; h) Embalagem em seladora cirúrgica e i) Esterilização em autoclave.

ABSTRACT

In this work a study was made on commercial alloys of NiTi, actuator sheet type M with 0.5 mm thick and 3M heat activated, wire with 0.48 mm X 0.64 mm reference 4297-919 with rectangular cross-section, order to characterize the material to be used in the manufacturing cycle time staple Judet. . In characterizing the wire and the sheet was initially decided to use the DSC (Differential Scanning Calorimeter).

These tests were conducted to determine the phase transformation temperatures of alloys. With this test, it was observed that the alloy M was not the best choice for use as a staple of Judet, due to the temperatures shown, M_f , M_s , A_s , A_f , suitable for actuators.

The alloy features with 3M alloy type BT (Body temperature) was adequate to staple study. Even so it was decided to characterize and produce the staple with type M for availability. With the alloy 3M would have to cool the part, only with sterile saline at 4 ° C for complete martensitic transformation also meant that the part would have total austenitic transformation at 37 ° C, when inserted.

After that the sheet type M, and the wire 3M, were observed with the test BFR (Bend and Free Recovery) which shows his deformed recovery in relation to temperature change, recommended test to characterize nickel-titanium alloy with $A_f = -25$ ° C to 90 ° C. Also their cross sections were observed under an optical microscope. Tensile tests were carried out in two alloys. On the curves obtained in the tests, were calculated the modulus of elasticity and resilience observed. After many experiments with different samples, observing the shape memory and super-elasticity was established cycle time of manufacture: a) Cut the plate in the guillotine; b) Stamping Judet staple in press; c) Heat treatment in oven Sanchis; d) Tumbling to remove burrs in the Roto Finish; e) Washing Intermediate; f) Electro-polishing; g) Washing Ultrasonic; h) Packaging sealing operation; i) Sterilization by autoclaving.

1. INTRODUÇÃO

1.1 Importância e utilização das ligas de Nitinol

Desde sua descoberta em 1965, a liga Nitinol, binária, aproximadamente equiatômica composta de níquel e titânio tem havido vasta aplicação devido suas principais e notáveis propriedades de superelasticidade, efeito memória de forma e biocompatibilidade. A indústria automotiva, aeronáutica, eletro-eletrônica, odontológica e a médica entre outras descobriram soluções para problemas, antes não imagináveis. Hoje, muitos equipamentos foram desenvolvidos e utilizam esses efeitos. Neste trabalho é mostrada a evolução e a aplicação na área médica, principalmente na ortopedia, onde se utiliza o material como órtese, para correção, estabilização e reabilitação óssea.

1.2 Objetivo deste trabalho

A caracterização do tipo de liga de NiTi adequada a fabricação de grampos para uso em tórax instável.

Especificamente desenvolver o ciclo operacional de fabricação do grampo de Judet.

Com as temperaturas de transformação de fases através dos testes DSC e BFR, com o ensaio de tração onde é possível verificar o módulo de elasticidade, a tensão de escoamento e resiliência, fazer a escolha do material adequado e fabricação do grampo. Observação e caracterização do efeito memória de forma efeito de uma via. O efeito memória de forma de duas vias não é propósito deste trabalho.

- **Motivação para desenvolvimento do trabalho.**

Desenvolver uma pesquisa em material biomédico que acrescente benefício direto aos pacientes. Trabalho de bioengenharia.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Histórico das ligas memória de forma (LMF) e Conceito Geral.

As ligas memória de forma são metais, que exibem as propriedades de “pseudo-elasticidade” e “efeito memória de forma”. Arne Olander observou essas propriedades em 1938 (OKSUTA & WAYMANN, 1998). Chang e Read observaram, que uma liga de ouro e cobre retornava a sua forma anterior depois de deformada e aquecida. A partir daí começaram as pesquisas e o largo uso das ligas incluindo NiTi, CuZnAl, CuAlNi e outras.

O primeiro esforço para explorar o NiTi como implante foi feito por Johnson e Alicandri em 1968 (CASTLEMAN et al, 1976). O Uso do NiTi como aplicação médica foi reportado primeiramente na década de 1970 (CUTRIGHT et al, 1973).

Nos anos 80 foi dado maior apoio às aplicações ortopédicas e ortodônticas e somente em 1995 foi aplicado o primeiro Stent (REIS, 2001).

Consta na literatura, que foi o pesquisador metalurgista William F. Buehler, no Laboratório de Artilharia Naval da marinha americana (Naval Ordnance Laboratory) quem desenvolveu uma liga metálica, com memória de forma de composição aproximadamente equiatômica de níquel e titânio em 1965, daí o acrônimo Nitinol (ANDREASSEN, 1978, BARRAS e MYERS 2000). Inicialmente era uma liga martensítica estabilizada apresentando baixa rigidez, que comparada com as demais ligas da época era bastante elástica e atendia aos critérios de força suave e contínua. Hoje no mercado há liga austenítica ativa superelástica e liga martensítica ativa termoativada.

Muitas destas ligas têm a notável propriedade de “lembrar” suas formas anteriores. Essa “inteligente” propriedade é resultado dessas ligas promoverem sua mudança de fase em resposta a mudança de temperatura ou aplicação de tensão mecânica. A simples demonstração envolve dobrar uma amostra em baixa temperatura e após submetê-la a fonte de calor em água ou ao ar e a amostra volta a sua forma original, assim que a temperatura alcançar a correspondente temperatura, mudança de fase. De acordo com pesquisas da University of Wisconsin-Madison, essa temperatura em que há mudança de fase está relacionada à proporção de átomos de NiTi, aproximadamente 1:1.

O efeito memória de forma poderia ser definido como a capacidade de certos materiais, após ter sofrido uma deformação mecânica, voltarem ao estado original com aquecimento a temperaturas acima da temperatura com o fim de transformação da martensita em austenita, após serem transformados plasticamente no estado martensítico (MEI, P.R)

Fisicamente a memória de forma está relacionada com a transformação martensítica cristalograficamente reversível. Suas propriedades funcionais são:

- EMF de uma via (somente aquecimento ou resfriamento).
- EMF de duas vias (aquecimento e resfriamento).

Superelasticidade (chamada pseudo-elasticidade) – capacidade da liga de sofrer grandes deformações sem sair do regime elástico (PEREZ-SAEZ, R.B; RECARTE. V.; NO, M.L.; RUANO O.A.; SAN JUAN, J, J.).

Há várias famílias de ligas com memória de forma, que podem ser encontradas, como citado anteriormente.

A estrutura encontrada acima da temperatura mudança de fase, tem a forma CCC cúbica de corpo centrado, que é chamada austenítica e a estrutura encontrada abaixo da temperatura mudança de fase tem a estrutura menos simétrica, chamada martensítica com estrutura monoclinica. Na fase martensítica o material é muito elástico, enquanto que na fase austenítica o material é mais rígido (Memory Metalle).

As ligas de NiTi tem composição química binária, inter-metálica e equiatômica (49% Ti – 51%Ni), com densidade 6,9 g/cm³, ponto de fusão 1310°C. As propriedades dessas ligas podem ser controladas por meio de processamentos termodinâmicos do material, que então podem exibir as propriedades desejadas (GÁLIO, A.,2007).

NiTi é uma liga não-magnética (RYHÄNEN, J. 1999). MRI (Imagem por ressonância magnética) é portanto possível.

Nitinol é levemente mais radiopaco, que o aço inoxidável (PONCET, P. Philippe). Radiopacidade, parte opaca da chapa do RX e as imagens escurecidas são radiolúcidas. A densidade (massa/volume) e o número atômico contribuem com a radiopacidade do material. Materiais radiopacos impedem a passagem da radiação eletromagnética, energia radiante e Rx.

Se comparadas ao cobre as ligas NiTi, podem sofrer maior deformação 8% e as ligas de cobre 4 a 5%, tendendo a ser mais estáveis termodinamicamente, tem excelente resistência a corrosão em comparação as ligas de cobre e também biocompatibilidade (MEI, P.R).

A indústria de equipamentos médicos tem desenvolvido diversos produtos, usando ligas de NiTi devido a sua excelente biocompatibilidade e alta pseudo-elasticidade. A excelente biocompatibilidade, resistência à corrosão, excelente citocompatibilidade, tornando possíveis essas aplicações. O Níquel em NiTi é quimicamente ligado ao titânio em vínculo inter-metálico forte (20 a 200 Kcal/mol, caracterizam a força em ligações metálicas), logo o risco de reação mesmo em pacientes com pouca tolerância ao níquel é extremamente baixa .

As propriedades das ligas NiTi, incrementaram a tecnologia para várias aplicações revolucionárias nas áreas médica e odontológica. Essas aplicações incluem diversas áreas, desde instrumentos cirúrgicos até implantes permanentes, incluindo implantes dentro do sistema circulatório. Além das propriedades acima pode-se citar a alta resistência à fadiga, baixo módulo de elasticidade (semelhante ao módulo de elasticidade do osso) a impermeabilidade e efeito amortecedor, qualidades úteis nos implantes cirúrgicos ortopédicos (RYHÄNEN, J, 1999).

2.2 Conceituação de Ossos, Órteses, Trauma Torácico, Osteossíntese

Como o objetivo deste trabalho é desenvolver o grampo de Judet, é importante ter presente alguns conceitos básicos sobre ossos, órteses, trauma torácico e osteossíntese.

Os ossos fornecem estrutura aos demais tecidos do corpo. Constituem o mais duro de todos os tecidos conjuntivos.

Um terço do tecido ósseo é formado por fibras colágenas e dois terços são compostos de sais minerais, primariamente hidroxiapatita de cálcio. Forma-se osso em reação ao estresse. Embora geneticamente determinado, o tamanho e a forma de um osso são dependentes de fatores ambientais, para sua expressão completa. Essa resposta do osso a sua história de carga tem sido denominada lei de Wolff. Existem dois tipos principais de osso: cortical e esponjoso. Todos os ossos são cobertos por um tecido altamente vascularizado e innervado, chamado de periósteo,

exceto a parte vascularizada dentro de uma cavidade sinovial de uma articulação. Endo-ósteo é a membrana que cobre a linha de superfície interna do osso. Entende-se ainda como osteoblasto a célula mononucleada, que origina o osso e fibroblasto a célula que sintetiza e mantém a matriz extracelular de muitos tecidos animais (RYHÄNEN, J., 1999).

O osso cortical é muito denso, altamente calcificado e construído para resistir a cargas de compressão, pode resistir as vergaduras tenses e cargas torsionais, porém, mais precariamente. Isso é função direta da ultra-estrutura do osso cortical, um composto de fibras colágenas flexíveis e de cristais minerais rígidos, que costuma ser encontrado na diáfise de ossos longos e que apresenta uma cavidade central oca, denominada canal medular ou cavidade medular.

Na extremidade dos ossos longos, nos locais de inserção tendinosa e ligamentar, os ossos tendem a se expandir e o osso cortical torna-se uma estrutura mais porosa, denominada osso esponjoso ou trabecular. Os ossos trabeculares ou esponjosos ficam na direção das cargas transmitidas e agem como condutos de carga, a partir da superfície articular até o osso cortical diafisário subjacente. A sobrecarga de trabéculas vai, em uma escala microscópica, duplicar a carga de um osso inteiro (p.ex. fratura). Essa sobrecarga por causa da inervação existente dentro do osso, dará origem as dores (desconforto artrítico por sobrecarga mecânica secundária e deformidade articular ou erosão da cartilagem articular). A cicatrização resultante dessas micro-fraturas, leva a um depósito aumentado de cálcio formando a esclerose sub-condral, notada em redor das articulações nas imagens radiográficas e a uma hipertrofia nos locais estressados, como a parte média da diáfise da tíbia, secundariamente há fraturas de estresse, ocorrendo pela sobrecarga, em corredores (SIZINIO, H; XAVIER, R; 2003).

Ósseo-integração ou Ósteo-integração é a interface direta osso-biomaterial sem tecido fibroso, para um implante funcional, em limite de resolução ao microscópio óptico de 0,5 μm . Essa é uma descrição da performance clínica de dispositivos e não é aplicável para descrição de interações entre biomateriais.

Osteocondução:

A habilidade de gerar a formação de osso na superfície do material no meio ósseo. E ósteo-indução é a habilidade de induzir a formação de osso em tecidos não-ósseo.

“*Bone bonding*” é o estabelecimento por processo físico-químico da continuidade entre o implante e o osso matriz.

Implante: é um dispositivo médico feito de um ou mais biomateriais, que é intencionalmente incluído dentro do corpo, totalmente ou parcialmente abaixo da superfície epitelial.

Quando aplicado em implantes as ligas NiTi, proporcionam novas capacidades funcionais, melhorando a performance e a possibilidade de novas técnicas minimamente invasivas. Proporcionam ainda a possibilidade de auto-fechamento, auto-expansão e auto-compressão em implantes ativados pela temperatura do corpo (DRUGACZ et al, 1995, BLUM et al, 1997, RYHÄNNEM et al 1998).

Órtese é um dispositivo médico adicionado ao corpo de uma pessoa, para sustentação, alinhamento, posicionamento, imobilização, impedimento ou correção de uma deformidade, ajudando músculos fracos ou melhorando suas funções (Vearick, 2006).

De acordo com o *Mosby's Medical, Nursing & Allied Health Dictionary*, “Órtese é um dispositivo aplicado externamente para suporte de músculos paralisados, para promover movimento específico ou corrigir deformidades músculo-esqueléticas”.

Fes e Kiel citam, que as órteses podem cumprir as seguintes funções básicas: ser utilizadas para sustentar, imobilizar ou restringir uma ou mais partes do corpo e prevenir uma deformidade, auxiliar num movimento, que se encontra inapropriado pela debilidade muscular, servir como base na fixação de dispositivos de auto-ajuda (adaptações).

Usadas desde a antiguidade como recurso no tratamento de pessoas com deficiências, hoje se dispõe de um grande número de materiais resistentes, leves e esteticamente aceitáveis, para a confecção das órteses. Deve-se sempre selecionar o material mais adequado, para cada caso, levando-se em conta as necessidades de cada paciente, em relação a sua resistência, durabilidade, flexibilidade, peso, condição estética e custo.

As órteses podem ser classificadas como estáticas e dinâmicas. As estáticas são caracterizadas por estabilizarem um segmento, deixando-o em repouso e em posição anatômica e funcional, podendo ainda ser divididas em funcionais, quando

permitem a manipulação de objetos e de repouso quando imobilizam o segmento não permitindo a funcionalidade.

Nas órteses dinâmicas proporcionam, através de “elásticos” ou outros materiais alguma mobilidade, tração e função ao segmento.

Trauma Torácico.

Chama-se trauma torácico, lesão caracterizada por alteração estrutural ou desequilíbrio fisiológico, decorrente de exposição aguda a várias formas de energia, tais como a energia mecânica (ABATEPIETRO,2006).

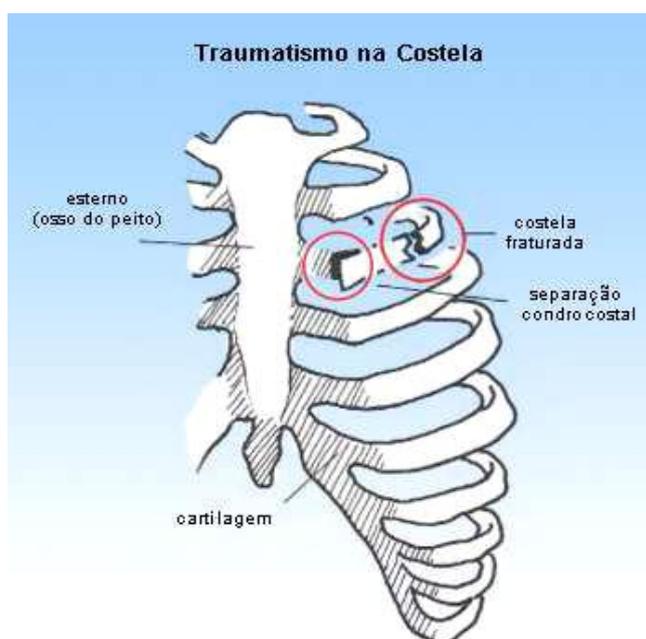


Figura 2.1 – Trauma Torácico.
Fonte: (Abatepietro, 2006).

Dentre as formas possíveis (fig. 2.2.) de fratura do tórax, as principais são:

- Os traumas anteriores, potencialmente instáveis, associam duas fileiras de fraturas em nível dos arcos costais anteriores direito e esquerdo. Distinguem-se as fraturas em estreitas e largas. Um dos traços da fratura pode se localizar no esterno com trajeto oblíquo- vertical.
- Os traumas anterolaterais são delimitados por uma linha de fratura anterior e uma linha lateral. Distinguem-se as fraturas em estreitas, pelas duas fileiras de fraturas sobre o mesmo hemitórax e as fraturas largas, pelas duas fileiras situadas em uma parte e outra do esterno.

- Os traumas posteriores ou posterolaterais são caracterizados por uma linha de fraturas laterais e uma linha de fraturas posteriores. São geralmente estáveis, por estarem recobertas pela massa de músculos dorsais. Podem se tornar instáveis se o traço da fratura lateral está situado a frente do arco costal superior (MARCHEIX, 2005).

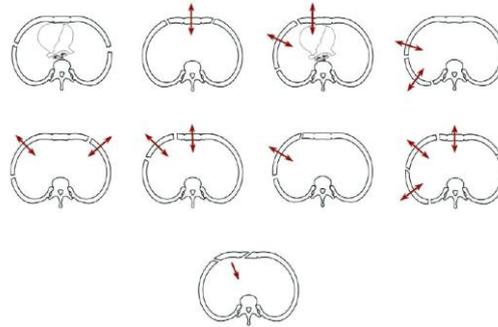


Figura 2.2 – Tipos de fraturas.
Fonte: (Marcheix, 2005).

2.3 Grampos de Judet e Outras Aplicações do Nitinol na Área de Saúde

Aplicações das ligas memória de forma na medicina e na odontologia.

Entre os aparelhos médicos de NiTi particularmente bem sucedidos estão o *Simon Nitinol Filter*^(TM) e o Mitek® (filtro *Simon de Nitinol* e próteses de fixação de ossos suturados Mitek). *Simon Nitinol Filter* é um aparelho em forma de guarda-chuva, que usa o efeito memória de forma para retirar coágulos sanguíneos na veia cava. O *Simon Nitinol Filter* foi desenvolvido em meados dos anos 70 e desde então tem sido implantado com sucesso em centenas de pacientes.

As próteses de fixação de ossos suturados Mitek revolucionaram o campo da cirurgia ortopédica, pois fornecem uma fixação estável e segura para ligamentos e outros tecidos moles junto ao osso. Consistindo de um fio de Ti ou NiTi com dois ou mais arcos de fio de NiTi, o Mitek Anchor é inserido através de um pequeno furo no osso. Desde sua introdução em 1989 para cirurgia do ombro, o uso do Mitek Anchor tem sido expandido para mais de 25 aplicações ortopédicas e também aplicação urológica (SHAPE MEMORY ALLOYS, 2006). Na urologia também são aplicados às ferramentas chamadas “*basket*” cesta e o “*trident*”, tridente utilizadas para o procedimento de captura do cálculo renal.

Grampos - um dispositivo similar aos fios ortodônticos tem sido usado para reabilitação de osso quebrado. Grampos com liga memória de forma são anexados

em cada parte do osso e nesses grampos então se aplica uma força constante, bem definida para puxar as duas peças juntas, assim que a liga memória de forma é aquecida pelo calor do corpo e tenta voltar para sua configuração original. Essa força ajuda a fazer com que as duas peças do osso voltem a ficar juntas.

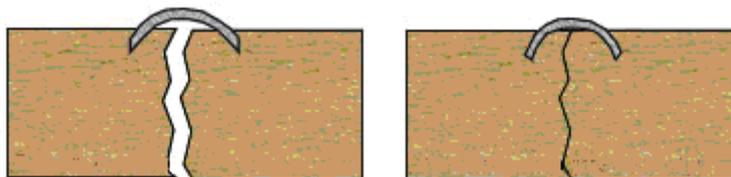


Figura 2.3 – Ossos fraturados ligados por grampos.
Fonte: www.nimesis.com/anglais/applications/overview/biomedical.htm.

Grampos de Judet.

Judet descreveu em 1972, um sistema de osteossíntese¹ costal por grampo. Cada grampo imobiliza uma parte da fratura.

Situações e indicações para inclusão dos grampos de Judet:

- a) paciente piora ao “desmamar” da ventilação mecânica.
- b) Paciente com 3 ou mais costelas fraturadas consecutivas e cada costela com no mínimo 2 pontos de fratura.
- c) Importante perda respiratória devido as fraturas.

Tórax instável.

O tórax instável (tórax paradoxal) é diagnosticado, quando na inspiração, o local da fratura se deprime e no momento da expiração há expansão (AGUIAR, E. S. V., 2001). O afundamento torácico (*flail chest*) ocorre em casos de danos graves da parede torácica, com fratura de mais de duas costelas consecutivas e no mínimo de dois pontos de instabilidade em cada costela (CROWER, Jr.D.T.; SHIMIZU R. K. & RABELO R.C.; 2005). A reconstrução da parede torácica deverá ser rígida, para que não ocorra movimento paradoxal durante a respiração (RUIZ A. A.; GÓMEZ, H.A., ALFARO G.E.; GRANEL C.L. & GARCIA M.G. 1997). E deve ficar hermeticamente fechada, para evitar o pneumotórax (ORTON C. 1998). O pneumotórax é a quantidade de ar entre a membrana da parede interna do tórax

¹ Osteossíntese define-se como a utilização de implantes para unir o osso fraturado na posição requerida de forma a promover a sua consolidação de forma satisfatória, que é denominada fixação rígida.

(pleura) e o pulmão, chamado espaço pleural. O ar anormal nessa cavidade é o pneumotórax, que pode pressionar o pulmão causando falta de ar e até deslocamento do coração com alteração de seus batimentos, causando a morte do paciente. O grande pneumotórax tem até 3 cm de distância entre a parede do tórax e o pulmão. O principal objetivo da estabilidade do tórax é permitir a adequada ventilação pulmonar, o mais rapidamente possível, no pós-operatório (AGUIAR E.S.V. 2001).

Os grampos de Judet têm sido usados para estabilização de ossos de costelas fraturados, que nesse caso clínico são chamados tórax instável. O tórax instável traz complicações a 10 e 20% dos pacientes com trauma torácico e a mortalidade associada é de uma relação de 10 a 35 % desses pacientes. O tratamento de tórax instável tem mudado a cada ano, com a conseqüente melhoria das técnicas ventilatórias e o melhor entendimento da patofisiologia do complexo da síndrome do trauma e falha respiratória aguda. Até o presente momento é largamente aceito, que o dano respiratório no tórax instável dos pacientes, é unicamente devido à ineficiente ventilação, relacionada ao movimento paradoxal da parede do tórax, que é significativamente relacionado por outros danos torácicos associados, em particular contusão pulmonar e atelectasias. Atelectasia pulmonar entende-se quando o pulmão ou parte dele “murcha”, devido a interrupção da passagem de ar pelos brônquios (tubos do pulmão onde passam o ar), quando causada por fratura costal, chama-se atelectasia restritiva. Na última década o pilar do tratamento para tórax instável tomou novos rumos, do tratamento da instabilidade para o tratamento dos danos associados, com particular atenção à contusão pulmonar. Estabilização pneumática interna, com ventilação mecânica é o tratamento padrão para pacientes com tórax instável e falha respiratória ou quando associado com problemas da cabeça e ou abdômen, que requerem ventilação mecânica. Mesmo ainda, que a ventilação a volume tenha reduzido a mortalidade dos pacientes, com severa instabilidade de tórax, a associação da pneumonia com a ventilação mecânica é freqüentemente associada. Entretanto o tratamento cirúrgico de pacientes com severa instabilidade de tórax é ainda controverso e acreditam esses autores que a estabilização cirúrgica é fortemente indicada em situações cirúrgicas específicas. A efetividade e o tempo ideal de estabilização da parede torácica em pacientes sob ventilação mecânica, estão relacionados ao grau de danos no parênquima pulmonar. A presença de extensiva

contusão pulmonar é relativa contra-indicação à estabilização cirúrgica. Esses pacientes requerem prolongada ventilação e a estabilização cirúrgica precoce não traria benefícios. Entretanto o procedimento cirúrgico pode ser proposto, se o paciente piorar ao “desmamar” do ventilador, uma vez que a solução parcial da contusão pulmonar é alcançada (CASALI, C., FONTANA, G; MORANDI, U; 2008).

A osteossíntese é indicada onde o paciente pode ajudar ativamente na reabilitação e contra-indicada para pacientes obesos, idosos, com insuficiência respiratória importante ou lesão associada, tais como traumatismo craniano, lesão medular e outras (MARCHEIX, 2005).



Figura 2.4 – Modelo de Grampo de Judet.
Fonte: (Marcheix, 2005).

Diferentes modelos de grampos estão disponíveis, de várias larguras e comprimentos com dois ou três pares de garras em cada extremidade. As garras são assimétricas, formando de um lado um ângulo agudo destinado à borda inferior da costela e a outra em ângulo aberta (superior) perfeitamente adaptada à morfologia costal lateral, como mostram as figuras com efeito, atrás a secção costal é redonda, o que não permite ajuste dos grampos (MARCHEIX, 2005).

Acessórios para inclusão de grampos em aço inoxidável.

Três pinças conforme figura 2.5 permitem incluir os grampos nas costelas: uma pinça reta e duas pinças na forma de cotovelo, uma sobre o plano e outra sobre o plano de corte.



Figura 2.5 – Modelos de pinças.
Fonte: (Marcheix, 2005).

Nas cirurgias de tórax instável, mais precisamente na área de órteses se utiliza o aço inoxidável 316 L, na aplicação em forma de grampos (grampos de Judet) para reabilitação e restabelecimento das funções pulmonares, nesses grampos em aço inoxidável há o inconveniente de exigir grande esforço e habilidade do cirurgião torácico durante o procedimento cirúrgico.

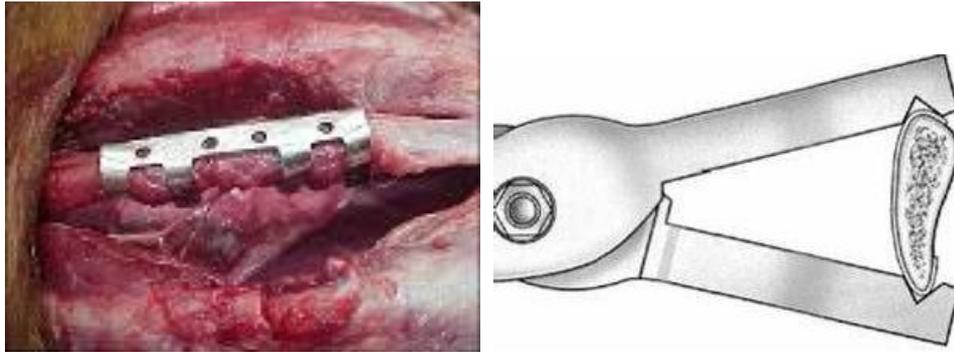


Figura 2.6 – Aplicação do grampo de Judet em aço inoxidável.
Fonte: (MARCHEIX, 2005)

Abaixo é mostrada a aplicação dos fios ortodônticos:

Conforme dados técnicos da 3M são fornecidos comercialmente os fios com propriedades elásticas e os fios termoativados.

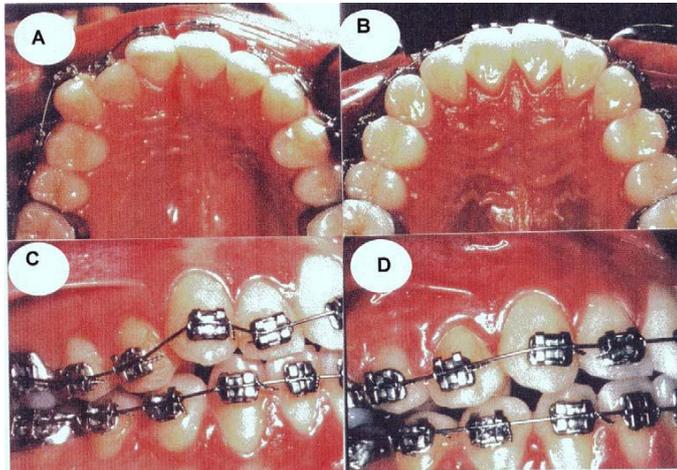


Figura 2.7 – Fio ortodôntico em ação. Em(a) e (c) o início do tratamento com o fio consideravelmente flexionado. Em (b) e (d) o mesmo paciente 2 meses depois.
Fonte: (QUINTÃO, 2000).

A memória de forma da liga NiTi também tem utilização experimental para dilatar vasos sanguíneos, aumentando assim o fluxo de sangue em órgãos vitais (KORYAGIN;N.I.; 1992). Pode-se encontrar esses extensores (stents) feitos a partir

de NiTi com estrutura otimizada desde 1993 (MUSIALEK, J; FILIP P; NIESLANIK J.; 1997).

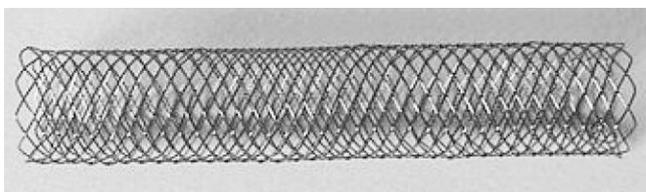


Figura 2.8 – Stent desenvolvido no LdTM
Fonte (Vearick, S.; 2006).

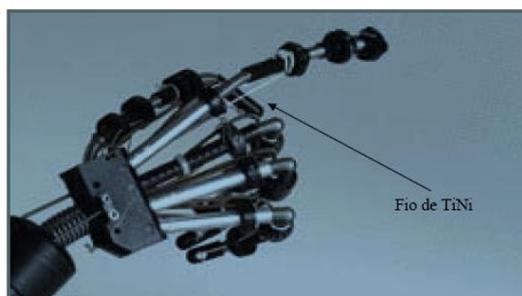


Figura 2.9 – Mão Robótica
Fonte (Oliveira, C.A.N, 2007).

Algumas das ligas com memória de forma podem ser utilizadas para imitar o movimento de tendões do corpo humano. A mão robótica simula os movimentos da mão-humana. O funcionamento da mão se dá pela passagem da corrente elétrica pelos fios com memória de forma (efeito Joule) gerando aquecimento dos mesmos e permitindo ativação das transformações martensíticas, que fazem com que os dedos possam fechar ou abrir (OLIVEIRA, C.A.N; 2007). As fibras de NiTi tem sido estudadas e usadas como músculos artificiais pela facilidade de passagem de corrente elétrica gerando calor (BERGAMASCO, M.; SALSEDO, F.; DARIO, P.; 1989).

Na mão robótica é utilizado o efeito “Two Way” (duas vias) efeito memória de forma no resfriamento e no aquecimento.



Fig. 2.10 – *Basket*, cesta para cirurgia urológica.

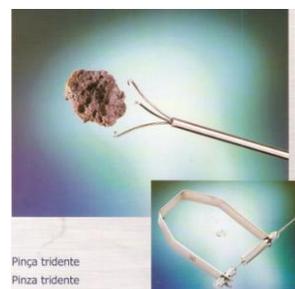


Fig. 2.11– Tridente para cirurgia urológica.
Pinças utilizadas para remoção de cálculos renais.

Fonte: (Russer equipamentos).

2.4 Inserção de Grampos para Estabilização de Ossos no Corpo Humano

Do ponto de vista de aplicações práticas o NiTi pode ter 3 diferentes formas: NiTi martensítico, bem mole. NiTi super-elástico (martensita induzida por tensão) que é altamente elástico, como borracha e NiTi austenítico que é duro como o titânio(RYHÄNEN, Jorma , Biocompatibility Evaluation of Nickel-Titanium Shape Memory Metal Alloy, Oulu University, Library.2000).

O Nitinol utilizado como grampo para reabilitação de ossos recai em 3 categorias:

SE, BT, HA..

Aqueles que são super-elásticos em temperatura ambiente (SE), aqueles que recuperam sua forma com a temperatura do corpo (BT) e aqueles que recuperam sua forma com fonte externa de calor (HÁ). Nitinol utilizado para grampos, super-elástico à temperatura ambiente (SE).

SE.

Nessa forma de nitinol para grampo a Af está próxima ou menor, que a temperatura ambiente e o grampo deve ser seguro, aberto através de algum dispositivo, antes de se desdobrar. Esse tipo de grampo tentará se soltar tal qual efeito mola em qualquer temperatura próxima ou acima da temperatura ambiente, tão logo a restrição seja removida.

Body Temperature Activated, temperatura corporal ativada (BT).

BT.

Este tipo de grampo em Nitinol, utilizado para grampos tem temperatura Af abaixo da temperatura corporal, mas acima da temperatura ambiente .A recuperação de forma é acionada pelo efeito memória de forma, quando o grampo atinge a temperatura do corpo. É importante manter a temperatura do grampo suficientemente abaixo da temperatura do corpo durante a inclusão, para prevenir o desdobramento prematuro. Isso pode ser realizado através da combinação de resfriamento externo e rapidez de inclusão.

Nitinol utilizado para grampo tipo termo ativado (HÁ).

Esta categoria de grampo de Nitinol tem Af próxima ou levemente acima da temperatura do corpo, mas com Af baixa o bastante para permitir o desdobramento, sem a aplicação de excessivo calor. A temperatura de 60°C é reconhecida como a temperatura aproximada, na qual pode acarretar danos ao tecido, logo a temperatura de ativação deve ser mantida abaixo dessa temperatura. Esse tipo de grampo pode ser ativado em um dos dois casos: pelo simples elemento de calor, tal qual um eletrobisturi ou usando uma fonte de calor externo especial que possa ser precisamente controlada, dependendo da recuperação de forma desejada. Esse último tipo de grampo é subconjunto do tipo HÁ, que terá subseqüentes discussões como tipo “termo ativado e controlado” (SCOTT, RUSSEL, M.; 2009).

Basicamente existem dois modos, para se trabalhar com ligas memória de forma, para estabilização de ossos.

De acordo com o primeiro modo, os elementos estão completamente martensíticos na temperatura ambiente e são deformados e inseridos em temperatura ambiente. Depois da inserção, os elementos são localmente aquecidos entre 42 e 45°C, com temperatura acima de Af e transforma-se em forma austenítica, retomando sua forma memorizada austenítica.

Os grampos então se resfriam para voltar à temperatura corporal, que é geralmente abaixo de A_f , entretanto ainda acima de M_s . Então no corpo a liga memória de forma permanece austenítica, retendo seu formato austenítico. A vantagem desse modo, é que os elementos de memória de forma não precisam ser resfriados, a fim de permanecer na fase martensítica antes da inclusão. As desvantagens são: as propriedades mecânicas atípicas da liga, não são definidas na temperatura do corpo e os elementos não são superelásticos no corpo.

De acordo com o segundo modo A_f é projetada abaixo da temperatura do corpo, os elementos de memória de forma são resfriados entre 0 e -5°C ou menos para uma temperatura abaixo de M_f , para deformação e inclusão no osso, após inclusão os elementos são naturalmente aquecidos com a temperatura corporal, pelo contato do corpo. Desde que a temperatura do corpo seja acima de A_f da liga, os elementos passam para a fase austenítica e retomam sua forma austenítica memorizada.

As vantagens desse modo são que no corpo os elementos de memória de forma são completamente austeníticos, suas propriedades mecânicas são definidas e se propriamente termo-tratadas são superelásticas. A desvantagem, entretanto é que a deformação plástica, na fase martensítica deve ser feita depois de os elementos serem resfriados e os elementos deformados devem permanecer resfriados, durante o procedimento de manipulação e de inclusão.

Os grampos para estabilização de fraturas fabricados com LMF são bem conhecidos, eles são facilmente incluídos na fase martensítica, quando deformados, abertos, retos e após retomam sua forma fechada e firme no tecido ósseo, formando um fechamento na fratura.

2.5 Aplicação Clínica. Inclusão do Grampo de Judet

Essas inclusões mostradas foram feitas com grampos de Judet, fabricados em aço Inoxidável 316 L, pelo seu maior módulo de elasticidade, conseqüentemente maior rigidez, o cirurgião precisa dobrar cada ponta do grampo sobre o osso, sendo diferentes os dobramentos de cada ponta. Com a aplicabilidade em aço inoxidável, as características da superfície podem comprometer a biocompatibilidade do material, pois o cirurgião ao fazer força provoca arranhões na superfície do grampo.

A biocompatibilidade de um material metálico utilizado como implante, pode ser comprometido pelas características da superfície, rugosidade, porosidade, reações químicas na superfície, propriedades de corrosão do material e a toxidez do metal presente na liga (Klinger, et al, 1997).



Figura 2.12 – Estabilização de tórax através da inclusão dos grampos de Judet em animal.
Fonte (European Journal of Cardio-thoracic Surgery 26 (2004) 373 - 376).

2.6 Biomateriais, Biocompatibilidade do NiTi

Conforme (WILLIAMS et al, 1992) há dois principais fatores que determinam a biocompatibilidade de um material: a rejeição induzida pelo material e a degradação do material no ambiente do corpo.

As Vantagens do NiTi nos implantes são a biocompatibilidade, adequadas propriedades mecânicas, resistência à corrosão, favorável resistência à fadiga e baixo custo em relação a outras ligas de memórias de forma.

O Comportamento elástico atípico: a maior parte dos materiais metálicos pode ser deformada elasticamente em até 0,2% e o aço inoxidável em até 0,5%, as ligas de NiTi podem ser deformadas em até 8% ou 10% de seu comprimento inicial e retornar completamente à sua forma original (RODRIGUEZ & BROWN, 1975).

Nessas ligas a partir de 2% de deformação elástica, a relação entre tensão e deformação não é mais linear e a força em vez de aumentar a medida que o material se deforma, permanece praticamente constante, num comportamento parecido com borrachas (*rubberlike*) (MIURA, 1986).

Conforme a deformação diminui ou aumenta o material se comporta de maneira diferente, apresentando uma performance chamada curva de histerese (LI, RONG, GJUNTER, 2000) veremos em detalhes adiante.

As desvantagens são o alto custo de fabricação, comparado a outros materiais tais como aço e alumínio. As ligas de memória de forma particularmente níquel-titânio são comercialmente disponíveis por diversas fontes entretanto a produção mundial é ainda pequena, comparada com outros materiais metálicos, aproximadamente 200 toneladas foram produzidas em 1998, devendo-se ainda a dificuldades nos processos de produção fundição/forjamento e o alto custo do material: US\$0.30 – US\$1.50 por grama em formato de fios, preços de 1999.

- Chapa com 400,0 mm X 100,0 mm X 0,5 mm de espessura USD\$400.00, fabricante chinês: Shanghai, Hehe, International Co. (out./2009).

Felizmente nas atuais aplicações, requerem pequenas quantidades de material. Como a produção mundial tem aumentado, os preços tendem a decrescer.

2.6.1 Biomateriais

Biomateriais são materiais usados para substituir ou reparar tecidos vivos danificados. Os materiais usados em contato com o sangue ou outros tecidos, devem ser criteriosamente escolhidos e testados. Devem ser suficientemente resistentes aos impactos, para evitar rupturas ou fraturas durante o uso, não devem reagir quimicamente com os componentes do sangue, nem liberar resíduos químicos na corrente sanguínea; não devem apresentar variações importantes de resistência ou de consistência quando expostos ao calor ou frio. Devem ter coeficiente de absorção de água muito baixo ou nulo e devem ser impermeáveis a água, aos gases, exceto em alguns casos. A superfície dos materiais com os quais o sangue entra em contato, devem ser polidas ou muito lisas e apresentar potencial

de cargas elétricas negativas, para diminuir a formação de grumos celulares. Diz-se que o material é biocompatível, quando não causa influências negativas num ambiente biológico (SOUZA, 2006).

2.6.2 Biocompatibilidade

Biocompatibilidade é basicamente a capacidade dos materiais em não se decompor sob condições ambientais próprias do corpo humano, assegurando suas propriedades mecânicas, por longos períodos de tempo após a fabricação. Significa que os materiais não liberam íons ou que o fazem dentro dos limites aceitáveis pelo corpo e que não geram respostas alérgicas (inflamatórias) pelo paciente (QUINTÃO, 2000).

O estudo da liga memória de forma de NiTi tem sido largamente estudada na China desde 1978. Numa série de testes de corrosão, observações histológicas, teste de toxidez, testes carcinogênicos, análises de traços de níquel e experimento clínico têm sido conduzidos desde então; Os resultados mostraram, que a liga NiTi é material biocompatível e nenhuma reação local de tecido, carcinogênese ou erosão de implantes foram encontrados experimentalmente e clinicamente. Em 1981, com base nesses estudos o grampo de memória de forma foi usado pela primeira vez dentro do ser humano. Subseqüentemente vários outros dispositivos de memória de forma foram projetados e aplicados clinicamente para fixação interna de fraturas, cirurgias de coluna, endopróteses, cirurgia ginecológica e craniofacial. Desde 1990, uma série de “stents” internos foram desenvolvidos para a aplicação biliar, traqueal, estrutura esofágica e uretroestenoses, bem como o obturador vascular para controle de metastases tumorais. Milhares de casos foram tratados tendo um acompanhamento de 1 a 10 anos com bons resultados clínicos e baixo número de complicações.

É importante salientar, que o sucesso de um implante metálico no corpo humano, deve-se a resposta clínica pretendida do componente, que dependerá de dois fatores importantes: em primeiro a biocompatibilidade do componente, sua eventual degradação depois de implantado e outro fator seria a rejeição do paciente, que está correlacionado com sua resposta imunológica.

2.6.3 A Superfície do NiTi

A superfície do NiTi consiste principalmente de óxido de titânio (TiO_2) e pequenas quantidades de óxido de níquel (NiO e Ni_2O_3) e níquel metálico, enquanto o níquel-titânio constitui-se da camada interna (HANAWA, 1991; OSHIDA *et al.* 1992; ENDO, 1995; SHABALOVSKAYA 1996, YAHIA *et al.* 1996).

A espessura da camada de óxido, varia entre 2 a 20 nm. Dependendo do método de preparação, a superfície química e a quantidade de Ni podem variar (TRIGWELL *et al.* 1997).

A superfície do NiTi não-tratado é composto na maioria de oxigênio, carbono, e óxido de titânio e traços de níquel. O níquel pode dissolver mais facilmente, que o titânio, porque seu óxido não é estável. Nas camadas da superfície de níquel-titânio em arcos ortodônticos foram encontrados aspectos irregulares, caracterizados por estruturas “*island-like*”, tipo ilhas onde a dissolução seletiva de níquel pode ocorrer (OSHIDA *et al.* 1992).

A boa compatibilidade do NiTi e outras ligas de titânio, pode ser causado pelo filme de fosfato de cálcio, enquanto que a resistência à corrosão é causada pelo filme passivo de óxido (Hanawa, *et al.*, 1991). As descobertas de Hanawa foram apoiadas recentemente pelos estudos de (Wever, *et al.*, 1998). Até agora as superfícies dos implantes preocupam e estudos devem ser feitos, para clarear dúvidas, do que acontece *in vivo*.

Estudos têm sido mostrados, que componentes metálicos das ligas usadas na ortopedia, podem ser tóxicas e dissolver no corpo fluidos, devido à corrosão (POEHLER, 1983). Todo o metal tem sua própria e intrínseca toxicidade com as células, mas a corrosão na maioria das vezes pode potencializar essa ação nociva.

Portanto a resistência à corrosão da liga e a toxidez de metais individuais, que compõem a liga, são os principais fatores determinantes de biocompatibilidade.

A corrosão de metais em solução aquosa acontece via mecanismo eletroquímico. Diferentes materiais têm diferentes aptidões para corroer; dos mais nobres aos menos nobres; reações acontecem na superfície dos metais e em específicos meios, que podem causar radicais mudanças de sua teórica característica. Depois do implante o material é circundado por íons de soro, proteínas e células, que podem ser alterados pelas reações de corrosão. O

comportamento da corrosão pode variar radicalmente em ensaios in vitro, in vivo e em ambiente fisiológico e não fisiológico. Todo o implante metálico corrói dentro do corpo humano (WILLIAMS, et, al, 1996).

Após implantação costuma-se medir concentrações metálicas em distantes órgãos do implante. Isto ocorre não só devido à ionização, mas pela fagocitose celular, que é a absorção e expulsão de elementos nocivos do organismo, onde circula pequenas quantidades de metal e óxidos metálicos. Algumas formas de corrosão são típicas de implantes, as corrosões em pontos centralizados chamados de “*pittings*” também a corrosão galvânica ocorre, quando se usa materiais diferentes, exemplo os parafusos e fios de aço inoxidável em placas de titânio. O “*fretting corrosion*” ocorre quando há micro-movimentos entre dois metais e são quebradas suas camadas de passivação (BROWN, 1987).

Há inúmeros fatores, que afetam a corrosão metálica. A porosidade e a rugosidade aumentam a reatividade da superfície, contribuindo com a quantidade de corrosão. A área sujeita a mais cargas, tem mais corrosão do que a área sujeita a menos cargas e onde são incluídos os implantes (KRUGER 1983).

A estrutura, a composição e a espessura da camada passiva, são altamente dependentes do metal e o meio do implante. Os metais têm defeitos, impurezas, contaminantes, que afetam a reação de corrosão. Diferentes tratamentos térmicos e trabalhos a frio podem modificar o tamanho de grão, estado de energia do metal e causar heterogeneidade de superfície (POEHLER, 1983) e todos esses fatores podem afetar a passividade de camada.

2.6.4 Passivação e Ionização

A resistência à corrosão de metais e ligas metálicas está principalmente baseada no fenômeno de passivação (KRUGER, 1983). A passivação de um metal é devido a compacta cobertura, chamada camada passivada, que contém metal original, que forma uma camada de óxido, uma “pele” sobre o metal, essa camada de óxido pode ser amórfica ou cristalina. A composição da camada de óxido muda de sua superfície externa em sentido ao metal. A camada de óxido é mais espessa no metal implantado, do que em metal não implantado. Contaminantes de P e Ca são geralmente encontrados.

O corpo humano é um meio agressivo por ser “salgado” e por isso que qualquer metal sofre corrosão.

Quando os íons metálicos são dissolvidos, de pontos onde a camada de óxido não está completamente desenvolvida, eles formam hidróxido metálico. Então eles ficam imediatamente rodeados de moléculas de água, que se unem a camada passivada. Quando há íons cloro presentes como no plasma humano, há substituição das moléculas de água, da camada passiva. Se a camada passiva não está completamente desenvolvida, os íons metálicos dissolvidos formam o complexo metal-cloro, que dissolve fluido dentro do corpo. Isso prejudica a passividade no local e pode levar ao (*pitting corrosion*) corrosão por cratera (WILLIAMS et al, 1996).

Quando a camada passiva é quebrada localmente esta área anódica é pequena e a área catódica em volta grande. Isso leva a uma rápida corrosão local, inesperada e rápida destruição do material (KRUGER, 1983).

2.6.5 Corrosão de NiTi

A resistência à corrosão das ligas dos implantes é importante determinante em sua biocompatibilidade. Como visto acima, a natureza do meio e o tratamento de superfície tem notável influência sobre a corrosão. Os conhecimentos do comportamento da corrosão no NiTi, vem de estudos de arcos ortodônticos e de condições *in vitro*. De fato o conhecimento do comportamento da corrosão em ligas NiTi dentro do corpo humano é limitado.

2.6.6 Corrosão in Vivo

Castleman *et al* (1976) relataram, não ter encontrado nenhuma corrosão generalizada ou localizada em chapas de NiTi sob exame microscópio com aumento de 50X, com acompanhamento de até 17 (dezessete) meses depois de um implante em cachorros e a análises em órgãos distantes não mostraram qualquer acumulação de traços metálicos de NiTi.

Quando (CRAGG *et al.* 1993) implantaram quarenta e quatro stents de NiTi intraluminal em artérias ilíacas de 22 (vinte e duas) ovelhas, foi observada corrosão mínima em 6 (seis) semanas. “Pittings” foi o predominante tipo de corrosão encontrado, eles estimaram que a taxa de “pit” de penetração no meio, ser de aproximadamente 0.0046 cm por ano. A análise do produto da corrosão, indicou ser o principal produto em volta do “pitting”, que foi de esfera de titânio, composto provavelmente de óxido. A importância clínica desse teste, não é conhecida, devido a não haver experimentos similares, com stents nas mesmas condições.

2.6.7 Melhora da resistência à corrosão NiTi com modificação de superfície

Como há alguma dissolução de níquel do NiTi, tratamentos de superfície foram apresentados, para melhorar as propriedades do material quanto a corrosão.

Cobertura com nitreto de titânio no NiTi assistido por plasma, foi provado aumento da resistência à corrosão em 0,9% em tratamento testado em solução de cloreto de Sódio NaCl (ENDO *et al*, 1994).

Em dois estudos pioneiros, feito pelo mesmo autor, a resistência a corrosão no NiTi foi melhorada, por modificação química com plasma humano, chamado Fibronectin via Aminosilane (γ -APS) e glutaraldehydo como agentes combinantes. Foi verificado, que a taxa de corrosão decresceu aproximadamente 50 % com essa modificação de superfície, em solução de 0,9% de NaCl e em cultura de células contendo soro. A taxa de redução de corrosão foi acompanhada por redução significativa de liberação de íons níquel do substrato da liga NiTi (ENDO, 1995).

O resultado do tratamento acima, foi a idéia de introduzir uma pré-cobertura de proteína bifuncional, para adquirir as propriedades de adesão desejadas na superfície do NiTi (ENDO 1995, a,b) .A estabilidade e a durabilidade dessa superfície ainda não foi avaliada.

Uma cobertura de plasma-polimerizado tetrafluoretano (PPTFE) tem sido usado para melhorar a resistência à corrosão de chapas de NiTi. O (PPTFE) melhorou a resistência aos “pittings” de corrosão, o índice de passivação aumentou de 35% para 96% comparada a amostra não tratada e o diâmetro do “pit” diminuiu de 100 microm para 10 microm (VILLERMAUX et al. 1996).

A cobertura satisfaz as grandes deformações induzidas pelo efeito memória de forma da liga sem se trincar, entretanto quando o filme sofre danos, a corrosão parece aumentar em comparação com amostras não tratadas

uma superfície desse tipo pode ser adequada a “stents”, mas sua durabilidade em cirurgia ortopédica pode ser insuficiente, devido ao carregamento da superfície por (fretting) vibrações.

O (fretting fatigue), fadiga por vibrações e o (fretting corrosion) corrosão por vibrações são determinados pelo ambiente onde ocorrem (ROCHA, A; 2009).

2.6.8 Formabilidade

Formabilidade é a capacidade do material, em ser ajustado na forma desejada, sem que ocorra fratura; está diretamente relacionada à ductilidade, que é a propriedade do material sofrer considerável deformação plástica, absorvendo grande quantidade de energia antes da ruptura.

2.6.9 Soldabilidade

É a maior ou menor capacidade, que um material possui para ser soldado. Nos casos de fios ortodônticos pode ser vantajoso dispor dessa propriedade, a fim de se programar modificações no sistema de forças (KAPILA & SACHDEVA, 1989).

2.6.10 Conceitos Básicos do Efeito Memória de Forma e Superelasticidade

A memória de forma e a superelasticidade das ligas NiTi, resultam da mudança de fase austenítica, para martensítica e martensítica para austenítica,

que ocorre na rede cristalina, influenciadas por variações na temperatura e ou tensões, que a liga está submetida.

No diagrama de Hooke a maioria dos metais mostra, um comportamento elástico causado diretamente por uma força aplicada e ao se retirar essa força antes de seu valor máximo, a deformação é totalmente recuperada ou quase toda dependendo de sua composição química, nesse estágio tem-se a deformação elástica. Foi visto também que acima desse limite máximo a força provoca deformação permanente, que na maioria dos materiais não pode ser recuperada e essa deformação é a deformação plástica.

Nas ligas de memória de forma e particularmente nas ligas NiTi, o corpo é capaz de recuperar completamente sua forma original, por aquecimento, sendo a temperatura da mudança de forma, característica da composição química.

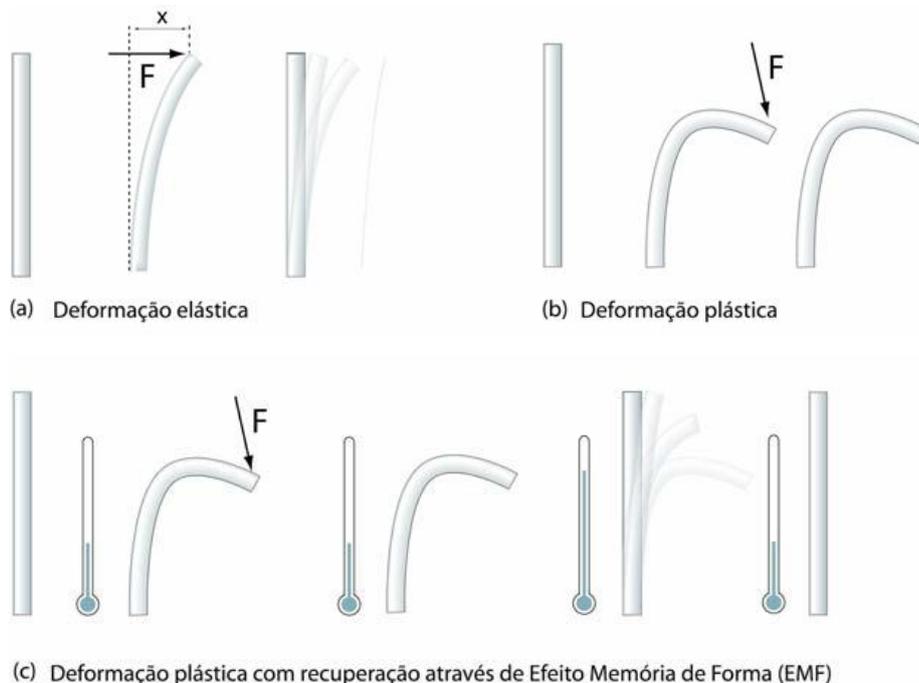


Figura 2.13 – (a) o corpo é deformado elasticamente e recupera sua forma tão logo a força é retirada; (b) a deformação é maior do que o limite elástico do material e a deformação é permanente; (c) o corpo é deformado plasticamente, abaixo de certa temperatura e ao ser aquecido recupera totalmente sua forma; esse é típico efeito memória de forma (EMF).

Fonte: (REIS, P. W. 2001).

Entre as ligas de memória de forma somente as ligas NiTi apresentam o efeito de memória de forma total (WASILEWSKI, 1975).

2.6.11 Curva de Histerese por Tensão-Deformação

As ligas NiTi diferentes de outros metais, a partir de certo grau de deformação elástica, usualmente em torno de 2% (MIURA, 1986) a relação entre a tensão e a deformação não é mais linear e a força em vez de aumentar na medida que o material se deforma, permanece praticamente constante, parecido com algumas borrachas (daí o nome rubber like). O material responde de maneira diferente conforme a deformação aumenta ou diminui num comportamento chamado Curva de Histerese (LI, RONG, GJUNTER, 2000).

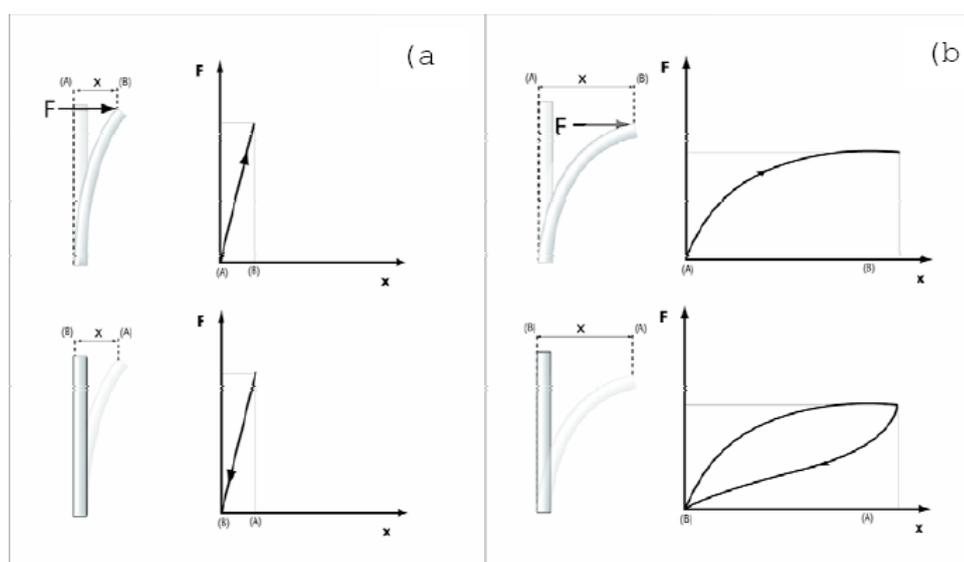


Figura 2.14 – (a) Comparação entre o comportamento elástico de um material metálico sem super-elasticidade. (b) liga super-elástica. Note-se a curva de histerese ,que é incomum em materiais metálicos e típica de tecidos humanos.

Fonte:(REIS, P. W.2001).

A superelasticidade e o efeito de memória de forma são dois aspectos do mesmo efeito, ambos resultantes de um tipo peculiar de transformação cristalina, denominada transformação martensítica-termoelástica (REIS, W.P. 2001.).

Transformações martensíticas- termoelásticas são transformações de estado sólido e a causa dessas transformações, ocorre devido à diferença de energia livre, entre as estruturas constituintes envolvidas no processo, o que induz modificações nas ligações químicas, tornando as transformações de fase de caráter essencialmente cristalográfico, como veremos nas seções seguintes (Paiva, 2004).

As transformações martensíticas são o fator do efeito de memória de forma conforme Otsuka e Shimizu (OTSUKA, K e SHIMIZU, K., 1970).

Antes de detalhar a transformação cristalina chamada transformação martensítica-termoelástica, precisa-se compreender os princípios da estrutura atômica dos materiais.

2.7 Estrutura Atômica dos Materiais

Alotropia: a existência de um dado metal em duas ou mais formas estáveis, mas com diferentes estruturas cristalinas dependente das condições de temperatura ou pressão se chama alotropia. A essência da alotropia é a transformação da fase cristalina em outra (SOUZA, S. A. 1974).

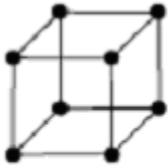
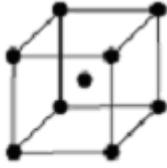
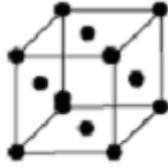
Nos metais os átomos do material se encontram em posições ordenadas e definidas, em vez de se disporem aleatoriamente, como no gás ou líquido amorfo.

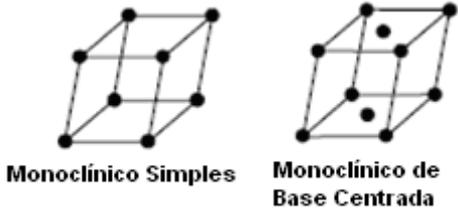
Rede cristalina: é a grade onde cada átomo ocupa uma posição específica.

Célula Cristalina: é a menor porção da rede cristalina, que ainda guarda as propriedades do cristal, ou seja, a unidade fundamental empilhada e arrumada repetitivamente.

Há 14 tipos de células unitárias, classificadas em sete grupos. Na tabela 2.1 temos o sistema cúbico de corpo centrado, o sistema romboédrico e estrutura monoclinica e que são as células unitárias do NiTi.

Tabela 2.1 – Sistemas cristalinos e células unitárias de Bravais que compõe o Nitinol

Sistema	Célula unitária		
<p><i>Sistema Cúbico</i> $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ Muitos metais, Al, Cu, Fe, Pb. Muitas cerâmicas e semicondutores, NaCl, CsCl, LiF, Si, GaAs</p>	 Cúbico Simples	 Cúbico de Corpo Centrado	 Cúbico de Faces Centradas
<p><i>Sistema Romboédrico</i> $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ Arsênico, Boro, Bismuto, Antimônio, Mercúrio ($< -39^\circ\text{C}$)</p>	 Romboédrico		

<p><i>Sistema Monoclínico</i> $a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ$; $\gamma \neq 90^\circ$ α-Selenio, Fósforo Lítio Sulfato Tin Fluoride</p>	 <p>Monoclínico Simples Monoclínico de Base Centrada</p>
---	---

Fonte: (www.wikipedia.org, sistema cristalino visitado em 28.12.08).

Algumas propriedades mecânicas de um material, como: dureza, resistência mecânica, ductilidade são conseqüências numa primeira análise do arranjo cristalino e do tipo de célula unitária.

Quando mais de um tipo de célula unitária está presente em um mesmo material, diz-se que o material apresenta polimorfismo e cada estrutura é uma fase cristalina.

A fase cristalina é a região do cristal, que apresenta a mesma estrutura cristalina e por isso guarda propriedades físicas semelhantes.

Mudança de fase: ao fornecer energia aos átomos, por exemplo, na forma de calor, a rede é capaz de se modificar e por conseqüência mudar sua célula unitária, diz-se que nesse caso ocorre a mudança de fase.

Na liga NiTi existem duas fases cristalinas presentes e de acordo com a temperatura do material: a austenita e a martensita e como será visto adiante, ainda há a fase chamada R.

- Austenita: CCC cúbico de corpo centrado ou B2 onde os átomos ocupam as posições dos vértices e do centro do cubo.
- Martensita: nas ligas NiTi é monoclinica, que é uma distorção da estrutura chamada B19 em que o maior lado é inclinado em relação a base da célula (SEHITOGLU, 2001, JACOBUS, SEHITOGLU & BELZER 1996; NISHIYAMA 1978, p. 107).

A transformação martensítica na LMF: a transformação da austenita em martensita se inicia, quando a liga passa no resfriamento com temperatura crítica denominada M_s (*Martensite Start*) e se completa em M_f (*Martensite Finish*). Se alguma austenita, que por algum motivo não conseguiu se transformar, essa se chamará de austenita retida.

A transformação austenítica é a transformação reversa, o sentido oposto, se inicia no aquecimento na temperatura A_s (*Austenite Start*) e termina em A_f (*Austenite Finish*), quando então o material é completamente austenítico.

Transformação de fase difusional: uma transformação de fase pode ser difusional, devido a um átomo ativado pelo calor, percorrer longas distâncias dentro do cristal, se decompondo numa fase e se recombina em outra fase distante.

Transformação de fase não-difusional: os átomos não têm tempo para se recombinar e percorrem distâncias pequenas ou curto alcance.

- A transformação martensítica é não-difusional.

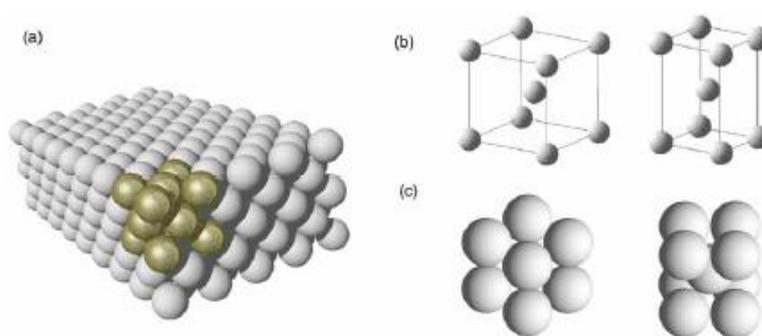


Figura 2.15 – (a) Um cristal esquematizado. Os átomos ocupam posições bem definidas e repetitivas. Em destaque está uma célula unitária cúbica de face centrada (cfc), a unidade fundamental da estrutura. Em (b) estão esquematizadas dois tipos de células unitárias: cúbica de corpo centrada (ccc), e tetragonal de corpo centrado (tcc). A figura esquematizada é útil para se visualizar as dimensões e o volume da célula, porém a representação realista é o caso (c) onde os átomos se tangenciam, tentando ocupar da melhor maneira possível o volume disponível.

Fonte:(REIS, W.P. 2001).

2.8 Transformações Martensíticas – Princípios e Características Básicas

O movimento dos átomos não é de maneira nenhuma livre nem individual, como em gás, líquido ou mesmo como na transformação sólida difusional. Na transformação martensítica o movimento é absolutamente coordenado, com o movimento dos átomos vizinhos.

Na transformação de fase há formação de uma célula unitária, de volume diferente daquele existente, que para se acomodar precisa deformar a rede cristalina existente.

Se esta acomodação acontece com deformação elástica da estrutura, parte da energia será armazenada, como a energia que é armazenada em uma mola comprimida. Por outro lado se a deformação da rede é plástica, ocorrerá a geração

de defeitos e movimentação daqueles já existentes. Ambas as transformações tem papel fundamental na reversibilidade das transformações martensíticas, essa reversibilidade é que conduz ao efeito memória de forma.

2.8.1 Variantes, determinantes nas LMF(s)

A martensita ao se formar pode apresentar seis orientações diferentes, em relação a um sistema de referência, acomodado em posição original. Cada possível orientação da martensita é chamada variante. Como a ocorrência de cada variante é aleatória, a alteração de volume provocada por uma variante em um sentido é balanceada, pela variação de volume de outra variante, que se forma em outro sentido e que não há apreciável variação volumétrica do corpo (NiTi Smart Sheet), (HODSON., WU, B., 2009). A disposição dessas variantes no material é determinante no efeito de memória de forma e superelasticidade das ligas NiTi.

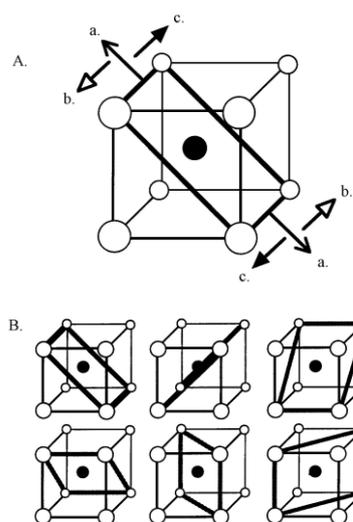


Figura 2.16 – Seis planos equivalentes passam através das faces diagonais na estrutura CsCl. Assim um total de $6 \times 2 \times 2 = 24$ diferentes variantes podem crescer a partir dos planos.

Fonte: (LdTM).

Estrutura CsCl – Quando ânions e cátions tem a mesma carga e quase o mesmo tamanho como no cristal CsCl, a célula unidade é chamada de estrutura CsCl. Cada cátion é rodeado de 8 ânions e vice-versa, que estão no canto do cubo. Fonte: (www.arauto.uminho.pt) visitado em dezembro 2008).

2.8.2 Transformações Martensíticas

Alguns metais resfriados adequadamente, a partir de altas temperaturas, apresentam uma estrutura fina em forma de lâminas ou agulhas de elevada dureza. Essa estrutura é a martensítica (nome em homenagem a A. Martens, metalografista alemão). No início a denominação era para materiais aço endurecidos e mais tarde generalizou-se para estruturas similares encontradas nos materiais não-ferrosos.

Entretanto nem toda estrutura encontrada no microscópio, que parece ser martensita, pode assim ser classificada. Uma estrutura para ser considerada martensita, precisa ter certas características bem definidas e a transformação deve seguir determinados critérios, para ser chamada de martensítica (NISHIYAMA, 1978, p.1).

Aspectos Fundamentais, para que uma transformação seja denominada martensítica.

Aspectos comuns a diversos materiais.

Muitos conceitos das transformações martensíticas foram desenvolvidos, a partir dos aços, pois nos aços foi primeiramente observado.

O aço passa por sucessivas transformações cristalinas, quando aquecido da temperatura ambiente até altas temperaturas.

A transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ (austenita para ferrita) é bastante semelhante a transformação martensítica (Nishiyama, 1978 p.2).

A estrutura martensítica no aço é tetragonal de corpo centrado (TCC) bastante similar à estrutura α (CCC) mas com o eixo vertical alongado em relação à base.

2.8.3 Fator de Tetragonalidade

A razão (c/a) é chamada de fator de tetragonalidade da estrutura e varia conforme a composição química da liga. Nesse caso quanto ao teor de carbono no aço.

Por ser derivada da estrutura α a estrutura martensítica é normalmente designada pelo símbolo α' .

As características básicas da transformação martensítica nos aços são:

- Natureza não-difusional.
- Energia Livre.
- Alívio Superficial.
- Relações de orientação.
- Geração de defeitos na rede cristalina.

Natureza não-difusional:

Quando ocorre a transformação martensítica existem duas fases presentes no metal, a fase transformada (martensita α) e alguma fase residual (não transformada de γ).

A fase (γ) retida possui mesma composição química e a mesma estrutura cristalina de que a fase (γ) original, daí a conclusão inevitável, que a transformação martensítica ocorre sem decomposição química e sem difusão atômica (difusão de longo alcance) (NISHIYAMA 1978 p.6).

Energia Livre:

É condição necessária, mas não suficiente, para que ocorra a transformação martensítica. A energia livre da martensita (α) seja menor do que a de (γ) austenita.

No gráfico da figura 2.8.3.1 é esboçado a variação de energia livre das fases (α) e (γ).

A diferença de energia livre entre as fases é zero, e quer dizer, que ambos são estáveis nessa temperatura.

Em qualquer temperatura abaixo dessa temperatura de equilíbrio a fase (γ) esta sujeita a uma força motriz de origem química, que tende a transformá-la em fase (α). No entanto a transformação não acontece imediatamente, pois para que a martensita se forme é necessário, que essa força química, seja maior do que as forças não-químicas existentes no cristal.

As forças não-químicas são “barreiras” a transformação e representam a energia de distorção da rede e a energia superficial do metal.

A transformação martensítica somente se iniciará, quando o corpo for resfriado a uma temperatura inferior a (T_0), chamada (M_s), quando a força motriz química para a transformação se torna maior, do que a menor força não-química existente no metal e a primeira martensita pode se formar. Como em outras partes do cristal essas forças podem ser maiores, a transformação só estará completa

numa temperatura (M_f) menor que (M_s). A diferença entre (T_0) e (M_s) representa o grau de sub-resfriamento necessário, à transformação (sendo de até 200 graus em alguns aços) e depende como se viu, das forças que se opõe à transformação.

Na transformação reversa, ou seja, no aquecimento, a situação é praticamente simétrica (aqui há importante diferença no caso das ligas com memória de forma) e a temperatura de início de formação da fase (γ) está acima de (T_0), sendo designada por (A_s) e o final da transformação por (A_f). Uma boa aproximação para (T_0) seria $\frac{1}{2}(A_s + M_s)$ embora alguns autores entre eles (WAYMANN, 1975) sugerem que o valor correto seria $\frac{1}{2}(A_f + M_s)$.

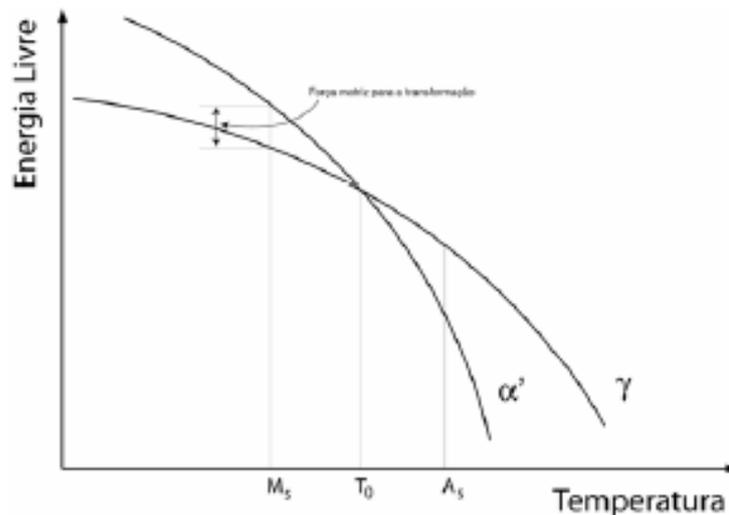


Figura 2.17 – Gráfico esquemático da energia livre x temperatura.
Fonte:(REIS, W. P.;2001).

A seta mostra a distância entre as curvas no ponto M_s e indica a força motriz de transformação.

Alívio Superficial

Quando o cristal da martensita se forma pode-se observar na superfície de um metal, que tenha sido previamente polido, uma série de elevações cristalinas. Esse efeito é atribuído a mudança de estrutura cristalina, que passa nos aços, de CFC (CCC nas ligas NiTi) para tetragonal (monoclínica nas ligas NiTi), essa transformação de fase envolve a formação de uma célula unitária de volume diferente daquele existente, que para se acomodar precisa deformar a rede cristalina ainda não transformada e existente ao seu redor; a única exceção é o caso particular de um material formado por um único cristal, que nesse caso

envolverá o movimento de uma única interface separando a região não-transformada da transformada (Lieberman, Wechsler & Read, 1954). Esse “jogo de empurra” cristalino é aliviado na superfície do metal onde os cristais não tem outros, que lhe façam fronteira (fig. 2.18).

O relevo formado pelo alívio superficial não é aleatório, mas se dispõe em ângulos bem definidos e relativamente ao cristal original. Essa pode ser considerada a importante característica, na determinação da transformação martensítica e várias das outras propriedades são compartilhadas por outros tipos de transformações, mas não essa.

As ligas com EMF são caracterizadas por transformação martensítica, cristalograficamente reversível e apresentando típico relevo de superfície (NISHYAMA, 1978 e FUNAKUBO, 1987).

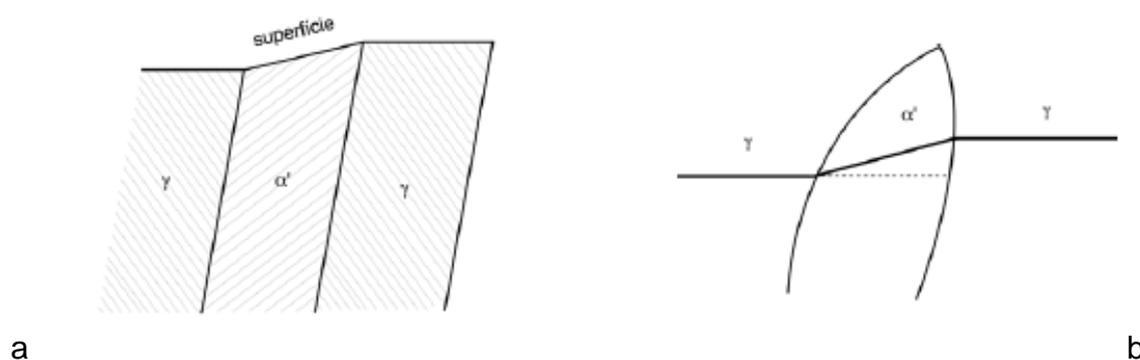


Figura 2.18 – (a) Alívio superficial; (b) uma linha reta traçada na superfície do corpo continua reta após a transformação.

Fonte:(Reis, W. P. 2001).

Transformação por movimento cooperativo de átomos.

A transformação martensítica é não-difusional e, portanto a mudança de volume, que ocorre na transformação de (γ) para (α') se dá sem movimento atômico. Em que o cristal formado possui um plano de hábito definido, com orientações definidas em relação a (γ) e com alívio superficial definido levando a conclusão, que a martensita se forma através de movimento coordenado e ordenado de átomos na rede cristalina. De fato, na transformação martensítica, o movimento de um átomo não é livre nem individual, mas coordenado com o movimento dos átomos vizinhos, existe um “plano diretor” para o movimento da rede, daí o motivo de alguns autores, chamarem esse tipo de transformação,

gerado por movimentação atômica disciplinada e coordenada de transformação militar, numa alusão ao movimento de tropa formada.

Porém não seria bem um movimento militar, pois os átomos não se movem de uma só vez e sim o movimento atômico se propaga como uma onda, a medida que a interface de transformação percorre o material .

Relações de Orientação.

Direções nos cristais.

Muitas propriedades nos cristais são direcionais, por exemplo, o módulo de elasticidade do ferro CCC é muito maior na direção diagonal do cubo celular, do que a direção das arestas. Ao contrário a permeabilidade magnética é maior na direção da aresta.

Direções: As direções cristalinas são consideradas simplesmente como um segmento que se estende da origem até as posições de menores índices inteiros. (H.L. Van Vlack p.106).

Relações de orientação: Os eixos cristalográficos dos cristais de (α) produzidos possuem uma relação definida com os cristais não transformados de (γ). Nos aços esta orientação é segundo (NISHIYAMA, 1978 p.7.).

$$(111)\gamma \parallel (011)\alpha, (101)\gamma \parallel (\bar{1}\bar{1})\alpha$$

Geração de defeitos na rede cristalina.

A geração de defeitos na rede cristalina é considerada inevitável na transformação martensítica, na verdade desempenha papel fundamental nela, papel negligenciado nos primeiros estudos sobre a martensita (NISHIYAMA, 1978, p.11). Durante a transformação o volume de uma porção do cristal de (γ) se altera. Se o volume aumenta, mas a massa permanece a mesma, uma quantidade de vazios deve ser criada; esse é o primeiro tipo de defeito gerado, numa transformação martensítica. Além disso, como já foi citado, o volume da região transformada aumenta e exerce tensão na região circunvizinha não transformada. Essa tensão em geral, não pode ser acomodada somente pela deformação elástica dos cristais vizinhos e gera considerável quantidade de deformação plástica, com conseqüente geração e movimento de discordâncias, levando ao segundo defeito presente.

As discordâncias perfeitas, que se movimentam, geram deslizamento e as discordâncias parciais geram falhas de empilhamento de maclas, esse é o terceiro tipo de defeito obtido.

A quantidade de cada tipo de defeito gerado, durante a transformação martensítica, depende da composição química do metal. Além disso, o movimento de discordâncias no material, como todo o movimento atômico é tanto mais fácil, quanto maior for a temperatura.

Nas ligas NiTi, onde a temperatura de transformação martensítica é baixa, muitas vezes abaixo de zero graus Celsius, a deformação da rede é acomodada preferencialmente pela formação de maclas, no interior dos grãos de martensita. Esse é um dos efeitos que torna possível o efeito de memória de forma.

A rapidez de transformação, que nos aços já foi considerado critério de transformação martensítica, hoje não é mais, pois já foram encontradas transformações martensíticas tão lentas, que são possíveis de se acompanhar no microscópio óptico. Dureza não é critério, para caracterizar transformação martensítica, pois existem martensitas de baixa dureza.

2.9 Transformações Martensíticas Termoelásticas

O fato de que transformações martensíticas ocorrem em ligas de NiTi, pode ser comprovado por microscopia óptica, que revela o alívio superficial esperado, para esse tipo de transformação. A fig. 2.19 (Nishiyama, 1978 p.105), por exemplo, mostra o progressivo crescimento do alívio superficial à medida, que se resfria uma amostra de NiTi abaixo da temperatura M_s e seu subsequente desaparecimento, quando se aumenta a temperatura. As setas mostram o crescimento com o resfriamento e depois o desaparecimento com o aquecimento das agulhas de martensita no interior do grão, em destaque no centro da amostra. É possível observar como se intensifica o alívio superficial, ou seja, como a fase martensítica, que progressivamente se forma, altera a superfície da amostra, a medida que a temperatura é reduzida e como o efeito se reverte, indicando o desaparecimento da martensita, quando a temperatura é aumentada.

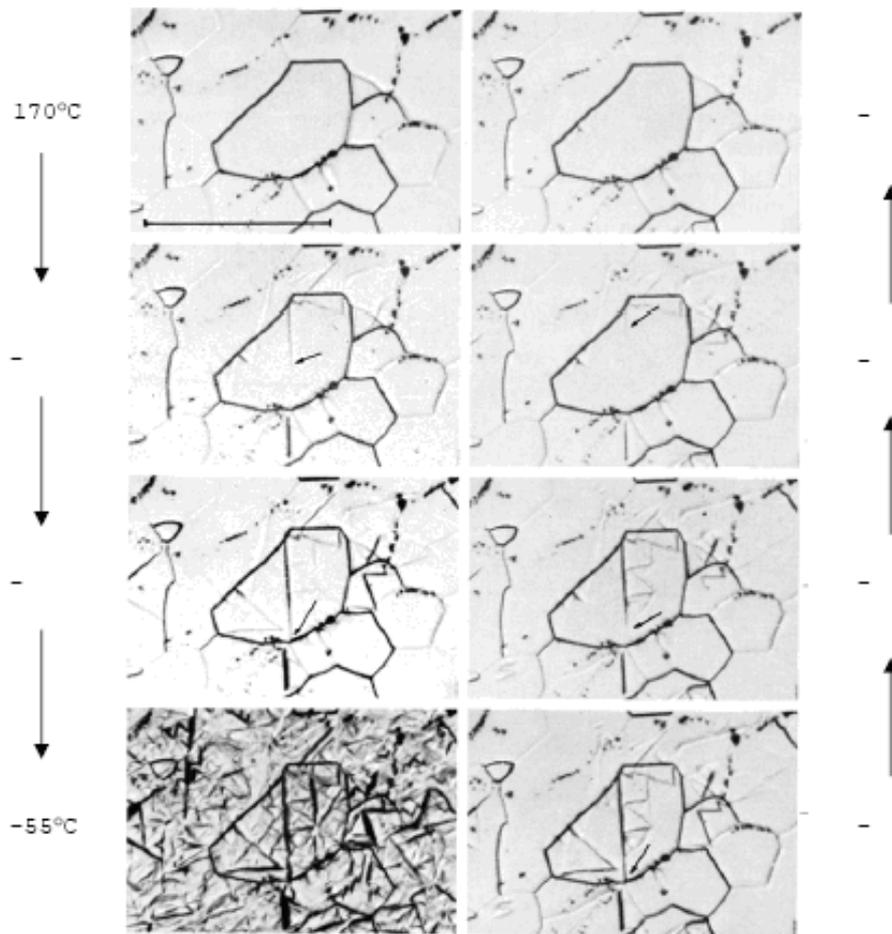


Figura 2.19. – Observação progressiva do alívio superficial em uma amostra de liga NiTi (49,75% de Ti). À esquerda ocorre o resfriamento e à direita aquecimento da amostra.
 Fonte:(NISHIYAMA, 1976, p. 105).

Análises de difração de raios-x revelaram que a fase de alta temperatura nas ligas NiTi equiatômicas é CCC (tipo B2) com parâmetro de rede $a=2\text{Å}$ enquanto a martensita se apresenta sob a forma monoclinica (distorção da estrutura B19) mostrada na fig. 2.20 (JACOBUS, SEHITOGLU & BALZER, 1996).

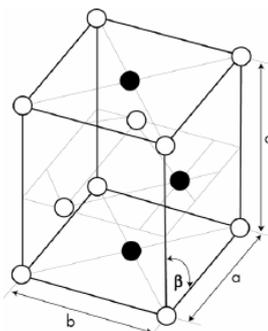


Figura 2.20. – Estrutura monoclinica da martensita em ligas NiTi equiâtômica $a= 2,889\text{Å}$ $b= 4,120\text{Å}$ $c= 4,622\text{Å}$ $\beta = 96,8^\circ$.
 Fonte:(Reis, W.P.;2001).

A transformação martensítica, que ocorre nas ligas com efeito memória de forma, envolve um mecanismo pouco diferente, no que diz respeito a transformação reversa (austenítica). Nessas ligas, a transformação reversa ($\alpha \rightarrow \gamma$) é favorecida pela energia elástica, armazenada na rede durante a transformação martensítica ($\gamma \rightarrow \alpha$) (da mesma forma como a energia elástica armazenada em uma mola comprimida, favorecendo seu retorno em sua posição inicial) e esse é o motivo, pelo qual nessas ligas frequentemente a temperatura (A_s) é menor que (M_s) (diferentemente do gráfico da fig. 2.17) mas para conciliar essa condição, sabendo que (M_s) deve ser menor do que (T_0) e (A_s) maior que (T_0), uma nova temperatura de equilíbrio (T_0') deve existir para a transformação reversa. Assim para as ligas com memória de forma, geralmente:

$$T_0 = \frac{1}{2} (A_f + M_s) \quad \text{e} \quad T_0' = \frac{1}{2} (A_s + M_f) \quad \text{sendo:} \quad A_f > T_0 > M_s > A_s > T_0' > M_f$$

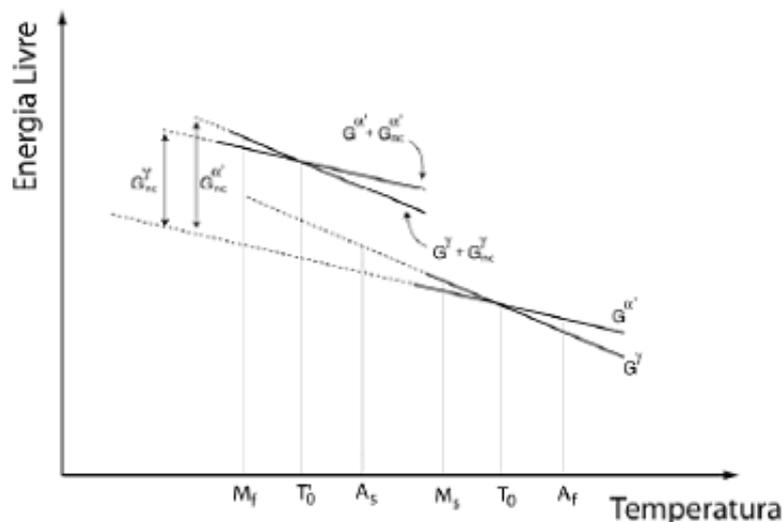


Figura 2.21 – Gráfico esquemático da Energia livre x Temperatura próprio das ligas de NiTi.
Fonte: (Reis, W.P.;2001).

Como anteriormente para o caso dos aços, no NiTi, (T_0) é a temperatura em que a energia livre (G) da austenita é igual a da martensita ($G^\gamma = G^{\alpha'}$ ou seja $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'} = 0$). (T_0') entretanto é a temperatura, em que a energia livre da austenita, mais sua energia livre devido as forças não-químicas é igual a energia livre da martensita, mais sua energia livre devido as forças não-químicas ($G^\gamma + G^{\gamma_{nq}} = G^{\alpha'} + G^{\alpha_{nq}}$, ou seja $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'} + \Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}_{nq} = 0$). Essa energia livre não-química corresponde nas transformações martensíticas das ligas de memória de forma, basicamente a

energia armazenada, devido a deformação elástica da rede (WAYMAN, 1975; LOPEZ, SALINAS & CALDERÓN, 2000).

A segunda importante diferença da transformação martensítica, que dá lugar nas ligas NiTi com superelasticidade e efeito memória de forma é que incrementos ou decréscimos proporcionais de fase transformada, ao contrário da transformação martensítica típica, que há nos aços, que ocorre de uma só vez, descontroladamente ou num efeito “avalanche”. Em transformação martensítica termoelástica a transformação de fase ocorre uniformemente em intervalo de temperatura definido entre (M_s) e (M_f), sem mudanças bruscas nas propriedades do material, nesse intervalo.

Outra maneira de explicar a transformação martensítica termoelástica seria: a transformação martensítica de fase, que origina o efeito memória de forma, tem caráter termoelástico. Durante essa transformação, o movimento da interface é controlado por um balanço local entre as forças químicas e não-químicas (QUEIROGA et al, 2006). A força motriz (potencial químico) é a energia livre de Gibbs das fases austenita e martensita e as forças não-químicas são a energia de deformação elástica e a dissipação de energia, devido as resistências passivas ao movimento da interface. As forças não-químicas aparecem, quando ocorrem interações entre as interfaces e os defeitos cristalinos (precipitados, discordâncias cristalinas, lacunas e outros).

Esses defeitos da estrutura cristalina do material podem pré-existir na fase matriz ou ainda ser criados ou eliminados durante a transformação, como por exemplo, os defeitos pontuais do tipo lacunas (SRINIVASAN, A.V; MC FARLAND, D.M.; FERNANDES, F.M. B.; 2001). Avaliando a sequência das diferentes contribuições de energia (dissipação irreversível de energia e armazenamento reversível de energia elástica), as curvas das transformações termoelásticas são caracterizadas por histerese de transformação, em temperatura ou tensão mecânica (OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M.; PINA, E.A. C.; OLIVEIRA, C.S., 1998).

Então, as transformações podem ser caracterizadas pelos termos térmicos e elásticos. Para a temperatura abaixo do M_s , as plaquetas da martensita crescem a medida, que a amostra é resfriada e após alcançar certo tamanho, quando a soma do crescimento na energia livre termoquímica e o aumento na energia livre não-química (elástica e resistências passivas) se aproximam de certo valor mínimo, o crescimento é interrompido. O equilíbrio entre os efeitos térmico e elástico nos

fornece o termo “termoelasticidade” e a denominação de transformação martensítica termoelástica (QUEIROGA, et al. 2006).

Quando esse equilíbrio térmico é quebrado, as plaquetas da martensita irão crescer ou contrair; por conseguinte, a estabilidade das fases apresenta forte dependência da temperatura. Foram tomadas em consideração a energia química livre da fase matriz (G_a) e a da fase martensita (G_m), existe uma temperatura ideal de equilíbrio (T_0) de forma, que as forças se equilibram. A fase estável é a que possui menor energia livre. As transformações martensíticas termoelásticas são cristalograficamente reversíveis ao contrário das transformações verificadas nos aços comerciais, nos quais o aquecimento à temperatura logo acima de (M_f) não reverte na formação de austenita e sim causa decomposição da martensita em microestrutura, que basicamente se divide em ferrita e cementita (Chiaverini et al. 1982). É importante salientar, que a transformação martensítica termoelástica das LMF pode ser fisicamente detectada por várias técnicas, BFR, DSC e resistividade elétrica em função da temperatura.

Fase (R) é a fase intermediária tendo a distorção romboédrica da austenita cúbica.

Uma outra fase além da austenita e da martensita pode estar presente em certas ligas de NiTi, dependendo do teor de níquel e do histórico térmico da liga. Essa fase é considerada fase intermediária entre a austenita e a martensita e apresenta célula unitária romboédrica, sendo por isso chamada de fase-R. Suas temperaturas de início e fim de transformação durante o resfriamento e aquecimento são denominadas respectivamente R_s , R_f , R'_s , R'_f (BRADLEY & BRANTLEY, 1996; HODGSON & BROWN, 2000). Apesar de contribuir com pequeno ganho de memória de forma ela é praticamente ignorada em ligas comerciais, podendo-se ter mais detalhes na ASTM F2005.

2.10 O Efeito de Memória de Forma e a Superelasticidade

Nesta seção vamos aprofundar esses conceitos, somando-se a eles o conhecimento visto nas seções anteriores sobre transformações martensíticas.

A transição da fase martensítica, para austenítica é dependente da temperatura e da tensão, não do tempo como ocorre na maioria das mudanças de fase e não há difusão envolvida. Similarmente nas LMF, a austenita tem seu nome

na origem das ligas de aço de similar estrutura e a reversível transição sem difusão entre as duas fases, que fazem aparecer as propriedades especiais. Nos aços carbono a martensita pode ser formada pelo rápido resfriamento, porém não é reversível, essa é uma das causas do aço não possuir memória de forma.

Na liga austenita ativa, ambas as fases martensítica e austenítica desempenham importante papel durante sua deformação mecânica. A martensita representa a fase menos rígida, a austenita representa a fase de alta rigidez. Assim, sob carga, a liga austenítica ativa apresenta rigidez, que produz uma força por ativação três vezes a força da ativação da liga martensítica convencional (KUSY R.P. et al, 1990). Esse efeito é rápido e muda para um longo patamar de isotensão, seguido de nova inclinação onde a rigidez se torna compatível ao do nitinol martensítico. A transformação de fase por indução de tensão ocorre, quando a fase austenítica do fio (amostra) se transforma para a fase martensítica. Após a desativação ocorre o inverso, a região linear associada com a fase martensítica da liga convencional, passa a apresentar um patamar de isotensão, onde a fase martensítica transforma-se gradualmente na fase austenítica. Quando essa transformação por tensão induzida é completada, a inclinação inicialmente associada com a fase austenítica acontece novamente. Devido ao retorno (springback) ser quase total, essa série de eventos clínicos é elástica, apesar do fato de seu comportamento ser bastante não linear. A região do patamar de isotensão no descarregamento, na qual a martensita se transforma reversivelmente em austenita, mostra claramente o atributo chave dessa liga, chamado de pseudo-elasticidade ou superelasticidade .

A liga martensítica ativa (termoativada) exhibe EMF induzido termicamente. A temperatura de transição da martensita, para a austenita tem que ocorrer, em regiões da temperatura do corpo humano.

2.10.1 Memória de Forma

O termo memória de forma refere-se à habilidade de certos materiais de “lembrar” um determinado formato, mesmo que deformações severas lhe sejam aplicadas: uma vez que o NiTi, deformado a baixas temperaturas, permanecerá com o novo formato, até que seja aquecido e com isso retornará espontaneamente

a sua forma original. Esse efeito está vinculado a duas fases especificamente, a austenita e a martensita (DUERIG, 1990).

Na fase austenítica há a forma desejada. Esfriando-se o material a temperatura inferior a da fase de transição, o mesmo entra na fase martensítica, em que a forma pode ser mudada por deformação mecânica, pois o grupo de átomos, que foram “inclinados” em uma direção irá acomodar a deformação mecânica em outra direção. A amostra poderá ser revertida à forma inicial (quando estava na fase austenítica) através de aumento de temperatura. A energia térmica adquirida pela forma de aquecimento, fornece a energia necessária aos átomos, para regressar em suas posições originais e com isso a amostra volta a forma original (FERNANDES, 2006).

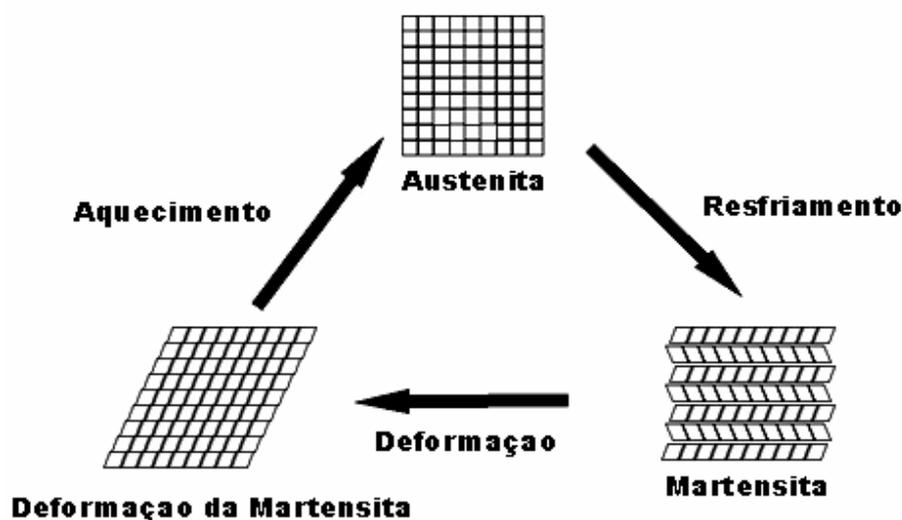


Figura 2.22. – Mecanismos de memória de forma do NiTi.
Fonte: (FERNANDES, 2006).

Na fig. 2.23 (SHAW, 1995) o gráfico tensão-deformação da liga NiTi a 10°C pode exemplificar essa propriedade de memória de forma. Nessa temperatura (abaixo de M_f) toda a estrutura da liga está na fase martensítica. Ao se aplicar a tensão pode-se notar, que o gráfico forma trechos específicos de curvaturas. No trecho (o-a) obtêm-se apenas a deformação elástica onde havendo o descarregamento e a liga volta ao ponto (o). O trecho (a-b) marca o processo de reorientação da martensita maclada (twinned) para martensita não-maclada (detwinned). O trecho (b-d) é a resposta elástica à contínua aplicação de carga nesta nova martensita. No ponto C, se o carregamento for removido, a liga terá uma ligeira recuperação, mas continuará com a deformação aproximadamente de

5% se mantida a temperatura. A partir do momento em que a temperatura aumentar até A_f , a liga reverterá à forma caracterizando o seu efeito memória de forma, voltando ao ponto (o). Se a deformação prosseguir além do ponto (d) a liga sofre movimentação das discordâncias e conseqüentemente, deformação permanente (SHAW, 1995).

Twinned : maclada

Part twinned :maclada parcial.

Detwinned :não-maclada

Slipped:Estirada

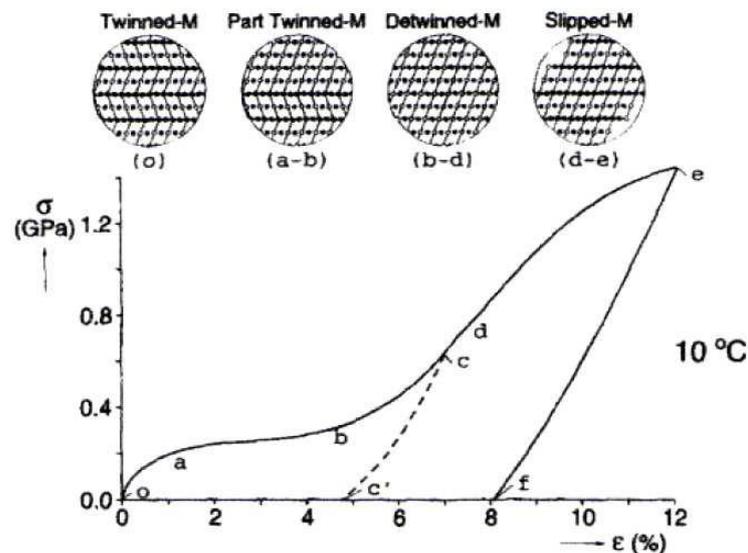


Figura 2.23. – Gráfico tensão-deformação da liga NiTi a 10°C associado ao esquema de mudanças micro-estruturais.

Fonte: (SHAW, 1995).

2.10.2 Superelasticidade

Um material deformado além de seu ponto de escoamento aparente recupera totalmente sua forma inicial, quando a carga é retirada. Normalmente é observado uma grande histerese de tensão-deformação. A superelasticidade acontece em temperatura, em que a fase presente seja predominantemente austenítica ($T > A_f$).

Essa classe de comportamento deve seu nome em razão de ligas com memória de forma, sofrerem deformação elástica extensa, mais de 20 vezes superior em comparação aos materiais convencionais e sendo total ou parcialmente recuperável. O efeito é baseado na transformação interna da estrutura cristalina denominada de austenita, na condição inicial e que necessita de

uma força externa ao material, para se transformar em martensita. Após a liberação da força, esse recupera a forma original, sem a necessidade de aquecer o material. A transformação da fase está relacionada ao aparecimento de deformação pseudo-elástica, dando-se a esse efeito o nome de superelasticidade (MMG, 2008).

As diferentes estruturas da austenita e da martensita resultam em diferentes propriedades mecânicas às duas fases. A estrutura CsCl da austenita é relativamente rígida e dura. Em contraste, a habilidade para reorientar as variantes da fase martensita anulam a flexibilidade mecânica dessa e faz com que a fase de baixa temperatura seja pouco mais flexível, que a fase de alta temperatura. Embora o ciclo estrutural tenha sido discutido em base, no uso da temperatura de inter-conversão das duas fases de NiTi, o equilíbrio é em função da pressão. Sob certas condições a fase austenita pode ser mecanicamente transformada na fase martensítica e tornar-se elástica; ou seja, quando a tensão é removida a fase martensita irá se transformar novamente em fase austenita e a liga NiTi irá retornar à sua forma não-deformada. Essa propriedade mecânica é conhecida como “pseudo-elasticidade” e muitas das aplicações da liga NiTi são baseadas nessa.

Superelasticidade pode ser compreendida como outro exemplo de transformação induzida por pressão. Aplicando-se uma pressão mecânica à liga NiTi na forma austenita, pode-se causar a transformação para martensita, sem que ocorra variação de temperatura. A superelasticidade se dá pela tensão induzida e não pela mudança das temperaturas que acontecem no processo conhecido como tensão pela transformação martensítica e dessa propriedade é que geram as forças leves e contínuas. Assim, em 1986 surgiu no mercado uma nova liga de NiTi chamada comercialmente como Sentalloy (*super elastic níquel-titanium alloy*). A importância clínica dessa nova liga é que com ela é possível obter-se forças leves e contínuas próximas das forças fisiológicas e produzir menor dano aos tecidos nos tratamentos ortodônticos. As ligas de níquel e titânio podem ser classificadas em dois tipos: aquelas que apresentam as propriedades superelásticas e aquelas que não as possuem. O fenômeno onde a martensita é induzida por tensão a elevadas temperaturas (acima de A_f) é conhecida por superelasticidade. Abaixo mostramos o gráfico da tensão versus deformação do comportamento superelástico de uma LMF NiTi $A_s < T < M_s$.

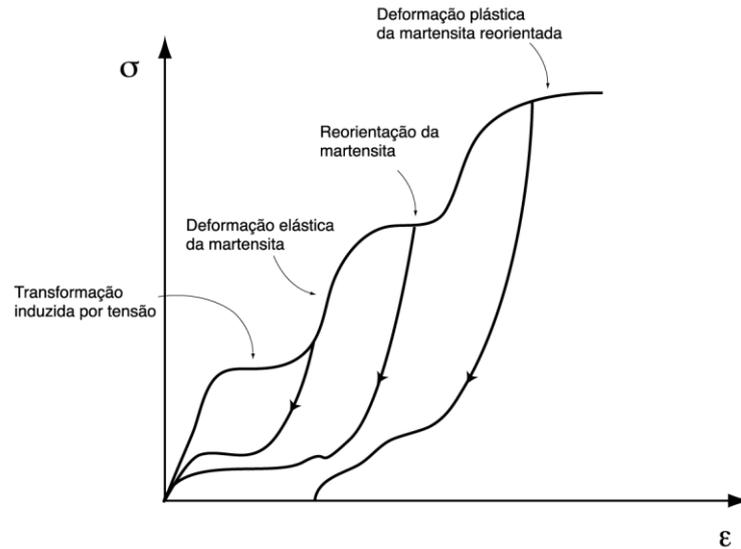


Figura 2.24 – Representação esquemática da deformação isotérmica de liga NiTi, onde $A_s < T < M_s$.
 Fonte: (REIS, W.P., 2001).

Então a pseudo-elasticidade ocorre, nas LMF, quando a liga está completamente no estado austenítico (temperatura $> A_f$). Ao contrário do efeito memória de forma a pseudo-elasticidade ocorre sem mudança na temperatura. A carga na LMF é aumentada até a austenita começar a se transformar em martensita simplesmente devido a carga e tão logo a carga é decrescida a martensita começa a se transformar em austenita novamente, desde que a temperatura esteja acima de A_f .

M_d é a temperatura máxima na qual pode ocorrer martensita induzida por tensão. A superelasticidade ocorre quando $A_f < T < M_d$ e logo no intervalo entre A_f e M_d , conforme (DUERIG, et al, 1994, p.1041) a temperatura M_d é normalmente 25°C a 50°C acima de A_f .

As ligas NiTi superelásticas são tensionadas simplesmente trabalhando a liga. Esses estresses, tensões, podem ser removidos, assim como em outras ligas através de recozimento. A condição de tensão é chamada de martensítica por indução de tensão.

Ferro-elasticidade

É um comportamento indistinguível da superelasticidade mas que ocorre em temperatura na qual o material é completamente martensítico ($T < M_f$).

Segundo Wasilewski (1975) de acordo com o comportamento típico exibido pelo material sob tensão e temperatura o gráfico tensão versus transformação

mostrara uma deformação macroscópica, que pode ser dividida para fins de estudo nas seguintes deformações:

- Deformação não-elástica, ϵ_{an} , resultante de pequena recuperação ocorrida durante o descarregamento e que é mais acentuada em baixas tensões. Deformação de transformação – ϵ_{tr} , que pode ser recuperada por subsequente aquecimento do material e representa o efeito memória de forma.
- Deformação plástica ϵ_p , não recuperável por aquecimento e cuja extensão depende, entre outros fatores do tipo de carregamento: tração ou compressão.

2.10.3 Efeito Memória de Forma de Uma Via

O material que aparentemente tenha sido deformado plasticamente em determinada temperatura é capaz de recuperar total ou parcialmente sua forma original, quando aquecido a temperatura adequada não superior a temperatura ambiente. A palavra aparentemente é grifada, para salientar a diferença que existe entre a deformação plástica clássica, conforme definida pela Ciência dos Materiais (deslizamento dos planos cristalinos) e a deformação que tem lugar nas ligas com memória de forma (reorientação das variantes). Os mecanismos internos, nos quais os átomos se arranjam para provocar a deformação visível são diferentes.

Deformações de até 10% podem ser totalmente recuperadas dependendo de:

Composição da liga.

Tamanho do grão.

Textura do material.

Histórico mecânico e térmico .

Condições na qual a deformação é aplicada.

O material que tenha recuperada sua forma depois de aquecido, não tornará a sua forma anterior (deformada) quando resfriado, aquela temperatura em que se deu a deformação.

2.10.4 Efeito Memória de Forma de Duas Vias

O efeito memória de forma de duas vias foi primeiramente observado por Delaey et al. Em 1975 (DELAEY, L, THIENEL, J, 1975). A origem desse efeito é a predisposição por tensão da martensita e somente pode ser obtido por condições especiais, envolvendo tratamento termomecânico (actuator TASMA, 2009).

O material que tenha sido deformado em uma certa temperatura é capaz de recuperar sua forma original, quando aquecido e retornar a forma deformada quando resfriado até a temperatura, em que se deu a deformação, ou seja, a recuperação da forma se dá em duas vias no aquecimento e no resfriamento. A magnitude desse efeito é dez a vinte vezes menores do que o efeito memória de forma de uma via. Deformações da ordem de 1% podem ser recuperadas em ambos os sentidos no efeito memória de forma em duas vias.

Definição complementar.

O efeito memória de forma de duas vias é o efeito em que o material “lembra” duas diferentes formas: uma a baixas temperaturas e outra a altas temperaturas. Um material que mostra efeito memória de forma no aquecimento e no resfriamento é chamado de memória de forma em duas vias. Isso pode ser obtido sem a aplicação de força externa. A razão do material se comportar tão diferentemente em tais situações prevê “treinamento”. O treinamento implica, que a memória de forma pode “aprender” a se comportar de determinada maneira. Sob circunstâncias normais a liga memória de forma “lembra” sua forma em alta temperatura, mas ao aquecer para recobrar sua memória de forma em alta temperatura, imediatamente ela “esquece” a sua forma em baixa temperatura. Entretanto ela pode ser “treinada” a lembrar.

Os modos que a liga pode ser “treinada” depende das propriedades desejadas. O treinamento diz que forma a liga irá lembrar, quando aquecida e a temperatura não pode ser tão quente que o material recristalize. Dependendo da liga deve-se aquecer entre 400 e 500 °C por 30 minutos, logo então são resfriadas em água ou ao ar ambiente.

Se uma liga memória de forma é aquecida a temperatura muito alta depois de ser “treinada” ela pode perder seu efeito duas vias de memória de forma e esse processo é conhecido como “amnésia”.

Temperatura de transição nas ligas memória de forma.

O Dr. F. E. Wang foi um dos primeiros pesquisadores que verificou a existência de duas fases sólidas, conhecidas como austenítica e martensítica, essas fases são o rearranjo da posição das partículas dentro da estrutura do cristal sólido .

Sob temperatura de transição o nitinol está na fase martensítica. A temperatura de transição varia para diferentes composições e vão de -50°C até 166°C (Jackson, Wagner, Wasilewski, 1972).

Na fase martensítica o material pode ser dobrado em diferentes formas e para fixar a forma chamada de forma pai do inglês "*parent shape*" o metal é preso na posição deformada em um dispositivo e aquecido em torno de 500°C a 600°C .

2.10.5 Mecanismos de Deformação e Pré-Requisitos Para o Efeito Memória de Forma e Superelasticidade

Foi citado, que para que uma célula de martensita que se forme e cresça é necessário que o cristal de austenita ao seu redor se deforme para acomodar a mudança de volume que ocorre. Se uma tensão externa é aplicada ao material, total ou parcialmente transformado, a martensita (e a austenita caso reste alguma) serão mais deformadas. Para que seja possível a completa recuperação de toda esta deformação acumulada é preciso que os mecanismos que a originaram sejam mecanicamente reversíveis. Caso parte dessa deformação tenha se dado por mecanismos não reversíveis, o corpo apresentará recuperação parcial de forma.

Alguns dos processos de deformação reversíveis, que podem ocorrer nas ligas com memória de forma são:

- Deformação elástica.
- Crescimento reversível da martensita.
- Formação e transformação de maclas. (*Twinned*)
- Movimento de falhas de empilhamento parciais.
- Deslocamento de discordâncias em cristais com ordem de longo alcance.

Mecanismos de deformação irreversíveis mecanicamente:

- Deslizamento não-planar.
- Crescimento irreversível de martensita.

Fluência e outros processos que resultam em relaxação das configurações de discordâncias (MENDELSON, 1975).

Além do mecanismo de deformação ser reversível ele deve ser tal que o produto da deformação seja estável a temperatura em que ela se processe, sendo liberado numa temperatura mais alta quando ocorre a recuperação da forma. Se não fosse assim, o corpo simplesmente retornaria a sua forma, quando a força fosse retirada, tal qual uma mola.

O primeiro pré-requisito básico para o efeito memória de forma é que durante o carregamento o limite elástico do material não seja excedido.

Isso pode ser verificado experimentalmente por estudos, que mostram pequeno aumento (no máximo duas vezes) na densidade das discordâncias ao final de um ciclo de carregamento de ligas com memória de forma.

Para a ocorrência dessa condição é necessário que as discordâncias que eventualmente sejam geradas durante a transformação sejam eliminadas durante sua reversão, o que elimina a possibilidade da movimentação das discordâncias por deslizamento cruzado. Como uma das conseqüências do deslizamento cruzado é a dissociação de discordâncias, isso implica na necessidade de baixa energia de falhas de empilhamento à ocorrência do efeito memória de forma.

O decréscimo na energia de falha de empilhamento parece influenciar no decréscimo da temperatura M_s e no aumento da tendência para maclagem na fase austenítica.

Outro pré-requisito para o efeito memória de forma é que a fase austenítica (fase pai) seja altamente ordenada. Normalmente esta condição está relacionada a baixa densidade de discordâncias e a vetores de Burgers, maiores que os de fases não-ordenadas (MENDELSON, 1975). As discordâncias servem como locais potencialmente favoráveis à nucleação de nova fase, seja ela difusional ou não acrescentando outros elementos à liga, a energia de falha de empilhamento pode ser abaixada e a fase “pai” estabilizada, com a conseqüente estabilização das discordâncias. A dissociação das discordâncias a imobiliza e limitam sua capacidade de servirem como pontos de nucleação difusionais a altas temperaturas. Com a fase “pai” estabilizada, ela somente pode ser transformada com a aplicação de grande força motriz cisalhante.

Foi observado que numa liga com memória de forma as primeiras agulhas de martensita que se formam, o fazem nos locais das discordâncias mais

favoráveis e portanto requerem uma força motriz relativamente menor. A partir daí, com o crescimento e coalescimento das placas da martensita, a força exigida é maior pois é preciso, que as discordâncias mais distantes se movam (MENDELSON, 1975; OWEN, 1975).

Foi geralmente aceito portanto, que a super-elasticidade e o efeito memória de forma podem se desenvolver por:

- Crescimento de placas de martensita e contração de outras.
- Maclagem no interior das placas de martensita e desmaclagem de outras
- Transformação para uma nova estrutura martensítica (MENDELSON, 1975)

- Relação entre temperatura e tensão.

Como foi visto, nas ligas NiTi a transformação martensítica tanto pode ser iniciada pela variação da temperatura, quanto pela aplicação da tensão. É natural então imaginar, que exista uma relação entre as duas grandezas. Na verdade o efeito da tensão pode ser entendido como o de aumentar a temperatura, de transformação M_s . Dessa maneira, numa temperatura acima de M_s , em que há a presença da austenita, existe uma tensão tal, que faz com que a temperatura M_s seja a própria temperatura de trabalho. Quando essa tensão é atingida a transformação martensítica tem início e a martensita permanece estável, enquanto a tensão estiver nesse nível, revertendo-se a fase austenítica assim que a tensão desaparece ou cai abaixo do valor limite. É importante notar, que para toda a liga haverá alguma temperatura, em que a tensão necessária à formação da martensita será maior que a própria tensão limite da austenita (a tensão de escoamento); nesse caso a austenita deforma-se plasticamente e nenhuma recuperação de forma será possível (HOGDSON & BROWN, 2000; GIL, MANERO & PLANELL, 1996).

2.10.6 As Temperaturas de Transformações de Fases – DSC ASTM D 3418

A primeira preocupação ao se trabalhar com ligas memória de forma é conhecer as temperaturas de transformação (M_s , M_f , A_s , A_f) e da fase R caso ela ocorra. As propriedades físicas de uma liga NiTi variam de acordo com a

quantidade de cada fase presente no material e esta por sua vez é função da temperatura da liga. Logo, uma maneira de medir a temperatura em que uma fase dá lugar a outra é medir alguma propriedade física do material diretamente relacionada à quantidade de fase presente ao longo de determinada faixa de temperatura. Existem pelo menos dez propriedades diferentes, que podem ser relacionadas à transformação de fase embora nem todas sejam de fácil medição ou suficientemente precisas para o fim científico (HOGDSON & BROWN, 2000).

A maneira mais simples de estimar as temperaturas de transformação é simplesmente variar a temperatura do corpo enquanto se aplica a ele uma força constante. Quando o alongamento do corpo começa a diminuir é o momento do início da transformação austenítica e quando o corpo tende a recuperar a forma original anterior a deformação.

Outra maneira bastante utilizada, nos primórdios dos estudos das ligas com memória de forma para a determinação das temperaturas de transformação é à medida da resistividade elétrica da liga. No entanto, devido a baixa precisão dos resultados e da dificuldade de preparação da amostra, esse ensaio foi substituído por outros, particularmente pelo DSC (*Differential Scanning Calorimeter*). Outras vantagens do DSC sobre o ensaio de resistividade elétrica são os resultados com maior resolução e que permite o cálculo de ΔH (variação de entalpia de formação) da reação. Por último vale a pena lembrar, que os dois ensaios não podem ser comparados entre si, pois não fornecem temperaturas de transformação coincidentes (BRADLEY & BRANTLEY, 1996).

O DSC mede a quantidade de calor emitida ou absorvida durante a mudança de fase, em relação a amostra de comportamento conhecido. A martensita se forma no resfriamento com emissão de calor (reação exotérmica) e isso assinala um pico (ou vale dependendo do sentido convencionado pelo aparelho) na curva de resfriamento. As amostras para esse ensaio são pequenas e sua preparação não exige cuidados especiais; por isso o ensaio de DSC é largamente utilizado na determinação das temperaturas de transformação de ligas com memória de forma (BRADLEY & BRANTLEY, 1996).

As temperaturas de transformação das ligas de NiTi estão extremamente ligadas a composição da liga e aos tratamentos térmicos sofridos, durante o processo de fabricação (THOMPSON, 2000).

Qualquer adição de níquel até o limite de 50%, em peso atômico, tem pouco efeito na temperatura de transformação, mas acima desse valor, pequenas adições de níquel podem mudar drasticamente a temperatura de transformação e, por conseguinte as propriedades mecânicas da liga (HODGSON & BROWN, 2000, LIBENSON et al, 1993). Como exemplo: a adição de níquel suficiente para variar a composição da liga NiTi de 50-50 para 51-49 em percentual atômico faz baixar a temperatura As em aproximadamente 100°C e praticamente triplicar a tensão de escoamento (HODGSON & BROWN, 2000).

2.11 Método teste para determinação de temperaturas de transformação de ligas memória de forma de níquel-titânio por curvatura e livre recuperação. BFR - ASTM F2082 -06

Standard Test Method for Determination of Transformation Temperature of Nickel-Titanium Shape Memory Alloys by Bend and Free Recovery.

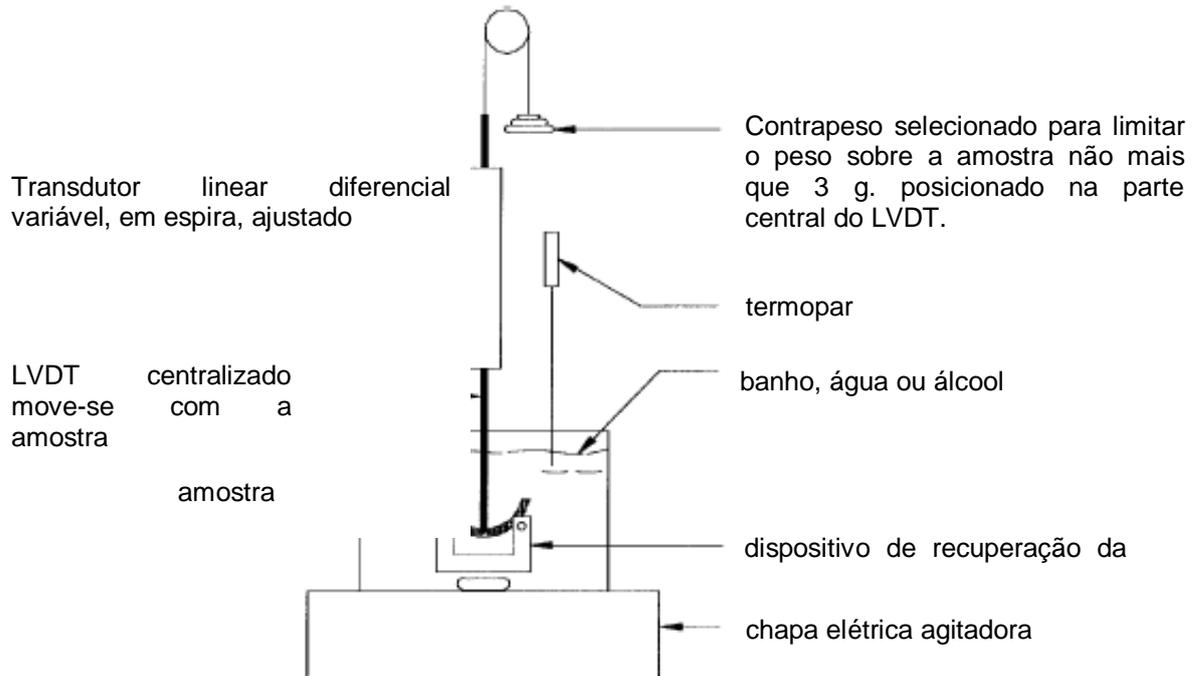
Esse teste tem característica tecnológica, pois caracteriza as temperaturas transformação de fase, diretamente com a aplicação final de produto.

2.11.1 Escopo

Este método descreve o procedimento de determinação da temperatura de transformação da martensita para austenita, tanto para o NiTi recozido, como para o NiTi termicamente tratado, medindo a recuperação de deformação durante a transformação térmica.

LVDT— Transdutor linear diferencial variável.

RVDT— Transdutor diferencial rotativo variável .



Esquema mostrando vista lateral de dispositivo teste usando LVDT contrabalançado verticalmente (LVDT), suprimento de força, termopar indicador. O sistema de aquisição de dados não é mostrado.

Figura 2.25 – Esquema mostrando dispositivo de teste.

Resumo do método teste: este método teste envolve resfriar a amostra teste para sua nominal completa fase martensítica, deformando a amostra e aquecendo a amostra até sua completa fase austenítica. Durante o aquecimento o movimento da amostra é medido e mapeado em relação a temperatura da amostra; a transformação duplo estágio a $R's$, $R'f$, A_s , e A_f , como definido na terminologia F2005 são determinadas.

A transformação simples estágio A_s e A_f são determinadas.

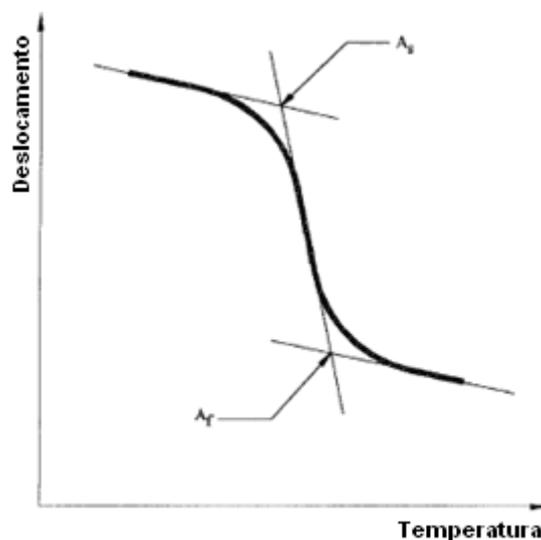


Fig. 2.26 – Simple estágio de transformação – Linhas tangentes e temperatura de transformação.

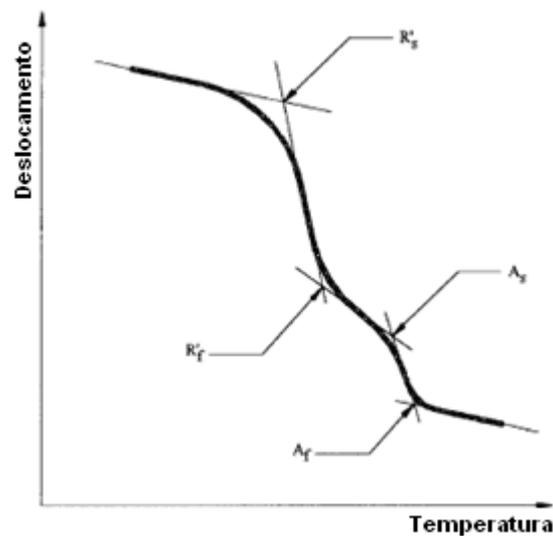


Figura.2.27 – Duplo estágio de transformação – Linhas tangentes e temperatura de transformação

Significação e uso.

- Esse método fornece rápido e econômico meio para determinação de temperaturas de transformação.
- Medir o movimento da amostra e fornecer um resultado da aplicação memória de forma que é aplicável a função do material.
- Nesse teste pode-se usar fios, tubos, tiras como amostras. Portanto ele é capaz de fornecer uma taxa de serviço para o produto em sua forma semi-acabada.
- Esse teste-método pode ser usado em amostras recozidas para determinar as temperaturas de transformação e assegurar a formulação da liga, uma vez que a análise química não é precisa o bastante para determinar adequadamente a relação níquel-titânio das ligas memória de forma.
- As temperaturas de transformação desse teste podem ser diferentes daquelas obtidas em outros testes, devido aos efeitos da deformação sob carga na temperatura de transformação.
- Esse teste método é apropriado para ligas memória de forma com $A_f = -25^{\circ}\text{C}$ até 90°C .

2.12 Caracterização das Ligas Memória de Forma Por Meio das Temperaturas Críticas de Transformação

A caracterização das ligas memória de forma podem ser realizadas através das temperaturas críticas de transformação. Essas temperaturas podem ser vistas no gráfico que apresenta temperatura crítica de transformação de LMF, fig. 2.28 Parte dessas transformações ocorrem sobre estreita faixa de temperatura, porém o início e o término da transformação durante o aquecimento e o resfriamento se estende sobre o intervalo de temperatura maior e que depende dos elementos de liga e tratamentos térmicos. A transformação apresenta histerese térmica que é um deslocamento da temperatura, em que se tem o início da transformação direta (M_s) e o início da transformação reversa (A_s). Devido a isso a histerese térmica é dada pela diferença entre a temperatura, onde se tem 50% de fração transformada de austenita (A_{50}) e a temperatura de 50% de fração transformada de martensita (M_{50}), ou seja, $A_{50} - M_{50}$. A histerese térmica das transformações martensíticas termo-elásticas situam-se entre 5°C a 30°C, que varia com a composição química e o tipo de estrutura cristalina das ligas (SRINIVASAN, A.V.; MCFERLAND, D.M.; DUERIG, T.W.; MELTON, K.N.; STOCKEL, D. WAYMAN, C.M. 2001).

Segundo (WU, 2000), ligas NiTi 49%Ni tem temperaturas de transformação entre -50°C a 110°C e histerese térmica em torno de 30°C. Os pontos das transformações são definidos como segue:

Af: temperatura de término da transformação inversa austenítica.

As: temperatura de início da transformação inversa austenítica.

Mf: temperatura de término da transformação martensítica.

Ms: temperatura de início da transformação martensítica.

Ht: histerese térmica da transformação .

$$\left(Ht = \left(\frac{As + Af}{2} \right) - \left(\frac{Ms + Mf}{2} \right) = A_{50} - M_{50} \right)$$

e_c : amplitude térmica de resfriamento: ($e_c = M_f - M_s$)

e_h : amplitude térmica de aquecimento ($e_h = A_f - A_s$)

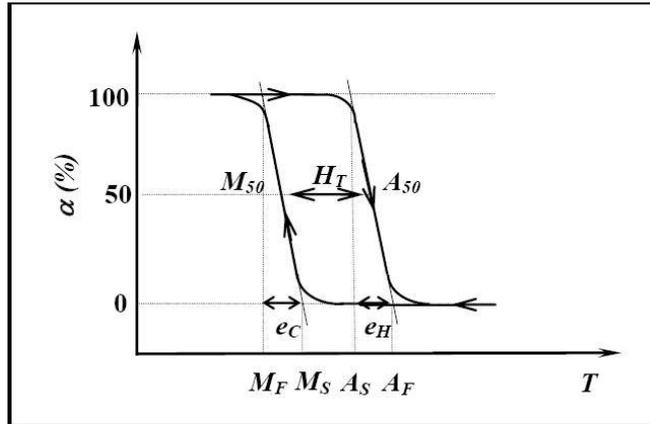


Figura 2.28. – Temperaturas de transformação de uma LMF.
 Fonte: OLIVEIRA, C.A.N, 2007).

2.13 Diagrama de Fases do NiTi

Segundo o diagrama de fases, figura abaixo o NiTi sofre a $630 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ a seguinte decomposição eutética: $\text{TiNi} \rightarrow \text{Ti}_2\text{Ni} + \text{TiNi}_3$. O Metals Handbook p.2874 alerta que esta reação eutética não é um consenso entre os pesquisadores; de fato, ela é defendida por (LOPEZ, SALINAS & CALDERÓN, 2001) mas recusada por (NISHIDA, WAYMAN & HONMA, 1986).

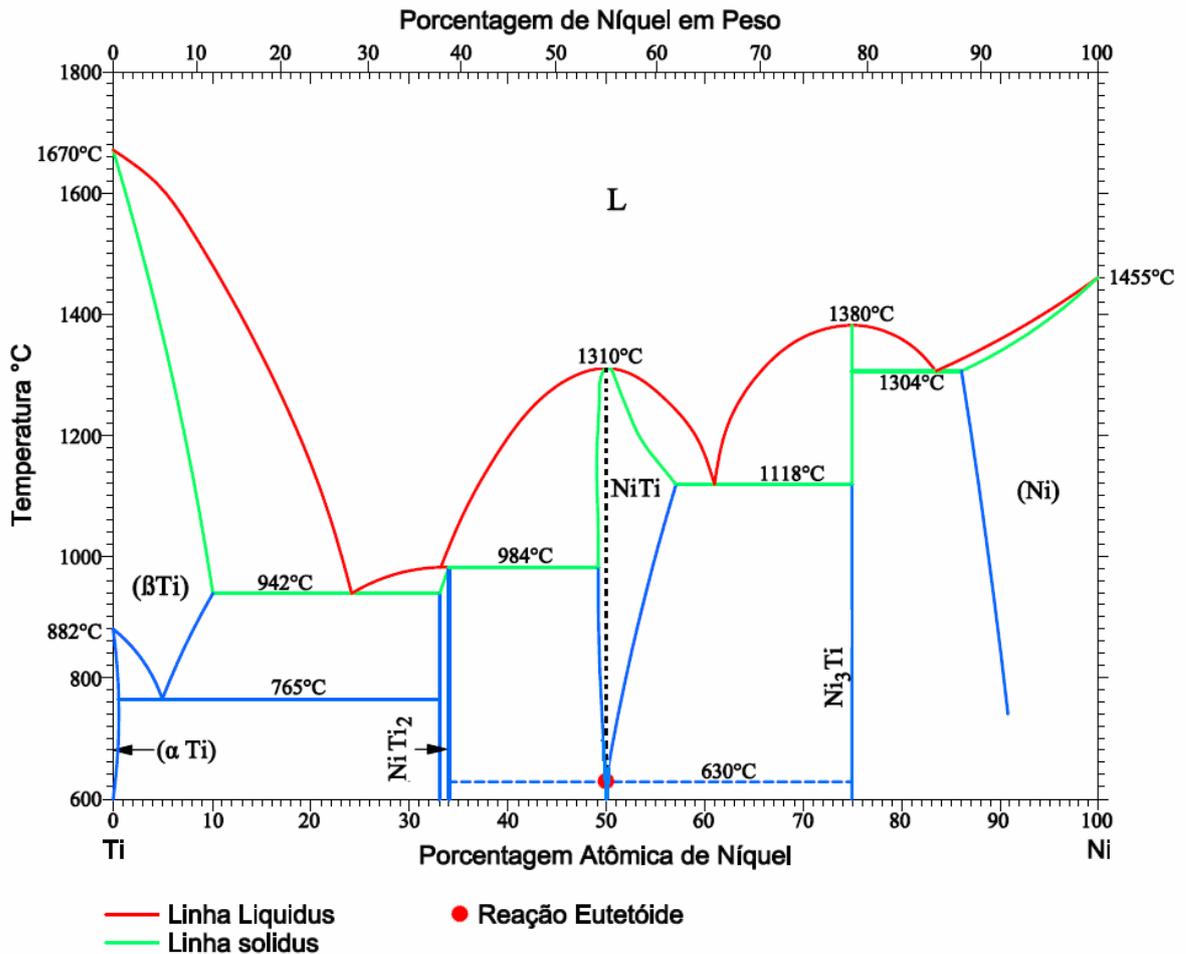


Figura 2.29 - Diagrama de fases do NiTi.

Fonte: Estruturas cristalinas: (a) CCC (B2) e (b) Monoclínica (B19') e (c) Diagrama de fases em equilíbrio do sistema NiTi (MCNEESE, 2001).

O diagrama de equilíbrio Ni-Ti permite observar a presença de um domínio de estabilidade na fase austenítica em alta temperatura (acima de 630°C) chamada de fase B2, que se caracteriza para ligas ricas em Ni, em relação à composição equiatômica, por uma variação do limite máximo de solubilidade do Ni com a temperatura. Para as ligas mais ricas em Ti relativamente à composição estequiométrica, a variação de solubilidade com a temperatura é mais reduzida. Essa configuração do domínio de estabilidade da austenita (B2) permite, para uma dada liga, a exploração da possibilidade de variação das temperaturas nos tratamentos de recozimento ou solubilização seguida de precipitação as diferentes temperaturas (GEROLDO, 2009).

2.14 Ensaio de Tração – Propriedades Mecânicas

A aplicação de força num corpo sólido promove deformação do material na direção do esforço e o ensaio de tração consiste em submeter um material a um esforço, que tende a esticá-lo ou alongá-lo. Geralmente o ensaio é realizado num corpo de prova de formas e dimensões padronizadas, para que os resultados obtidos possam ser comparados ou se necessariamente reproduzidos. Esse corpo de prova é fixado em uma máquina de ensaio, que aplica esforços crescentes na sua direção axial, sendo medida as deformações correspondentes por intermédio de aparelho especial (extensômetro). Os esforços ou cargas são medidos na própria máquina de ensaio e o corpo de prova é levado a ruptura.

Com esse tipo de ensaio pode-se afirmar que praticamente as deformações promovidas no material são uniformemente distribuídas em todo corpo,. Pelo menos até ser atingida a carga máxima, próxima do final do ensaio e, como é possível fazer, com que a carga cresça numa velocidade razoavelmente lenta durante todo teste, o ensaio de tração permite medir satisfatoriamente a resistência do material. A uniformidade da deformação permite ainda obter medições precisas, da variação dessa deformação em função da tensão aplicada. Essa variação é determinada pelo traçado da curva tensão-deformação.

2.14.1 Tensão e Deformação na Tração

Tensão é definida genericamente como a resistência interna de um corpo a uma força externa aplicada sobre ele, por unidade de área. Deformação é definida como a variação de uma dimensão qualquer desse corpo, por unidade da mesma dimensão, quando esse corpo é submetido a um esforço qualquer.

A tensão média de tração produzida numa barra é dada por:

$$\sigma = \frac{Q}{S_0}$$

Anisotropia: suas propriedades variam com a direção cristalina (VAN VLACK. 1984, p.36).

$$\sigma = E * \varepsilon$$

ou

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

Módulo de elasticidade de Young (E) que corresponde à lei de Hooke. A constante de proporcionalidade (E) é conhecida por módulo de elasticidade ou módulo de Young. A linearidade do diagrama termina num ponto denominado limite elástico, definido como a maior tensão, que o metal pode suportar sem deixar qualquer deformação permanente, quando o material é descarregado.

Ao ser atingida uma tensão em que o material já não mais obedece a Lei de Hooke, ou seja, a deformação não é proporcional a tensão, chega-se ao ponto denominado limite de proporcionalidade.

Terminada a zona elástica, atinge-se a zona plástica, onde a tensão e a deformação não são mais relacionadas por uma simples constante de proporcionalidade e em qualquer ponto do diagrama, havendo descarregamento do material até a tensão igual a zero, o metal fica com uma deformação permanente ou residual (SOUZA, S. A., 1974).

O início da plasticidade é verificado em vários metais e ligas dúcteis, principalmente no caso de aços de baixo carbono, pelo fenômeno do escoamento. O escoamento é um tipo de transição heterogênea e localizada, caracterizado por relativo aumento da deformação com variação pequena da tensão durante a sua maior parte. Depois do escoamento o metal está encruado e denomina-se limite de escoamento.

Após ser atingida a carga Q_r , entra-se na fase de ruptura do material, caracterizada pelo fenômeno da estrição, que é a diminuição muitas vezes sensível, da secção transversal do corpo de prova, numa certa região do mesmo. Quanto mais mole é o material, mais estrita se torna a secção nessa fase. É nessa região, que se dá a ruptura do corpo de prova, finalizando o ensaio.

Mais duas outras propriedades mecânicas podem ser facilmente determinadas pelo ensaio de tração, que são o alongamento total do corpo de prova e a estrição. O alongamento A é calculado pela expressão:

$$A = \frac{L - L_0}{L_0} * 100$$

Onde (L₀) é a distância inicial marcada no corpo de prova antes do ensaio, geralmente especificada pelas normas técnicas e (L) é a distância final após a ruptura do corpo de prova. O alongamento é expresso em percentagem. A estricção é medida em percentagem, pela diminuição da secção transversal do corpo de prova, após ruptura. A expressão é:

$$\varphi = \frac{S_0 - S}{S_0} * 100$$

onde (S) a seção final estricção.

2.14.2 Conceituação Geral: deformação, resistência, ductilidade, módulo de elasticidade

A deformação ocorre quando forças são aplicadas a um material. Deformação relativa; “ξ” é a quantidade de deformação por unidade de comprimento e tensão “s”, a força por unidade de área. A energia é absorvida pelo material, durante a deformação devido à atuação de uma força, ao longo da distância de deformação. Resistência é uma medida do nível de tensão requerido para fazer com que um material seja rompido. Ductilidade indica a quantidade de deformação relativa permanente anterior à fratura e tenacidade se refere ao total da energia absorvida por um material, durante a sollicitação que o levou a ruptura.

Conceito de ductilidade: um metal é mais dúctil do que outro se possuir uma zona plástica mais extensa isso é, ele pode deformar plasticamente mais para romper do que o outro (SOUZA, S. A., 1974).

Um material frágil possui a zona plástica muito pequena ou mesmo nula (como o caso dos ferros fundidos brancos).

Conceito de módulo de elasticidade (SOUZA, S. A., 1974).

O valor (E) é constante para cada metal ou liga metálica.

O módulo de elasticidade é determinado pelas forças de ligação entre os átomos de um metal e como essas forças são constantes para cada estrutura que apresente o metal, o módulo de elasticidade é uma das propriedades mais constantes dos metais.

O módulo de elasticidade é inversamente proporcional à temperatura, ou seja, aumentando a temperatura decresce o valor de (E).

Microscopicamente, o módulo de elasticidade é a força necessária para deslocar os átomos da rede cristalina de suas posições de equilíbrio; um átomo da rede cristalina está perfeitamente equilibrado pelas forças de atração e repulsão de todos os outros átomos vizinhos. Quanto mais fortes essas forças, maior a força externa necessária para afastá-los (ou aproximá-los) uns dos outros e se a força é retirada os átomos retornam as posições iniciais. O módulo de elasticidade depende apenas da natureza das ligações atômicas da liga e é uma propriedade do material.

Macroscopicamente, o módulo de elasticidade representa a tensão necessária para deformar o material elasticamente e é representada pela inclinação da parte elástica da curva tensão-deformação, obtida através dos ensaios mecânicos.

A maior tensão, que pode ser aplicada ao material sem deformação permanentemente é chamada tensão de escoamento.

Para tensões maiores do que essa o material escoar, ou seja, em vez dos átomos se deslocarem de suas posições de equilíbrio e retornarem a elas tão logo a tensão externa seja retirada, planos atômicos inteiros deslizam uns sobre os outros em um movimento de longo alcance tornando impossível haver recuperação da forma do corpo pela simples liberação da tensão. O material deixa o regime elástico e entra no regime plástico e a relação entre a tensão e a deformação deixa de ser linear (a lei de Hooke já não é mais válida). A máxima deformação elástica (*springback*) também chamada de máxima flexibilidade, faixa de ativação, faixa de deflexão ou faixa de trabalho é a deformação que ocorre com a aplicação da tensão de escoamento e é obtida pela razão entre a tensão de escoamento e o módulo de elasticidade (KAPILA & SACHDEVA, 1989).

A área sob a curva tensão versus deformação é a resiliência do material e representa a energia elástica que se converte em trabalho durante a deformação.

Conceitos de elasticidade e plasticidade dos metais e ligas.

Estes conceitos são muito importantes para entender mais adiante a super-elasticidade das ligas com memória de forma e a plasticidade destas ligas.

Um material metálico possui uma estrutura cristalina, ou seja, os átomos estão arrumados de forma a constituírem uma rede cristalina regular no espaço,

com posições definidas entre si. Os elétrons das camadas externas estão livres para caminhar por toda a rede cristalina e o metal pode então ser configurado como um arranjo de íons carregados positivamente envolvidos por uma nuvem de elétrons livres. A ligação entre os átomos é feita principalmente pela atração dos íons positivos com os elétrons livres e assim essas forças de ligação não são orientadas no espaço. Isto é não tem direção preferencial e os íons se agrupam entre si na forma de um empacotamento mais econômico que lhes de a menor energia. Daí se observa as redes cristalinas encontradas nos metais serem de forma cúbica ou hexagonal (CCC, CFC, Hexagonal compacto). Entretanto quando dois íons se aproximam um do outro, cria-se uma força repulsiva que limita o grau de empacotamento, de onde se pode dizer que os íons metálicos são como esferas duras arranjadas num modelo repetido, tridimensionalmente.

Quando um metal sofre um esforço dentro de sua zona elástica, isso significa que o esforço provoca um deslocamento dos átomos (ou íons) de suas posições primitivas no espaço, de modo que ao cessar esse esforço, os átomos voltam as suas posições originais sem deixar qualquer deformação permanente. Com o aumento do esforço, chega-se a um ponto que os átomos se distanciam de tal forma que não conseguem mais voltar e daí entra-se na zona plástica. O advento da zona plástica seria impossível de se conseguir por meio dos esforços fornecidos pelas máquinas comuns, não fossem certos defeitos encontrados no interior da rede cristalina. Tais defeitos são ditos pontuais ou lineares. Os pontuais são ocasionados pela falta de um átomo que deveria se localizar numa dada posição do reticulado cristalino, denominados lacunas ou vazios ou ainda ocasionados por átomos que ocupam posições intersticiais isto é, entre os átomos regulares do arranjo (ocorrem, por exemplo, nas ligas de ferro-carbono) onde o carbono ocupa posições intersticiais. Os defeitos pontuais não são, entretanto os defeitos mais importantes para a deformação plástica. Os defeitos lineares, denominados discordâncias são aqueles que promovem essa deformação pelo escorregamento dos planos atômicos sob esforços relativamente pequenos, que podem ser produzidos pelas máquinas em geral. As discordâncias são planos de átomos do metal fora de sua posição normal no reticulado cristalino (são linhas de descontinuidade na rede cristalina) possuindo por isso um campo de tensões internas.

2.14.3 Conceito Geral de Elasticidade

A propriedade dos corpos de voltarem à forma inicial após a retirada da carga é chamada de elasticidade. Diz-se que o corpo é perfeitamente elástico se recupera completamente sua forma inicial depois de retirada à carga e parcialmente elástico, se a deformação produzida pelas forças exteriores não desaparece completamente depois da retirada da carga.

No caso de um corpo perfeitamente elástico, o trabalho produzido pelas forças exteriores durante a deformação, será completamente transformado em energia potencial de deformação.

No caso de um corpo parcialmente elástico, parte do trabalho produzido pelas forças exteriores, durante a deformação será perdido sob a forma de calor, o qual será desenvolvido no corpo durante a deformação elástica.

Conceitos de resiliência e Coeficiente de Poisson.

Resiliência é a capacidade de um metal absorver energia quando deformado elasticamente, isto é dentro da zona elástica e libera-la quando descarregado. Aqui a importância do conceito na observação com ligas com memória de forma (LMF). A sua medida é feita pelo módulo de resiliência, que é a energia de deformação por unidade de volume, necessária para tensionar o metal da origem até a tensão do limite de proporcionalidade. Uma vez que a tensão é aplicada gradualmente, o trabalho exercido para tensionar até o limite de proporcionalidade é igual à tensão média multiplicada pela deformação causada, ou seja:

$$U_R = \frac{\sigma_P}{2} * \epsilon_P = \frac{\sigma_P}{2} * \frac{\sigma_P}{E};$$

portanto,

$$U_R = \frac{\sigma_P^2}{2E},$$

Onde “ σ_P ” representa o limite de proporcionalidade, o qual na prática pode ser substituído pelo limite de escoamento ou pelo limite “n”. Em molas, por exemplo, é interessante saber que um material com baixo módulo de elasticidade e alto limite de proporcionalidade ou de escoamento terá um grande módulo de resiliência. Comparando uma liga de alumínio e um aço com o mesmo limite de

escoamento, a resiliência da liga de alumínio é cerca de três vezes maior que a do aço. (Souza, Sergio Augusto p. 24).

O coeficiente de Poisson é definido como:

$$\nu = \frac{\varepsilon'}{\varepsilon}$$

Esse coeficiente mede a rigidez do material na direção perpendicular a direção da carga de tração uniaxial aplicada. A maioria dos metais tem o valor do coeficiente de Poisson entre 0,25 (para metais perfeitamente isotrópicos) e 0,35, sendo 0,33 o valor adotado na maioria dos casos.

2.15 Especificação da chapa NiTi M- Memory- Metalle

Normas utilizadas para especificação:

Nitinol é a família de ligas NiTi na qual as temperaturas de transformação são mudadas, mudando-se a relação NiTi. Designam-se as ligas pela *As* (*austenite start*) determinada pela análise térmica após um completo recozimento.

Tabela 2.2 - Ligas Comercializadas pela Memory Metalle, GmbH (MMG)

	Efeitos	Descrição
Liga N	Liga superelástica	Liga standard superelástica mais “fria” que a liga S (A _f ca. -15° C)
Liga S	Liga superelástica	Liga standard superelástica mais macia que a liga N (A _f ca. 0° C)
Liga C	Liga superelástica	Liga super-elástica impregnada com CR, mais rígida que a liga S e N .
Liga B	Liga atuador	Liga temperatura do corpo (A _f ca. 35° C)
Liga M	Liga atuador	Liga atuador com temperaturas de transformação intermediárias (A _f ca. 65° C)
Liga H	Liga atuador	Liga atuador alta fadiga (A _f ca. 95° C)
Flexinol Fio	Atuador, alta fadiga	Fio atuador especialmente otimizado com alta resistência a fadiga. (A _f ca. 100° C)

Fonte : www.shape-memory-metalle.de/html/01_start/index_outer_frame.htm
Visitado em 20.10.08.

As propriedades do Nitinol são particulares para cada composição exata do metal e modo como foi processado. As propriedades físicas do Nitinol incluem um ponto de fusão em torno de 1240°C à 1310°C e uma densidade em torno de 6,5g/cm³. Várias outras propriedades físicas testadas para diferentes temperaturas

com várias composições de elementos incluem resistividade, força termoelétrica, coeficiente de Hall, velocidade do som, capacidade calorífica, susceptibilidade magnética e condutividade térmica. Também foram testadas propriedades mecânicas como teste de fadiga, impacto, dureza e usinabilidade (JACKSON, WAGNER, WASILEWSKI, 1972).

As ligas memória de forma de NiTi são usualmente fabricadas em forma de fios, pois pela sua falta de ductilidade é mais difícil fabricá-la em chapas. Entretanto o níquel e o titânio são dúcteis em seus estados puros.

2.16 Eletropolimento

O Polimento é um processo de desgaste por abrasão que tem o objetivo de tornar a superfície polida removendo o material sem evidencia visual deixando a superfície lisa e brilhante (ROCHA, A., 2009). O eletropolimento pode produzir superfície polida em geometrias complexas e pode também remover rebarbas causadas pela fabricação tal como corte a laser. Portanto este processo de acabamento é de grande importância na aplicação biomédica. Trigwell et al, relataram que ligas de NiTi apresentaram superfície polida e passivada. Trepanier et al, relataram que o eletropolimento produziu uma fina e uniforme camada de óxido que significativamente aumentou a resistência a corrosão do NiTi. Cisse et al também descobriram que o eletropolimento diminuiu a quantidade de níquel na superfície e aumentou à resistência a corrosão. Entretanto a superfície topográfica do NiTi ainda apresenta alguns defeitos, tais como ondas e manchas brancas que aumentaram a rugosidade da superfície.

As amostras devem ser polidas com lixas 400 e 600 para remoção da rugosidade inicial e então introduzida numa célula eletroquímica com eletrólito CH₃COOH-HClO₄ – A-B . Os parâmetros do processo devem ser: densidade de corrente 0,6 A/cm², temperatura do eletrólito 0°C e tempo de polimento 45 s e eletrodo “gap” 2 cm. Estes foram os parâmetros selecionados para se obter baixa rugosidade (WEI WU; XINGIE, L.; HUIMIN H.; DAZHI Y.; SHOUDONG L, 2008).

2.17 Lavagem Ultrassônica

Busca-se na lavagem ultrassônica uma limpeza mais eficaz. As lavadoras ultrassônicas têm o princípio de funcionamento com transdutores piezoelétricos

que convertem a energia elétrica em ondas mecânicas formando cavitações, onde ocorre uma rápida formação e violenta implosão de minúsculas bolhas no líquido de limpeza.

A agitação devido as incontáveis implosões cria um efetivo “esfregamento” das superfícies mais profundas e também nas mais expostas imersas na solução aquosa.

As lavadoras ultrassônicas trabalham com frequências entre 20 e 40 KHz sendo apropriadas a limpeza de equipamentos cirúrgicos, odontológicos e de joalheria. A limpeza por ultrassom é rápida e precisa, podendo ainda lavar-se conjuntos montados de peças sem a necessidade de desmontá-los.

Ultrassom é a oscilação de natureza acústica com frequência acima de 20 khz. E a cavitação o movimento de vai-vem criado pelas ondas ultrassônicas que originam micro bolhas dentro do líquido. Estas micros bolhas quando implodem geram energia. A este colapso e a liberação de energia chama-se cavitação.

Como há remoção de material, tem-se na definição de erosão por cavitação como sendo a perda progressiva de material sólido devido à ação de bolhas em um líquido colapsando próximo à superfície do sólido, podendo causar a remoção de camadas passivas (ROCHA, A. 2009).

2.18 Embalagem

Papel para esterilização.

Embalagem flexível destinado ao mercado odonto-médico-hospitalar composta por filme laminado poliéster e polipropileno (PET/PP 57g/m²) e papel grau cirúrgico 60g/m² de selagem direta, impresso com dois indicadores químicos para monitoração do processo de esterilização óxido de etileno e autoclave a vapor.

O papel grau cirúrgico cumpre com as exigências da norma NBR 12946/14707. O papel consiste em polpa de madeira quimicamente branqueada e é livre de sujeiras, substâncias tóxicas, corantes e odor desagradável quando úmido ou seco. O papel é mercerizado (tratamento químico a base de soda cáustica criado por John Mercer) à máquina e não solta felpa ou fibras durante o uso normal e tem como característica a porosidade controlada e alta barreira

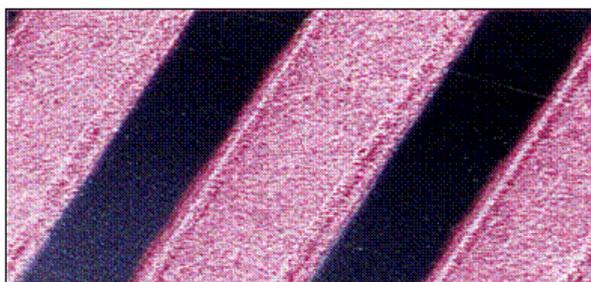
microbiana de 98%. A outra face em filme laminado transparente, multicamadas, colorido (azul) para facilitar a identificação e a localização de possíveis falhas durante o processo de selagem.

Porosidade

Porosidade: propriedade que calcula a penetração de um fluido (ar, vapor , ETO – óxido de etileno) em um espaço determinado de tempo.

Diâmetro de poros: propriedade que define a homogeneidade do tamanho dos poros em um papel.

Para vapor diâmetro máx. do poro : 50 μ (0,05 mm).



A permeabilidade e as propriedades de desprendimento de fibras são testadas em cada bobina de papel antes da impressão.

Resistência ao calor em ambas as faces até 140°C. Bordas laterais com selagem em filetes com 10 \pm 3 mm de largura em toda a extensão, com indicadores químicos para esterilização em vapor saturado (autoclave) e óxido de etileno (ETO) impresso em local que não permita a migração de tinta para o interior do envelope durante a esterilização e sinalização que indique o sentido correto de abertura.

Marrom ou preto se exposto ao vapor saturado.



Marrom ou laranja se exposto ao gás ETO.



Os materiais são acondicionados em embalagem própria de acôrdo com os seguintes dados: nome do fabricante, data de fabricação, validade e número de registro no Ministério da Saúde.

Impressão:

A impressão é feita por sistema flexo em 3 cores e isto é feito no lado selável do papel. No sentido de evitar possível risco causado pela tinta de impressão é feita do lado de fora da área de selagem.

Tinta de impressão:

O texto é impresso em cor azul: a tinta de impressão resiste à 10 minutos de esterilização em 140°C sem que a tinta sofra qualquer alteração.

A tinta não contém substâncias tóxicas.

O indicador para esterilização a vapor é sensível para reconhecer processo na autoclave. A cor mudará de amarelo para uma tonalidade marrom/preto quando exposta a um ciclo de esterilização. O indicador de vapor cumpre as exigências da norma NBR 12.946/14.707 de 2001: mudança clara de cor quando exposto as condições de 120°C por 15 minutos.

O indicador para esterilização a óxido de etileno é sensível para reconhecer um processo de esterilização. A cor muda de rosa para uma tonalidade laranja/marrom quando exposto a um ciclo de esterilização.

Todos os lotes dos indicadores são testados pelo fabricante.

As condições de processamento podem variar consideravelmente de acordo com o tipo de esterilizador. Se os valores dos parâmetros críticos variam muito, também a mudança de cor pode variar, mas a indicação do processamento no esterilizador ainda está presente.

2.19 Esterilização em vapor saturado

Este aparelho foi desenvolvido no século XIX. Nos hospitais, clínicas e laboratórios é o aparelho mais utilizado para esterilização, tendo como parâmetro a eliminação da bactéria *stearothermophilus* que é o indicador biológico de garantia da esterilização, outro indicador é o teste *Bowie & Dick* que mostra a total eliminação de ar da câmara interna feita pela bomba de vácuo.

Neste equipamento às peças e os instrumentos destinados ao bloco cirúrgico são submetidos a uma temperatura entre 121°C a 134°C com pressão de 1,5 a 1,7 Kgf/cm². por determinado tempo, no caso de peças metálicas 30 minutos.

Atualmente estes equipamentos são micro-processados, utilizando bombas de vácuo para a remoção total de ar na câmara interna. Tendo os ciclos de aquecimento, vácuo e pressão positiva, onde se dá a esterilização, vácuo novamente e finalmente a secagem.

Um dos parâmetros que se mede a eficiência deste aparelho é a eliminação de ar no início do ciclo, classificando-as em gravitacionais, não-gravitacionais, alto-vácuo e ciclo “*flash*”, ciclo rápido, ou seja com bomba de vácuo ou não.

3. PROCEDIMENTOS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Para escolha do material mais adequado para fabricação do grampo de Judet, foram inicialmente reunidas as ligas Nitinol encontradas para comercialização e observar suas similaridades.

3.1 Aquisição da matéria-prima

As chapas de NiTi foram adquiridas da empresa, Memory- Metalle GmbH (MMG) com espessura de 0,50 mm e a liga escolhida foi a do tipo **M** (tipo atuador). Este material foi recebido inicialmente com referência 1328.10 e com dimensões 0,5mm X 400,0mm X 83,0 mm, no estado recozido e com acabamento polido. A classificação M foi feita após o ensaio DSC de acordo com sua temperatura de austenitização final.

3.2 Especificação Comercial do Fio Termo-ativado – 3M®

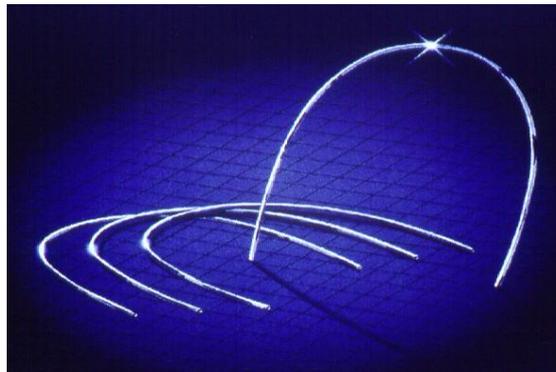


Fig.3.1 - Arco ortodôntico 3M – termoativado.

O fio termoativado arco ortodôntico 3M foi adquirido sob o nome comercial de Nitinol *Heat-Activated* com dimensões .19 x.025 in (0,46x0,64mm) *Orthoform III Ovoid Upper ref. 4297-919* lote V 4151, que foi tratado neste estudo como liga termoativado, mesmo sabendo-se que o termo termoativado é classificado por autores, como Russel Scott como ligas ativadas por calor externo ao corpo, com Af acima da temperatura corporal.

3.3 Grampo de Judet

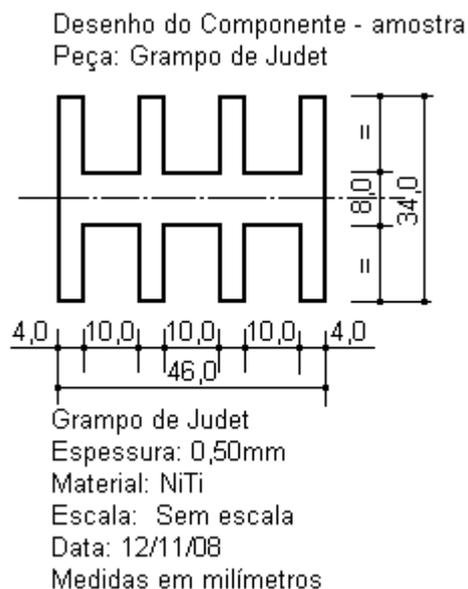


Figura 3.2 - Desenho.

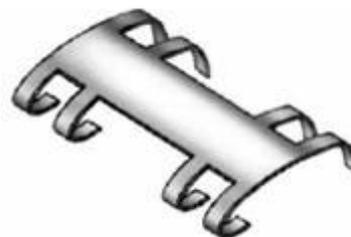


Figura 3.3 - Modelo de Grampo de Judet.
Fonte: (MARCHEIX, 2005).

3.4 Ensaios DSC, Obtenção das Temperaturas AF, AS, RS, RF, MS, MF

Ensaio DSC da liga M . ASTM D 3418

O ensaio DSC (Calorímetro Diferencial de Varredura) foi realizado no LAPOL, laboratório de Polímeros da Faculdade de Engenharia de Ciências dos Materiais, empregando-se equipamento DSC Q 20 V 24.2 Build 107 com atmosfera protetora de nitrogênio. A amostra foi preparada se cortando o material cuidadosamente para evitar encruamento, em filamentos de aproximadamente 5 mm de comprimento de tal maneira que a massa total correspondesse a aproximadamente 10,0 mg.

Esses filamentos foram aferidos em balança analítica, onde a massa foi de 10,790 mg e colocados em cadinho de alumínio, esse cadinho foi em seguida tampado e selado constituindo uma amostra. As taxas de aquecimento e resfriamento foram fixadas em 10°C por minuto de rampa e as temperaturas inicial e final do ensaio foram fixadas em - 80°C a 110°C, para que os picos de transformação se apresentassem bem definidos.

O DSC mediu a quantidade de calor emitido ou absorvido durante a mudança de fase em relação a amostra de comportamento conhecido. A martensita se formou no resfriamento com a emissão de calor (exotérmica) e isso assinalou um pico ou vale conforme o sentido convencionado pelo aparelho na curva de resfriamento.

O gráfico obtido no ensaio DSC de acordo com os dados fornecidos pelo aparelho, a parte superior da curva correspondeu ao resfriamento da amostra e a parte inferior da curva ao aquecimento. Os picos positivos indicaram transformação exotérmica e caracterizaram a estrutura martensítica e os picos negativos indicando a transformação endotérmica e caracterizaram a estrutura austenítica.

O ensaio DSC é largamente utilizado na determinação das temperaturas de transformação de ligas com memória de forma (BRADLEY e BRANTLEY, 1996).

As temperaturas de transformação das ligas NiTi estão extremamente ligadas a composição da liga e aos tratamentos térmicos sofridos durante o processo de fabricação (THOMPSON, 2000).

Da mesma forma foram obtidas as temperaturas de transformação de fase da liga 3M.

3.5 Método Teste BFR (Bend and Free Recovery) - Curvatura e Livre Recuperação

Teste standard para determinação de temperatura de transformação da liga memória de forma NiTi por BFR.

Ensaio BFR, ASTM F2082 -06. Esse método recomendado pelo Dr. Mathias Mertmann da Memory-Metalle descreveu procedimento para determinação da temperatura de transformação da martensita para austenita no material recozido e tratado termicamente durante a transformação térmica.

Nesse teste resfriou-se as ligas M e 3M até suas fases martensíticas completas, deformou-se as amostras e aqueceu-se até suas fases austeníticas completas. Durante o aquecimento o movimento das amostras foram medidos e mapeados em relação as temperaturas das amostras, como visto na revisão bibliográfica seção 2.10.6.

Histerese Térmica

A partir dos ensaios do DSC e BFR. Obtiveram-se as temperaturas de histerese térmica, amplitudes térmicas de resfriamento e de aquecimento.

Ensaio de Dureza

Foram realizados ensaios de microdureza nas amostras M e 3M para comparar com dados encontrados na literatura quanto a martensita e austenita em temperatura ambiente ; sendo esses resultados discutidos na seção seguinte.

3.6 Microscopia Óptica

As amostras para microscopia óptica foram preparadas nos laboratórios LAFUN e LAMEF, com o seguinte procedimento: três fios 3M no estado de recebimento do fabricante foram cortados e dispostos em resina curada a frio. As superfícies das amostras foram polidas até a lixa 1200 sendo depois atacadas com misturas de ácidos hidro-fluorídrico (2 ml), nítrico (5 ml) e acético (30 ml) durante 10s. As superfícies observadas das amostras foram as seções transversais. As imagens das microscopias ópticas foram obtidas no LAMEF.

Da mesma forma foram preparadas as chapas tipo M.

3.7 Ensaio de tração da chapa M e do fio ortodôntico 3M

Os ensaios mecânicos de tração foram realizados no LAFUN, laboratório de fundição da UFRGS, empregando-se a máquina de ensaio mecânico modelo Emic.

Foram preparados 12 corpos de prova a partir de amostra de chapa e dos fios ortodônticos para ensaio de tração. Foram 3 corpos de prova da chapa, corte transversal, 3 corpos de prova corte longitudinal e um corpo de prova transversal e um corpo longitudinal para ensaiar até a ruptura. Três fios para ensaio de deformação e um fio para ruptura. Os corpos de prova foram ensaiados a temperatura próxima da ambiente 22°C. Os comprimentos dos corpos de prova foram escolhidos de maneira a serem trabalhados com a parte mais reta e sempre em torno de 15 mm. O objetivo foi trabalhar na zona elástica das amostras, mostrando o patamar de isotensão que caracteriza as LMF trabalhando-se no

limite máximo de deformação pré-determinado de 8% e ainda testes para superar a tensão de escoamento do material indo até a ruptura. Após esse limite previamente escolhido a tensão foi descarregada. Nos ensaios de tração as amostras foram presas nas extremidades com garras pneumáticas para os fios e mecânica para as chapas. Foi utilizado célula de carga de 2,0 toneladas-força e taxa de deformação de 1,0 mm/min no carregamento.

3.8 Experimentos termomecânicos práticos, para observar o comportamento das ligas

Foram cortados 10 grampos da liga tipo M, para serem pesquisados com a finalidade de desenvolver o grampo de Judet.



Figura 3.4 - Molde para grampo de Judet.
Fonte: Dimme Máquinas e Equipamentos.



Figura 3.5- Forno mufla.
Fonte:(LdTM-UFRGS).

Experimento A :liga tipo M .

Foi feito teste de dobra a frio em temperatura ambiente para observar sua rigidez.

Experimento B: liga tipo M.

Foi feito experimento da liga resfriada, deformada e colocada em temperatura ambiente, para observar a velocidade de recuperação de forma em relação a A_s e A_f .

Experimento C: liga tipo M.

Foi feito experimento de forno da tira estampada em forma de grampo, resfriado com nitrogênio líquido e em molde de forno levado a 580°C por 20

minutos e resfriado em água a temperatura ambiente, para ser observado a forma memorizada final da órtese, grampo de Judet.

Experimento D: liga tipo M.

Foi feito experimento resfriando a liga em temperatura abaixo de sua M_f e após deformada e colocada em temperatura acima de sua A_f em banho-maria termostaticado para observar seu comportamento.

Experimento E: liga tipo M.

Foi feito experimento resfriando o grampo de Judet e dando-lhe nova forma preso a matriz de forno para observar, se ele perderia sua antiga forma e memorizaria a nova forma.

Experimento F: liga tipo M.

Foram feitos experimentos de esterilização levando os grampos em autoclave a 127°C por 30 minutos com pressão $1,5\text{Kgf/cm}^2$ para observar se as peças perderiam suas características de memória de forma e superelasticidade.

Experimento G : liga tipo M.

Para experimentos mais rápidos e práticos começou-se a resfriar a liga tipo M com tetrafluoretano 134^a com nome comercial Genetron , que tem ponto de ebulição $-23,6^\circ\text{C}$; esse refrigerante é utilizado na ortodontia nos Estados Unidos e Brasil.



Figura 3.6- Gás refrigerante 134a para resfriamento de amostras até $-23,6^\circ\text{C}$.

Experimento H: liga tipo M.

Para verificar a superelasticidade da liga tipo M a tira foi colocada imersa em banho-maria termostaticado a 65°C , temperatura acima de A_f onde a tira fica

completamente austenitizada e promoveu-se deformação para observar sua rigidez e superelasticidade .

Experimentos com a liga 3M:

Foram repetidos todos os oito experimentos com a liga termoativada 3M mostrando resultados adequados a temperatura do corpo. Amostras foram resfriadas em recipiente com água a 4°C devido sua temperatura de final de transformação martensítica ser $M_f = 5^\circ$.

Foi realizado experimento adicional com a liga 3M a partir de depoimentos de profissionais da área ortodôntica. O fio memorizado em forma de “U” é aquecido na extremidade com bico de Bunsen até alcançar cor azulada (580°C) em seguida deformada a 90° e resfriada em água, realizando uma “têmpera de ambulatório”, para assim adquirir forma memorizada secundária no fio, sem prejuízo da forma anterior.

3.9 Ciclo Operacional de Fabricação

Peça: grampo de Judet.

Especificação: tipo M. Memory-Metalle.

O ciclo de operações de fabricação foi realizado com a seguinte seqüência:

01 – Cortar Chapa.

Equipamento:Guilhotina Imag.

02 – Estampar Grampos.

Equipamento: Prensa Eka®.

03 – Tratamento Termomecânico.

Equipamento: Forno de mufla Sanchis, matriz de forno.

Líquido refrigerante 134a marca comercial Genetron.

04 – Tamboreamento para retirar rebarbas.

Equipamento: Roto Finish, com chips cerâmicos.

05 – Lavagem Intermediária.

Equipamento: Lavadora.

06 – Eletro-polimento.

Equipamento: Tanque.

07 – Lavagem Ultrassônica.

Equipamento: lavadora Sanders®.

08 – Embalagem.

Equipamento: Selador para papel cirúrgico tipo Sulpack®.

09 - Esterilização.

Equipamento: autoclave a vapor saturado marca Sercon.®.

3.9.1 Corte da Chapa

As chapas foram cortadas em guilhotina, com tamanhos próprios para estampagem.



Figura 3.7- Guilhotina para corte de chapa.

3.9.2 Corte dos Grampos

A figura 3.8 mostra a ferramenta de corte dos grampos de Judet.

O punção da ferramenta já havia sido fabricado com aço ABNT D6 temperado e revenido com dureza final de 55 HRC. A matriz foi fabricada com aço SAE 4340 temperado e revenido com uma dureza final de 45 a 50 HRC e o restante da matriz de aço SAE 1045 temperado e revenido com dureza final de HRC 38 para pesquisas no LdTM (Mundstock, G.).



Figura 3.8 - Estampo para grampo de Judet.



Figura 3.9. - Prensa.

Após a finalização da matriz foram realizados ensaios de corte da chapa de NiTi. Para o ensaio utilizou-se a prensa de capacidade máxima de 40 tf e a força foi medida utilizando uma célula de carga de 80 tf de capacidade, desenvolvida e calibrada no LdTM.

3.9.3 Tratamento termomecânico do grampo de Judet com a liga M

Foi confeccionado molde com inserto, para levar grampo de Judet ao forno de mufla.

O tratamento termomecânico teve a seguinte seqüência:

- a) O grampo estampado foi resfriado a $-23,6^{\circ}\text{C}$.
- b) O molde foi resfriado a $-23,6^{\circ}\text{C}$.
- c) O grampo foi colocado conformado no molde.
- d) O molde foi fechado com o grampo.
- e) O molde foi levado ao forno de mufla a 580°C por 20 minutos.
- f) O conjunto foi resfriado em água com temperatura ambiente.
- g) O molde foi aberto e retirado o grampo com sua forma memorizada.
- h) O grampo foi levado ao resfriamento novamente a $-23,6^{\circ}\text{C}$ para ser estirado na forma reta.
- i) O grampo foi colocado em temperatura ambiente a 25°C .
- j) O grampo adquiriu sua forma memorizada de grampo de Judet em 03 minutos.

3.9.4 Tamboreamento para eliminação de rebarbas

Este ensaio não foi reproduzido por indisponibilidade do equipamento.

O processo de tamboreamento tem a finalidade de remover as rebarbas da peça provenientes da estampagem.



Figura 3.10 - Tambor e chips cerâmicos.

3.9.5 Lavagem Intermediária

A importância da lavagem intermediária é remover com água corrente as partículas de rebarbas soltas na operação anterior e não contaminar o banho ultrassônico da operação seguinte. As peças foram lavadas em água sem desengraxante.



Figura 3.11- Lavadora.

3.9.6 Eletropolimento

O eletro-polimento indicado na literatura para NiTi, por insuficiência de dados não foi reproduzido, devido ser “segredo industrial” . Devendo ser parte dos trabalhos futuros o desenvolvimento da técnica, para obtenção de superfície adequada a implantes definindo o eletrólito e o grau de porosidade.

3.9.7 Lavagem Ultrassônica

Foram lavados os grampos em lavadora ultrassônica. O resultado não apresentou impacto visual, por não ter sofrido eletro-polimento anterior.



Figura 3.12 - Lavadora ultrassônica.

3.9.8 Seladora Cirúrgica

Foi realizada a embalagem em papel cirúrgico.



Figura 3.13 - Seladora cirúrgica.

3.9.9 Esterilização da peça em autoclave a vapor saturado

Foi realizada esterilização do grampo com vapor saturado em autoclave.



Figura 3.14 - Autoclave à vapor saturado.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Ensaio DSC, conforme norma ASTM D 3418



Fig. 4.1 - Máquina de ensaio DSC .

Tabela 4.1 - Temperaturas transformação de fases, em °C e entalpia ΔH obtidas no DSC.

	As	Af	Rf	Rs	Ms	Mf	$\Delta H(j/g)$
M.Memory Metalle	- 15,62	61,52	-	-	50,73	- 22,99	5,00
3M	11,80	35,00			33,41	5,00	5,20

- Na tabela 4.1.2 (Reis, W.P.;2001), pesquisou a liga nitinol termoativada 3M que teve suas temperaturas de transformação reproduzidas em ensaio DSC no LAPOL-UFRGS.

Tabela 4.2 - Tabela das temperaturas de transformação de fases e entalpia ΔH obtidas no DSC de Reis, W.P.

Liga	Resfriamento (°C)		Aquecimento (°C)				ΔH (J/g)
	Ms	Mf	Rs	Rf	As	Af	
3M Termoativada	32,00	5,00	-	-	10,00	35,00	5,20

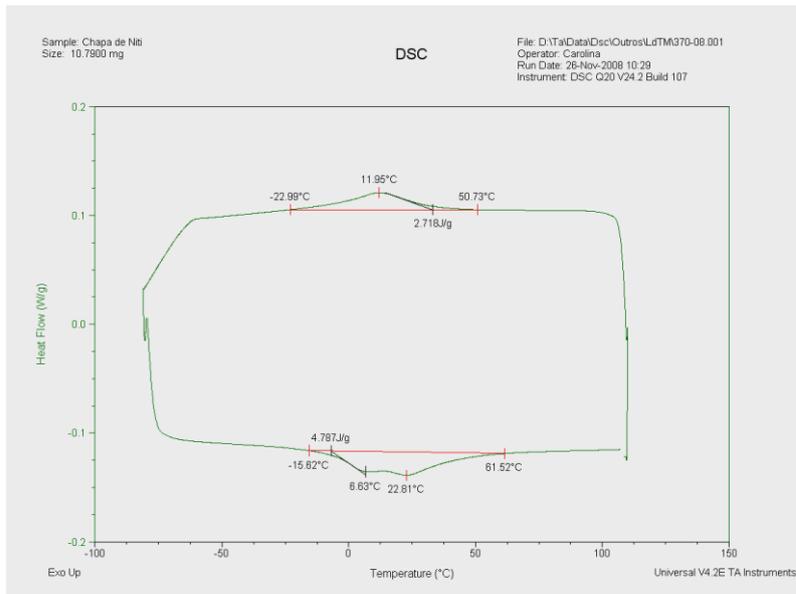


Fig. 4.2 - Gráfico DSC da liga M .

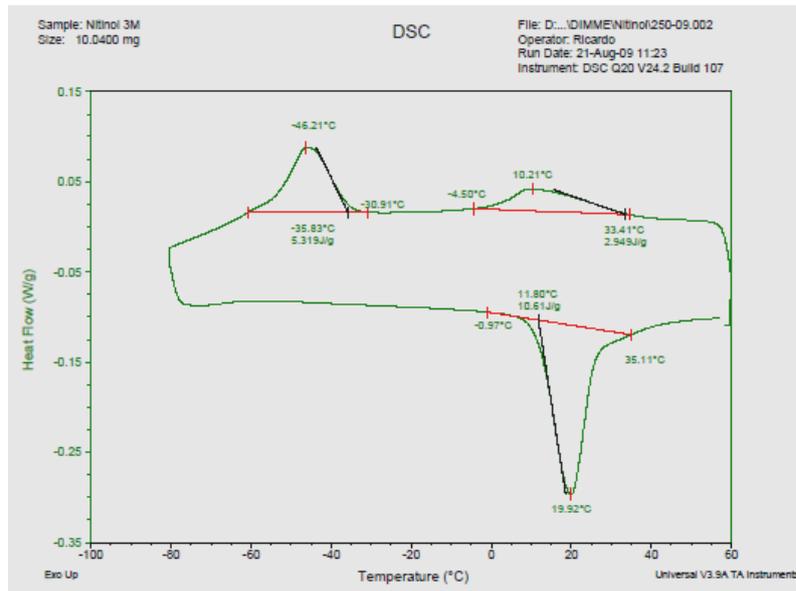


Fig.4.3 - Gráfico DSC da liga 3M .

A importância do DSC nessa liga foi comparar a liga termoativada 3M, com a liga tipo M atuador, através de suas temperaturas de transformação.

O termograma Fig. 4.4 abaixo representa as fases austenítica, martensítica e a fase R relacionadas com as temperaturas obtidas no DSC, da liga M.

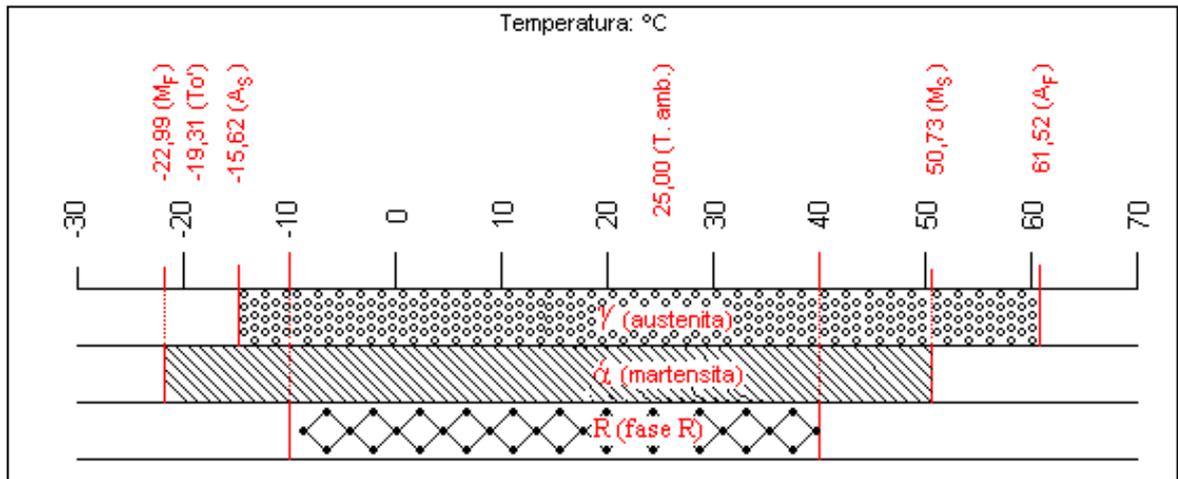


Figura 4.4 - Sobreposição de temperaturas mostrando as fases austenítica, martensítica e fase R da liga M.

- De acordo com a figura 4.4 acima inferiu-se que o valor encontrado para Af da liga M, foi maior que a temperatura de 37°C temperatura corporal. Sabendo-se que uma LMF quando resfriada e deformada precisa ser aquecida acima de da temperatura Af para recuperar sua forma austenítica total pode-se esperar que a liga tipo M não apresente austenita total quando incluída no tórax do paciente e sim austenita e martensita, logo não utilizando sua superelasticidade, característica que facilitaria a retirada da órtese, se necessário. Observou-se que a liga M não era a melhor opção para ser aplicada como grampo de Judet e sim ligas com Af próximo de 37°C, aquelas caracterizadas como temperatura corporal.
- A liga termoativada 3M, pelas temperaturas apresentadas teria total formabilidade a 5°C, que se obteria com soro fisiológico a 4°C. A temperatura Af mostrou que o cirurgião teria tempo suficiente para inserção no corpo onde o grampo estaria totalmente austenitizado aproveitando bem as propriedades de memória de forma e superelasticidade.

4.2 BFR (Bend and Free Recovery) – Curvatura e Livre Recuperação (ASTM F2082 -06)



Figuras 4.5 - Aparelho onde foi realizado o ensaio BFR.

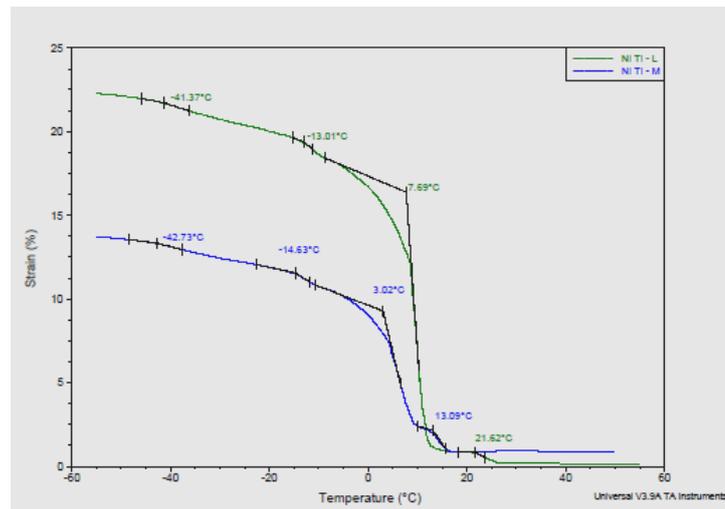


Fig. 4.6- Liga M , deformação versus temperatura.

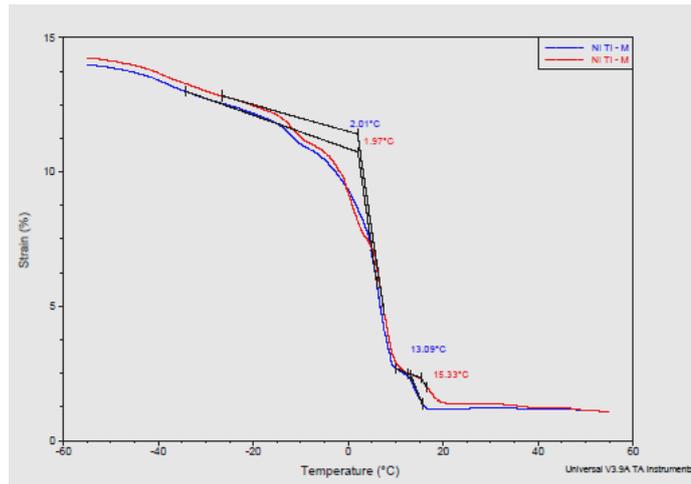


Fig. 4.7- Reprodutibilidade .Teste reproduzido da liga M. , deformação versus temperatura, mostrando linearidade dos resultados.

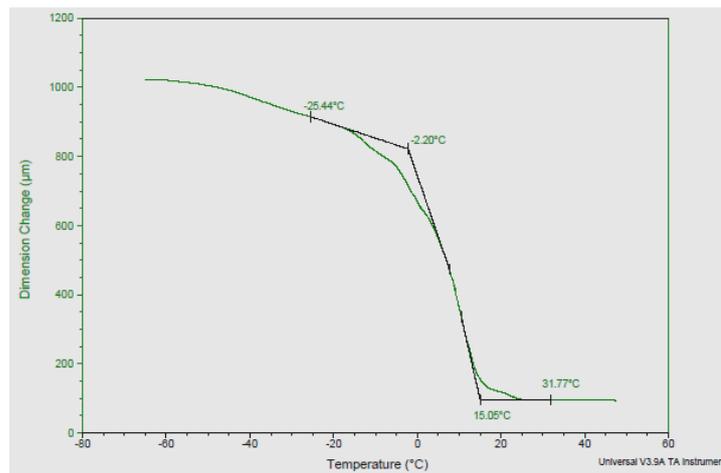


Fig. 4.8- Variação dimensional em µm versus temperatura da liga M.

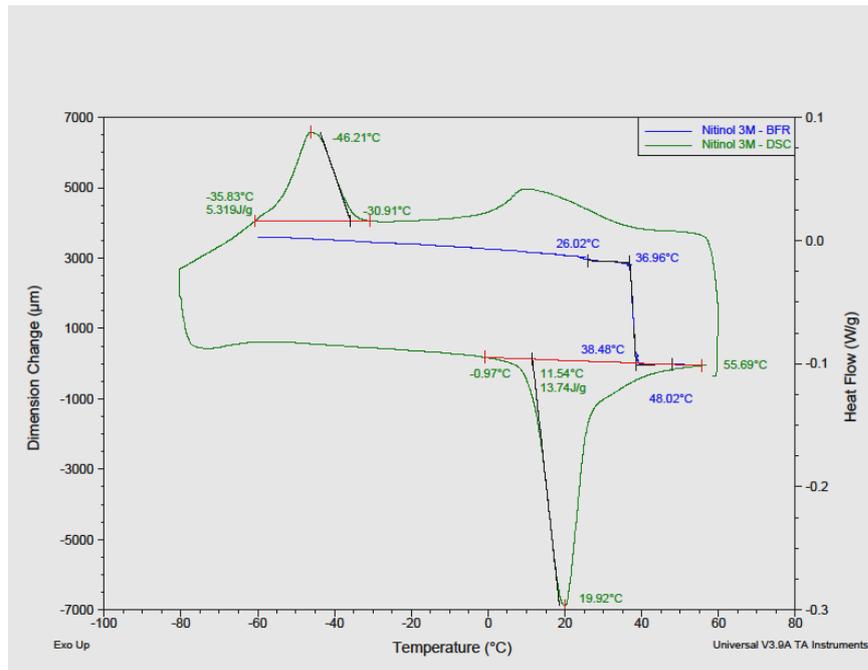


Fig. 4.9 - Sobreposição dos ensaios DSC e BFR da liga 3M.

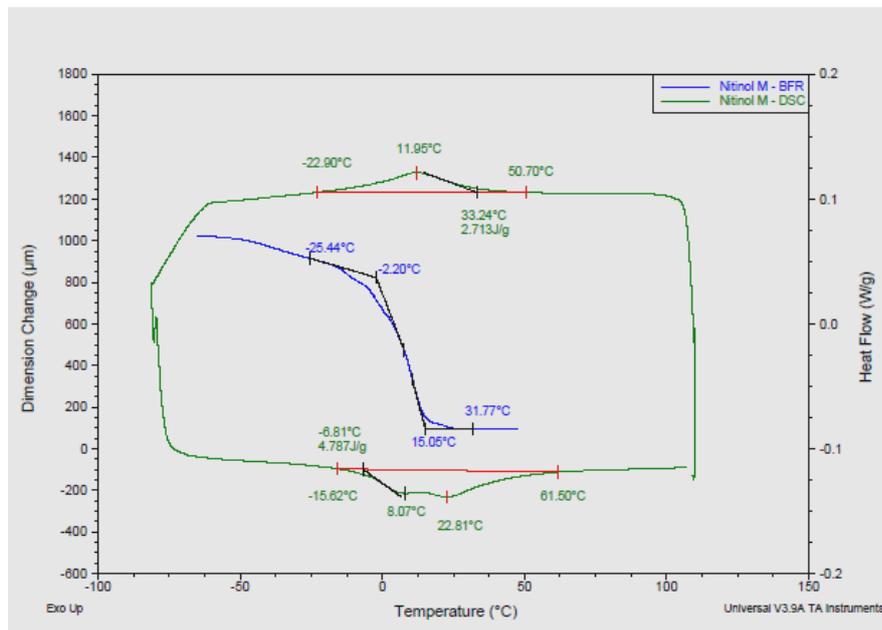


Fig.4.10

Da sobreposição mostrada acima, das figuras DSC e BFR, da liga M e da liga 3M inferiu-se que o DSC mostrou as temperaturas mudança de fase M_f , M_s , A_s , A_f e o BFR mostrou às temperaturas mudança de fase e o real intervalo de trabalho, que se dá entre A_s e A_f . Mostrou ainda que a temperatura de $22,8^\circ\text{C}$ tendo martensita e austenita o material já sofre a recuperação total da forma física.

4.3 Determinação das Temperaturas Críticas de Transformação

Como foi visto na revisão bibliográfica as temperaturas críticas de transformação podem caracterizar uma liga memória de forma.

$$\left(H_t = \left(\frac{A_s + A_f}{2} \right) - \left(\frac{M_s + M_f}{2} \right) = A_{50} - M_{50} \right) \text{ (Oliveira, C.A.N., 2007).}$$

Ht= Histerese térmica (°C).

(E_c = M_f - M_s) Ec= amplitude térmica de resfriamento (°C).

(E_h = A_f - A_s) Eh= amplitude térmica de aquecimento (°C).

As amplitudes térmicas e a histerese térmica mostraram-se semelhantes para os dois tipos de ligas, comprovando a teoria das LMF(s) NiTi.

Tabela 4.3 - Ligas caracterizadas pelas temperaturas críticas de transformação.

Temperaturas	M M. Metalle	3M
Ht	9,08 °C	4,20 °C
Ec	73,72 °C	28,41 °C
Eh	77,14 °C	23,20 °C

A histerese térmica e a amplitude térmica e de resfriamento foram calculadas diretamente dos resultados do DSC.

As histereses térmicas calculadas em 9,08°C para M e 4,20°C para 3M comprovaram a literatura que diz que as LMF(s) NiTi, têm Ht entre 5 e 30°C.

Cálculos de Ht observados em tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Temperaturas críticas de transformação.

Liga	M	3M Termoativada
Temperaturas		
Af (°C)	61,5	35,0
Ms (°C)	50,7	33,4
As (°C)	-15,6	11,8
Mf (°C)	-22,9	5,0
Ht (°C)	9,0	4,2

4.4 Ensaio de microdurezas

O método de dureza utilizado foi o de microdureza Vickers, Microdurômetro Struers Duramin. Tempo de indentação de 15 segundos com carga 200 gf em temperatura de 22°C. Foram feitas 03 indentações com variação de 0,2 mm entre elas.

Tabela 4.5 - Microdurezas.

Ligas pesquisadas	Microdurezas Vickers (HV)
M.Memory Metalle	349,0 ± 5
3 M Unitek	286,0 ± 4

Observou-se que a liga M, foi recebida recozida para tratamento térmico e a liga 3M foi adquirida já memorizada em forma de fio ortodôntico já tratado.

Os valores de dureza encontrados foram HV (349 ± 5) para a liga M, em forma de chapa e HV (286 ± 4) para a liga 3M em forma de fio. As duas ligas apresentaram estrutura composta de martensita e austenita, mas devido às suas

respectivas temperaturas de transformação de fase, a liga M apresentou quantidade de austenita consideravelmente superior à liga 3M. Sabe-se que a presença da fase Ti_3Ni_4 em ligas austeníticas determina maiores valores de dureza e Arciniegas et al. reportaram HV 334 para liga austenítica contendo quantidade considerável de Ti_3Ni_4 e HV 234 para liga martensítica. Isso mostrou que a dureza encontrada para a liga 3M é coerente com sua estrutura praticamente martensítica e a liga M apresentou quantidade considerável da fase Ti_3Ni_4 em sua estrutura. Finalmente, pôde-se concluir que a liga M apresentou melhor resistência ao desgaste quando comparada à liga 3M.

4.5 Microscopia óptica

As fotografias abaixo foram obtidas por meio da microscopia óptica onde se obtém resolução de $0,2\ \mu m$, sinal de luz refletida e boas imagens. Estas fotografias corresponderam às amostras preparadas em seu estado de recebimento dos fabricantes. A chapa M recozida e o fio 3M tratado termicamente como fio ortodôntico.

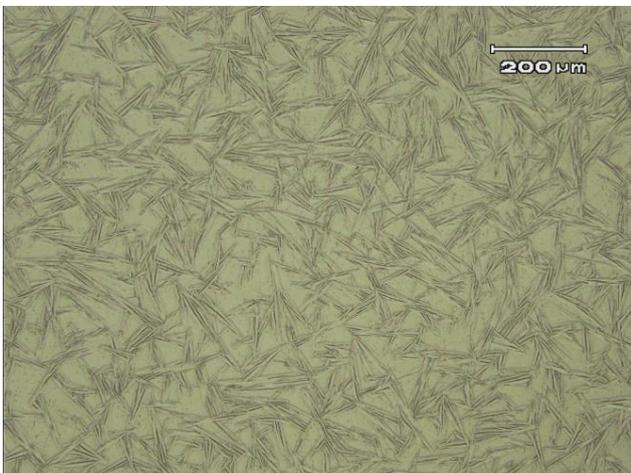


Figura 4.11 - Chapa liga M (100x), ataque com 30 ml de ácido acético glacial, 5ml de ácido nítrico e 2 ml de ácido fluorídrico .



Figura 4.12- Chapa liga M (200x), ataque com 30 ml de ácido acético glacial, 5ml de ácido nítrico e 2 ml de ácido fluorídrico .



Figura 4.13 - Liga termoativada 3M (x200), ataque com 30 ml de ácido acético glacial, 5 ml de ácido nítrico e 2 ml de ácido fluorídrico.

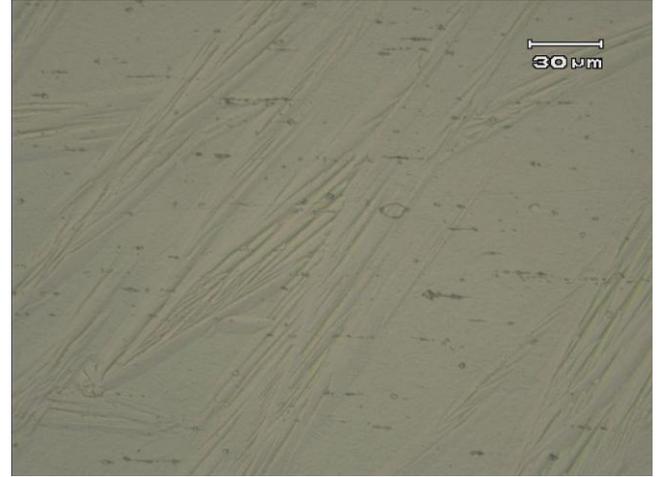


Figura 4.14 - Liga termoativada 3M (x500), ataque com 30 ml de ácido acético glacial, 5 ml de ácido nítrico e 2 ml de ácido fluorídrico.

As superfícies observadas das amostras foram às secções transversais do fio e da chapa. A microscopia mostrou a estrutura martensítica típica em formato de lâminas em ambas as ligas. Na liga 3M pôde-se constatar uma quantidade maior de austenita. Seu DSC mostrou A_s e A_f que permitiu supor que deveria existir esta quantidade de austenita em temperatura ambiente.

Amostra M:

Na temperatura de análise de 22°C , o ensaio DSC permitiu visualizar martensita e austenita em quantidades semelhantes devido às amplitudes térmicas de resfriamento e de aquecimento serem semelhantes. Aquecimento ($e_h = M_f - M_s$) e resfriamento ($e_c = A_f - A_s$). Porém a microscopia óptica evidenciou mais a estrutura martensítica típica em formato de lâminas o que pôde ser atribuído ao preparo da amostra.

4.6 Ensaios de tração da chapa e do fio ortodôntico



Garra pneumática utilizada na tração da chapa.



Garra mecânica utilizada na tração do fio.

Figura 4.15 - Máquina para ensaio mecânico.

Para aplicações ortopédicas duas propriedades são importantes: a resistência do material e a reatividade química. São as duas maiores exigências no projeto do implante. Resistência do material: as tensões devem estar seguramente abaixo da tensão de escoamento e da tensão de fadiga do material (RYHÄNNEM, J.,1999).

Com os ensaios de tração foi possível obter a tensão de escoamento e o módulo de elasticidade para cada liga estudada. As dimensões da secção transversal dos fios nos 4 corpos de prova foram: 0,48 X 0,64 mm e o comprimento foram ajustados para 15 mm. As chapas tinham as dimensões de: 0,5 X 5,0 X 15,0 mm.

Os testes foram feitos com 4 corpos de prova de cada tipo: fio, chapa longitudinal e chapa transversal. Três das amostras foram alongadas a 14% do comprimento inicial e a quarta foi tracionada até a ruptura. Os dados do ensaio foram capturados pelo software TESC versão 3.01, que gerou um arquivo de texto que foram levados para o software Microsoft Excel para gerar as curvas de tensão versus deformação.

Nesses gráficos foi possível observar que em vários trechos havia picos e serrilhados, provavelmente oriundos de oscilações dos mecanismos que prendem o corpo de prova.

As linhas de isotensão para as chapas começaram com praticamente 6% de deformação e 8% para o fio.

Admitindo que o patamar de deformação elástica termine com o início da linha de isotensão, foi calculado o módulo de Young a partir da regressão linear dos pontos que iniciam em deformação zero até a isotensão. Isso gerou o coeficiente angular da reta que interpola esses pontos. Para os materiais ensaiados obteve-se a tabela abaixo:

Tabela 4.6 - Valores dos módulos de elasticidade (E) obtidos nos ensaios de tração.

Amostras	Tensão de Escoamento (MPa)	Tensão de Ruptura. (MPa)	Módulo de Young (E) (GPa)
Fio 3M	220	1100	2,3
Chapa Transversal M	240	1700	3,3
Chapa Longitudinal M	200	1400	2,7

Para comparação (Reis, W.P.; 2001) encontrou módulo de Young para a liga semelhante a M , 7,0 GPa com tensão de escoamento 301,4 MPa e para a mesma liga 3M, 6,0 GPa com tensão de escoamento 240,0 MPa , ensaios a 25°C. Atribuiu-se as diferenças às condições de ensaio.

Ainda para efeito de comparação foi reproduzida da literatura, a tabela abaixo.

Tabela 4.7 - Propriedades mecânicas do NiTi e do aço inoxidável (Ryhänen, J.; 1999).

	NiTi		Aço Inoxidável		
	Austenita	Martensita			
Tensão de ruptura (Mpa)	800 - 1500	103 - 1100	483 - 1850		
Tensão de escoamento (MPa)	100 - 800	50 - 300	190 - 1213		
Modulo de Young (GPa)	70 - 110	21 - 69	190 - 200		
Elongação (%)	1 - 20	Até 60	12 - 40		

Note-se que fizemos os ensaios à temperatura ambiente onde as ligas apresentam austenita e martensita e (Ryhänen, J.; 1999) ensaiou estando as ligas totalmente no estado martensítico e totalmente no estado austenítico.

Uma das primeiras observações que se fez com o ensaio de tração foi o cálculo do módulo de Young (E), módulo de elasticidade das liga nitinol. Observou-se constituir uma das vantagens em substituir o grampo de liga nitinol pelo grampo de aço inoxidável. RYHÄNNEM, et, al 1999, escreveram que o módulo de elasticidade do Nitinol é dos implantes metálicos o mais semelhante ao módulo de elasticidade do osso. O módulo de elasticidade do osso cortical é $E = 12,0$ a 20 GPa .

Nas tensões de escoamento a linha de isotensão chamada de “*rubberlike*” na literatura como patamar de carregamento e o retorno chamado na literatura de “*springback*” patamar de descarregamento foram reproduzidas mostrando que ao se insistir tensionando a amostra, têm-se uma parte da martensita tornada plástica que foi observada nos gráficos com retorno não voltando ao ponto zero. Os ensaios mostraram a resiliência das ligas, característica importante aos implantes.

A deformação residual foi causada pelo acúmulo de deformação plástica. Conforme Pelton, et al, 2000 p.110, a histerese de tensão ocorre devido ao atrito micro-estrutural.

Como alerta RYHÄNEN, J.1999 no intervalo elástico é calculado o módulo de elasticidade.

Abaixo são apresentados os gráficos obtidos dos ensaios de tração. Conhecendo-se as microestruturas das ligas M e 3M a temperatura ambiente foi investigada a ruptura, a deformação elástica antes da ruptura e as deformações plásticas provocadas nas ligas.

Nas figuras a seguir p1,p2,p3, cp1,cp2,cp3 representam os corpos -de - prova.

As fig. 4.16 e 4.17 apresentaram curvas de ($\sigma - \xi$) para o fio 3M. Para essas condições a tensão de ruptura média é de 1100 MPa . A tensão de escoamento média é de 220 MPa com uma deformação na tensão de escoamento de 9,5%.

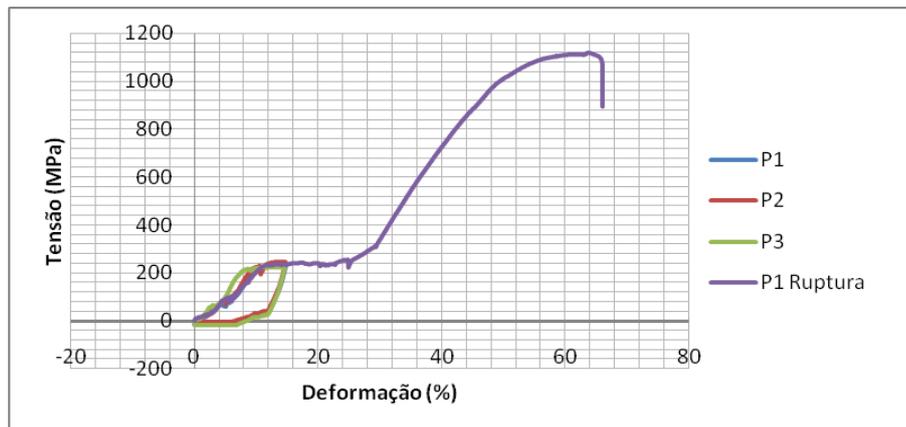


Fig.4.16 - Fio 3 M , ruptura.

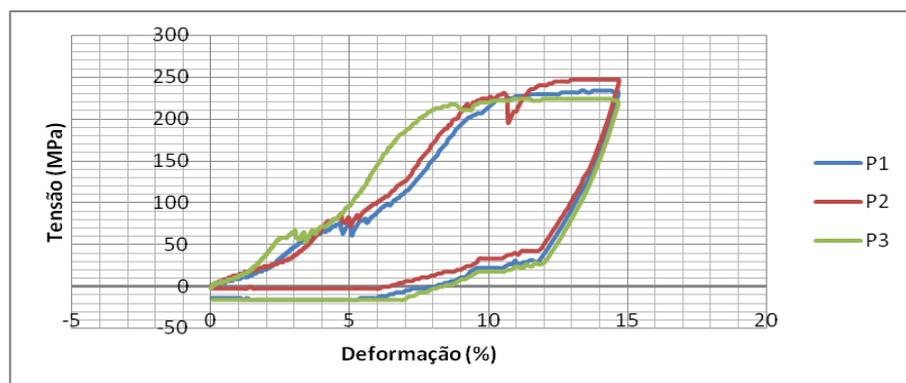


Fig. 4.17 - Fio 3M.

As fig. 4.18 e 4.19 apresentaram curvas de $(\sigma - \xi)$ para a chapa longitudinal M. Para essas condições a tensão de ruptura média é de 1400 MPa. A tensão de escoamento média é de 200 MPa com uma deformação na tensão de escoamento de 7,35%.

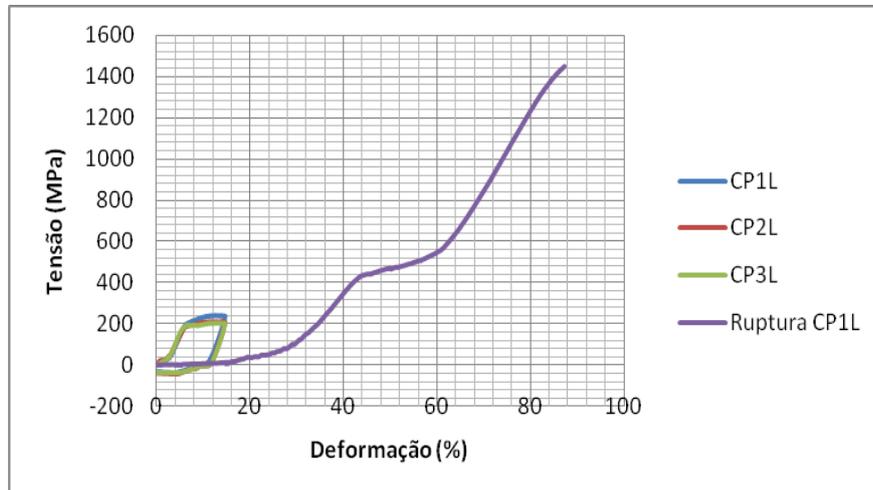


Fig. 4.18 - Chapa M, longitudinal , ruptura.

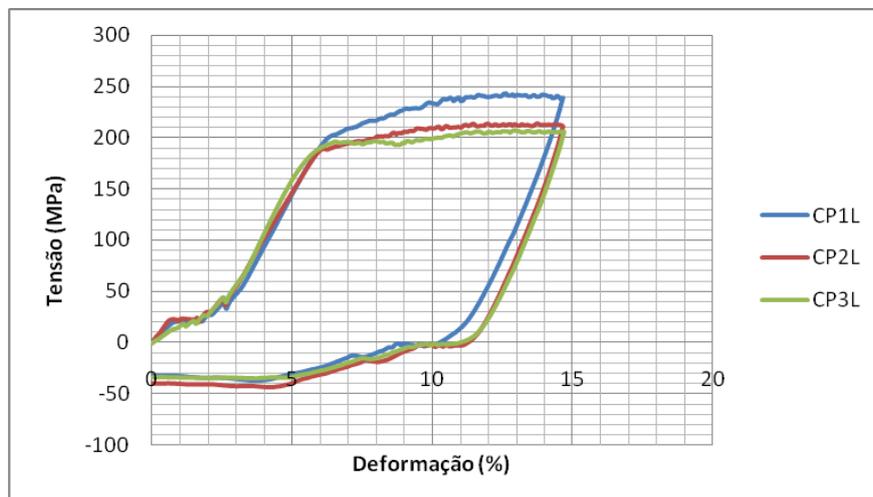


Fig. 4.19 - Chapa M longitudinal .

As fig. 4.20 e 4.21 apresentaram curvas de ($\sigma - \xi$) para a chapa transversal M . Para essas condições a tensão de ruptura média é de 1700 MPa . A tensão de escoamento média é de 240 MPa, com uma deformação na tensão de escoamento de 8,8%.

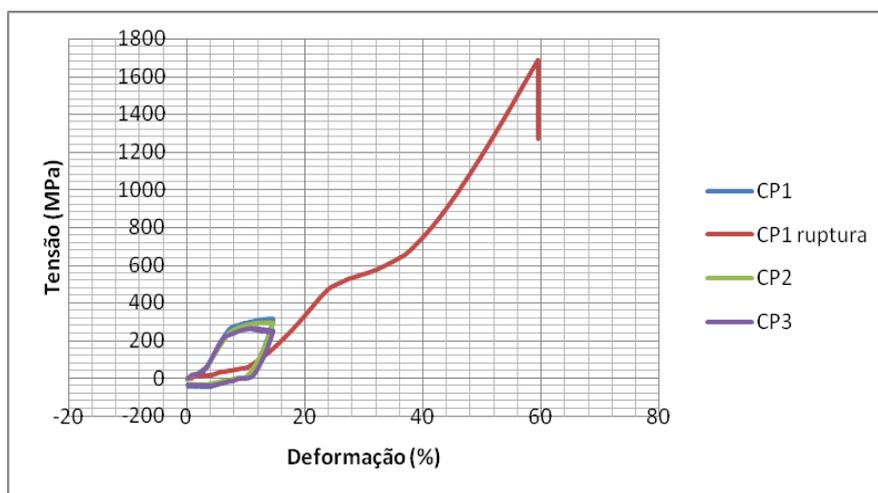


Fig. 4.20 -Chapa M transversal , ruptura.

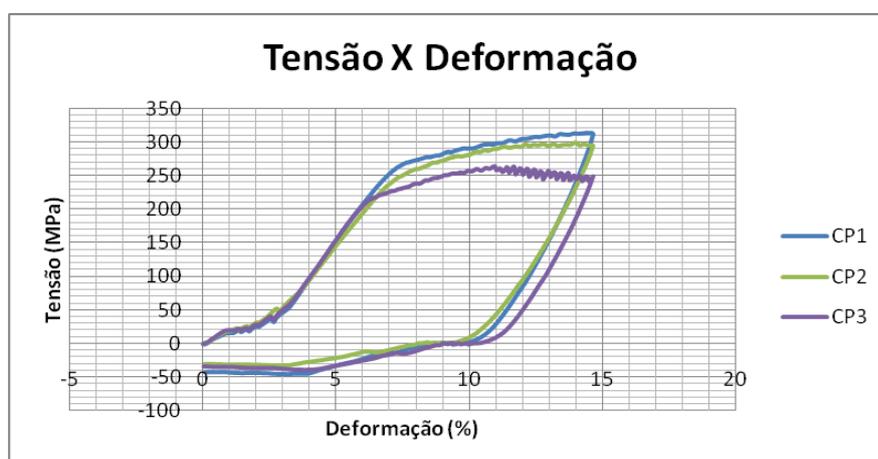


Fig. 4.21 - Chapa M transversal.

Nesses ensaios forçou-se a máxima tensão, para observar a leve recuperação elástica, antes da deformação plástica.

Nesse trabalho foram feitos ensaios mecânicos de tração, pois de acordo com a literatura para semelhantes corpos de prova verifica-se que os valores encontrados para (E) módulo de elasticidade, são maiores em tração do que em flexão. Logo dificilmente poderiam ser comparadas diretamente, servindo os ensaios de flexão para reprodução em laboratório as condições da prática. Ashgharnia e Brentley em 1986 ressaltaram que os valores de tensão de

escoamento são significativamente maiores em flexão do que na tração devido a diferença da natureza da deformação. Durante a flexão a superfície do corpo se deforma plasticamente enquanto sua parte interna ainda se deforma elasticamente e na tração o corpo de prova escoa uniformemente.

4.7 Tratamentos Termomecânicos práticos

Resultados de ensaios que reproduziram os conceitos da literatura.

- No experimento “A” a peça liga M após estampada e em temperatura ambiente foi dobrada a frio e apresentou ser muito rígida e elástica, com efeito mola, essa rigidez caracterizou a presença de austenita além da martensita à temperatura ambiente.
- Nesse experimento observou-se a elasticidade, pois uma das vantagens desta liga em relação ao aço inoxidável 316L é ter menor módulo de elasticidade portanto maior deformação elástica pois em estudo de endo-órtese deve-se prever a retirada da peça do paciente se necessário.
- No experimento “B” a peça em liga M resfriada foi deformada em forma de “U” com ferramentas manuais (ferramenta refrigerada para evitar a transferência de calor) e logo após colocada livre sem estar presa e a temperatura do laboratório 27°C. Foi observado que a peça rapidamente voltou a sua forma inicial que tinha antes de ser resfriada. (forma estirada, reta). Este “rapidamente” significa que sendo a temperatura $A_s = -15,62\text{ }^{\circ}\text{C}$ já ao sair do resfriamento começa a aquecer e alterar a estrutura de martensítica para austenítica só não se completando a transformação de fase por estar em temperatura ambiente e ser necessário $61,52\text{ }^{\circ}\text{C}$ para a completa transformação.
- Nesse experimento “B” precisava-se saber qual o seu tempo de recuperação de forma em temperatura ambiente pois seria o tempo que o cirurgião teria para incluir a peça no paciente antes do fechamento. Observou-se que caso fosse utilizada a liga M na fabricação do grampo o cirurgião teria apenas 3 minutos para incluir o grampo sobre a fratura.

- No experimento “C” foram feitos tratamentos térmicos nos grampos com temperaturas de 580°C e 600°C, com tempos de 20 minutos e 15 minutos, os resultados em forma memorizada foram semelhantes, mudando a cor da superfície. A 580°C a superfície apresentou coloração amarelo-ouro e a 600°C a superfície apresentou coloração cinzenta.
- No experimento “D” considerando que a peça ao sair do resfriamento para o ar ambiente lentamente retornou a sua forma anterior, decidiu-se passá-la da temperatura de resfriamento direto para a temperatura Af em banho-maria termostatizado à 65°C onde observou-se o retorno à sua forma memorizada instantaneamente.
- No experimento “E” observou-se que uma peça já memorizada levada ao forno com outra forma, memoriza esta segunda forma. A peça memorizada foi resfriada e colocada em molde em nova forma e levada ao forno a 580°C, temperada em água, novamente resfriada com gás refrigerante e aquecida e verificou-se a recuperação de sua segunda forma.
- No experimento “E” a possibilidade de dar nova memória significaria provável redução de custo futuro, com aproveitamento de refugos e de matéria-prima que é ainda de alto custo
- No experimento “F” precisava-se saber se a peça acabada sendo autoclavada para esterilização em vapor saturado, perderia alguma de suas propriedades. Logo após os testes verificou-se não haver mudanças.
- No experimento “G” precisava-se tornar o processo mais prático na deformação. Então foi experimentado um novo refrigerante, substituindo-se o nitrogênio líquido (-196°C) por tetrafluoretano 134^a com ponto de ebulição -23,6°C devido essa temperatura estar abaixo de Mf para a liga M.
- No experimento “H” colocou-se a liga M em banho-maria termostatizado a 65°C e com a peça imersa procedeu-se deformação para observar a rigidez acima de Af. A liga mostrou-se tão rígida quanto a temperatura ambiente, resultado semelhante ao experimento “A”.
- Esses experimentos levaram a realização de novos experimentos com arco ortodôntico termoativado (BT) com Af em torno de 35°C. Como a

temperatura M_f dessa liga é 5°C foi utilizado água gelada a 4°C para o resfriamento que poderia ser substituída em cirurgias por soro fisiológico esterilizado.

O arco ortodôntico foi resfriado abaixo de M_f com temperatura de 4°C . O arco bem maleável foi colocado em forma de espiras em volta de uma peça metálica e mantido na água gelada. A espira ficou deformada imersa no recipiente. A espira foi retirada e colocada ao ar ambiente com 27°C . A espira começou a recuperar a sua forma original de arco lentamente. Logo após a peça foi resfriada novamente, deformada e colocada em um aparelho de banho-maria termostaticado a 35°C sua temperatura final de transformação (A_f). O resultado foi sua volta à forma original de arco instantaneamente, reproduzindo o resultado da liga M.

- O fio em forma de arco ortodôntico 3M então foi resfriado em água gelada, conformado em forma de grampo “ Δ ” e “preso” a um molde metálico, logo foi levado ao forno e aquecido a 580°C por 20 minutos e após resfriado em água temperatura ambiente. O grampo “ Δ ” foi então resfriado em água gelada e deformado na forma reta em seguida foi colocado à temperatura ambiente de 27°C e ele adquiriu sua nova forma memorizada a de grampo “ Δ ”. Esse experimento demonstrou que a liga M tipo atuador e a liga 3M tipo temperatura do corpo tiveram o mesmo comportamento.
- Em outro experimento se pôde dar um acabamento (dobra em 90°) nas extremidades do fio com chama em bico de Bunsen, sem necessidade de retornar ao forno e sem prejuízo da forma anterior.
- Logo de início dos experimentos observou-se que a peça na liga (M) teria austenita e martensita em sua forma final fechada após inclusão no corpo. e assim não estaria utilizando a superelasticidade pois essa só acontece onde a fase é predominantemente austenítica.
- Foi discutida a desvantagem de ter de fabricar diversos tamanhos de grampos para diferentes dimensões de ossos de costela, porém verificou-se que esse problema seria contornado mudando-se o desenho e fazendo as garras desencontradas, dando maior fechamento na memorização.
- **A lavagem Ultrassônica:** feita em equipamento laboratorial por 15 minutos mostrou uma superfície mais limpa, observada ao microscópio óptico

principalmente nos cantos onde outros métodos de limpeza não teriam bons resultados.

- **Embalagem .**
- Foi realizado teste de embalagem da peça grampo de Judet.
- **Esterilização do Produto Acabado em Autoclave a Vapor Saturado.**

As peças acabadas foram autoclavadas para esterilização em vapor saturado.

Condições de esterilização: 30 minutos e temperatura de 127°C

O Objetivo desse teste foi verificar se as peças esterilizadas perderiam a característica memória de forma ao serem expostas ao vapor saturado.

O resultado obtido foi ter peças esterilizadas sem qualquer perda de suas propriedades. O que indica que as peças podem ser autoclavadas antes de entrarem para o Centro Cirúrgico. Os grampos esterilizados foram resfriados, deformados e aquecidos novamente, confirmando as propriedades memória de forma e superelasticidade.

5. CONCLUSÕES

Ligas BT temperatura corporal, são utilizadas em cliques e grampos para estabilização e reabilitação de ossos e são práticas para serem trabalhadas, pois não precisam de sistemas criogênicos complexos. Se M_f especificado for 5°C , será possível utilizar soro fisiológico esterilizado à 4°C no procedimento cirúrgico.

É útil ao engenheiro de produtos em NiTi ter os resultados dos testes DSC, BFR e tração para prever as condições de projeto e aplicação da peça.

O material uma vez memorizado em determinada forma, sob novo tratamento termomecânico pode adquirir nova forma.

Os materiais Nitinol utilizados comercialmente atualmente são classificados em superelásticos (SE), temperatura corporal (BT) e termo ativados (HÁ) e são na sua maioria aproximadamente equiatômicos, tendo na sua composição química 55,5% Ni.

Nas aplicações de NiTi, o Ni é o material carcinogênico nocivo à saúde. Esse cuidado é iniciado na anamnese o breve histórico da saúde do paciente e questionário sobre hipersensibilidade a esses materiais metálicos.

O acabamento superficial da órtese é importante para o sucesso do implante, pois um processo adequado de acabamento tal como o eletro-polimento, evitará a degradação da superfície e a reação com o corpo.

As ligas NiTi tem menor módulo de elasticidade do que o aço inoxidável, portanto mais facilidade para retirar a órtese do corpo se necessário, pré-requisito desejável às órteses para implante.

Nos testes de tração pôde-se observar as características mecânicas do NiTi semelhantes ao osso cortical.

A comparação entre as ligas (M) e (3M) serviram para mostrar comparativamente as propriedades de uma liga tipo atuador (M) e a liga apropriada (3M) temperatura corporal utilizada em implantes. A liga M teria de ser incluída em até 3 minutos, antes de recuperar sua forma e não apresentaria a propriedade de superelasticidade.

A substituição de aço inoxidável por Nitinol , em grampos de Judet teriam vantagens, de melhor biocompatibilidade, memória de forma, superelasticidade, radiopacidade, acompanhamento com ressonância magnética, resistência a corrosã , menor densidade e a vantagem de não usar parafusos para fixar os grampos na fratura.

Neste trabalho foram utilizadas duas ligas, a tipo M classificada como atuador e a liga 3M termoativada. O termo termoativada na liga 3M infere-se, que é marca do fabricante pois conforme definição de Scott M. Russel deveria ser BT devido sua A_f estar abaixo da temperatura corporal e ser ativada com a temperatura do corpo e conforme o mesmo autor termoativada seriam as ligas HA ativadas com fonte externa de calor.

A única desvantagem encontrada, que seria a fabricação de diversos tamanhos para diferentes dimensões de ossos, poderia ser contornada mudando-se o desenho do grampo, fazendo as garras assimétricas em dimensões e posicionamento e assim dando maior fechamento sobre a fratura.

A proposta técnica de fabricar o grampo de Judet em Nitinol foi totalmente atendida, através do ciclo operacional de fabricação proposto e posto em prática, devendo-se definir o eletrólito ideal para o eletro-polimento, que é tido como segredo industrial .

Concluindo, o implante grampo de Judet, pode ser desenvolvido com qualquer das ligas Nitinol SE, BT, HÁ e Atuador desde que superadas as dificuldades durante o procedimento cirúrgico.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Desenvolver processo de eletro-polimento, baseado na topografia ideal para implantes de NiTi, definindo o eletrólito, porosidade e superfície, com acompanhamento de microscopia óptica e de varredura.

Desenvolver instrumental cirúrgico de inclusão do grampo, no paciente com equipamento elétrico, utilizando o efeito Joule gerar aquecimento na órtese, permitindo a ativação das transformações martensíticas, que fazem o material fechar-se e austenitizar-se completamente sobre o osso.

Desenvolver instrumento tipo afastador para incluir o grampo de Judet com liga superelástica.

Acompanhar aplicações “in vivo” de novo grampo tipo Judet, redesenhado e apropriado para a utilização com NiTi e observar corrosão, biocompatibilidade, ósteo-condução com imagens de ressonância magnética (MRI).

Durante as aplicações “in vivo” reproduzir os movimentos do tórax e desenvolver os testes de flexão e fadiga.

Reproduzir tratamento superficial de NiTi com Fibronectin® e avaliar seu resultado.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABATEPIETRO, C. **Tratamento pneumo-funcional no tórax flácido agudo em pacientes internados em unidade de terapia intensiva.** São Paulo, Instituto Brasileiro de Terapia Intensiva e Hospital Santa Cruz. 2006.
- AGUIAR, E. S. V. **Manual prático de emergência em pequenos animais: aspectos básicos.** Porto Alegre. 2001. 106 p.
- ANDREASEN, G. F., MORROW, R.E. **Laboratory and clinical analyses of nitinol wire.** American Journal of Orthodontics, 1978. 73,2,142-51.
- ANDRADE, M. S. **Características estruturais e termo-elásticas de uma liga TiNi aproximadamente equiatômica na faixa de temperatura 20-100°C.** Dissertação de Mestrado UFMG, 1978. p. 8-43.
- ASHGARNIA, M.K., BRANTLEY, W.A. **Comparison of bending and tension tests for orthodontics wires.** American Journal of Orthodontics, Mar 1986. 89, 3, 228-36,
- BERGAMASCO, M. ; SALCEDO, F.; E DARIO, P.; **Shape memory alloy micro-motors for direct-drive activation of dexterous artificial hands.** Sensors and Actuators. 1989. 17, 115-119.
- BRADLEY, T.; BRANTLEY, W.; ALBERTSON, B. **Differential scanning calorimeter (DSC) analyses of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontic wires.** American Journal of Orthodontics. June, 1996. 109,6, 589-96.
- BROWN, S.A. **Corrosion and wear of biomaterials.** In: Webster J.G. Encyclopedia of Medical Devices and Instruments. Wiley, New York, 1987. vol. 2; p. 351-61.
- CASALI, C.; FONTANA, G.; MORANDI, U.; **Surgical stabilization of severe flail Chest,** The Cardiothoracic Surgery Network, CTS NET, visitada em 29.12.08.
- CASTLEMAN, L.S.; E MOTZKIN, S.M., **The biocompatibility of nitinol, in biocompatibility of Clinical Implant Materials.** Williams DF. ed., CRC Press, 1981. Vol. 1, p. 129.
- CASTLEMAN, L. S.; MOTZKIN, S. M.; ALICANDRI, F.P. & BONAWIT, V.L.; **Biocompatibility of nitinol alloy as an implant material.** J.Biomed Mater. Res. 1976. 10: 695-731.
- CHIAVERINI, VICENTE, **Aços e ferros fundidos.** Associação Brasileira dos Metais - ABM., 1982.
- CRAGG, A.H, De JONG, S.C, BARNHART, W.H, LANDAS, S.K & SMITH, T.P ; **Nitinol intravascular stents results of preclinical evaluation.** radiology. 1993. 189: 775-778,

CROWER Jr., D. T.; Shimizu R.K. & Rabelo R.C; **Trauma torácico**. In Rabelo R.C. & Crower Jr. D. T. Eds. Fundamentos, 2005.

CUTRIGHT, S.N.; BHASKAR, B. PERIZ, R.; JOHNSON, G. COWAN. **Tissue reaction to nitinol wire alloy**, Oral Surgery . 1973. Vol. 35, no. 4, Pp. 578-584.

DELAEY, L; KRISHNAN, R.V.; TASS, H.; WARLIMONT, H. **Thermoelasticity, pseudo-elasticity and the memory effects associated with martensitic transformations**. Journal of Materials Science. 2004. p. 1521-1535

DELAEY, L, **Phase transformations in materials**, Ed. P. Haansen, VCH, Weinheim, 1991. pp. 339-404.

DUERIG, T.M.; PELTON, A.; STÖCKEL D.; **An overview of nitinol medical applications**. Materials Science and Engineering. 1999. p. 273-275.

DUERIG, T.W.; MELTON, K.N.; STÖCKEL, D.; WAYMAN, C.M.; **Engineering aspects of shape memory alloys**. Butterworth- Heinemann Ltd. 1990. p.3-385.

DRUGACZ, J.; LEKSTON, Z.; MORAWIEK, H .; & JANUSEWSKI, K .; **Use of TiNi-cobalt shape-memory clamps in the surgical treatment of mandibular fractures**. J.Oral Maxillofac.Surg. 1995. 53: 665-671.

ENDO, K. ; SACHDEVA, R. ARAKI, Y.; OHNO, H. ;**Effects of titanium nitride coatings on surface and corrosion characteristics of Ni-Ti alloy**. Dent. Mater. 1994. 5.13: 228- 39.

FERNANDES, F. M. B. **Ligas com memória de forma**. Departamento de Ciências dos Materiais/Cenimat, Universidade de Lisboa. Lisboa. 2006. p.1-32.

GÁLIO, A. **Apresentação de estudo sobre nitinol**. PPGEM. UFRGS, 2008.

GEROLDO, A.C.B. **Estudo dos efeitos memória de forma de fios ortodônticos da liga NiTi nas condições comerciais e após tratamentos térmicos**. Dissertação de Mestrado. PUCRS. 2009.

GIL, F. X.; MANERO, J. M.; PLANNEL, J. A.; **Relevant aspects in the clinical applications of NiTi shape memory alloys**. Journal of Materials Sciences-Material in Medicine. 1996. 7, 403-406.

GRAVINA, Marco. **Propriedades mecânicas das ligas Ni-Ti e de aço inoxidável obtidas a partir de ensaios de tração**. Tese - Doutorado em Ciências. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Faculdade de Odontologia, 2001.

HANAHA, T.; OTA, M. **Calcium phosphate naturally forme don titanium electrolyte solution**. Biomaterials. 1991. V.12, p.767-74.

HODSON, D.E., WU, BROWN, Jeffrey W. **Using nitinol alloys**. Shape Memory Applications. Inc. 2000.

HODSON, D.E., WU, M.H., BIERMANN, R.J. **Shape memory alloys**. Disponível <http://www.sma-inc.com>, visitado em 03.03.09.

HODSON, D. E.; **Using Shape memory alloys, shape memory applications**, Inc. 1998.

JACKSON, C. M.; H. J. Wagner and R.J. Wasilewski. **Nitinol- The alloy with a memory: its physical metallurgy, properties, and applications**. A Report. Washington: NASA, 1972

JACOBUS, Kurt, SEHITOGLU, Hussein, BALZER, Mark. **Effect of stress state on the stress induced martensite transformation in polycrystalline Ni-Ti alloy**. Metallurgical and Materials Transactions. Oct . 1996. 27 A, 3066-73.

KASEMO, B.; & LAUSMAA, J.; **The biomaterial-tissue interface and its analogues in surface science and technology**. In: Davies JE (ed.) The Bone-Biomaterial Interface, University of Toronto press, Toronto. 1991. p 19-32.

KAPILA, S.; SACHDEVA, R.; **Mechanical properties and clinical applications of orthodontic wires**. American Journal of Orthodontics Dentofacial Orthop. 1989. 96, 100-9.

KORYAGIN, N.I.; **New trends in titanium application**, in ASM Handbook: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials.1992. Vol.2, pp. 589.

KLINGER, A.; STEINBERG, D.; KOHAVI, D. & SELA, **Mechanism of adsorption of human albumin to titanium in vitro**. J.Biomed.Mater.Res. 36: 387-392, MN 1997.

KRUGER, J. ; **Fundamental aspects of the corrosion of metallic implants**. In: Rubin LR (ed.) Biomaterials in Reconstructive Surgery, Mosby, St. Louis, 1983. p 145-157,

LI, Bing-Yun, Rong, Li-Jian, LI, Yi-Yi, GJUNTER, V.E.; **An investigation of the synthesis of Ti-50 at pct Ni alloys through combustion synthesis and conventional powder sintering**. Metallurgical and Materials Transactions. July 2000. 31 A, 1867-71.

LIU, Rong, LI, D.Y. **Experimental studies on tribological properties of pseudoelastic NiTi alloy with comparison to stainless steel 304**. Metallurgical and Materials Transaction. November 2000. 31A, 2773-2783.

LIBENSON, C. et al. **Differences in pseudoelasticity behaviour of NiTi orthodontic wires**. Journal of Material Science: Materials in Medicine. 1993. 4, 281-84.

LIEBERMANN, D.S., WECHSLER, M.S., READ, T.A. **Cubic to orthorombic difusionless phase change – experimental and theoretical studies of AuCd**. Journal of Applied Physics. 1954. 26, 4, 473-484.

- LOPEZ, H.F.; SALINAS, A. CALDERÓN, H. **Plastic straining on the microstructure of a Ti-rich NiTi shape memory alloy.** Metallurgical and Materials Transactions. 32A, 717-729, 2001.
- LOPEZ, H.F., SALINAS, A., GALICIA, J.L. **Microstructural aspects of precipitation and martensitic transformation in a Ti-rich Ni-Ti alloy.** Scripta Materialia. 1996. 34, 4, 659-64.
- M. ARCINEGAS, J. CASALS, J. M. MANERO, J. PENÃ, F. J. GIL. **Journal of Alloys and Compounds.** 2008. 460 - 213-219.
- MARCHEIX. B. Marcheix, L. Brouchet, C. Renaud, J. Berjaud, M. Dahan, **Technique de l'ostéosynthèse costale surgical treatment of chest osteosynthesis.**, Centre Hospitalier Universitaire Larrey. França 2005.
- McNEESE, D.C. ; LAGOUDAS, T.C.; POLLOCK , **334 Diagrama de fases do NiTi.** Material Science Eng. A 280 , 2001.
- MEI, P.R.; **Materiais com efeito memória de forma;** Fundação e Serviços;, set.1999. pp.132.
- MENDELSON, S. **Mechanisms for martensitic formation and the shape memory effect.** In: PERKINS, Jeff. Shape Memory Effects in Alloys. 1. ed. Plenum Press. 1975. 487-502,
- MIURA, Fujio et al. **The superelastic property of the japanese Ni-Ti alloy wire for use in orthodontics.** American Journal of Orthodontics Dentofac Orthop. 1986. 90, 1-10,
- MUSIALEK, J. Filip P. Nieslanik J. **TiNi memory clamps in small bone surgery, department of orthopedics and traumatology Of hospital municipal Ostrava Fifejdy,** Ostrava, Poruba, Czech Republic. 1997.
- NISHIDA, M., Wayman, C.M., HONMA, T. **Precipitation Processes in Near-Equiatomic NiTi Shape Memory Alloys.** Metallurgical Transactions. Sept -1986. 17 A, 1505-15.
- NISHIYAMA, ZENJI, . **Martensitic Transformation.** 2. ed. Academic Press. 1978. ISBN 0-12-519850-7;
- OLIVEIRA, C.S. **Obtenção e caracterização das ligas Cu-Zn-Al e Cu-Zn, com efeito memória de forma.** Dissertação de mestrado. João Pessoa, 1994 p.3-49
- ORTON, C. **Parede torácica.**1 In: Slater D.S. (Ed). **Manual de cirurgia de pequenos animais.** 2 Ed. São Paulo: Manole,; 1998.
- OSHIDA, Y.; SACHDEVA, R.C.; MIYAZAKI, S. **Microanalytical characterization and surface modification of Ni-Ti orthodontic archwires.** Biomed Mater Eng. , 1992. V.L. p.51-69.
- OSHIDA, Y. E MIYAZAKI S.; **Biological and chemical evaluation of Ni-Ti alloys"** Corr Eng.; 1991. 40:1009,

OTSUKA, K; WAYMAN, C.M. **Shape memory materials**, Cambridge University Press, Cambridge UK .1998. p.1-131.

PEREZ-SAEZ, R. B.; Recarte, V.; Nó, M.L.; Ruano O.A. , San Juan, J. **Advances shape memory alloys processed by powder metallurgy**, Advanced Engineering Materials. 2000. n°. 1-2, pp. 49.,

PINA, E.A.C. **Estudo da estabilização na liga Cu-Al-Mn com memória de forma**. Dissertação de Mestrado UFPE, Recife. 2006.p. 1 -23,

POEHLER, O.E.M.; **Degradation of metallic orthopedic implants**, In: Rubin, L. R. **Biomaterials in reconstructive surgery** . Mosby, St. Louis, 1983. p.158- 228,

PONCET,P.P. **Nitinol Medical Device Design Considerations**. Memry.com, 2009.

QUEIROGA, S.L.M. **Estudo de uma liga Cu-Al-Ni com memória de forma visando aplicações em sistema de proteção contra sobrecargas elétricas**. Dissertação de Mestrado UFCG, Campina Grande, 2006. p. 1-23,

QUINTÃO, Cátia Cardoso. **Fios ortodônticos utilizados em fase inicial de tratamento: propriedades mecânicas e desempenho Clínico**. Tese (doutorado em ciências) Universidade Federal do Rio de Janeiro. Faculdade de Odontologia. 2000.

REIS, W. P. **Caracterização de ligas de níquel-titânio para ortodontia**. Dissertação de mestrado. Instituto Militar de Engenharia . Rio de Janeiro , 2001.

RODRIGUEZ, C, BROWN, L.C. **The mechanical properties of SME alloys**. In: PERKINS, Jeff. **Shape memory effects in alloys**. 1. ed. Plenum Press. 1975. 29-58,

ROCHA, Alexandre, Dr. Ing. **Introdução a Engenharia de Superfícies**, UFRGS, LdTM, 2009.

RUIZ A.A.; Gomez H.A. ; Alfaro G.E. Granel C. L. & Garcia M.G. **Sarcomas de la pared torácica, resección y reconstrucción**. Revista Instituto Nacional de Cancerologia. 1997. 43: 189-193.

RYHÄNEN, Jorma , **Biocompatibility evaluation of nickel-titanium shape memory metal alloy**, Oulu University: Library, 2000.

SEHITOGLU, Hussein et al. **Deformation of NiTiCu shape memory single crystals in compression**. Metallurgical and Materials Transaction. 32A, March 2001.

SHABALOVSKAYA, S.A.; **On the nature of the biocompatibility and medical applications of Ni-Ti**. Shape Memory Alloy and Superelastic Alloys. J. Biomed Mater Res. 1997. 3:5: 451-7.

SHAPE MEMORY APPLICATIONS Inc. **NiTi smart sheet: introduction to shape memory and superelasticity**. <http://www.sma-inc.com>

SIZINIO, H; XAVIER,R.; **Ortopedia e traumatologia**, Porto Alegre: Artmed, 2009

SRINIVASAN, A.V; MC FARLAND,D.M. **Smart structures analysis and design**. Cambridge University Press. Cambridge, UK 2001, p.1-121

SOUZA, Augusto Sérgio. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos. Fundamentos teóricos e práticos**. ed. Editôra Edgard Blucher. 1982. ISBN 74-0414.

SOUZA, Augusto Sérgio. **Ensaio mecânico de materiais metálicos**. 2 ed. Editôra Edgard Blucher, 1974.

SOUZA, P.P.C.; ARANHA, A.M.F.; HEBLING, J. ;**In vitro and in vivo biocompatibility of contemporary resin-modified glass-ionomer cements**. Dent Mater, 2006. v.22, p.838-44.

SUTTER, F.,KREKELLER, G.; **Implantologia dental**, Ed. Médica Panamericana, São Paulo, 1994.

SRINIVASAN, A..V; MCFARLAND, D.M. **Smarts structures analysis and design**. Cambridge University Press. Cambridge, UK 2001. p.1-121.

SCOTT, Russel, M. **Design consideration for Nitinol bone staples**. 27.03 2009. Scott@benchmarknitinol.com Journal of. Materials Engineering and Performance, visitado em 03.11.09.

SHAW, J.A.; E KYRIAKIDES, S.; **“Thermomechanical aspects of NiTi”** Journal of Mechanics Physics Solids, 1995. 43:1243-1281,

THOMPSON, S.A. **An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry**. International Endodontic Journal, 2000. 33, 297-310.

TIMOSHENKO, STEPHEN P. **Resistência dos materiais**. Ao Livro Técnico S/A, 1973.

TOKUDA, M.; SIGINO, S.; INABA, T. **Two-way shape memory behaviour obtained by combined loading training**. Journal of Intelligent Material, 2001, Vol.12, p.289-294.

TRIGWELL, I .S. & SELVADURAY, G.; **Effects of surface finish on the corrosion of NiTi alloy for biomedical applications**. In: Pelton AR, Hodgson D, Russell SM & Duerig TW (eds) Shape memory and superelastic technologies, proceedings of SMST -97, SMST, Pacific Grove, CA. 1997.p. 383-388,

TROMBLY, C.A. **Terapia ocupacional para disfunção física**. São Paulo, 1989. p.514,

VAN VLACK, Lawrence Hall, **Princípios de ciência e tecnologia dos materiais**, Ed.Campos Ltda.1984.

VEARICK, S. B. **Confecção e avaliação de órtese de Nitinol auto-expansível com aplicação em vias aéreas**. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2006.

VILLERMAUX, F.; TABRIZIAN, M. YAHIA, LI.; CREMUSZKIN, G.;PIRON, D.L. **Corrosion resistance improvement of NiTi osteosynthesis in staples by plasma polymerized tetrafluroethylene.** Biomed Material Eng. 1996.6: 241-54,

WANG, Z.G.;ZU, X.T.;FENG, X.D.;ZHU, S.;BAO, J.W.;WANG, L. M. **Characteristics of two-way shape memory TiNi springs driven by electrical current.** Materials and Design, 2004. Vol. 25, p. 699-703.

WASILEWSKI, R. J. **The shape memory effect in NiTi : One aspect of stress assisted martensitic transformation.** In: PERKINS, Jeff. Shape Memory Effects in Alloys.1. ed. Plenum Press. 1975. 245-272.

WAYMAN, C.M. **Deformation, mechanisms and other characteristics of shape memory alloys.** In:. Shape Memory Effects in Alloys. 1. ed. Plenum Press. 1975. 1-27,

WEVER, D. J.; VELDHUIZEN, A.G.; DE VRIES, J.; BUSSCHER, H.J., UGES, D.R & VAN HORN, J.R.; **Electrochemical and surface characterization of a nickel-titanium alloy.** Biomaterials 1998.19: 761-769,

WILLIAMS D.F, Black J & Doherty PJ; **Consensus report of second conference on definitions in biomaterials.** In: Doherty PJ, Williams RL, Williams DF & Lee AJC (eds) Biomaterial-tissue interfaces, Volume 10. Elsevier, Amsterdam, 1992. p 525-533,

WILLIAMS D.F & WILLIAMS RL; **Degradative effects of the biological environment on metals and ceramics.** In: Ratner BD, Hoffman AS, Schoen FJ & Lemons JE (eds) Biomaterials science; an introduction to materials in medicine, Volume 1. Academic Press, San Diego, 1996. p 260-267.

WU, 2000, S. K.; Lin, H. C. **Recent development of Ni-Ti-based shape memory alloys in Twain.** Materials Chemistry and Physics. 2000. 81-92p.

WU, Wei, LIU, Xinjie, HAN, Huimin, YANG, Dazhi, LU, Shoudong. **Electropolishing of NiTi for improving biocompatibility.** 2008. Disponível em <http://www.jmst.org/EN/abstract/abstract66.shtml>

YAHIA L.; MANCEUR A.; CHAFFRAIX P. **Bioperformance of shape memory alloy single cristals.** Biomed Mater Eng. 6 (4): 267-89, 1996. site www.ncbi.nlm.nih.gov visitado em 29.11.2008.

Sítios visitados:

ALLOY TYPES, <http://www.azom.com> site visitado em 23.10.2008.

ASTM, F 2082-06, Bend Free Recovery Test, BRF, <http://www.astm.org/standards>.

Visitado em 30.12.2008.

BIOMEDICAL Applications <http://nimesis.com/anglais/applications/overview/biomedical.htm> visitado em 04.01.2009

BIOCOMPATIBILIDADE, <http://www.ncbi.nlm.nih.gov>. Visitado em 04.01.2009

BONE STAPLES APPLICATION, <http://www-1.unipv.it> visitado em 04.01.2009

DAÍ K, CHU Y,; Studies and Applications of NiTi Shape Memory Alloys in the Medical Field in China, <http://www.ncbi.nlm.nih.gov> site visitado em no.2008.

FKBIOTEK, www.fkbiotek.com.br visitado em 12.04.2009.

INFOMET; Infomet. Diagrama de Fase do Sistema NiTi. Disponível em http://www.infomet.com.br/diagrama.php?id_diagrama=351. visitado em 03.05.2008.

INMETRO, www.inmetro.gov.br visitado em 10.07.2009.

MERTMANN, Dr. Ing. Matthias, Memry Corporation , <http://www.memry.com> visitado em 29.12..2008.

MEMORY METAL, <http://www.mrsec.wisc.edu> visitado em 20.10.2008

MEMRY, http://www.memry.com/resources/files/NiTi_devicedesign. visitado em 09.12.09.

MEDICAL APPLICATIONS OF SHAPE MEMORY ALLOYS, <http://www.scielo.br>
Visitado em 04.01.2009.

MMG, 2008, MMG; Superelasticidade. Disponível em http://www.memory-metalle.de/html/03_knowhow/PDF/MM_05_introduction_e.pdf , acesso em 03.05.2008.

NITINOL DATA, http://www.shape-memory-alloys.com/data_nitinol.htm visitado em 18.12.2008.

NITINOL DATA, <http://www.nitinol.com> visitado em 04.01.2009.

PAPEL GRAU CIRÚRGICO – www.minasmedical.com.br visitado em 10.08.09.

RIBBON, ALLOYS, <http://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?> visitado em 21.10.2008.

SHAPE MEMORY ALLOYS, Biocompatibility of NiTi, Artigo Obtido da Internet no site <http://sma-inc.com/biocomp.html>

STAPLES FOR BONES, <http://www.wipo.int.>, visitado em 03.01.2009