



# UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

## FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

CENTRO UNIVERSITARIO DE ESTUDIOS  
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

ESPECIALIDAD EN ORTODONCIA

“CARACTERIZACIÓN METALOGRAFICA DE ALAMBRES  
TERMOACTIVADOS Ni-Ti DE MARCAS COMERCIALES PARA  
APLICACIONES ORTODONTICAS”

### TESIS

Que es presentada para optar por el grado de Especialidad en Ortodoncia

**Presenta:**

C.D. Rebeca Guiza Méndez

**Asesor de tesis:**

C.D.E.O. Luz María Vargas Purecko.

**Asesor Externo:**

Dr. Ignacio Mejía Granados

Profesor e Investigador Titular del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas  
de la U.M.S.N.H.

Morelia, Michoacán a Agosto del 2006

## DEDICATORIA

*A MIS PADRES: Salvador Guiza Méndez y Rebeca Méndez Calderón por darme todo su amor, consejos, educación y por que sin ustedes no hubiera logrado está meta.*

*A MIS HERMANOS:*

*Esbayde Yaneth, Nancy Marley, Marco Antonio y Salvador gracias por su apoyo y amor que me han brindando.*

*A Luis Eduardo por ser muy especial en mi vida, por todo su apoyo, amor y comprensión gracias.*

## AGRADECIMIENTOS

*A DIOS:*

*Por darme el don de la vida y llenarme de bendiciones.*

*A la coordinación de la investigación científica de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, por el apoyo recibido para el desarrollo del presente trabajo.*

*A mi asesora la Dra. Luz Maria Vargas Purecko por su apoyo y orientación durante este trabajo.*

*Al Dr. Ignacio Mejía Granados por su inestimable disposición y apoyo para vincular por primera vez a la especialidad de ortodoncia en el estudio de los biomateriales.*

*A mis profesores por transmitirme sus conocimientos:*

*Dra. Luz Maria Vargas ,Dra. Elizabeth Zepeda, Dra. Rosario Ortiz, Dr. Vidal Almanza Dr. Ramón Ramírez, Dr. Benjamín Chávez, gracias.*

*A mis compañeros:*

*Glenda, Ericka, Mimi, Jorge, Alejandro, Hugo, Alfredo y Armando por convivir bellos momentos.*

*A mis mejores amigas Sara y Dulce por su apoyo incondicional, por estar conmigo en todo momento, gracias.*

*A Emmanuel y Gil por todo el apoyo que me brindaron durante este trabajo y brindarme su amistad.*

*A Tavo por ser un gran amigo que me ha apoyado muchísimo gracias.*

# INDICE

PAGINA	
RESUMEN.....	1-2
INTRODUCCIÓN.....	5-8
I.-PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	9
II.-JUSTIFICACIÓN.....	10
III.- ANTECEDENTES.....	11
III.1. Aleaciones con Memoria de Forma.....	11-13
III.2. Aleaciones Ni-Ti.....	13-15
III.3. Superelasticidad.....	15-17
III.4. Martensita.....	17-18
III.5. Austenita.....	18-19
III.6. Aplicaciones Médicas.....	19-21
III.7. Aplicaciones Ortodónticas de Alambres Ni-Ti.....	21-24
III.8. Aplicaciones del Ni-Ti en Endodoncia.....	24-25
IV. OBJETIVOS.....	26
IV.1.Objetivo General.....	26
IV.2.Objetivos Específicos.....	26
V. CLASIFICACIÓN DEL ESTUDIO.....	27
VI.CRITERIOS DE ELEGIBILIDAD.....	28
VI.1. Criterios de Inclusión.....	28
VI.2. Criterios de Exclusión.....	28
VII. MATERIALES Y PREPARACION DE MUESTRAS.....	29
VII.1.Materiales.....	29
VII.2.Preparación de muestras.....	29-31
VIII. TÉCNICAS Y EQUIPOS EMPLEADOS PARA EL ESTUDIO.....	32
VIII.1. Fluorescencia de Rayos-X.....	32
VIII.2. Difracción de Rayos-X.....	32-33
VIII.3. Análisis por Microscopia Óptica de Reflexión.....	34

<b>VIII.4. Técnicas de Ataque Químico de Revelado de Microestructura de Aleaciones de Ti.....</b>	<b>33-39</b>
<b>VIII.5. Análisis por Microscopía Electrónica de Barrido.....</b>	<b>42-43</b>
<b>VIII.6. Ensayo de Dureza.....</b>	<b>44</b>
<b>IX. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>45</b>
<b>IX.1. Resultados de Fluorescencia de Rayos-X.....</b>	<b>45-47</b>
<b>IX.2. Resultados de Difracción de Rayos-X.....</b>	<b>48-51</b>
<b>IX.3. Resultados de Microscopía Óptica de Reflexión.....</b>	<b>52</b>
<b>IX.3.1. Resultados Preliminares.....</b>	<b>52-57</b>
<b>IX.4. Resultados Finales de Microscopía Electrónica de Barrido.....</b>	<b>58-63</b>
<b>IX.4.1. Análisis de Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS).....</b>	<b>63-64</b>
<b>IX.4.2. Imágenes de Electrones Retrodispersados.....</b>	<b>65-70</b>
<b>IX.5. Resultados de Microdureza Vickers.....</b>	<b>71-72</b>
<b>X. CONCLUSIONES.....</b>	<b>73-74</b>
<b>XI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>75-77</b>
<b>XII. GLOSARIO.....</b>	<b>78-83</b>

## RESUMEN

Entre la amplia variedad de materiales disponibles comercialmente (incluidos metales, aleaciones, cerámicos, etc.), sólo un número limitado pueden ser empleados como biomateriales en medicina y odontología. La razón para esto es que los biomateriales deben satisfacer dos requerimientos importantes: (a) biofuncionalidad, y (b) biocompatibilidad. La biofuncionalidad se refiere a la capacidad de los biomateriales para desempeñar las funciones deseadas, durante un periodo esperado en el cuerpo. La biocompatibilidad es la capacidad de los materiales para no presentar toxicidad durante el periodo implantando. Debido a estas demandas tan rigurosas, muy pocos materiales han sido calificados para ser empleados como implantes (Fe-Cr-Ni, Co-Cr y Ti-Al-V).

Sin embargo, las aleaciones con memoria de forma (AMF) han sido introducidas recientemente en el campo de la medicina y odontología, ya que tienen funciones únicas tales como el efecto memoria de forma, superelasticidad y capacidad de amortiguamiento. De entre decenas de aleaciones con memoria de forma, se encuentran las aleaciones Níquel Titanio (Ni-Ti) que son consideradas las mejores debido a su excelente estabilidad mecánica, resistencia a la corrosión, biofuncionalidad y biocompatibilidad. En odontología, un ejemplo de aplicación muy exitoso son los arcos de alambre de Ni-Ti los cuales usan la superelasticidad caracterizada por un esfuerzo constante bajo carga o descarga. Estas aleaciones presentan propiedades mecánicas únicas e ideales para la práctica de la mecanoterapia ortodóntica, ya que presentan un rango idealmente amplio de deformación efectiva correspondiente a la zona de fuerza óptima. En el caso de las aleaciones Ni-Ti la fuerza constante ejercida puede ser ajustada sobre un amplio rango mediante cambios en la fabricación y factores metalográficos tales como el tratamiento termomecánico y composición química.

El presente trabajo de investigación tuvo como objetivo la caracterización microestructural y metalográfica de alambres termoactivados Ni-Ti de tres marcas comerciales de aplicación ortodóntica. Se llevaron a cabo análisis de fluorescencia y difracción de rayos-X para determinar la naturaleza química y microscopia óptica de reflexión y electrónica de barrido para determinar la microestructura presente. Los

resultados de composición química indican poca variación en los elementos químicos principales. Sin embargo, los resultados de microscopia muestran la presencia de partículas finas con contenidos de carbono. La presencia de este elemento en los alambres Ni-Ti, tiene su origen muy probablemente en la contaminación de la aleación durante el proceso de fusión y tiene un efecto perjudicial sobre varias cualidades mecánicas, en particular bajo la repetición de esfuerzos.

## **ABSTRACT**

Among the wide variety of materials available in the market (including metals, alloys, ceramics, etc.) only a limited number can be used as biomaterials in medicine and odontology. The reason is because the biomaterials must satisfy two important requirements: a) bio-functionality and b) bio-compatibility. Bio-functionality refers to the capability of the bio-materials to accomplish the desired tasks during an expected time in the body. Bio-compatibility is the capability of the materials to avoid any toxicity during the period implanted in the body. As a result of these rigorous demands, very little materials have been eligible to be used as implants (Fe-Cr-Ni-Co-Cr-Ti-Al-V). Nevertheless, the memory shape alloys (MSA) have been recently introduced in the medicine and odontology fields, since they have unique functions such as the memory shape effect, super-elasticity and the ability to soften. Among tenths of memory shape alloys, the (Ni-Ti) alloys are considered the best due to their excellent mechanical stability, resistance to corrosion, bio-functionality and bio-compatibility. In odontology, a very successful example of their application is the Ni-Ti arch wires, which use super-elasticity characterized by a constant effort under load or unload. These alloys show unique mechanical properties ideal for the practice of the mechanotherapy in odontology, since they have an ideal wide range of effective deformation corresponding to the zone of the ideal force. In the case of the Ni-Ti alloys, the constant force exerted can be adjusted over a wide range through changes in the manufacture, and through metallographic factors such as a treatment thermo-mechanic and chemical composition.

The purpose of this research was the microstructure characterization and metallographic of three commercial brands of thermo-activated Ni-Ti alloys, for their use in orthodontics. Analysis of fluorescence and diffraction of x-rays were carried out to determine chemical nature and optic microscopy of reflection and electronic slippage to determine its micro structure.

The results in the chemical composition show little variation in the main chemical elements. Nevertheless, the results from microscopy show the presence of fine particles

with a content of carbon. The presence of this element in the wires of Ni-Ti probably has its origin in the contamination of the alloy during the fusion process and has a harmful effect in several mechanical qualities, in particular on the repetition of efforts.

## INTRODUCCIÓN

El mecanismo del aparato ortodóntico consta de elementos que generan cargas y otros que transmiten la fuerza generada a la corona dentaria; hay un elemento activo, uno dinámico, en el que se genera la fuerza y el otro pasivo, que la recibe y canaliza hacia el diente.

La carga del elemento activo se fundamenta en la capacidad de deformación elástica de los materiales. El material se deforma y recupera volviendo a su forma original, lo que se aprovecha para que arrastre la corona hacia la posición inducida por el nuevo equilibrio. La carga del componente elástico lo transforma de un material inerte a un núcleo de energía almacenado en el elemento activo.

El elemento activo protagonista en el tratamiento ortodóntico, es el arco de alambre, entre los mas actuales, se encuentran aleaciones distintas entre las que se distingue el Ni-Ti cuya composición termomecánica le presta una excepcional flexibilidad elástica.

Esta nueva generación de aleaciones con memoria de forma y que se conoce como superelásticos tienen una temperatura de transición mucho más baja (ligeramente inferior o ligeramente superior a la temperatura bucal). Hay alambres Ni-Ti superelásticos con distintos grados de rigidez. Para que la comparación de la rigidez sea realista se debe efectuar a la temperatura bucal, porque algunos alambres parecen tener menos fuerza por ser parcialmente martensíticos a temperatura ambiente; la fuerza aumenta a medida que se produce una transformación de fase a la temperatura de la boca. Aunque la temperatura de transición final de algunos alambres Ni-Ti superelásticos es inferior a la temperatura bucal, otros no quedan plenamente activados hasta que alcanzan los 37°C ó los superan.

Por lo general el proceso de tratamiento térmico efectuado durante su fabricación para elevar la temperatura de transición permite que los alambres liberen fuerzas menos intensas a la temperatura bucal, por lo que, el ortodoncista puede ocupar plenamente el bracket con alambres más grandes en una fase temprana del tratamiento cuando los dientes están muy mal alineados ya que para conseguir un movimiento dental satisfactorio, se requiere una fuerza continua de poca intensidad.

El alambre ortodóntico ideal es el que permite una carga elástica máxima y un bajo cociente de carga-deflexión. Las propiedades mecánicas que determinan esas características son el LE (límite elástico) y el E (módulo de elasticidad). La razón LE/E determinan la calidad de la aleación: entre más alta sea la razón, mejores serán las propiedades de elasticidad y recuperación del alambre.

En el desarrollo comercial de nuevos alambres el ortodoncista debe buscar aleaciones con alto LE y bajo E. Las pequeñas diferencias en el LE y el E no alteran apreciablemente la razón. Para que una aleación sea considerada muy superior en cuanto a sus propiedades elásticas debe poseer una razón significativamente más alta. Al evaluar un alambre ortodóntico también deben considerarse otras propiedades: 1) La aleación debe poseer una resistencia razonable a la corrosión causada por los líquidos de la boca, 2) Debe poseer ductilidad suficiente como para no fracturarse bajo cargas accidentales en la boca, 3) Es deseable que el alambre pueda ser fabricado en estado blando y que ulteriormente reciba tratamiento térmico para templearlo, 4) La aleación debe permitir la fácil soldadura de aditamentos. Las propiedades únicas del Níquel Titanio han provisto la posibilidad de aplicaciones revolucionarias en medicina y odontología.

Históricamente la utilización de los biomateriales en la medicina moderna data de los inicios del siglo XX con el empleo de las primeras placas metálicas para la fijación de fracturas, desde entonces los biomateriales son usados diariamente en gran parte de las actuaciones médicas: un marcapasos, una lente intraocular, una prótesis o un arco de alambre para la corrección de maloclusión dentaria, son ejemplos que corrientemente se utilizan para mejorar la calidad de vida y, que podrían denominarse materiales para la salud<sup>1</sup>.

El término biomaterial designa a los materiales de origen no biológico utilizados en la fabricación de dispositivos que interactúan con sistemas biológicos y que se aplican en diversas ramas de la medicina. Forman parte de este grupo materiales muy diferentes como los metales, los cerámicos o los polímeros, tanto naturales como sintéticos. Habitualmente se utilizan en forma de materiales compuestos en los que la asociación de dos o más sustancias con características propias forman un nuevo material cuyas

propiedades son superiores a la de cada uno de sus componentes, para los fines de la aplicación que se le quiere dar.

Algunos biomateriales incluyen compuestos capaces de responder a señales provenientes del medio biológico que reciben el nombre de materiales inteligentes. Los biomateriales tienen un campo de aplicación muy amplio que se extiende desde dispositivos de uso masivo y cotidiano en centros de salud como es el caso de jeringas, vendajes catéteres, bolsas para suero y sangre, recipientes para residuos hasta sofisticadas piezas que se emplean para promover la regeneración de tejidos o para reemplazar órganos.

Los dispositivos construidos con biomateriales están cobrando creciente importancia: la prevención, el diagnóstico y el tratamiento de muchos trastornos de la salud se han hecho posibles gracias a la existencia de nuevos materiales y dispositivos que participan en ellos. Actualmente, en muchos casos, los biomateriales se han convertido en los factores determinantes de la factibilidad y del éxito de una determinada práctica médica <sup>2</sup>.

En caso de biomateriales de localización bucal se encuentran el Protoplast <sup>tm</sup> empleado en prótesis mandibular para el tratamiento de traumatismo y anquilosis. El acrílico, epoxi PE ultra alta densidad, titanio y albúmina a través de implantes dentales para el tratamiento de traumatismos y enfermedades<sup>2</sup>. El uso del níquel titanio (Ni-Ti) ha innovado en campo de la endodoncia. La flexibilidad de esta aleación hacen de la misma un material ideal para utilizarse en la fabricación de instrumentos en endodoncia. Las limas de Ni-Ti tanto mecánicas como manuales, tienen capacidad potencial para mejorar la capacidad de los clínicos para instrumentar sistemas de conductos radiculares curvos <sup>3</sup>.

El grupo de física aplicada de la Universitat de les Illes Balears (UIB) se han centrado, a partir del año 2001 en el estudio de las denominadas aleaciones con memoria de forma ferromagnéticas cuyos átomos experimentan diversos cambios dependiendo de la temperatura, de modo que estos materiales al aplicarse entre otros

aspectos, a algunas partes del cuerpo pueden causar numerosas mejoras. En este sentido los físicos señalan que por ejemplo un hilo de Ni-Ti con estas características que sea ajustado a los dientes de un paciente que requiera tratamiento de ortodoncia recobrará su forma original con el calor de la boca lo que obligará a los dientes a adaptarse a esta configuración y alcanzar una alineación correcta<sup>4</sup>.

## I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Existen muchas marcas de alambres de Ni-Ti en el mercado y en muchas ocasiones se carece de información sobre sus propiedades termomecánicas. Es comprensible que los fabricantes protejan el secreto industrial de la composición exacta de sus productos, sin embargo, el desconocimiento de los márgenes de fuerza que desarrollan los alambres o el envejecimiento aún a temperatura ambiente afecta los resultados del tratamiento. Se ha demostrado que las aleaciones que generan fuerzas ligeras continuas producen movimientos dentales que abrevian la terapia pero para conseguir los movimientos dentales más adecuados se requiere saber que tipo de alambre estamos colocando en boca.

Por otro lado, los costos entre cada una de las diferentes marcas varían considerablemente, por lo que sería útil conocer explícitamente sus características para elegir el que mejor convenga a los intereses del resultado ortodóntico y a las condiciones del paciente a partir de la respuesta del arco.

## II. JUSTIFICACIÓN

El empleo de los alambres termoactivados se ha generalizado en nuestra práctica en la clínica universitaria de la división de estudios de posgrado de la U.M.S.N.H. para resolver severas desarmonías dentomaxilares y con frecuencia hemos observado que algunos arcos no recuperan totalmente su forma original e igualmente hemos encontrado fractura en los segmentos laterales del arco.

Las características de alta sofisticación que presentan estos biomateriales que aplican fuerzas muy suaves y graduales disminuyen el dolor, pueden ser usados por largo período de tiempo sin necesidad de cambiar el arco, permiten la disminución de arcos principales y su activación, simplifica el tratamiento disminuyendo el tiempo de sillón, además de que su característica de regular su tensión de acuerdo a la temperatura bucal permite al paciente en caso de molestia reducir su acción con enjuagues de agua fría.

El interés del estudio de estas aleaciones es precisamente la posibilidad de utilizar sus propiedades peculiares (efecto de memoria de forma, pseudoelasticidad) como un atractivo en cuanto a aplicaciones prácticas se refiere.

### **III. ANTECEDENTES**

#### **III.1. Aleaciones con Memoria de Forma**

La primera observación recordada acerca de transformaciones de aleaciones con memoria fue vivida por Chang y Read en 1932. Ellos notaron una reversibilidad de transformación en AuCd con observaciones metalográficas y cambios de resistencia y, en 1951 el efecto de memoria de forma fue observado en varias barras de AuCd. En 1938 la transformación fue observada en latón (CuZn). Sin embargo, no fue sino hasta 1962 cuando Buehler y asociados descubrieron el efecto en el equiatómico níquel-titanio (Ni-Ti) marcando el comienzo serio de la investigación tanto en la metalúrgica como en potenciales usos. En 1965 la primera serie de aleaciones metálicas de níquel y de titanio fueron producidas por el Laboratorio de Ordenance Naval. En el plazo de 10 años un buen número de productos estaba en el mercado y el entendimiento del efecto era mucho más avanzado. El estudio de estas aleaciones inteligentes ha continuado incrementándose desde entonces y más productos que usan estos materiales salen al mercado cada año.

Las aleaciones que recuerdan la forma, sobrellevan una transformación de fase en su estructura cristalina cuando son enfriados desde una forma fuerte a altas temperaturas (Austenita) hasta otra forma débil a baja temperatura (Martensita). Esta inherente transformación de fase es la base de las propiedades particulares, sobre todo, recordar la forma y superelasticidad. En la mayoría de los casos, el efecto de la memoria es de un camino. Esto es, luego de enfriarse, la aleación no sobrelleva ningún cambio en su forma, aunque la estructura cambie a martensita. La martensita es deformada en gran porcentaje, sin embargo, dicha deformación es retenida hasta que el material se calienta, que es cuando se produce la recuperación de la forma. Luego del reenfriamiento, el material no recupera la forma espontáneamente, pero debe ser deformada deliberadamente si se quiere recobrar la forma deseada.

Es posible en algunas aleaciones causar una memoria de dos caminos. Eso es, que el cambio de forma ocurra tanto enfriando como calentando. La cantidad de veces que se puede cambiar de forma es significativamente menor que la que se obtiene en

aleaciones con una única memoria, y muy poca tensión es generada por la aleación cuando trata de asumir la forma de baja temperatura. El cambio de forma al calentarlo puede aún proporcionar gran fuerza, como la de la memoria de un camino<sup>5</sup>. Si bien fue el acero el primer material en el que se observó este tipo de transformación, no es el único en el que ocurre, y tal proceso cobra particular significación cuando se observa en aleaciones no ferrosas como níquel-titanio, en lo que se traduce en el efecto memoria de forma. Además, en estas aleaciones es posible obtener la transformación martensítica no solo mediante cambios de temperatura sino también por esfuerzo mecánico<sup>4</sup>.

Los primeros pasos reportados a través del descubrimiento de memoria en la forma fueron tomados en 1930. De acuerdo a Otsuka y Wayman (1998), A. Olander descubrió el comportamiento pseudoelástico de la aleación Au-Cd en 1932.

Greninger y Mooradian (1938) observaron la formación y dispersión de la fase martensítica por disminución e incremento de la temperatura de la aleación de zinc y cobre. El fenómeno básico en el efecto de la memoria gobernado por el comportamiento termoelástico de la fase martensítica fue reportado en la década pasada por Kurdjumov y Khandros y también por Chang y Read. En los comienzos de 1960 Buehler y sus colaboradores de la Naval Ordnance Laboratory de los Estados Unidos de Norte América descubrieron el efecto de memoria en la forma en una aleación de Ni-Ti el cual puede ser considerado un precursor en el campo de los materiales de memoria en su forma (Buehler otros 1967). Esta aleación fue llamada nitinol. Desde aquel tiempo investigaciones intensivas han sido hechas para elucidar los mecanismos de su comportamiento básico. Los primeros esfuerzos para explotar el potencial del Ni-Ti como un material de implante fueron hechos por Johnson y Alicandrien (1976) y otros<sup>6</sup>.

Las aleaciones con memoria de forma (AMF) presentan un comportamiento completamente distinto al de los materiales usuales. Por ejemplo, mientras que se considera que la gran mayoría de los metales comienzan a deformarse plásticamente a partir de un 0.2% de elongación cuando son sometidos a un ensayo de tensión, las aleaciones con memoria de forma policristalinas pueden ser deformadas hasta un 5% sin llegar a su plasticidad. Una aleación metálica posee memoria de forma si después de una deformación permanente a baja temperatura, esta recupera su forma inicial con un simple calentamiento. El efecto de memoria de forma está ligado a una transformación

martensítica displasiva, que se produce entre una temperatura baja a la cual el material es deformado y una temperatura alta a la cual el material recupera su forma inicial. Otras de las propiedades encontradas en este tipo de aleaciones son el efecto superelástico, el efecto cauchótico y una capacidad elevada de amortiguamiento. Existen un gran número de sistemas de aleación susceptibles de presentar el efecto de memoria de forma, sin embargo, las más utilizadas son las de la familia Ni-Ti y las de base Cu, siendo las de la familia Ni-Ti las que presentan mayores ventajas como mayores propiedades mecánicas, mejor resistencia a la corrosión o su biocompatibilidad. Sus aplicaciones incluyen activadores eléctricos y térmicos, aparatos médicos, motores, procesadores de soldadura especiales etc <sup>7</sup>.

De entre las diferentes aleaciones de memoria de forma, la aleación equiatómica de níquel y titanio, presenta notables características tanto desde el punto de vista de la transformación austenita-martensita, propiedades termo-mecánicas que de ellas se derivan: memoria de forma de un camino, de dos caminos, superelasticidad y anelasticidad. La combinación de estas propiedades junto a su biocompatibilidad ha permitido su aplicación tanto al campo de la industria como al de la medicina<sup>8</sup>.

### **III.2. Aleaciones Ni-Ti**

El nitinol fue desarrollado por William F. Buehler a principios de la década de 1960. La aleación original contenía 55% de níquel y 45% de titanio lo que daba una relación equimétrica 1:1 de estos elementos <sup>1</sup>. La característica más singular de este compuesto bimetálico (Ni-Ti) es su memoria, resultado de transformaciones cristalográficas inducidas por temperatura<sup>1</sup>. La aleación Ni-Ti presenta dos propiedades muy destacadas que son únicas en la odontología: la memoria de forma y la superelasticidad<sup>2</sup>.

Cuando una aleación que recuerda la forma está en su forma martensítica, es fácilmente deformable, sin embargo, cuando la aleación es calentada hasta su transformación de fase, la misma revierte a austenita y recobra su forma previa con gran fuerza. Este proceso es conocido como memoria en la forma <sup>5</sup>.

Una característica de las aleaciones de memoria de forma es la superelasticidad. La martensita inducida por tensión a partir de la fase austenita del Ni-Ti, permite generar grandes deformaciones en el material que se recuperan cuando se elimina la carga <sup>9</sup>.

Tras un gran número de experimentos, el nitinol fue comercializado a finales de los años 70s para su uso ortodóntico en una forma martensítica estabilizada, sin ninguna aplicación de los efectos de transición de fase (aunque se sigue trabajando para intentar aprovechar su memoria de forma)<sup>2</sup>. El pionero del descubrimiento de los alambres de níquel-titanio en ortodoncia fue Andreasen quien publicó artículos con colegas partidarios de su uso en la década de los 70s del siglo pasado. La primera aleación ortodóntica de níquel-titanio (nitinol) fue comercializada por Unitek corporation (ahora 3M Unitek, Monrovia, CA U.S.A), el nombre genérico de “nitinol” que es aplicable a este grupo de aleaciones de níquel-titanio originado por níquel-titanio Naval Ordnance Laboratory donde la aleación fue descubierta por Buehler y asociados<sup>4</sup>.

En los 90s los alambres de aleación de Ni-Ti (Neo Sentalloy) con memoria verdadera en la forma a la temperatura oral fue introducida por GAC internacional. Los alambres de níquel-titanio contienen aproximadamente porciones atómicas de níquel y son basados sobre el compuesto intermetálico Ni-Ti (algunas veces escrito como TiNi).<sup>4</sup> Kusy ha sugerido que los alambres de níquel-titanio pueden ser alternativamente clasificados dentro de las siguientes tres categorías que las anteriores clasificaciones como: superelásticas, no superelásticas, y verdadera memoria en su forma. Los rayos X (XR) han sido usados ampliamente para el estudio en las fases relacionadas en los alambres ortodónticos de níquel-titanio<sup>4</sup>.

En los últimos años, el uso de alambres de Níquel-Titanio (Ni-Ti) térmicos ha llevado a la ortodoncia clínica moderna a otro nivel. El alambre térmico está formado por una aleación cuaternaria de Níquel, Titanio, Cromo y Cobre; esta combinación le da las ventajas del Ni-Ti, más las que adquiere por ser activado con calor, por lo que tiene más fuerza y menor deflexión. Esto lo logra mediante una transformación martensítica termoelástica programada (Cambio estructural cristalográfico reversible). Los alambres de Ni-Ti térmicos son muy versátiles, ya que ofrecen extrema elasticidad, y pueden ser usados por largos periodos de tiempo sin necesidad de cambiar el arco y con solo aplicarle calor vuelve a su forma original<sup>10</sup>.

En el año de 1978 la compañía Furukatu Electric después de varios años de investigación fabricó un nuevo tipo de aleación de níquel-titanio el cual poseía no sólo la propiedad de memoria de forma sino una nueva conocida como la de súper elasticidad.

GAC internacional dio a conocer esta nueva aleación de níquel titanio súperelástica para su uso en ortodoncia con el nombre de sentalloy. Miura mostró clínicamente la importancia de esta propiedad donde estas aleaciones generan fuerzas fisiológicamente que son más compatibles con el movimiento dental, ya que el alambre genera una fuerza continua y ligera durante un periodo largo, situación importante durante la etapa de desactivación que corresponde a la etapa donde propiamente se produce el movimiento dental durante un tratamiento de ortodoncia.

Debido a la importancia clínica de esta propiedad única, años más tarde se han realizado pruebas de tensión-alargamiento de Miura, se han realizado investigaciones para obtener mayor información de estos compuestos metalúrgicos.

A partir de las pruebas como la difracción de rayos-X, se ha llegado a la conclusión de que la más utilizada en los últimos años es el método de colorimetría diferencial de barrido <sup>6</sup>. Hoy en día, gracias a la popularidad que han adquirido a lo largo de estos últimos años, el término “inteligente” se ha adoptado como un modo válido de calificar y describir una clase de materiales que presentan la capacidad de cambiar sus propiedades físicas (rigidez, viscosidad, forma, color, etc.) en presencia de un estímulo concreto <sup>11</sup>.

Esta aleación tiene la capacidad de absorber grandes cantidades de energía de tensión y distribuirlas mientras se quita la tensión aplicada. La elasticidad de nuestros alambres del arco de nitinol es aproximadamente mayor que la del acero. Estos tienen excelente resistencia a la torcedura que son importantes para el corto periodo del tratamiento.

Además, nuestras aleaciones proporcionan una fuerza constante sobre una gama grande de la tensión. Esta fuerza constante realza el movimiento del diente con mayor comodidad al paciente <sup>12</sup>.

### **III.3.Superelasticidad**

Las aleaciones Ni-Ti muestran un comportamiento súperelástico si son deformadas a una temperatura que está ligeramente por encima de su temperatura de transformación, es decir, existen dos tipos de martensita, una deformada y otra normal; esta última revierte inmediatamente a la martensita deformada tan rápido como la fuerza

que actúa sobre ella es removida. Este proceso provee de una elasticidad gomosa a estas aleaciones<sup>5</sup>. Estos alambres presentan la otra propiedad especial de las aleaciones Ni-Ti, la superelasticidad que se manifiesta por una gran deformidad reversible y una curva de tensión-deformación. Miura y colaboradores han demostrado propiedades similares en otros alambres austeníticos comercializados en la actualidad<sup>2</sup>.

Dos nuevos alambres superelásticos, Ni-Ti de origen chino (comercializado como Ni-Ti por Ormco) y el Ni-Ti de origen Japonés (comercializado como sentalloy por GAC internacional, Ilandia, NY U.S.A). Fueron introducidos subsecuentemente durante los mediados de los 80s<sup>4</sup>.

Watanabe fabricó y evaluó prototipos de alambre ortodóntico el cual explotó las capacidades de superelasticidad debido al estrés inducido en transformaciones martensíticas de Ni-Ti<sup>13</sup>.

La superelasticidad es la propiedad demostrada cuando el valor de la tensión permanece justamente constante hasta un cierto punto de la formación del alambre y permanece constante mientras que el alambre se encoge. Miura y colegas han mostrado que la súper elasticidad del Ni-Ti japonés (marcado como sentalloy) le permite entregar una fuerza relativa constante por un largo periodo. Tal aplicación de fuerza es considerada fisiológicamente deseable para movimiento de los dientes y para la comodidad del paciente<sup>14</sup>.

En las aleaciones metálicas, el efecto de memoria de forma se basa en la transición que se produce entre dos fases sólidas, una de baja temperatura o martensítica y otra de alta temperatura o austenítica. Por ejemplo, el material se deforma en la fase martensítica y recupera de forma reversible sus dimensiones originales mediante el calentamiento por encima de una temperatura crítica de transición. Este efecto se muestra en la figura III.1.

Las aleaciones ferromagnéticas sufren el efecto de memoria de forma bajo la aplicación de diferentes campos magnéticos, su comportamiento es similar al de las aleaciones con memoria de forma (AMF) pero el estímulo al que responden, en vez de ser la temperatura, es el campo magnético aplicado.

Los polímeros con memoria de forma son materiales poliméricos con la capacidad de recordar su forma original. Este efecto está relacionado con la combinación de la

estructura y la morfología del polímero junto con el proceso y tecnología de programación de inclusión de la forma empleado <sup>15</sup>.

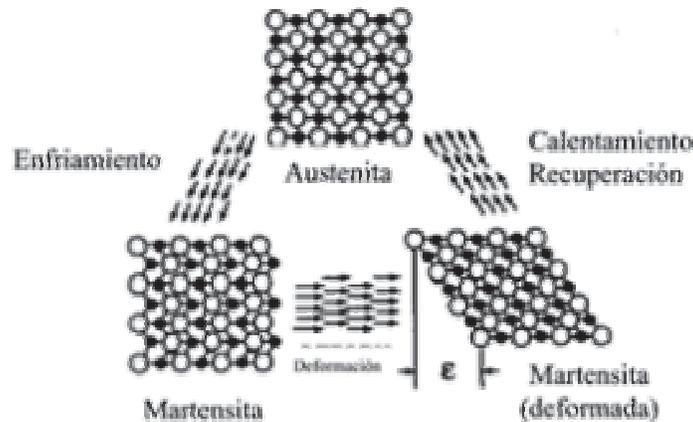


Figura III.1. Cambio en la estructura cristalina que se produce durante el cambio de fase en las aleaciones con memoria de forma.

#### III.4. Martensita

Las aplicaciones prácticas de estos materiales están implicadas en una transformación martensítica reversible (termoelástica). La fase de baja temperatura o martensita toma el nombre de una de las fases del sistema hierro-carbono, así bautizada en 1895 en memoria de Adolf Martens, aunque en este caso la transformación martensítica sea esencialmente irreversible <sup>11</sup>.

Es una estructura inestable por lo que no se encuentra en el diagrama de equilibrio, se obtiene al enfriar una aleación hierro-carbono a velocidades más rápidas que el enfriamiento a temperatura ambiente. Esta estructura tiene una forma cristalina tetragonal distorsionada. Es muy dura pero a su vez frágil. También se le conoce como solución sólida sobresaturada de carbono. Aparece en el microscopio como una masa de cristales poliformes.

Las martensitas termoelásticas están caracterizadas por su baja energía e interfaces de deslizamiento, que pueden ser manejadas con cambios pequeños de temperatura o fuerza. Como una consecuencia de esto y de las restricciones debido a la pérdida de simetría durante la transformación, la martensita termoelástica es cristalográficamente reversible <sup>5</sup>.

La aleación Ni-Ti martensítica (en el futuro terminado martensítico) ha reportado una distorsión monoclinica, triclínica o de estructura hexagonal, formas y temperaturas bajas y alto esfuerzo.

La martensita producida por la transformación de la aleación Ni-Ti es: bastante débil: 7.03 a 14.06 kg/mm<sup>2</sup> esfuerzo de deformación y es capaz de absorber hasta un 8% de la tensión recuperable <sup>5</sup>.

La martensita es altamente deformable con una tensión bastante baja <sup>5</sup>.

### **III.5. Austenita**

Solución sólida hierro-carbono con estructura cúbica centrada en las caras (f.c.c) de acuerdo con el diagrama hierro carbono se mantiene hasta 910°C la austenita cambiará a una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo llamada ferrita ( $\alpha$ ). La estructura puede disolver en su estructura hasta 2% de carbono aproximadamente. En la mayoría de los textos se emplea la letra griega  $\gamma$  (gamma) para su designación, ó a una estructura f.c.c. La austenita es una de las tres fases alotrópicas que tiene el hierro, se puede encontrar en una estructura metalográfica a temperatura ambiente después del tratamiento térmico de austemperizado. Utilizando entintado en caliente aparece en el microscopio óptico de color púrpura.

A finales de los años 80s aparecieron nuevos alambres de níquel titanio con una estructura granular austenítica activa <sup>2</sup>.

Existen dos porciones grandes de fases de Ni-Ti (en el terminado austenítico) como lo ordena bcc (CsCl-tipo) estructura (algunas veces determinado como B2), que ocurre a altas temperaturas y bajo estrés.

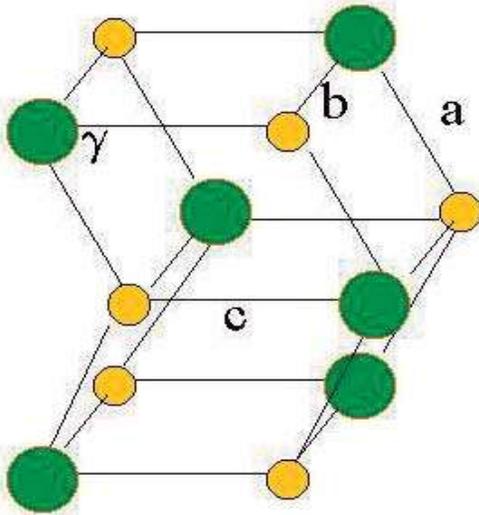
La Austenita es fuerte a 25 a 70 kg/mm<sup>2</sup> de fuerza ejercida.

Ambas formas de la aleación son: dúctiles: alargamiento hasta ruptura arriba del 25%.

Fuertes: fuerza de tensión por encima de los 140 kg/mm<sup>2</sup>.

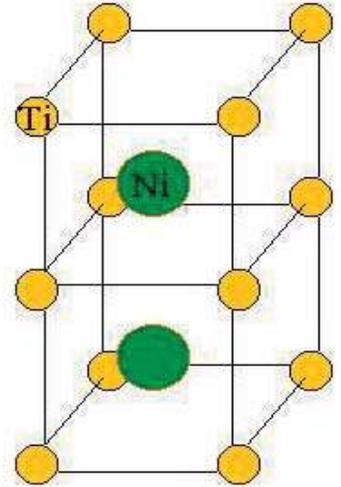
Biocompatibles y extremada resistencia a la elongación <sup>2</sup>.

## Martensite



a, b y c son diferentes  
 $\gamma \approx 96^\circ$

## Austenite



CsCl Estructura  
 $a=b=c$   
 $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

Figura.III.2 Muestra la estructura cristalina de la fase martensita y austenita <sup>5</sup>.

### III.6. Aplicaciones Médicas

A mediados del siglo XX hace su aparición en la industria el titanio, un material descubierto en 1794 por el alemán Klaproth (que ya había descubierto el uranio y el zirconio) a partir del Óxido de Titanio, el Rutilo. Pero no es hasta 1948 cuando se inicia su producción industrial principalmente en la aeronáutica, después en la industria química y nuclear y, finalmente, en la industria de toda clase de vehículos.

El titanio es un metal ligero, de baja densidad, con bajo calor específico, baja conductividad térmica y eléctrica, bajo coeficiente de dilatación, no es magnético y mejor comportamiento ante la corrosión.

El titanio puro es dúctil, la presencia de nitrógeno y oxígeno lo endurece, el carbono tiene una influencia menor. Estos elementos se añaden en cantidades muy bajas para aumentar su resistencia mecánica hasta ocho veces.

La llegada del titanio a la medicina por sus óptimas propiedades mecánicas y su biocompatibilidad supuso también una revolución en el mundo de la prótesis dental. El titanio es biocompatible, es decir, esta sustancia tiene la capacidad de permanecer inerte en el organismo, por lo que resulta muy adecuado para la restauración dental; además, el titanio apenas transmite el calor y es altamente resistente al agua, la acidez y la lejía, así como a los rayos-X.

Debido a estas características positivas del metal, hoy en día, los implantes dentales se preparan, casi exclusivamente, con titanio. Dado que su superficie se mantiene inalterable, no surge sabor a metal en la boca, no se produce ninguna irritación en las encías ni diferencias de potencial entre el titanio y otros metales <sup>16</sup>.

Dentro de las aleaciones con memoria de forma (SMA), se encuentran los llamados alambres musculares, estos son alambres delgados de alta resistencia mecánica, contruidos con una aleación de Ni-Ti llamada comercialmente "Nitinol". Se diseñó una mano articulada en la cual se realizaron experimentos con alambres musculares, contruidos de una aleación de Ni-Ti llamada "Nitinol", para realizar los movimientos y con esto lograr la aplicación en el diseño de la prótesis <sup>15</sup>.

El uso del níquel para aplicaciones médicas fue primeramente reportado en 1970. En los principios de 1980, la idea de lograr un mejor apoyo y algunas aplicaciones ortodónticas y ortopédicas fueron liberadas. Fue sólomente a mediados de 1990, de esta manera que su primer logro comercial tuvo aplicaciones en la medicina. El uso del Ni-Ti como un biomaterial es fascinante porque su superelasticidad y su efecto en la memoria de forma las cuales son propiedades completamente nuevas comparadas con las aleaciones de metal convencional <sup>6</sup>.

Metales y aleaciones encuentran múltiples aplicaciones en ortopedia, especialmente como materiales estructurales en dispositivos para la fijación de fracturas en sustitución parcial o total de articulaciones. En el ámbito de la odontología se emplean como arcos de soporte en ortodoncia para prevenir el desplazamiento dental, en la construcción de puentes, implantes y prótesis <sup>17</sup>.

Una característica de las aleaciones de memoria de forma es la superelasticidad. La martensita inducida por tensión a partir de la fase austenita del Ni-Ti, permite generar grandes deformaciones en el material que se recuperan cuando se elimina la carga. Esta propiedad posibilita aplicaciones en dispositivos utilizados en la Industria y en Medicina, y en particular los stents.

Los stents, prótesis tubulares destinadas a restablecer la capacidad de flujo en conductos corporales afectados de estenosis (estrechamiento), exigen para su correcto diseño un compromiso estricto entre sus características estructurales y las propiedades termomecánicas del material. Una suave Fuerza Crónica Expansiva, FCE, que permita una relajación gradual del estrechamiento, y una alta Resistencia a la Compresión Radial, RCR, que impida que cualquier acción externa colapse la prótesis, son algunos de los parámetros fundamentales de diseño de estos dispositivos.

Los materiales que presentan superelasticidad, en particular el Ni-Ti, son candidatos ideales capaces de cumplir los requerimientos antes citados, sin embargo, la utilización de este material requiere en el comportamiento en servicio, el conocimiento de las temperaturas de transición, las tensiones superelásticas en carga y descarga, las deformaciones máximas recuperables, etc. Igualmente, es necesario conocer la influencia del método de fabricación en estas propiedades. El análisis de los aspectos termo-mecánicos del diseño y del conformado constituye la base de este trabajo <sup>18</sup>.

### **III.7. Aplicaciones Ortodónticas de Alambres Ni-Ti**

El titanio en la ortodoncia. En 1988 *Miura, Mog, Ohura y Karibe*, aplicaron el níquel-titanio (Ni-Ti) en la confección de elementos ortodónticos como el resorte espiral, esto abrió extraordinarias perspectivas terapéuticas, lo que ha hecho que se utilice en la mayoría de las técnicas distalizadoras modernas. Este material, por su súper elasticidad, asegura fuerzas constantes y ligeras a la temperatura bucal sin importar la cantidad de activación; además, tiene una gran memoria de forma, que permite su fácil colocación a bajas temperaturas. Estos resortes producen un desplazamiento distal de 1 mm/mes, y en ausencia de los segundos molares permanentes, pueden lograrse hasta 2 mm/mes, con una pérdida de anclaje menor en este caso.

Gracias al titanio, los diseños de Crozat vuelven a tener vigencia. Pero su utilización es casi inapreciable en Europa, más frecuente en países como Estados Unidos o Japón donde la funcionalidad de los diseños de Crozat y su combinación con las aleaciones de titanio permiten una expansión de hasta 5 mm en el maxilar de un adulto. En Europa los diseños de ortodoncia para ampliaciones del arco dentario han evolucionado a partir de los diseños de Crozat y combinan en su mayoría resina con aleaciones de níquel titanio <sup>16</sup>.

Los alambres de Ni-Ti son ahora ampliamente usados en el campo de la medicina, por su efecto de memoria de forma única y súper elasticidad. Desde 1978, se han estado conduciendo estudios clínicos sobre la propiedad de súper elasticidad de alambres de arco y resortes ortodónticos redondos y rectangulares de Ni-Ti <sup>19</sup>.

Evidencias clínicas han sugerido que los alambres de Ni-Ti son más efectivos en el comienzo de la alineación dental por sus cualidades elásticas superiores. Este estudio no soporta esa impresión por lo menos en el periodo de las dos primeras visitas del paciente. Ha sido reportado que los alambres súper elásticos se quedan activos por un largo periodo, por lo tanto requieren menos cambios de arco y menos tiempo en el sillón dental <sup>20</sup>.

Los alambres de Ni-Ti son usados ampliamente hoy en clínicas ortodónticas. Mediante investigaciones en las propiedades únicas de estos alambres y resultados iniciales satisfactorios han abierto nuevos horizontes en ambas prácticas ortodónticas, investigaciones biomecánicas y practicas ortodónticas. El trabajo por Andreasen y colaboradores llevaron a el desarrollo de Nitinol, manufacturado por un proceso de endurecimiento. La forma de memoria es un fenómeno donde el alambre esta suave y fácilmente formable a bajas temperaturas, pero puede fácilmente ser regresado a su forma original cuando se calienta a una temperatura propia de transición <sup>14</sup>.

Muchos alambres ortodonticos han sido recientemente desarrollados para ayudar a llenar las necesidades de un alambre flexible con una fuerza ligera y un largo alcance de trabajo. Con la introducción reciente de dos nuevos alambres Ni-Ti (Nitinol) y aplicaciones beta ha llegado a ser mucho más completa; eligiendo por tacto puede ser erróneo y visualizando la aplicación de pruebas físicas estándares pueden ser extremadamente difíciles. Para ayudar al médico a visualizar el desenvolvimiento auténtico de varios alambres ortodónticos disponibles, un simulacro similar al de Anderson's fue inventado para demostrar gráficamente cómo cada alambre trabaja en términos de alcance de funcionamiento. "*Alcance de funcionamiento*" definido por Thurow es una medida de qué tan lejos un alambre puede ser doblado sin exceder los límites del material o cuánto puede mover a un diente con solo un ajuste <sup>21</sup>.

Los resortes abiertos de Ni-Ti fueron encontrados que producían fuerzas ligeras continuas por un largo periodo de activación. Aunque, las fuerzas producidas fueron ligeramente debajo de la escala óptima 75 -100 gr. El resorte cerrado de Ni-Ti produjo fuerzas ligeras continuas entre 75 -100 gr. por un largo periodo de activación. En contraste los resortes de acero inoxidable produjeron fuerzas pesadas que rápidamente se decayeron por pequeñas activaciones. Los datos actuales indican que los resortes de Ni-Ti producirían una fuerza relativamente constante en 7mm de movimiento de los dientes con una activación. En contraste, el acero inoxidable producirían una fuerza muy grande y decadente en un espacio pequeño de movimiento de los dientes; por lo tanto, requeriría muchas activaciones para un movimiento de dientes equivalente a los de Ni-Ti. Esto indica que el Ni-Ti es la elección superior para producir fuerzas ligeras continuas consistentemente, mientras se mueven los dientes. También son los más prácticos porque pueden ser usados por todo el arco y requieren menos activaciones, posiblemente sólo una para producir el movimiento dental deseado <sup>22</sup>.

El beta titanio fue concebido para uso ortodóntico hace más de dos décadas por Burstone y Goldberg, que reconocieron su potencial para comunicar fuerzas biomecánicas más bajas en comparación con el acero inoxidable y la aleación de cromo-cobalto-níquel.

En 1994 la corporación Ormco introdujo una nueva aleación, Koper Ni-Ti, disponible en tres variantes de temperatura de 27º, 35º, 40º correspondiendo al terminado austenítico para la conclusión del terminado martensítico-austenítico.

En un estudio reciente el alambre 27º Koper Ni-Ti contiene un pico simple en las curvas de calor y frío indicado, la transformación directa de martensítico a austenítico en calor y de austenítico a martensítico en frío, sin una fase R intermedia.

Los rayos X (XR) han sido usados extensamente para el estudio en las fases relacionadas en los alambres ortodónticos de Níquel-Titanio. Desde mediados de este siglo, casi toda la práctica ortodóntica se ha basado en el ejemplo de acero inoxidable o de una aleación de cobalto-cromo (Elgiloy; Rocky Mountain Co.), con propiedades similares. El acero inoxidable debe su resistencia frente a la oxidación a su contenido relativamente alto de cromo.

Una combinación típica para uso ortodóntico lleva un 18% de cromo y un 8% de níquel (por lo que se le suele denominar acero inoxidable 18-8). Antes de los años 50s solían utilizarse aleaciones de metales preciosos para uso ortodóntico, debido a que fundamentalmente no exigían ningún otro material que soportase las condiciones intraorales.

Al comienzo de los años 80s, después de la aparición del nitinol, pero antes de la del A-Ni-Ti, se introdujo en ortodoncia una aleación de titanio bastante diferente: el beta titanio <sup>4</sup>.

### **III.8. Aplicaciones del Ni-Ti en Endodoncia.**

La aleación de Ni-Ti ha entrado en el mundo de la endodoncia; la literatura publicada hasta la fecha es muy escasa, pero tras su revisión, se concluye que la flexibilidad del Ni-Ti hace de él un material ideal para utilizar en la fabricación de instrumentos de endodoncia. Las limas de Ni-Ti, tanto manuales como mecánicas, tienen

capacidad potencial para mejorar la capacidad de los clínicos de instrumentar sistemas de conductos radiculares curvos. Es necesario más investigación para poder definir mejor las limitaciones y fuerzas del Ni-Ti y para determinar los diseños de limas y las técnicas a utilizar para sacar el máximo partido de este exclusivo material <sup>23</sup>.

Civjan et al en 1975 <sup>24</sup>, trabajando para el Instituto de Investigación Dental del Ejército de los Estados Unidos de América del Centro Médico del Ejército Walter Reed, fueron los primeros en sugerir que la aleación de Ni-Ti poseía propiedades que se ajustaban bien a los instrumentos endodóncicos. Walia, Brantley y Gerstein <sup>25</sup> refirieron por primera vez el uso de un sistema metalúrgico totalmente nuevo, el alambre de ortodoncia de Nitinol <sup>26</sup> para la fabricación de limas de endodoncia <sup>27</sup>.

Los resultados de sus pruebas mecánicas mostraron que las limas de Nitinol tenían dos o tres veces la flexibilidad elástica de las limas de acero inoxidable, a la vez que una superior resistencia a la fractura por torsión horaria (+) y anti-horaria (-). Estos resultados sugirieron que las limas endodóncicas de Nitinol podrían ser especialmente útiles para la preparación de conductos radiculares curvos <sup>28</sup>. Las primeras limas de Ni-Ti se fabricaron a partir de alambres de ortodoncia, la composición y el procesado metalúrgicos del Ni-Ti se han adaptado para el uso endodóntico. Las fórmulas químicas específicas del Ni-Ti y sus técnicas de procesado están registradas, y han sido desarrolladas fundamentalmente mediante pruebas de ensayo y error <sup>29</sup>.

Las limas de endodoncia se fabricaron en acero al carbono desde la introducción de la primera K por la casa Kerr en 1901. Muchos de los errores de procedimientos que se producen en el transcurso de la instrumentación, especialmente en conductos radiculares curvos, se relaciona con la rigidez de estas aleaciones de acero. Los fabricantes han intentado afrontar esos problemas mediante la introducción de variaciones en el diseño de las limas, que por lo general implican modificaciones del área de la sección transversal, del ángulo y la profundidad de las espiras cortantes, y del diseño de la punta. Hasta hace muy poco, los metales o aleaciones utilizadas para la fabricación de los instrumentos de endodoncia merecieron escasa atención. El desarrollo

del Ni-Ti en los años 60 proporcionó a la profesión dental un nuevo y exclusivo metal con una potencial utilidad para el uso en endodoncia <sup>30</sup>.

## **IV. OBJETIVOS**

### **IV. 1.Objetivo General**

- ❖ Identificar la naturaleza química y características metalográficas de los alambres termoactivados Ni-Ti de tres marcas en coordinación con el Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.

### **IV.2. Objetivos Específicos**

- ❖ Determinar la naturaleza química de los alambres Ni-Ti comerciales mediante técnicas de caracterización por fluorescencia y difracción de rayos-X.
- ❖ Determinar las características metalográficas de los alambres Ni-Ti comerciales mediante técnicas de microscopía óptica y electrónica.
- ❖ Evaluar la presencia de impurezas ó segundas fases presentes en los alambres Ni-Ti y su relación sobre las propiedades mecánicas y de memoria de forma.

## V. CLASIFICACION DEL ESTUDIO

El presente estudio es del área de las ciencias básicas.

- a) Observacional: ya que se pretende visualizar por medio de técnicas de fluorescencia y difracción de rayos-X y de microscopia óptica y electrónica, la naturaleza de los alambres termo-activados 0.016 X 0.022 de las marcas comerciales TP, 3M y GAC.
- b) Comparativo: porque se pretende comparar la naturaleza de cada uno de los alambres antes mencionados.
- c) Longitudinal Prospectivo: ya que el estudio se realizara llevando un seguimiento de la naturaleza y su comportamiento de los alambres termo-activados.

## **VI. CRITERIOS DE ELIGIBILIDAD**

### **VI.1. Criterios de Inclusión:**

- ❖ Arcos rectangulares termo-activados nuevos de 0.016 X 0.022mm.
- ❖ Arcos rectangulares termo-activados de las marcas: TP, 3M y GAC.

### **VI.2. Criterios de Exclusión:**

- ❖ Arcos rectangulares termoactivados que no sean nuevos de 0.016 x 0.022 mm y que no sean de las marcas TP, 3M Y GAC.

## **VII. MATERIALES Y PREPARACION DE PROBETAS**

### **VII.1. Materiales**

Para nuestro estudio se emplearon alambres Termoactivados Ni-Ti de medidas 0.016 X 0.022 de marcas comerciales, tales como: 3M, TP y GAC.

### **VII.2. Preparación de Muestras**

Debido al reducido espesor de los alambres de estudio, se vio en la necesidad de preparar muestras que facilitaran el manejo de los mismos.

#### **Para la preparación de las muestras se emplearon dos métodos:**

- a) Encapsulamiento en frío.
  
- b) Método sobre base metálica.

#### **a) Encapsulamiento en frío.**

El encapsulamiento en frío consiste en sumergir los alambres en una mezcla de resina epóxica más endurecedor en una relación de 81% de resina con un 19% de endurecedor la cual está contenida en un molde impregnado de líquido desmoldante de marca Struers, durante un tiempo aproximado de 24 horas.

La resina endurece dejando los alambres en la superficie, lo cual nos facilita un mejor manejo de los mismos.

El procedimiento para el encapsulamiento en frío se observa en la figura VII.3.



**Figura VII.3.** Preparación de muestras por método de encapsulamiento en frío, a) resina, endurecedor y líquido desmoldante; b) moldes y c) probetas con alambres Ni-Ti.

#### **b) Montaje sobre base metálica.**

Este método consiste en pegar los segmentos de alambres Ni-Ti sobre una base metálica de acero al carbono con pegamento del tipo cianocrilato.

La base metálica de sección de 15 x 15 mm y 10 mm de espesor fue rectificada para garantizar paralelismo y un buen acabado superficial.

En una base metálica paralela, se pegaron los alambres con pegamento tipo cianoacrilato.



**Figura VII.4.** Base metálica usada para el montaje de alambres Ni-Ti.

## **VIII. TÉCNICAS Y EQUIPOS EMPLEADOS PARA EL ESTUDIO**

### **VIII.1. Fluorescencia de Rayos-X**

La técnica de fluorescencia de rayos-X está basada en la medición de los Rayos-X característicos emitidos por una muestra que ha sido excitada mediante una fuente de radiación artificial <sup>31</sup>.

El equipo empleado fue el Kevex 0700. La muestra se coloca sobre una superficie plana, excitándola durante dos minutos aproximadamente, por medio de Rayos-X, el aparato mide la intensidad de los mismos, la cual es reportada gráficamente arrojando los resultados característicos de dicha muestra.

### **VIII.2. Difracción de Rayos-X**

El fenómeno de la difracción de Rayos-X consiste básicamente en un proceso de interferencias constructivas de ondas de rayos-X que se produce en determinadas direcciones de espacio. Significa que las ondas tienen que estar en fase, lo que ocurre cuando su diferencia de trayectoria es cero o un múltiplo entero de longitudes de onda. La aplicación fundamental de la Difracción de Rayos-X es la identificación cualitativa de la composición de una muestra cristalina. La difracción está basada en las interferencias ópticas que se producen cuando una radiación monocromática atraviesa una rendija de espesor comparable a la longitud de onda de la radiación.

La difracción de Rayos-X se produce por la interacción entre el haz de Rayos-X y los electrones del entorno ordenado de un cristal debido a que las distancias entre los centros de dispersión son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda de la radiación. La cristalografía por difracción de Rayos-X consiste en medir las intensidades de los haces difractados por la muestra, un monocristal, mediante un detector adecuado, a partir de estos reconstruir matemáticamente la distribución electrónica en la celdilla unidad, cuyos máximos corresponderán de forma aproximada a las posiciones atómicas <sup>32</sup>.

El equipo utilizado fue el difractómetro D5000 SIEMENS. Las muestras se colocaron en un portamuestras giratorio en un rango de ángulo de 20 a 120°, después fueron analizadas en 3 segundos en paso de 0.020° y longitud de onda de 1.546 Angstroms (Å) con 30 kilovoltios (KV) y una corriente de 20 miliampers (mA).

### **VIII.-Técnicas de Ataque Químico de Revelado de Microestructura de Aleaciones de Ti.**

#### **A) Recomendaciones de Reactivos Específicos para Titanio y Aleaciones.**

El microscopio ha jugado un papel muy importante en las aleaciones de Titanio. El Titanio se ataca con ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico, ácido nítrico, la capa de óxido adherente sobre la superficie del Titanio y aleaciones de titanio requiere de reactivos fuertes. De esta manera, la mayoría de los reactivos para Titanio contienen ácido fluorhídrico, ácido HNO<sub>3</sub>, en agua, glicerina o ácido láctico. Cuando estos dos ácidos están presentes, el ácido HF ataca la superficie mientras que al ácido nítrico la resalta. El reactivo de Kroll, una solución acuosa diluida que contiene HF y HNO<sub>3</sub> es uno de los reactivos más viejos y más comúnmente utilizados. El reactivo de Kroll revela los detalles de la estructura y con algunas muestras revelará los límites de grano para minimizar el problema de manchas que quizá oscurecen la micro estructura, el reactivo de Kroll y reactivos similares deben ser aplicados por Swabing (tallar, frotar).

En general el swabing produce un ataque más brillante con estas aleaciones. En algunos reactivos el peróxido de hidrógeno es adicionado para reducir el manchado.

Un reactivo acuoso muy popular conteniendo hidróxido de potasio, peróxido de hidrógeno, también oscurece la fase alfa pero no afecta la fase beta. Ácido nítrico y fluorhídrico son también adicionados al ácido láctico y aplicados por swabing.

A mayores niveles de ácido fluorhídrico este ataque produce alguna acción de pulido químico, lo cual puede ser de utilidad para obtener estructuras bien definidas. Para la fase alfa de Titanio el ataque con ácido fluorhídrico al 0.05% acuoso oscurece los

granos alfa preferencialmente. Este ataque es usado por inmersión (sumergir muestra). El reactivo de Kroll produce resultados similares cuando es usado por inmersión. Ya que la fase alfa tiene una estructura cristalina hexagonal compacta, esta responde a la luz polarizada. La fase beta tiene una estructura cristalina, cúbica centrada en el cuerpo y es oscura bajo luz polarizada. Si es rotada bajo una polarización cruzada, los granos alfa presentan un contraste claro oscuro, alternado mientras que los granos beta permanecen oscuros en todos los ángulos de rotación.

El agente de Kroll (swabing) en una solución 4ml de ácido clorhídrico, 1ml de ácido sulfhídrico, 95ml de agua (inmerso 10 minutos en solución a ebullición produce resultados similares. El uso de una solución de 10ml de KOH al 40%, 5ml de agua oxigenada  $H_2O_2$  (30%) y 30ml de  $H_2O$  (1min a  $75^\circ C$ ) oscurece algo de la fase alfa acicular, produciendo un contraste mejor.

## **B) Níquel y Aleaciones.**

El Níquel resiste el ataque de soluciones alcalinas, es atacado ligeramente con ácido clorhídrico o ácido sulfhídrico diluido, y es disuelto rápidamente en ácido nítrico diluido consecuentemente, los reactivos de ataque para níquel y sus aleaciones son soluciones muy fuertes. Si la concentración de níquel es alta, esto puede hacer difícil el ataque de las muestras de níquel, el ataque de los límites de grano es relativamente fácil de obtener, pero el contraste de los granos es difícil. El uso de reactivos electrolíticos es muy popular.

El ataque con el reactivo de tinte Beraha (100ml de una solución de una parte ácido fluorhídrico y dos partes de agua adicional 1gr. de meta bisulfito de potasio; 1gr. de cloruro  $FeCl_3$  también se adiciono para el X750) produjo una coloración excelente y el desarrollo completo de la estructura de grano en ambas muestras.

La micro estructura de las superaleaciones base níquel es muy compleja. El endurecimiento se obtiene por precipitación de la fase gama prima  $Ni_3Al$  o está  $Ni_3Ti$ .

Varios tipos de carburos, boruros y carburos de Ti, pueden estar presentes. La fase gamma prima es muy pequeña y es mejor observarla por métodos de microscopía electrónica, excepto cuando las aleaciones están sobre envejecidas. Varios reactivos de ataque preferencialmente atacan la fase gama prima, la dejan en alivio. Las partículas de gama prima tienen forma cúbica o esférica.

**C) Fórmulas Recomendadas para revelar microestructuras en Aleaciones Ni-Ti.** <sup>33,34,35</sup>

- 1.- a) Fórmula: 50ml. de ácido HNO<sub>3</sub>, 50ml. de ácido acético, (50ml opcional).  
b) Procedimiento: debe usarse fresco, bajo una campana de extracción y no almacenar. La muestra debe de estar inmersa o por el método de swabing de 5 a 30 seg.  
c) Materiales: aleaciones níquel-cobre y aleaciones Ni-Ti.
  
- 2.- a) Fórmula: 10ml. ácido fluorhídrico, 25ml. ácido nítrico, 150ml agua.  
b) Procedimiento: con el método de Swabing, la muestra debe ser atacada de 5 a 30 seg.  
c) Materiales: aleaciones Ni-Ti.
  
- 3.- a) Fórmula: Solución A y B.  
La solución A lleva una parte de ácido Clorhídrico y dos partes de agua.  
La solución B una parte ácido Clorhídrico y una parte de agua.  
b) Procedimiento: sumergir la muestra de 60 a 150 seg. cuidar que la muestra esté en movimiento. Adicionar de 6 a 7 gr. de metabisulfito de potasio a 100ml. de la solución A.  
c) Materiales: reactivo de tinte de Beraha para aleaciones base níquel.

## Preparación y Ataque de Muestras para Aleaciones Ni.

Preparación del Níquel:

El níquel es tóxico para la piel y sistema respiratorio y puede causar alergias.

I: el níquel con pureza de 98.5 a 99.8 Ni carbonil.

Ni 200 con pureza 99.5.

Ni electrolítico 99.5 a 99.8; el Ni es usado para galvanizado y recubrimientos. El Ni puro de 90 a 99.5% es usado en equipos de laboratorio, el Ni puro es resistente y tiende a formar manchas y capas deformadas.

4.- a) Fórmula: 0.01-1gCrO<sub>3</sub>, 100ml HCL

b) Procedimiento: dejar a la solución reposar unos cuantos minutos antes de usarse, sumergir de unos cuantos segundos a unos cuantos minutos.

c) Materiales: aleaciones Ni.

5.- a) Fórmula: 50-5ml ácido acético, 10ml HNO<sub>3</sub>, 85ml H<sub>2</sub>O

b) Procedimiento: usar recién hecho y no almacenarlo, en celda electrolítica a 1.5 voltios de 20 a 60 segundos, usar alambres de platino como conductores de voltaje.

c) Materiales: aleaciones Ni.

**Materiales: Ni puro y Aleaciones con alto contenido de Níquel.**

Níquel puro y aleaciones con alto contenido de níquel, aleaciones Ni-Ti y níquel-cobre, revela los límites de grano, condiciones de 5 a 30 segundos, usar directamente después de preparada la muestra y no almacenar.

6.- a) Fórmula: 100ml de ácido Hidroclorhídrico al 32%, 0.1 – 1 gr. de óxido de cromo (VI).

b) Procedimiento: desde segundos a minutos.

c) Materiales: níquel-aluminio, molibdeno-níquel, níquel-titanio.

7.- a) Fórmula: 1-3 ml de ácido selénico, 20-30 ml de ácido clorhídrico, 100 ml de etanol.

b) Procedimiento: sumergir la muestra de 1-4 minutos a 20°C. los carburos se colorean y la fase gama prima, la matriz no se afecta.

c) Materiales: aleaciones Ni.

8.- a) Fórmula: 85 ml de agua destilada, 10 ml de ácido nítrico, 5 ml ácido acético glacial.

b) Procedimiento: no almacenar la solución, de 20 a 60 segundos, 1.5 volts corriente directa. Produce contraste del grano.

c) Materiales: níquel y aleaciones de níquel, níquel-plata, níquel-aluminio, níquel-cromo, níquel-cobre, níquel-fierro y níquel-titanio.

- 9.- a) Fórmula: 25 ml ácido clorhídrico, 3 gr. bifluoruro de amonio, 125 ml agua, unos cuantos granitos de metabisulfito de potasio.  
b) Procedimiento: mezcla fresca. (Para solución de stock, mezclar primero los 3 componentes, adicionar el metabisulfito de potasio justo antes) y sumergir de unos cuantos segundos a unos cuantos minutos.  
c) Materiales: Ni-Ti.
- 10.- a) Fórmula: 3ml ácido selénico, 10ml ácido clorhídrico, 100 ml de metanol al 95% o etanol al 95%  
b) Procedimiento: sumergir de 1-15 minutos (hasta 30% de ácido clorhídrico puede utilizarse para una acción mas vigorosa, estable de 3-9 días, dependiendo de las concentraciones de ácido clorhídrico.  
c) Materiales: aleaciones Ni-Ti.
- 11.- a) Fórmula: 10 gr. óxido de cromo, 3 gotas de ácido clorhídrico, 100 ml de agua.  
b) Procedimiento: adicionar el ácido clorhídrico justo antes de usarse, sumergir de 3 a 30 segundos.  
c) Materiales: Aleaciones Ni.
- 12.- a) Fórmula: 0.1-1 gr. de óxido de cromo  $\text{CrO}_3$ , 100 ml de ácido clorhídrico.  
b) Procedimiento: permitir a la solución un madurado de unos cuantos minutos antes de usarse, sumergir o tallar de pocos segundos a unos cuantos minutos.  
c) Materiales: aleaciones Ni.

En la tabla VIII.1. se muestran de manera general los reactivos químicos empleados,

Tabla VIII.1. Reactivos químicos utilizados.

Nombre del reactivo químico	Formula	Observaciones:
Ácido Clorhídrico	HCl	Los reactivos fueron proporcionados por el Laboratorio de Análisis Químico del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la U.M.S.N.H.
Acido Acético Glacial	CH <sub>3</sub> COOH	
Acido Nítrico	HNO <sub>3</sub>	
Oxido de Cromo	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
Metabisulfito de Potasio	K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	
Cloruro Férrico	FeCl <sub>3</sub> .	
Acido Fluorhídrico	HF	

### VIII.3. Análisis por Microscopía Óptica de Reflexión

Para el análisis de microscopía óptica de reflexión se sometieron los alambres a una preparación metalográfica, que consta de los siguientes pasos:

a) Lijado. - El lijado de las muestras, fue realizado en forma manual, sobre las probetas directamente, con lija de carburo de silicio grado 400, 600 y 1000 Grit, empleando suficiente agua como enfriador.

b) Pulido. - Se usaron paños Lecloth, con pastas de diamante sintético de 6, 3 y 1 micras (µm) con lubricante-dispersante-enfriador Ultra Lap Diamond Extender. Los paños fueron colocados en platos porta-paños de la pulidora LECO SS1000, la cual fue operada con una velocidad de 150 rpm. La superficie de los alambres al término del pulido queda libre de ralladuras y marcas, dando como resultado una superficie espejo. Finalmente, la probeta se lavó con alcohol sobre la superficie pulida y secada con aire frío a presión.



**Figura VIII.5. Pulidora LECO SS1000**

c) Limpieza ultrasónica.- antes del ataque, la probeta es sometida a una limpieza ultrasónica, sumergiéndola en acetona durante 7 minutos, eliminando cualquier tipo de suciedad.



**Figura VIII.6. Equipo de Limpieza Ultrasónica Branson 1210**

d) Ataque.- Las muestras fueron atacadas con varios reactivos químicos obtenidos de la bibliografía (<sup>33,34 y 35</sup>).

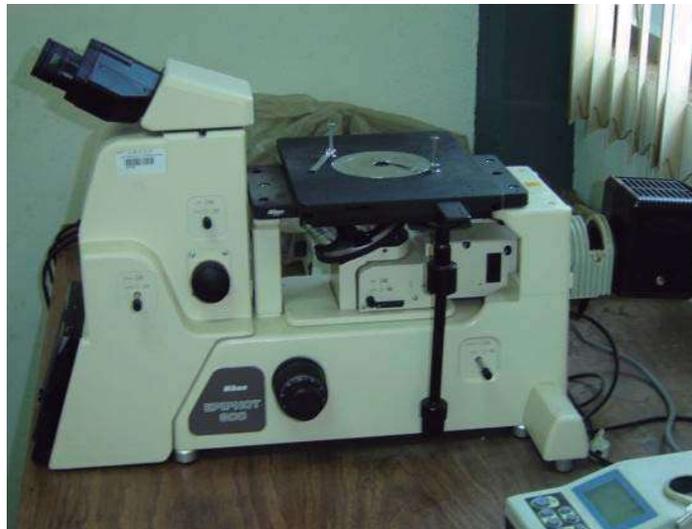
Las técnicas de ataque empleadas fueron:

1) Inmersión: la probeta se sumerge en el reactivo durante el tiempo recomendado en la bibliografía.

2) Swabing: se frota la superficie pulida con un algodón impregnado del reactivo químico durante el tiempo recomendado por la bibliografía.

Se realizaron pruebas pre eliminales las cuales consistieron en variar los tiempos de ataque y cantidades de concentración de los reactivos, esto con el fin de obtener mejores resultados.

Posteriormente, las muestras atacadas fueron observadas en un microscopio óptico de reflexión que se muestra en la figura VIII.7



**Figura VIII.7. Microscopio NIKON EIPHOT 300.**

#### VIII.4. Análisis por Microscopía Electrónica de Barrido:

El objetivo central del análisis de microscopio electrónico de barrido (MEB) fue caracterizar la microestructura del soporte, determinando la morfología y estimando el tamaño de los granos así como también observar el grado de porosidad <sup>36</sup>. Para el análisis por microscopía electrónica de barrido, fue necesaria la preparación de muestras de la misma manera que para el análisis de microscopía óptica de reflexión.

Al final se realizó un sobreataque que permitió una mejor observación, ya que consume los granos de la matriz revelando los límites de grano en bajo relieve. La fórmula con la cual se llevó a cabo el sobreataque se presenta en la tabla VIII.2.

Tabla VIII.2. Fórmula de sobreataque empleada.

Composición del reactivo	Tiempo de ataque	Técnica de ataque
Mezcla de: 20 mililitros de agua destilada + 10 mililitros de ácido clorhídrico + 0.1 gramos de metabisulfito de potasio + 0.05 gramos de cloruro férrico.	15 segundos	Inmersión

El microscopio electrónico de barrido empleado es un SEM (Scanning Electron Microscopy) modelo JSM 6400, marca JEOL, equipado con microanálisis EDS (Energy Dispersive Spectroscopy), con resolución a 35 kV. El área de la muestra a ser examinada es irradiada con un haz de electrones firmemente enfocado, que puede ser estático o de barrido sobre la superficie de la muestra. El tipo de señales utilizadas cuando el haz incide sobre la muestra incluyen electrones secundarios, retrodispersados, y Rayos-X característicos.



**Figura VIII.8. Microscopia Electrónica de Barrido.**

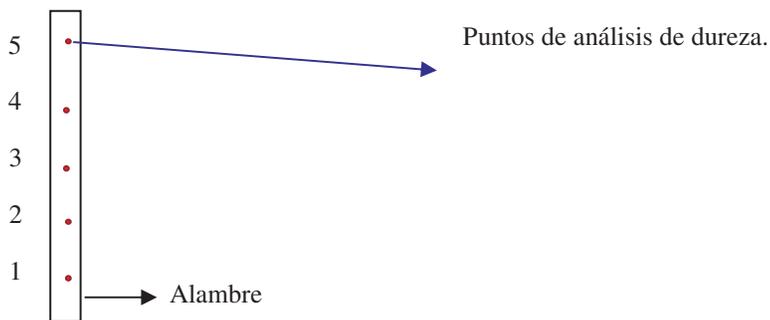
La secuencia para la observación de muestras en el MEB es la siguiente:

- a) Colocación de los alambres en el porta muestras del microscopio electrónico de barrido.
- b) Introducción del portamuestras en la cámara de vacío del microscopio.
- c) Observación de muestras.
- d) Microanálisis EDS.

### VIII.5. Ensayo de dureza

Este tipo de ensayo consiste en aplicar y comprimir progresivamente sobre la probeta, bajo la acción de una carga estática conocida, un penetrador de forma determinada. La muestra se coloca sobre una plataforma rígida, y la aplicación de la carga se realiza directamente o mediante un sistema de palancas. La dureza se expresa, de acuerdo con el ensayo efectuado, mediante un número que es inversamente proporcional a la profundidad de penetración para unas condiciones de carga y del penetrador determinado, o bien proporcional a la carga medida que ha actuado sobre la superficie de penetración.

El análisis de dureza Vickers para cada alambre, se muestra en la Figura VIII.9.



**Figura VIII.9. Análisis de dureza Vickers de cada alambre.**

## **IX. RESULTADOS Y DISCUSION.**

### **IX.1. Resultados de Fluorescencia de Rayos-X**

Mediante esta técnica es posible determinar la composición química elemental de un material cristalino o amorfo. Su principio de funcionamiento esta basado en el espectro característico emitido por un elemento cuando es irradiado por un haz de Rayos-X. El haz de RX es suficientemente energético para excitar los electrones en sus órbitas mas cercanas al núcleo K y L, y es cuando la energía es reemitida en forma de radiación característica a los elementos presentes en el material. La radiación resultante se encuentra también en la región correspondiente al espectro electromagnético de los RX.

El equipo para la producción y análisis de este espectro, consiste de un tubo de RX, la muestra y un detector Si (Li). La precisión de la medición del número de cuentas, depende de la concentración del elemento desconocido en la muestra. El método de análisis por esta técnica es cualitativo y, puede ser cuantitativo mediante el uso de estándares<sup>37</sup>.

Los resultados de los elementos químicos que se encontraron presentes en la aleación por arriba del 1% son el níquel y titanio se muestran en las tablas IX.3., IX.4 y IX.5 para los diferentes alambres.

Tabla IX.3.Elementos químicos presentes en las aleaciones bajo estudios determinados por fluorescencia de rayos-X, en alambres GAC.

<b>Alambre GAC</b>						
<b>Elemento</b>	<b>No. Atómico</b>	<b>Línea espectral</b>	<b>Energía calibrada</b>	<b>Energía medida</b>	<b>Cuentas/segundo</b>	<b>% de error</b>
Ti	22	K-Alpha 1	4.510	4.510	562.2	0.6
Ti	22	K-Alpha 2	4.504	4.504	385.2	1.4
Ti	22				847.4	0.3
Ni	28	K-Alpha1	7.477	7.477	2011.	0.3
Ni	28	K-Alpha 2	7.460	7.460	1029.	0.7
Ni	28				3040.	0.2

Tabla IX.4. Elementos químicos presentes en las aleaciones bajo estudios determinados por fluorescencia de rayos-X, en alambres TP.

<b>Alambre TP.</b>						
<b>Elemento</b>	<b>No. Atómico</b>	<b>Línea espectral</b>	<b>Energía calibrada</b>	<b>Energía medida</b>	<b>Cuentas/segundo</b>	<b>% de error</b>
Ti	22	K-Alpha 1	4.510	4.510	638.3	0.6
Ti	22	K-Alpha 2	4.504	4.504	323.8	1.3
Ti	22				962.1	0.3
Ni	28	K-Alpha 1	7.477	7.477	2330.	0.3
Ni	28	K-Alpha 2	7.460	7.460	1192.	0.7
Ni	28				3522.	0.1

Tabla IX.5. Elementos químicos presentes en las aleaciones bajo estudios determinados por fluorescencia de Rayos-X, en alambres 3M.

<b>Alambre 3M</b>						
<b>Elemento</b>	<b>No. Atómico</b>	<b>Línea espectral</b>	<b>Energía calibrada</b>	<b>Energía medida</b>	<b>Cuentas/segundo</b>	<b>% de error</b>
Ti	22	K-Alpha 1	4.510	4.510	507.8	0.7
Ti	22	K-Alpha 2	4.504	4.504	257.6	1.5
Ti	22				765.3	0.4
Ni	28	K-Alpha 1	7.477	7.477	1834.	0.3
Ni	28	K-Alpha 1	7.460	7.460	938.8	0.6
Ni	28				2773.	0.2

**Discusión:**

Los elementos detectados por arriba del 1% son el níquel y el titanio. De acuerdo con esta técnica los únicos elementos presentes son níquel y titanio lo cual garantiza que se trata de una aleación binaria níquel-titanio. Algunas impurezas no pueden ser detectadas por esta técnica.

## IX.2. Resultados de Difracción de Rayos-X

En las figuras IX.10, IX.11, IX.12, se presentan los resultados de difracción de rayos-X en las muestras GAC, TP Y 3M, respectivamente.

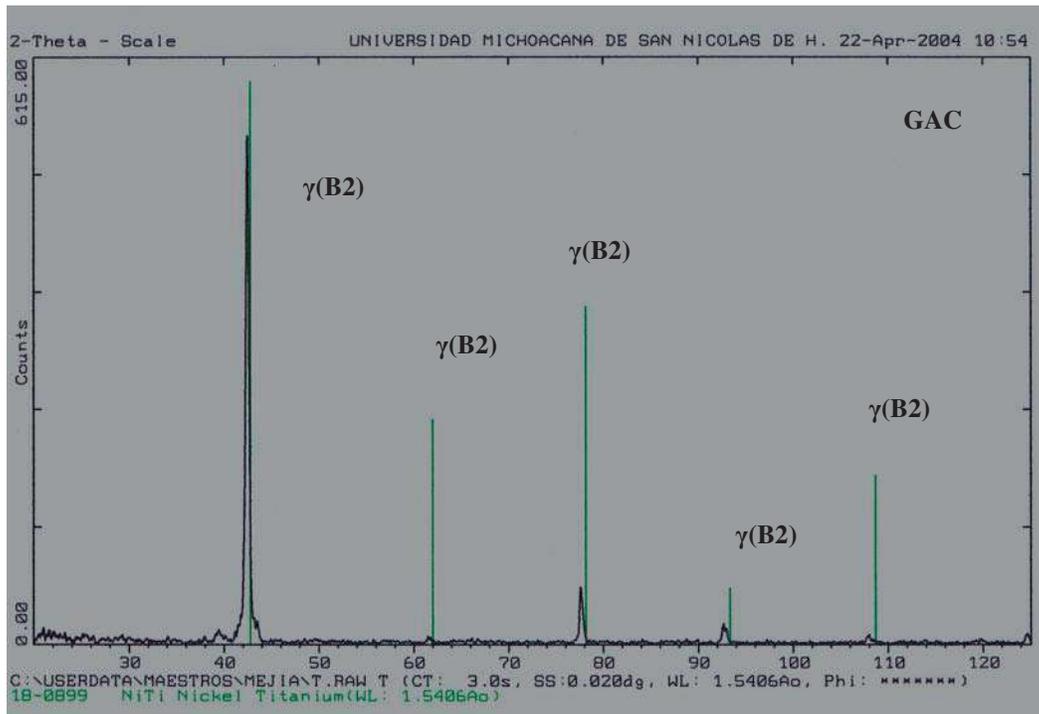


Figura IX.10 Difractograma de rayos-X de la muestra GAC.

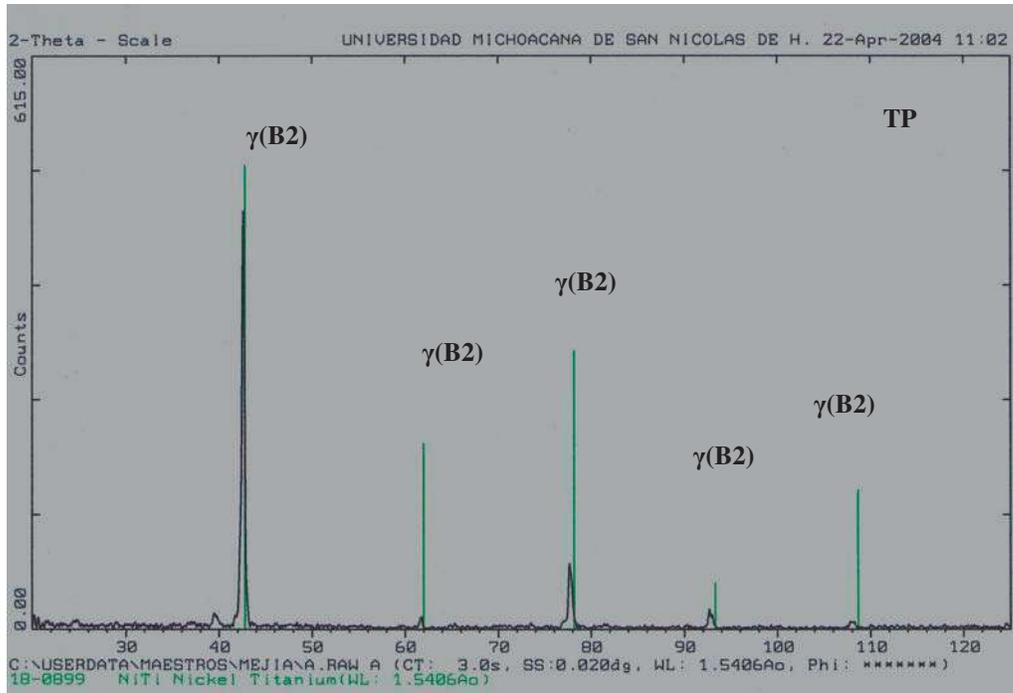


Figura IX.11 Difractograma de rayos-X de la muestra TP.

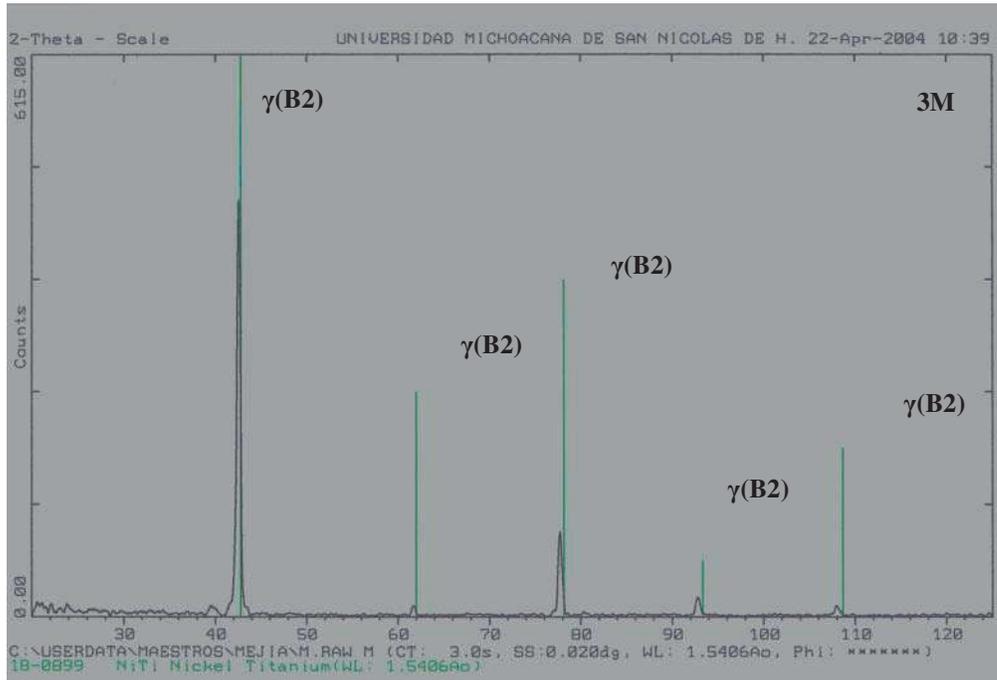


Figura IX.12. Difractograma de rayos-X de la muestra 3M.

El análisis de difracción de Rayos-X nos indica que se trata de una aleación Ni-Ti con estructura cristalina correspondiente a la AUSTENITA. (Estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo, BCC B2). Todos los difractogramas muestran los picos correspondientes a la estructura cúbica, tal y como se puede apreciar en la carta JCPDS-ICDD 18-899 (Fig. IX.13).

18-899

JCPDS-ICDD Copyright (c) 1995 PDF-2 Sets 1-45 database

Quality:

		d Å	Int.	h	k	l
NiTi						
Nickel Titanium		2.111	100	1	1	0
		1.496	40	2	0	0
		1.222	60	2	1	1
		1.059	10	2	2	0
		0.948	30	3	1	0
Rad: CuKα1	Lambda: 1.54050	Filter: Ni	d-sp: D.S. -114.6			
Cutoff:	Int:	I/Icor:				
Ref: Dwight, Private Communication, (1965)			0.865	20	2	2
			0.8012	70	3	2
Sys: Cubic	S.G.: Fm3m (221)					
a: 2.998	b:	c:	A:	C:		
A:	B:	C:	Z: 1	mp:		
Ref: Dwight, Trans. Am. Inst. Min. Eng., 215 283 (1959)						
Dx: 6.569	Dm:	SS/POM: F7-5(.104,13)				
ea:	nb:	ay:	Sign:	2V:		
Ref:						
Suprlattice lines were not detected. CIGs type. PSC: cP2. Mwt: 106.60. Volume[CD]: 26.95.						

Strong lines: 2.11/1 1.22/6 1.50/4 0.80/7 0.95/3 0.87/2 1.05/1 0.80/1

Figura IX.13 Carta 18-899 de difracción de Rayos-X de la base de datos JCPDS-ICDD.

**Discusión:** Los resultados de difracción de Rayos-X de las diferentes muestras comparados con la base de datos JCPDS-ICDD (figura IX.13 Carta 18-899) y se corrobora que se trata de la aleación Ni-Ti con estructura del tipo CsCl, sistema cúbico centrado en el cuerpo BCC (B2) correspondiente a la fase denominada Austenita. Los tres materiales presentan los mismos picos en el difractograma, lo cual significa que presenta la misma estructura cristalina.

### IX.3. Resultados de Microscopía Óptica de Reflexión

#### IX.3.1. Resultados preliminares

Se realizaron pruebas preliminares con los diferentes reactivos recomendados en bibliografía, para revelar la microestructura de la aleación Ni-Ti. A continuación se presentan los resultados preliminares obtenidos.

##### Prueba No. 1

Reactivo: 7.05 ml ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), 1.6 ml ácido fluorhídrico (HF), 82.7 ml  $\text{H}_2\text{O}$ .

Material: alambre TP.

Técnica de ataque: por inmersión.

Tiempo de ataque: en TP se dieron 190 seg.

En TP se observaron unos puntos negros y unos granos alargados.

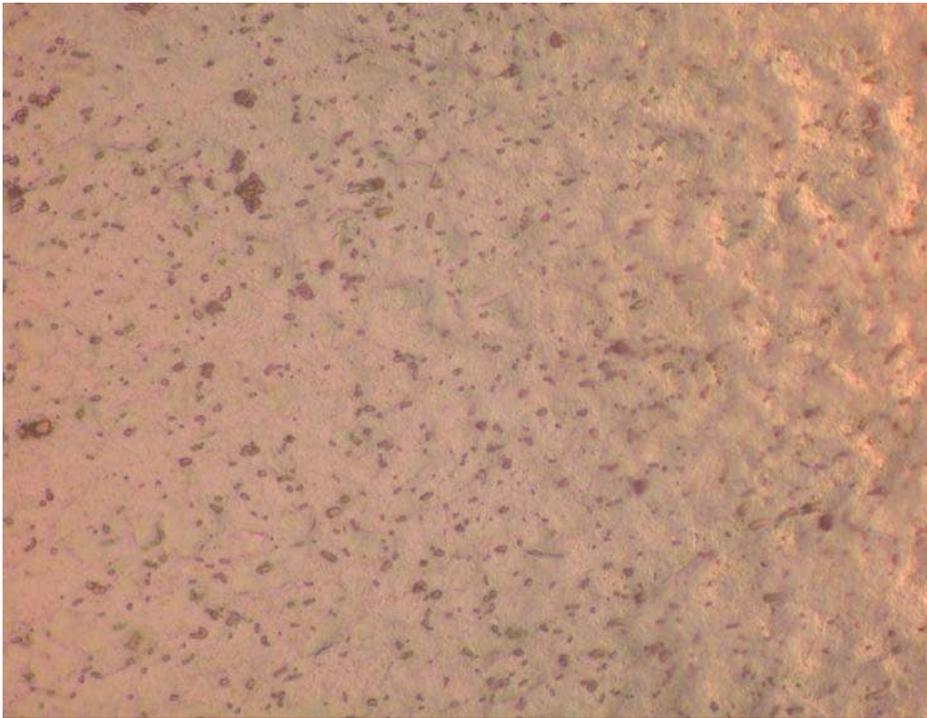


Figura IX.3.14.  
Micrografía del alambre TP.

## Prueba No. 2

Reactivo: 14.1 ml ácido nítrico, 3.2 ml ácido fluorhídrico, 82.7 ml agua.

Material: alambre TP.

Técnica de ataque: por inmersión.

Tiempo de ataque: 190 seg.

**Observaciones:** se empezó a observar una zona más definida en los extremos del alambre pero ya se empezaba a quemar. Se vio que los extremos del alambre son las partes que mas se empezaron a marcar preferencialmente.

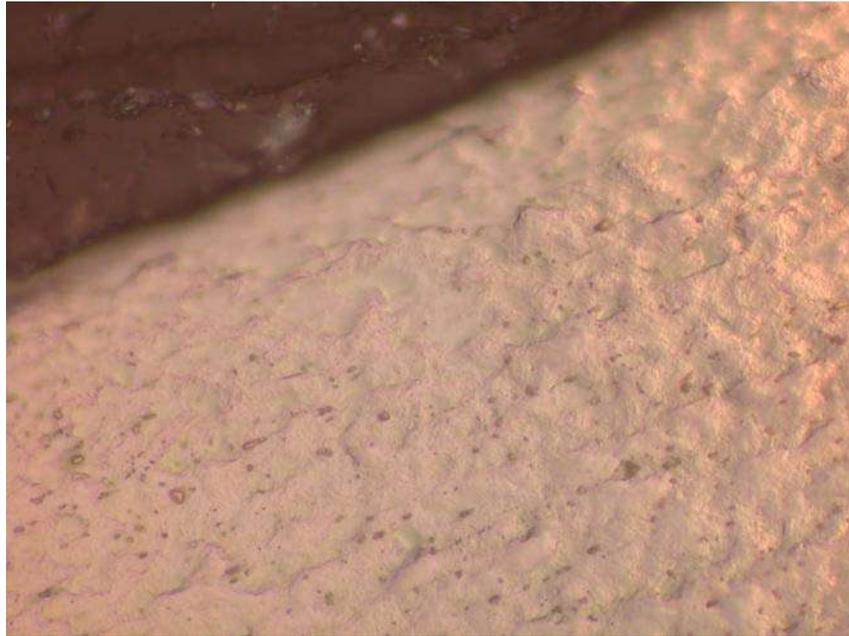


Figura IX.3.15. Micrografía del alambre TP. de la prueba no.2

### Prueba No. 3

Reactivo: 50 ml HNO<sub>3</sub>, 50 ml ácido acético.

Material: alambre GAC.

Técnica de ataque: por inmersión.

Tiempo de ataque: 400 seg.

**Observaciones:** no se reveló nada.

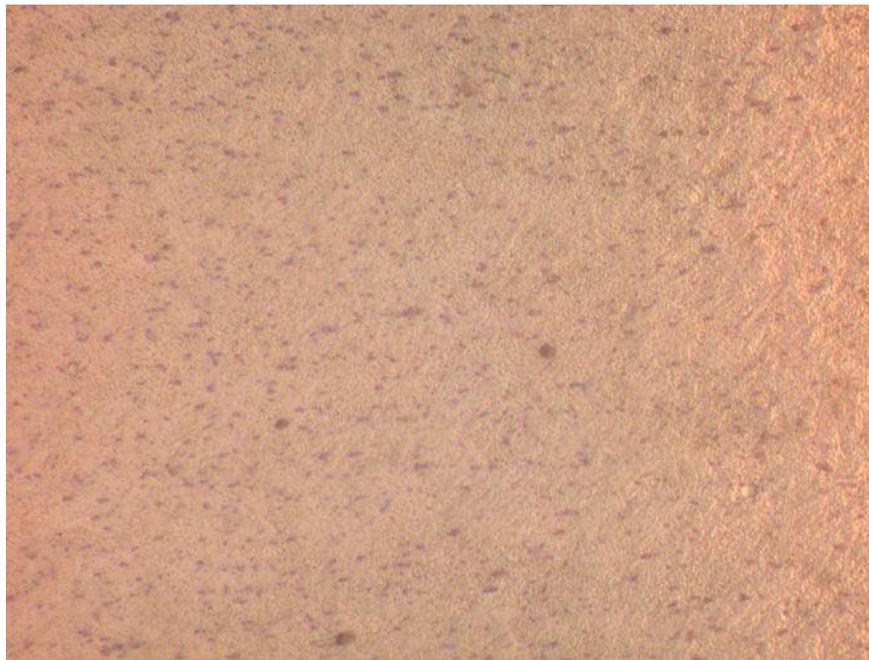


Figura.IX.3.16. Micrografía del alambre GAC .

#### Prueba No. 4

Reactivo: 25 ml ácido nítrico, 25 ml ácido acético.

Material: alambre TP.

Técnica de ataque: método de swabing.

Tiempo de ataque: llegamos a 15 minutos.

**Observaciones:** no se observó nada.

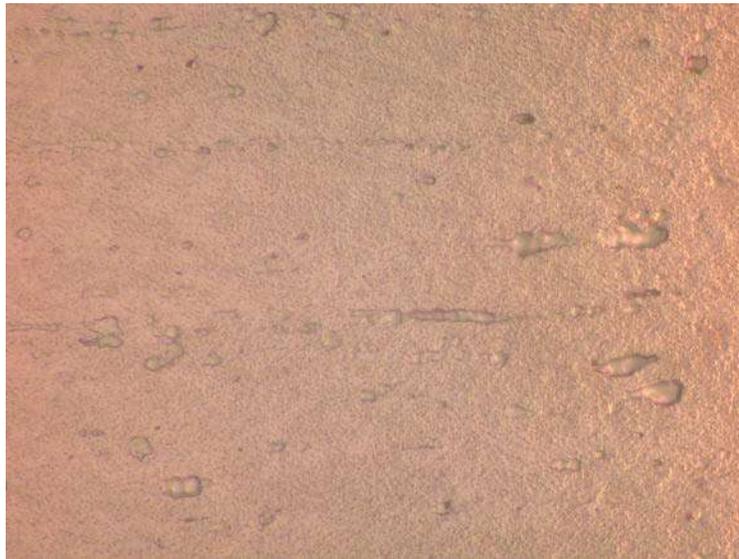


Figura IX.3.17. Micrografía del alambre TP de la prueba no. 4.

### Prueba No. 5

Reactivo: 39.5 ml agua, 7.5 ml ácido nítrico, 3.0 ml ácido Fluorhídrico.

Material: alambre GAC.

Técnica de ataque: método de swabing.

Tiempo de ataque: 60 seg.

**Observaciones:** se observaron unos granos alargados, así algunas zonas amarillas y otras color verdosas, también se notó que los extremos se revelaron más, así como que algunas zonas estaban sobre atacadas

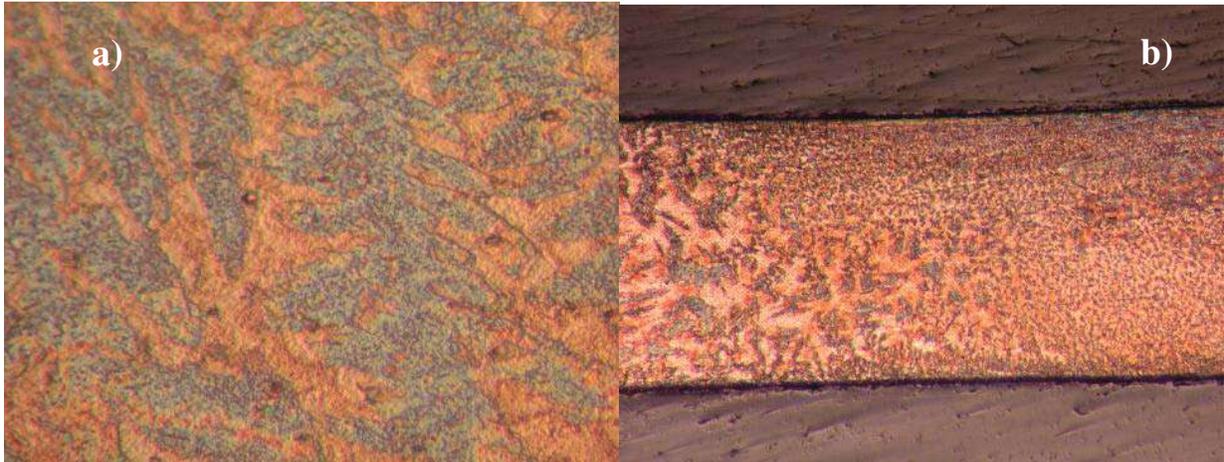


Figura IX.3.18. micrografía del alambre GAC.

- a) Se observan granos alargados así como zonas amarillas y verdosas.
- b) Los extremos del alambre se revelan más.

### Prueba No. 6

Reactivo: 39.5 ml agua, 7.5 ml ácido nítrico, 3.0 ml ácido fluorhídrico.

Material: alambre 3M

Técnica de ataque: por inmersión.

Tiempo de ataque: 60 seg.

**Observaciones:** se observaron figuras en forma de helechos en diferentes tamaños.

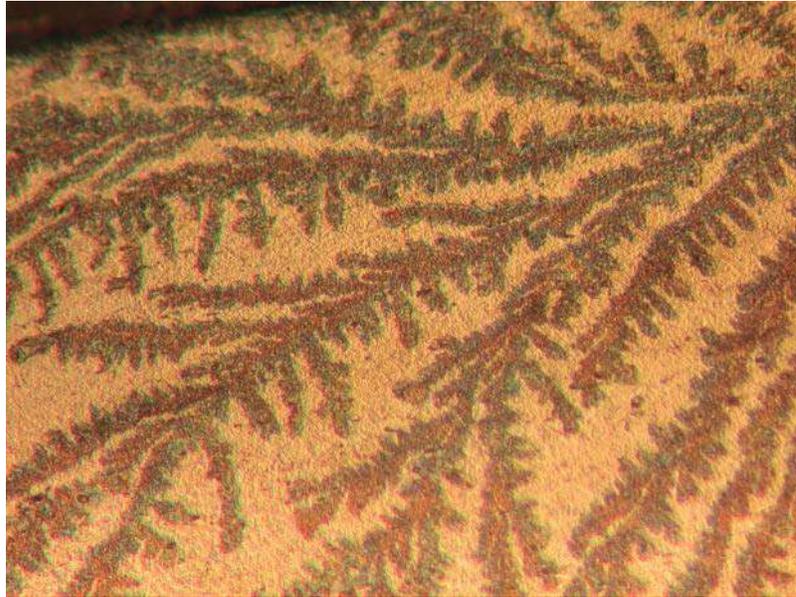


Figura IX.3.19. Micrografía del alambre 3M se revelaron figuras en forma de helechos.

#### IX.4. Resultados Finales de Microscopía Electrónica de Barrido.

##### Prueba No. 7

Reactivo: solución de Stock (15 ml de ácido clorhídrico, 15 ml agua destilada).

Material: alambre 3M (1,2).

Técnica de ataque: por inmersión.

Tiempo de ataque: alambre # 1-2 min. y alambre # 2-1 min.

**Observaciones:** se observaron algunos precipitados y un poco de la micro estructura en los alambres.

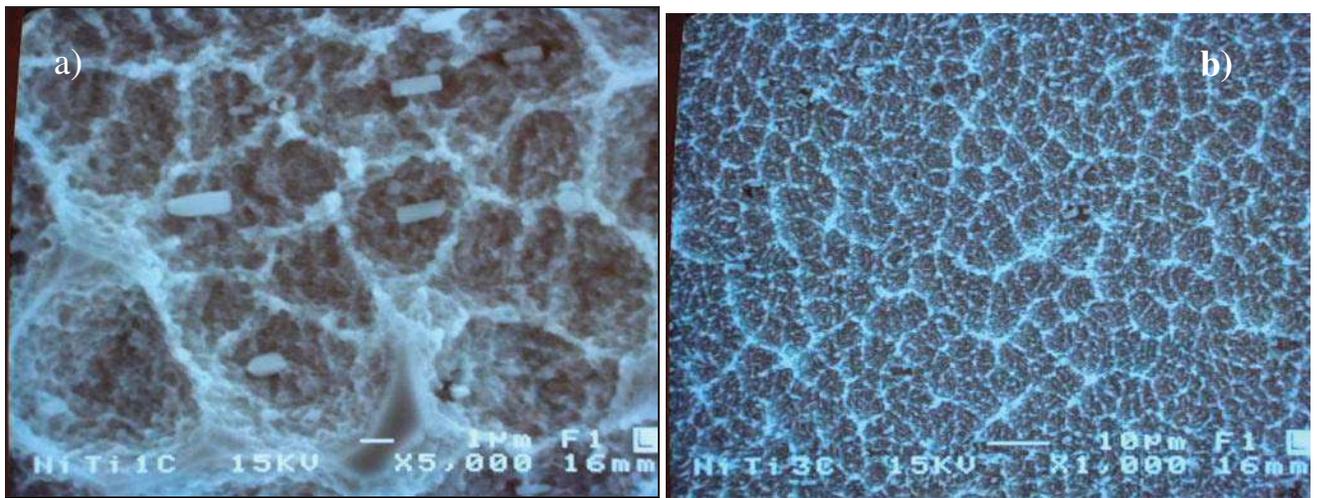


Figura IX.3.20. Micrografía del alambre 3M.

- a) Muestra la presencia de los precipitados, los cuales tienen un tamaño promedio de  $2\mu\text{m}$ .
- b) Presenta el tamaño de grano, el cual en promedio es de  $7\mu\text{m}$ .

### Prueba No. 8

Reactivo: 0.3 grs de meta-bisulfito de potasio, 0.15 grs de cloruro férrico, 15 ml de solución stock b.

Material: alambre 3M.

Técnica de ataque: por inmersión.

Tiempo de ataque: 45 seg.

**Observaciones:** se reveló y se llevó a observar al microscopio.

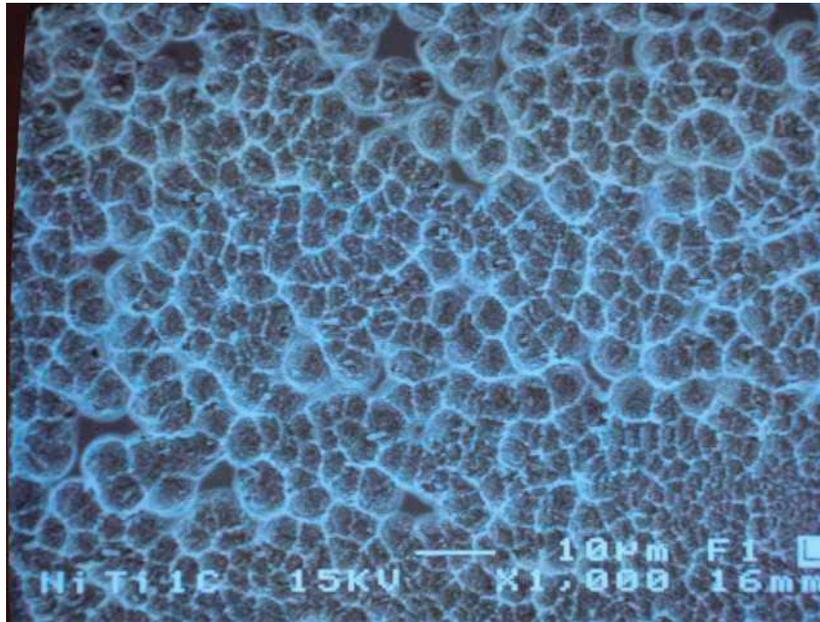


Figura IX.3.21. Micrografía del alambre 3M donde se muestra el tamaño de grano.

### Prueba No. 9

Reactivo: 20 ml agua, 10 ml ácido clorhídrico, 0.1 grs. meta-bisulfito de potasio, 0.05 grs. cloruro ferrico.

Material: alambre GAC.

Técnica de ataque: por inmersión.

Tiempo de ataque: alambre #1-15 seg. y alambre #2-30 seg.

**Observaciones:** se observo que se carcome el material

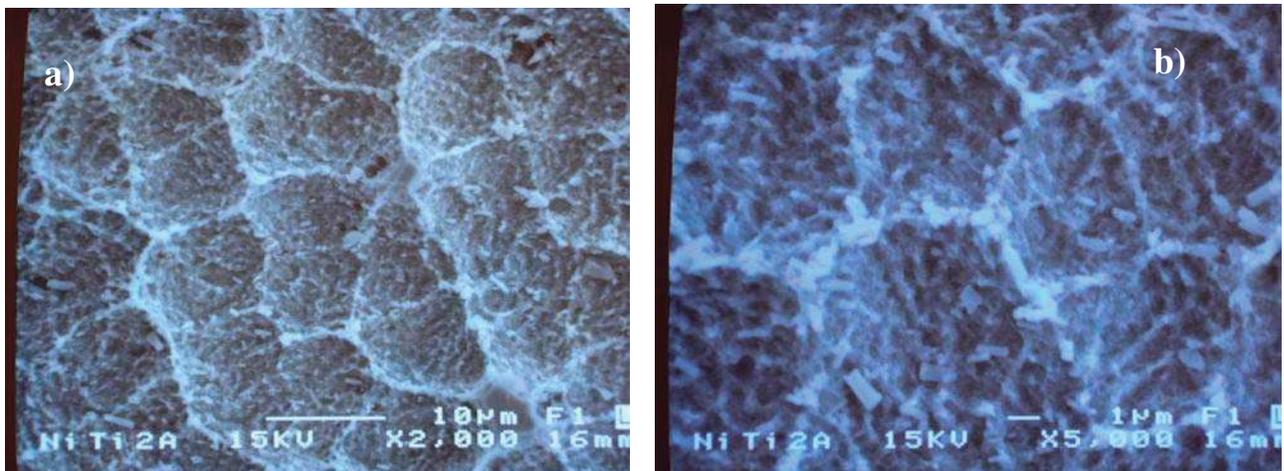


Figura IX.3.22. Micrografía del alambre GAC.

- a) Muestra el tamaño de grano, así como su tamaño promedio es de 14  $\mu\text{m}$ .
- b) Se observa la presencia de precipitados, así como su tamaño promedio de 1.5  $\mu\text{m}$ .

### Prueba No. 10

Reactivo: 20 ml agua, 10 ml ácido clorhídrico, 0.1 grs. meta-bisulfito de potasio, 0.05 grs. cloruro férrico.

Material: alambre TP.

Técnica de ataque: por inmersión.

Tiempo de ataque: alambre #1-10 seg. y alambre # 2-30 seg.

**Observaciones:** se reveló y se llevó a observar al microscopio.

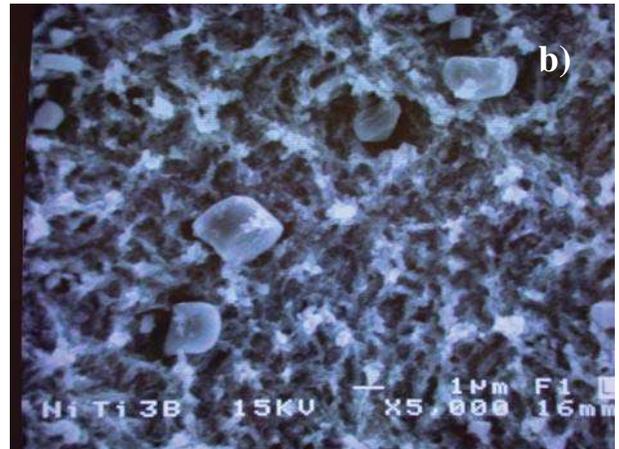
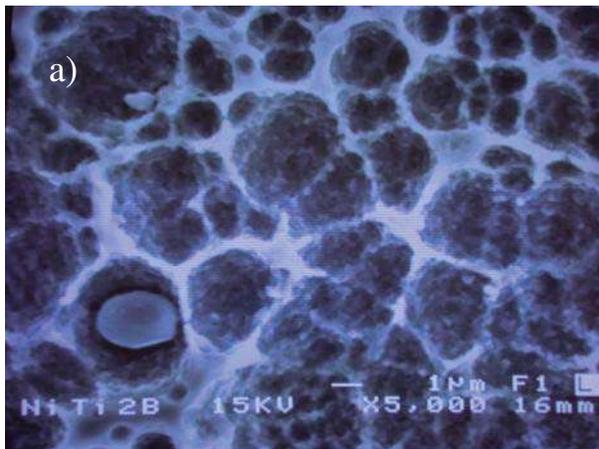


Figura IX.3.23. Micrografía del alambre TP.

- a) Muestra el tamaño de grano, el cual tiene un promedio de 4 $\mu$ m.
- b) Se observa la presencia de precipitados en mayor cantidad y tamaño, los cuales tienen un tamaño promedio de 2 $\mu$ m.

o

### Prueba No. 11

Reactivo: 20 ml agua, 10 ml ácido clorhídrico, 0.1 grs. meta-bisulfito de potasio, 0.05 grs. cloruro férrico.

Material: alambre 3M.

Técnica de ataque: por inmersión.

Tiempo de ataque: 60 seg.

**Observaciones:** se reveló y se llevó a observar al microscopio.

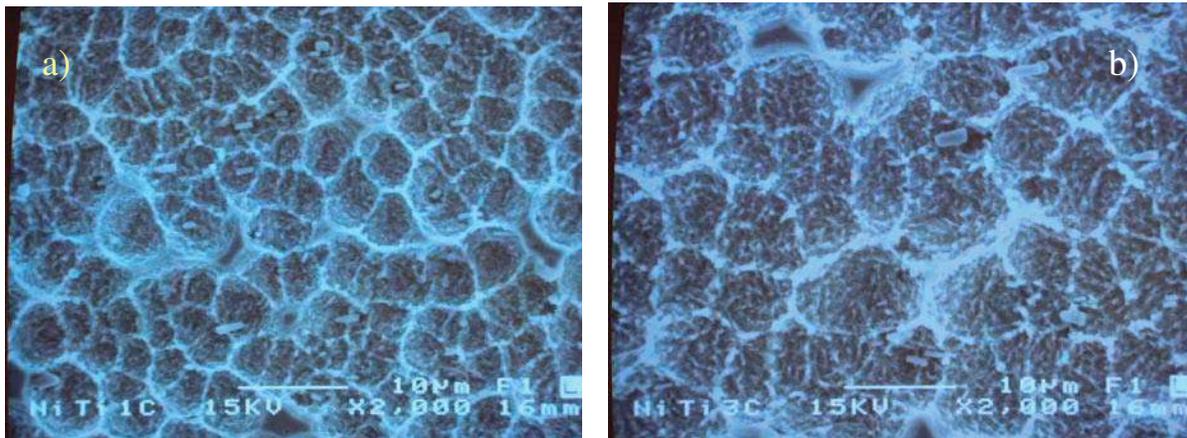


Figura IX.3.24. micrografía del alambre 3M

a) Muestra el tamaño de grano, el cual tiene un tamaño promedio de  $8\mu\text{m}$ .

b) Se observa la presencia de precipitados, el tamaño promedio de los precipitados es de  $4\mu\text{m}$ .

El material en cuestión presenta grandes dificultades para revelar la microestructura.

Luego de probarse varias formulas determinamos que la número 11 es la mejor.

Logró revelar la fase austenita de la aleación Ni-Ti pero los límites de grano no se definen totalmente (no se revela perfectamente).

Se observaron los granos de austenita deformados (alargados) en dirección paralela al eje longitudinal del alambre.

Se logró detectar segundas fases diferentes distribuidas sobre la matriz de austenita, no se presenta una estructura 100% austenita, hay la presencia de otros componentes (probablemente se trata de precipitados de carbono tal como carburo de titanio (TiC)).

La técnica de microscopía óptica de reflexión permitió revelar forma y tamaño de los granos, detecta otras fases e impurezas, pero no se puede determinar la composición química de estos (análisis cualitativos).

#### **IX.4.1. Análisis de Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS).**

Esta técnica de microanálisis químico esta basada en la excitación y análisis del espectro de RX, producido por un haz de electrones, mediante la dispersión o separación del espectro en los componentes individuales.

Este análisis fue llevado a cabo en un espectrómetro de energía dispersiva (EDS), que se encuentra acoplado al microscopio electrónico de barrido. El espectrómetro cuenta con un cristal detector de Si (Li) que cuando recibe un Rayo-X de la muestra, producido por la interacción del haz de electrones con los átomos de la muestra, los electrones de los átomos de silicio son excitados. Cada electrón absorbe 3.8 ev de

energía de esta forma muchos electrones son excitados por un solo pulso de RX. Después de cada pulso la carga total es colectada, la corriente resultante es proporcional a la energía del RX característica de cada elemento. La corriente es posteriormente amplificada y almacenada de acuerdo a su amplitud por un analizador multicanal (AMC). Después del conteo de un número suficiente de rayos X, el AMC genera un espectro de RX de la muestra <sup>36</sup>.

Para el análisis EDS de las probetas se observaron y se analizaron en condición de pulido sin ataque, se introdujeron las probetas con alambres y la parte de resina se cubrió con aluminio para evitar la interferencia.

Para la observación de la morfología de la estructura se realizó un ataque químico con el reactivo # 11, al llevar al microscopio las pruebas de alambres atacados no se observó buenos resultados por lo que la estructura no se reveló, fue así que se realizó un sobreataque con el mismo reactivo, obteniendo mejores resultados ya que carcomió los granos del material dejando a la vista los límites de grano y la gran cantidad de impurezas presentes en el material, los alambres se introdujeron de manera individual para poder ser atacados, y ya atacados, se llevaron al MEB donde se introdujo una muestra de cada alambre. Con los límites de grano que se observaron después del ataque se determina la forma de los granos los cuales son granos ovalados (alargados) orientados al eje longitudinal del alambre.

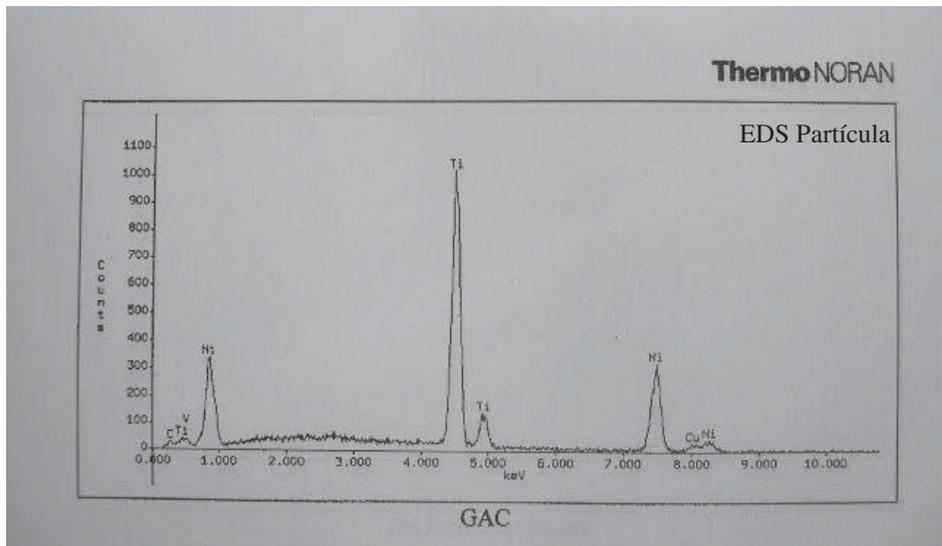
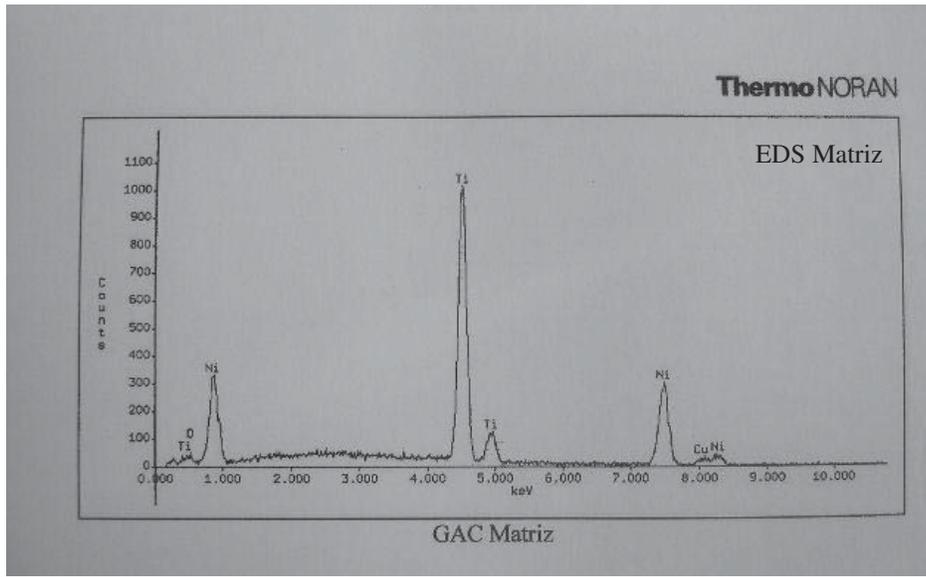
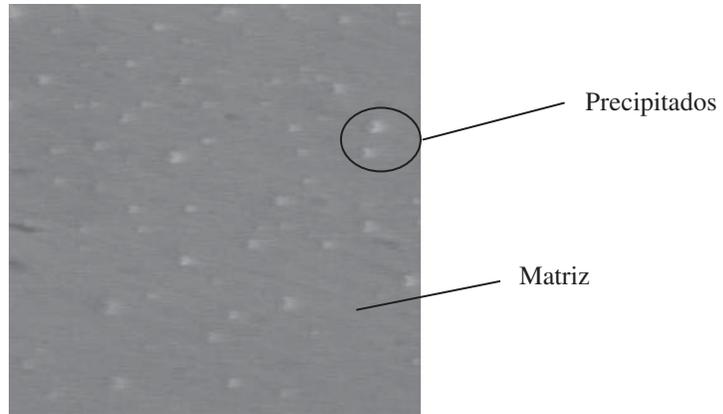


Figura IX.4.1.25 Imagen de electrones retrodispersados y EDS de matriz y partícula, alambre GAC.

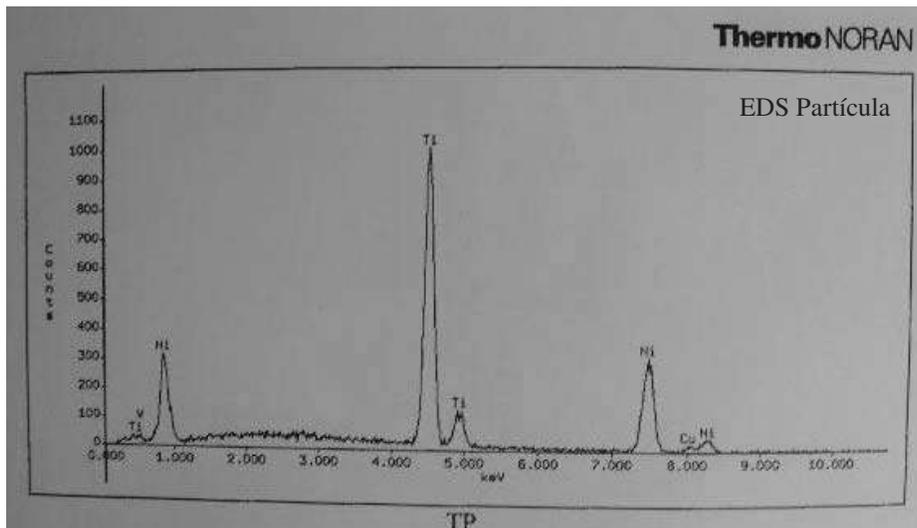
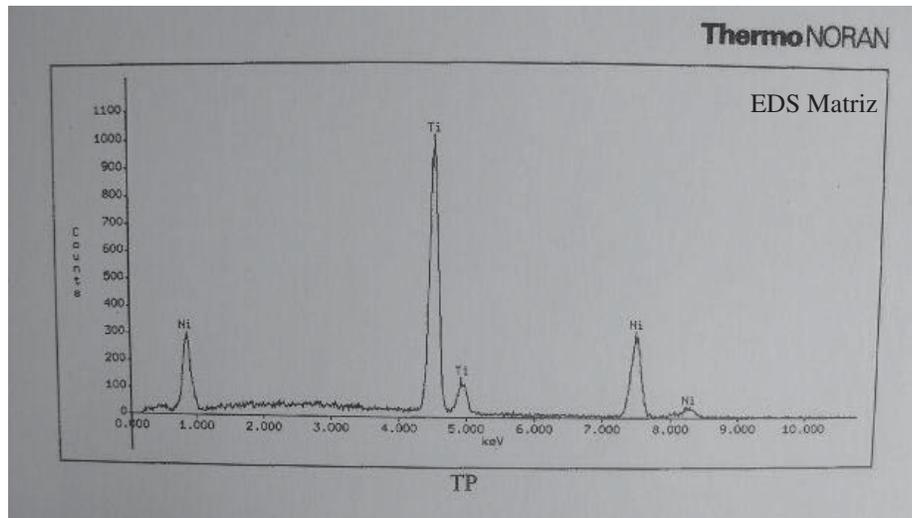
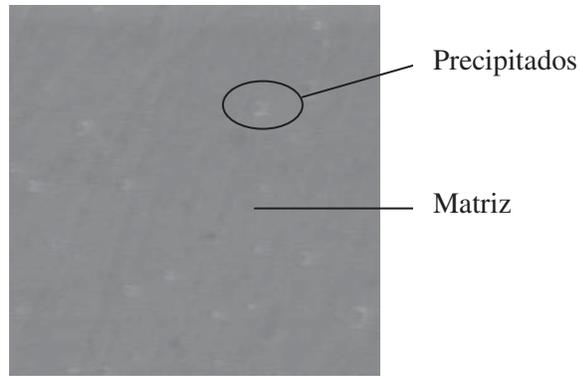


Figura IX.4.1.26 Imagen de electrones retrodispersados y EDS de matriz y partícula, alambre TP.

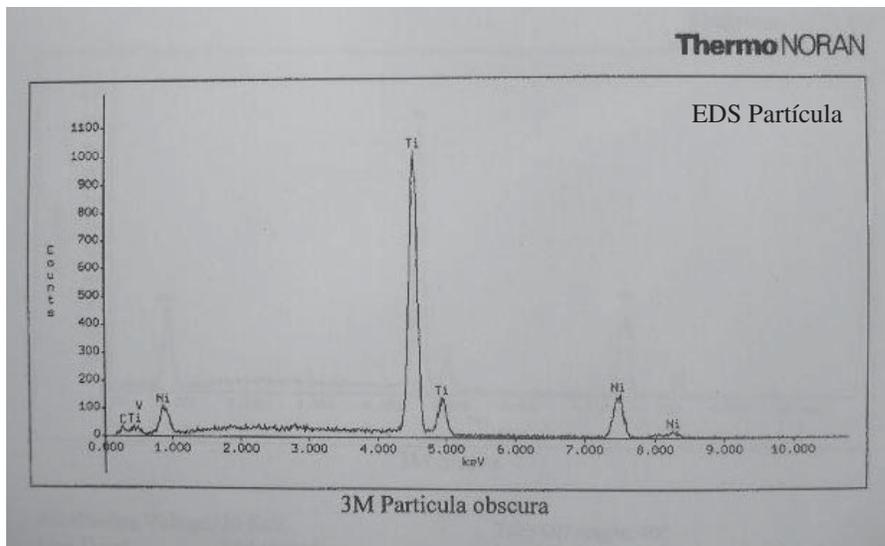
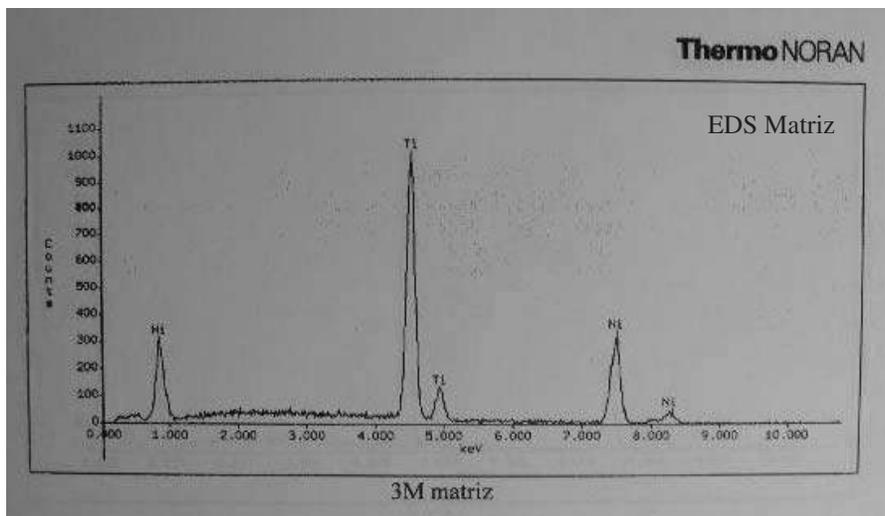
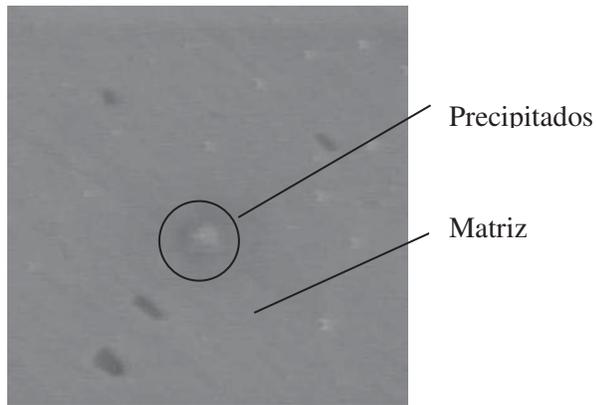


Figura IX.4.1.27 Imagen de electrones retrodispersados y EDS de matriz y partícula, alambre 3M.

## **Discusión EDS**

Toda la información reportada sobre la estructura cristalina de la aleación Ni-Ti concuerda en que la fase madre austenita es la BCC (body center cubic, cúbica centrada en el cuerpo) B2 del tipo CsCl. Para el caso de la estructura cristalina de la martensita las investigaciones indican que se trata de una estructura monoclinica. En cualquier situación, la propiedad que es más importante en las aplicaciones de memoria de forma de la aleación Ni-Ti, es el hecho que la fase martensita es más suave que la fase de alta temperatura (austenita).

En términos generales el efecto memoria de forma es un proceso de restauración de la forma original de una muestra deformada plásticamente mediante su calentamiento. Lo cual es el resultado del cambio de fase cristalina conocida como “transformación martensítica termo-elástica”. Por debajo de la temperatura de transformación martensítica, la aleación Ni-Ti presenta estructura martensítica, la cual es suave. Mediante calentamiento el material recupera la condición de alta resistencia de la estructura austenítica original. La transformación de austenita a martensita (enfriamiento) y el ciclo inverso de martensita a austenita (calentamiento) no ocurren a la misma temperatura. El efecto memoria de forma es repetitivo y es común alcanzar hasta un 8% de recuperación elástica.

Algunos de los problemas más graves que presentan los alambres Ni-Ti es el hecho de que no son resistentes a altas cargas y fatigan fácilmente, la recuperación de memoria de forma no es muy segura y los términos de duración de fatiga y características de estabilidad estructural no son bien conocidos. En la mayoría de los casos, la baja de propiedades mecánicas de la aleación Ni-Ti esta asociada con la presencia de impurezas como el C, O, N o H, los cuales tienden a formar compuestos o presentarse dentro de la red cristalina. Durante la fabricación de la aleación Ni-Ti, a altas temperaturas el Ti es muy activo que se combina fácilmente con O, C, N, etc.

Por lo general, la aleación Ni-Ti se fabrica en crisoles de carbono mediante el

método de fusión por inducción de alta frecuencia, y por lo tanto, es prácticamente imposible evitar la contaminación por carbono, por lo que es común encontrar contenidos de carbono entre 0.2 a 0.6 % atómico. Tales cantidades de carbono producen una solución sólida con la fase Ni-Ti tal como precipitados de carburo, principalmente TiC (carburo de titanio), lo cual afecta la temperatura de inicio de transformación martensítica,  $M_s$ , y varias cualidades mecánicas, especialmente bajo repetición de esfuerzos (fatiga). El efecto que produce la contaminación con carbono sobre la temperatura de inicio transformación martensítica es de disminución. Respecto a la degradación de las propiedades mecánicas por impurezas de carbono, alrededor de las inclusiones de TiC núclea las grietas de fatiga.

La contaminación con O (cantidades superiores a 0.045 %) también produce precipitados perjudiciales, disminuye la temperatura de transformación martensítica, degrada las características mecánicas de la aleación y la hace frágil. Las impurezas de H, presentan efectos similares a las producidas por el O. La de otros elementos metálicos, tales como los de transición V, Cr, Al y Mn, tienden a sustituir al Ti en la aleación Ni-Ti, y como consecuencia se presenta una disminución en la temperatura de inicio de transformación martensítica, de la misma forma ocurre cuando el Ni es reemplazado por la presencia de átomos de Co y Fe.

En general, la presencia de impurezas como C, O, N e H, así como la presencia de elementos como V, Cr, Al y Mn, tienen una influencia perjudicial sobre las propiedades mecánicas de los alambres Ni-Ti, ya que las inclusiones o precipitados formados actúan como sitios de nucleación de grietas de fatiga durante los ciclos de carga-descarga durante el desempeño del alambre. Lo mencionado anteriormente, significa que el control de impurezas durante la fabricación de los alambres es muy importante (de particular importancia es la composición química de la aleación Ni-Ti, ya que una diferencia de 0.1 %, produce una variación de 10 °C en la temperatura de transformación), y que entre menor cantidad de impurezas estén presentes en la aleación, la vida del elemento será mayor. La purificación de la aleación Ni-Ti durante el proceso de fabricación requiere de métodos sofisticados y equipos al alto vacío, así como la protección de la atmósfera de

trabajo mediante la utilización de gases inertes, como el Ar, lo cual, en su conjunto incrementan considerablemente los costos de fabricación del producto, derivando en alambres termo-activados, puestos en el mercado con diferentes calidades. En el presente estudio, los resultados obtenidos ponen de manifiesto la presencia de impurezas en los diferentes alambres estudiados, tanto de C y O, como la presencia de V.

Entre los aspectos metalográficos, el tamaño de granos de la fase madre (austenita) tiene un efecto importante sobre las propiedades de resistencia de material. Así, entre más fino es el tamaño de grano las propiedades de resistencia, como el esfuerzo de fluencia, esfuerzo máximo y esfuerzo de fractura mejoran notablemente. En la aleación Ni-Ti, la pérdida de resistencia durante los diferentes ciclos de carga-descarga se asocia a la presencia de martensita remanente durante la transformación martensita-austenita. El presente estudio pone de manifiesto granos de la fase madre de forma alargada, alineados en el sentido de deformación, producto de un tratamiento de deformación plástica, con tamaños relativamente grandes.

El análisis en la matriz verifica que se trata de una aleación Ni-Ti. Se analizaron algunas partículas en las cuales se detectó la presencia de C, Ti, V, Al, Cu y O.

En los distintos alambres existió variedad de impurezas contenidas.

La mayor presencia de impurezas fue detectada en TP, en segundo término GAC y el material con menor cantidad de impurezas fue 3M.

En la práctica clínica se ha observado que los alambres TP, efectivamente, se suelen fracturar con mayor frecuencia que los de GAC, en cambio en los de 3M no se ha presentado dicha observación, y lo cual se puede atribuir a la mayor sanidad de la aleación.

### IX.5. Resultados de Microdureza Vickers

Los resultados obtenidos del análisis de microdureza se presentan en las tablas IX.5.6.

Tabla IX.5.6. Análisis de microdureza de la muestra 3M.

ALAMBRE	MEDICION	HV <sub>25</sub>	
3M	1	619	PROMEDIO, (HV)
	2	445	483.6
	3	422	
	4	487	DESVIACION ESTANDAR
	5	445	79.24

Tabla IX.5.7. Análisis de microdureza de la muestra GAC.

ALAMBRE	MEDICION	HV <sub>25</sub>	
GAC	1	524	PROMEDIO, (HV)
	2	319	414.4
	3	463	
	4	416	DESVIACION ESTANDAR
	5	350	83.10

Tabla IX.5.8. Análisis de microdureza de la muestra TP.

ALAMBRE	MEDICION	HV <sub>25</sub>	
TP	1	498	PROMEDIO, (HV)
	2	420	455.4
	3	560	
	4	439	DESVIACION ESTANDAR
	5	360	76.45

### **Discusión del Análisis de Microdureza**

Los alambres de 3M presentan mayor dureza (mayor resistencia). Por otro lado, los alambres de GAC y TP presentan durezas inferiores.

La dispersión de la dureza en GAC es la más alta (resistencia heterogénea).

3M, TP presenta menor dispersión de dureza (resistencia más homogénea).

Mayor heterogeneidad de resistencia, mayor tendencia a fallar (fractura).

## X. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos de los diferentes procedimientos experimentales empleados para el análisis de los alambres termo-activados de diferentes marcas comerciales (TP, GAC y 3M), conducen a las siguientes conclusiones:

1. Mediante la técnica de fluorescencia de rayos-X, se determinó que los elementos químicos presentes en los alambres termo-activados de las tres marcas comerciales, por arriba del 1% son exclusivamente Níquel y Titanio, lo cual garantiza que se trata de la aleación binaria Ni-Ti.
2. Mediante la técnica de difracción de rayos-X, se determinó que los alambres termo-activados de las tres marcas presentan una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo, BCC (B2) del tipo CsCl, correspondiente a la fase denominada austenita.
3. Se estableció una fórmula química capaz de revelar los límites de grano, fases presentes e impurezas contenidas en la aleación Ni-Ti, la cual consiste en una combinación de: 20ml de agua destilada mas 10ml de ácido clorhídrico mas 0.1grs de metabisulfito de potasio mas 0.05grs de cloruro férrico.
4. En general, el tipo de aleación estudiada, presenta grandes dificultades para revelar íntegramente la microestructura presente mediante microscopía óptica de reflexión. En cualquier caso, evidencias de forma de grano ligeramente alargado en el sentido longitudinal del alambre y presencia de segundas fases precipitadas, fueron observadas.
5. Mediante microscopía electrónica de barrido se determinó que en la matriz de austenita se presentan impurezas y segundas fases precipitadas. Así, es característica la presencia de oxígeno y cobre en la matriz; y carbono, vanadio y aluminio en las segundas fases precipitadas.
6. El alambre que presenta menor cantidad de impurezas, tamaño de grano más fino y mejores propiedades mecánicas de acuerdo con los estudios realizados es el de la marca 3M.

7. La presencia de impurezas de carbono esta asociada a la formación de precipitados de carbono de titanio (TiC), las cuales repercuten negativamente sobre las propiedades mecánicas de alambre y alteran la temperatura de transformación martensítica con los consecuentes resultados en la práctica clínica.

## XI. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

- 1.-Graber T, Vanarsdall R. Ortodoncia Principios Generales y Técnica, Editorial Médica Panamericana. Argentina, 1999, p.p 237.
- 2.-Proffit W. Ortodoncia Teoría y Práctica, Editorial Mosby/Doyma, [1995] Madrid España p.p. 291-292.
- 3.-Los materiales Hoy. [artículo] Disponible en: [http://omega.ilice.edu.mx:3000/sites/ciencia/volumen2/ciencia3/069/htm/sec\\_8.htm](http://omega.ilice.edu.mx:3000/sites/ciencia/volumen2/ciencia3/069/htm/sec_8.htm) (citado 27/02/04).
- 4.-Branthey W, Eliades T. Orthodontic Materials Scientific and Clinical Aspecto. Editorial Thieme,[2001] New York E.U.A p.p. 77-103.
- 5.-Trabajo Especial “Metales con Memoria” [artículo] Disponible en: [www.ing.unlp.edu.ar/quimica/Materiales con memoria.htm](http://www.ing.unlp.edu.ar/quimica/Materiales%20con%20memoria.htm). (citado 11/enero/06).
- 6.- M.U.LT.I.M.E.D.I.A CD Sentalloy GAC, 2004.
- 7.-Patoor E.Berveiller M. :Technologie des alliages a Memoire de Forme,Hermes,Paris, (1994).p.p 249-250.
- 8.-Materiales para la Salud. Biomateriales.Un reto para la Investigación y Desarrollo en nuestro país [artículo] Disponible en: [www.castillo-olivares.com/biomedicine.htm](http://www.castillo-olivares.com/biomedicine.htm) (citado 21/09/05).
- 9.-Domingo S, Puértolas S, Sánchez F, García L, Puértolas J.A. Aplicaciones de la superelasticidad del NiTi a los Stents: consideraciones termomecánicas. [Artículo] Disponible en: [www.upv.es/pms2002/comunicaciones/028\\_DOMINGO.PDF](http://www.upv.es/pms2002/comunicaciones/028_DOMINGO.PDF).(citado 11/01/06).
- 10.-Nakamura C, Rodríguez E, Casasa R. Alineación Térmica en Ortodoncia [artículo] Disponible en: <http://www.ceob.com.mx/nueva/alambretermico.ftml>. (citado 17/08/2005).
- 11.-Hablando de Física [artículo] Disponible en:<http://www.uib.es/depart/dfs/apl/haf/> (citado 13/05/06).
- 12.-Alambres Ni-Ti [artículo] Disponible en: <http://www.orthovenez.com/prod02.html> (citado 25/04/06).
- 13.-Sekiguchi Y : en Shape Memory Alloys,Edited by H. Funakubo,University of

- Tokyo, Gordon and Breach Science Publishers, (1987); p.p. 255-261.
- 14.-Anthony D.Viazis.Dds.Ms Clinical Applications of Superelastic Nickel Titanium Wires. The JCO 1991 Jun (370-374).
- 15.-Diseño de Prótesis Inteligente [artículo] Disponible en: [http://www.fip.unam.mx/simposio\\_investigacion2dic04/diseño\\_prótesis\\_extenso.html/](http://www.fip.unam.mx/simposio_investigacion2dic04/diseño_prótesis_extenso.html/) (citado 17/08/05).
- 16.-Crozat: Titanio [artículo] Disponible en: <http://www.marycarreras.com/crozat/archives/crozat%20&%20Titanio.pdf>. (citado 28/04/06).
- 17.-Abraham G., González M.F., Cuadrado T. Ciencia Hoy. [artículo] Disponible en: <http://www.ciencia-hoy.retina.ar/hoy49/biomat00.htm>. (citado 12/08/05).
- 18.-Domingo S, Puértolas S, Sanches F, Garcia L, Puertotas J.A. Aplicaciones de la superelasticidad del NiTi a los Stents: consideraciones termomecánicas [artículo] Disponible en: [www.upv.es/pms2002/comunicaciones/028DOMINGO.PDF](http://www.upv.es/pms2002/comunicaciones/028DOMINGO.PDF). (citado 11/01/06).
- 19.- Fugio, Miura, Dds, Dmsc; Masakuni Mogi, Dds, Dic; Yasuo Okamoto, Dds, D. New Application of Superelastic NiTi Rectangular Wire .The JCO 1990 sep(544-548).
- 20.-M.L.Jones, Phd, Fds, Dorth Rcs. Comparison of Superelastic NiTi and Multistranded Stainless Steel Wires Initial Alignment. The JCO 1990 oct(611-613).
- 21.- Archwire Flexibility and Deformation. The JCO 1982 Dec(803-811).
- 22.-J.A Von Fraunhofer, P.W: Bond, B.E. Johnson. The Angle Orthodontist on CD-ROM 1993 No.2, 145-148: force.
- 23.-Níquel-Titanio en endodoncia. [artículo] Disponible en: <http://gbsystems.com/papers/endo/glickman.htm>. (citado 18/08/2005).
- 24.-Civjan S, Huget EF, De Simon LB. Potencial applications of certain nickel-titanium (Nitinol) Alloys. J Dent Res 1975; 54 (1): 89-96.
- 25.-Walia H, Brantley WA, Gerstein H. An initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files. J Endodon 1988; 4(7): 346-351.
- 26.-Buehler WJ, Cross WB. 55-Nitinol unique wire alloy with a memory. Wire J. 1969; 2: 41-49.
- 27.-Níquel-Titanio en Endodoncia [artículo] Disponible en:

- <http://gbsystems.com/papers/endo/glickman.htm> (citado 18/08/05).
- 28.-Shoha, Glickman GN.Evaluation of NiTi systems and conventional filing degree of apical extrusion J.Endodon 1996;22(4):194.
- 29.-Khier SE,Brantley WA, Fournelle RA.Bending properties of superelastic and non-superelastic nickel.titanium orthodontic wires. AmJ.Orthod. Dentofac Orthop 1991;99 (4):310-18.
- 30.-Disponible en: <http://www.adottaunsorriso.net/forum/forum-posts.asp?TID=235&PN=1> (citado 25/05/04).
- 31.-Fluorescencia de Rayos-X [artículo] Disponible en: [http://www.xtal.igfr.csic.es/Cristalografia/parte\\_05.html](http://www.xtal.igfr.csic.es/Cristalografia/parte_05.html) (citado 11/01/06).
- 32.- Difracción de Rayos-X, Método de polvo cristalino [artículo] Disponible en: [www.ecunuclear.gov.ec/ecu/fluorescencia rayos-x.htm](http://www.ecunuclear.gov.ec/ecu/fluorescencia_rayos-x.htm) (citado 19/01/06).
- 33.-Vander G.F. Metallographic Principles and Practice, ASM International, 1999, p.p. 663-668, 251-253.
- 34.-Leco, Corporation: Metallographic Principles and Procedures editorial Leco corporation, capitulo F., p.p 36-57.
- 35.-Petzow G. Metallographic etching 2<sup>nd</sup> Edition ASM int. 1999, p.p 118-125.
- 36.-Loubet M.A: Tesis de Maestría, Evaluación de esfuerzos residuales durante la soldadura de reparación de grietas de herramientas de acero AISI H-13 para trabajar en caliente mediante la técnica HOLE DRILLING, Instituto de Investigaciones Metalurgicas, U.M.S.N.H, México 2006, p.p. 179-181.
- 37.-Equihua R: Tesis de Maestría, Producción y Caracterización de Cerámicos de alta alumina, Instituto de Investigaciones Metalurgicas, U.M.S.N.H, Octubre 2002. p.p 45.

## **XII. GLOSARIO**

### **Alotrópicas**

Polimorfismo de formas cristalinas o de estructuras moleculares de un elemento. El primer tipo de alotropía la presenta el carbono, en sus formas de grafito, diamante y carbono amorfo; el segundo, el oxígeno, que existe en molécula diatómica y triatómica (ozono).

### **Ataque**

El propósito del ataque químico es hacer visibles las características estructurales del metal ó la aleación. El proceso debe ser tal que queden claramente diferenciadas las partes microestructurales. Esto se logra mediante un reactivo apropiado que se somete a la superficie pulida bajo una acción química, obteniendo un contraste y las fronteras de grano se hacen visibles debido a las diferencias en la rapidez a que los diversos granos son atacados por el reactivo, esta diferencia de rapidez es debida principalmente con el ángulo que guardan las diferentes secciones de grano con el plano de la superficie pulida.

### **Austenita**

Solución sólida hierro-carbono con estructura cúbica centrada en las caras (f.c.c). de acuerdo con el diagrama hierro carbono se mantiene hasta 910°C la austenita cambiará a una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo llamada ferrita ( $\alpha$ ). La estructura puede disolver en su estructura hasta 2% de carbono aproximadamente. En la mayoría de los textos se emplea la letra griega  $\gamma$  (gamma).

Para denotar a la austenita ó a una estructura f.c.c. La austenita es una de las tres fases alotrópicas que tiene el hierro, se puede encontrar en una estructura metalográfica a temperatura ambiente después del tratamiento térmico de austemperizado. Utilizando entintado en caliente aparece en el microscopio óptico de color púrpura.

## **Austemperizado**

Es el tratamiento térmico por el cual la austenita transforma a bainita.

## **Biomaterial**

Se define como un material no biológico usado en un dispositivo médico, destinado a interactuar con sistemas biológicos.

## **Calorímetro por Escaneo Diferencia (DSC)**

Método utilizado para medir las fases de transformación térmica en aleaciones Ni-Ti detectando los cambios en HEAT FLOW al someterlos a cambios de temperatura durante su fase de transformación.

La muestra puede ser muy pequeña, incluso algunos miligramos ya que el material no es sometido a un estiramiento, ya que esto no es un factor en su medición.

## **Carbono**

Los aceros inoxidables conteniendo Cr y Ni, también tienen carbono en su composición. Este carbono es perjudicial, bajo ciertas condiciones el C se combina con el Cr, formando carburos de cromo, los cuales no tienen resistencia a la corrosión, por lo cual disminuye el nivel de protección original del acero del metal base.

## **Derth**

Aparato diseñado para cambiar la forma de las aleaciones de níquel-titanio superelásticas sin alterar sus propiedades físicas.

## **Efecto Cauchótico**

Cuando una AMF es solicitada a una temperatura inferior a  $M_f$ , la deformación que se obtiene después de la primera aplicación de un esfuerzo es parcialmente reversible cuando el esfuerzo es retirado.

## **Efecto Superelástico**

Esta propiedad se obtiene cuando se le aplica a una AMF un esfuerzo a una temperatura constante y superior a  $A_f$ .

## **Estructura B.C.C**

(body centered cubic). Así se le llama a las estructuras cristalinas que tienen acomodamiento de átomos formando cubos y con un átomo centrado en el cubo.

El vanadio, molibdeno, hierro  $\alpha$  (ferrita) y el hierro  $\delta$  son elementos que tienen ésta estructura cristalina.

## **Fase**

Porción físicamente homogénea y distinta de un sistema de un material.

## **Fase Austenítica**

La fase de alta temperatura de las aleaciones de níquel-titanio, donde es sumamente estable.

## **Fase Martensítica**

La fase de temperatura baja de las aleaciones de Ni-Ti en la que son más susceptibles a cambiar de forma.

## **Fase de Transformación**

El cambio de la fase de una aleación a otra, con cambios tanto en temperatura, presión, estrés, química y/o tiempo.

## **Fractura**

Es la separación de un cuerpo sujeto a un esfuerzo, en dos o más partes.

## **Histéresis**

La diferencia de temperatura entre una fase de transformación al ser sometida a un tratamiento térmico al calentarla y enfriarla. En aleaciones Ni-Ti esto generalmente se mide como la diferencia entre  $A_p$  y  $M_p$ .

## **Martensita**

Es una estructura inestable por lo que no se encuentra en el diagrama de equilibrio, se obtiene al enfriar una aleación hierro-carbono a velocidades más rápidas que el enfriamiento a temperatura ambiente. Esta estructura tiene una forma cristalina tetragonal distorsionada. Es muy dura pero a su vez frágil. También se le conoce como solución sólida sobresaturada de carbono. Aparece en el microscopio como una masa de cristales poliformes.

## **Memoria de dos caminos**

Es la habilidad de las aleaciones con memoria de adoptar una forma determinada al ser calentadas por encima de su temperatura de transformación y posteriormente volver a una forma alternativa cuando son enfriadas.

## **Memoria de Forma**

Fenómeno por el cual son sumamente maleables a bajas temperaturas y vuelven a su forma original al ser sometidas dentro de cierto rango de temperatura.

## **Micra**

Millonésima parte de un metro.

## **Monoclínica**

Sistema cristalino cuyos holoedros poseen un centro de simetría, un eje binario y un plano perpendicular a él.

## **Níquel**

La adición del níquel de 0 a 26% a la aleación otorga una serie de mejoras en las propiedades mecánicas como un aumento de resistencia a la corrosión, reduce la conductividad térmica, aumenta los valores de resiliencia, aumenta la ductilidad, mejora la resistencia a la fatiga, aumenta la resistencia eléctrica y otorga soldabilidad.

## **Sentalloy**

Acrónimo correspondiente a la aleación de níquel-titanio superelástica.

## **Superelasticidad**

Es el fenómeno que ocurre cuando los valores de estiramiento permanecen constantes a cierto punto de deformación del alambre. Este es producido por estrés y no por diferencia de temperatura, y es conocido como estrés inducido por transformación martensítica.

## **Swabing**

Tallar la superficie de la muestra con algodón saturado con el reactivo de ataque, esto removerá simultáneamente productos de reacción no deseados.

## **Temperatura ( $A_f$ )**

Temperatura a la cual las aleaciones con memoria de forma terminan su transformación a su fase austenítica al ser sometidas a un tratamiento térmico.

## **Temperatura ( $A_p$ )**

Temperatura a la cual las aleaciones con memoria de forma se encuentran a un 50% de su transformación a la fase austenítica al ser sometidas a un tratamiento térmico, esto es medible por el pico que se forma en una gráfica al realizar la prueba de calorímetro por escaneo diferencial.

### **Temperatura ( $M_f$ )**

Temperatura a la cual las aleaciones de níquel-titanio terminan su fase de transformación en su fase de baja temperatura.

### **Temperatura ( $M_s$ )**

Temperatura en la cual las aleaciones de memoria de forma comienzan su transformación a la fase martensítica al ser sometidas a una baja temperatura.

### **Tetragonal**

Dícese de un sistema cristalino caracterizado por la presencia de un eje cuaternario y cuyas formas pueden referirse a una cruz axial constituida por tres ejes perpendiculares entre sí.

### **Transformación Martensítica**

Utilizando el diagrama TTT para una aleación eutectoide (0.83%C). Se observan dos líneas horizontales marcadas con  $M_s$  y  $M_f$  que indican el inicio de la transformación martensítica y el final de la transformación respectivamente.

### **Triclínica**

Es un tipo de estructura cristalina que es descrita por tres longitudes y tres ángulos.

### **Vanadio**

El vanadio es el más costoso de los elementos comunes de aleación, es un potente desoxidador y un fuerte formador de carburos, el cual inhibe el crecimiento de grano. Las adiciones de vanadio de 0.05% producen piezas sin defectos, uniforme y de grano fino. Cuando se disuelve, el vanadio tiene un marcado efecto sobre la templabilidad y proporciona altas propiedades mecánicas al enfriamiento al aire.