

# CORROSIÓN DE NITINOL BAJO TENSIONES DE FUERZA EN FLUIDO FISIOLÓGICO SIMULADO CON Y SIN FLUORUROS<sup>1</sup>

## NITINOL CORROSION UNDER FORCE STRESSES IN SIMULATED PHYSIOLOGICAL FLUID WITH AND WITHOUT FLUORIDES<sup>1</sup>

NERLY MONTAÑEZ<sup>2</sup>, DARÍO PEÑA<sup>3</sup>, RONEL CARDOZO<sup>4</sup>, MARTHA FARIA<sup>5</sup>,

BAYRON MONTERO<sup>6</sup>, GISSETH SÁNCHEZ<sup>7</sup>, ERIKA ZAMBRANO<sup>8</sup>

**RESUMEN. Introducción:** los alambres de níquel-titanio (nitinol) poseen potencial de corrosión en el medio bucal y pueden ocasionar problemas de biocompatibilidad. El propósito de este estudio fue comparar el comportamiento de corrosión que presentan los alambres de nitinol en saliva artificial con diferentes niveles de pH, concentración de fluoruros y grados de tensión. **Métodos:** se desarrolló un estudio de tipo experimental, aplicando cuatro técnicas electroquímicas: potencial de corrosión, resistencia a la polarización lineal, curvas de Tafel y espectroscopia de impedancia electroquímica. Los especímenes fueron cementados en dientes que simulaban diferentes grados de apiñamiento (56 gf y 224 gf), a diversos niveles de concentración de fluoruros (0% y 0,5%) y pH (4 y 7). **Resultados:** se observó que el valor de resistencia a la corrosión para una muestra sumergida a pH 4, 0% NaF y a 5 horas de inmersión es menor para la fuerza de 224 gf que para la de 56 gf. Cuando se le agrega al electrolito la concentración de fluoruro de sodio de 0,5%, aumenta la resistencia a la polarización para una fuerza equivalente de 224 gf. **Conclusiones:** se confirmó la existencia de óxidos sobre la superficie del níquel-titanio, especialmente en el arco expuesto durante 14 días a pH 4 y 0,5% en peso de NaF.

**Palabras clave:** aleación níquel-titanio, fluoruros, corrosión, técnicas electroquímicas.

Montañez N, Peña D, Cardozo R, Faria M, Montero B, Sánchez G, Zambrano E. Corrosión de nitinol bajo tensiones de fuerza en fluido fisiológico simulado con y sin fluoruros. Rev Fac Odontol Univ Antioq 2016; 28(1): 54-70. DOI: <http://dx.doi.org/10.17533/udea.rfo.v28n1a3>

**ABSTRACT. Introduction:** nickel-titanium (nitinol) wires may potentially corrode oral environments causing biocompatibility problems. The purpose of this study was to compare the behavior of corrosion of nitinol wires in artificial saliva with different levels of pH, fluoride concentration, and tension degrees. **Methods:** an experimental study applying four electrochemical techniques: corrosion potential, linear polarization resistance, Tafel curves, and electrochemical impedance spectroscopy. Samples were cemented on teeth simulating different crowding degrees (56 gf and 224 gf) at various levels of fluoride concentration (0% and 0.5%) and pH (4 and 7). **Results:** the corrosion strength values for a sample submerged at pH 4, 0% NaF during 5 hours is lower for a force of 224 gf than for 56 gf. When the electrolyte is added a concentration of 0.5% sodium fluoride, it increases polarization resistance for a force of 224 gf. **Conclusions:** this study confirmed the existence of oxides on the nickel-titanium surface, especially on the arch exposed for 14 days to pH 4 and 0.5% NaF.

**Key words:** nickel-titanium alloy, fluorides, corrosion, electrochemical techniques.

Montañez N, Peña D, Cardozo R, Faria M, Montero B, Sánchez G, Zambrano E. Nitinol corrosion under force stresses in simulated physiological fluid with and without fluorides. Rev Fac Odontol Univ Antioq 2016; 28(1): 54-70. DOI: <http://dx.doi.org/10.17533/udea.rfo.v28n1a3>

- 1 Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de Especialista en Ortodoncia, Facultad de Odontología, Universidad Santo Tomás. Bucaramanga, Colombia.
- 2 Ingeniera Química, Magister en Ingeniería de Materiales. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, Colombia. Correo electrónico: [ing.nerly.montanez@hotmail.com](mailto:ing.nerly.montanez@hotmail.com)
- 3 Ingeniero Metalúrgico, PhD en Corrosión. Profesor de la Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, Colombia. Correo electrónico: [darioypb@gmail.com](mailto:darioypb@gmail.com)
- 4 Odontólogo, Especialista en Ortodoncia. Universidad Santo Tomás, Facultad de Odontología, Bucaramanga, Colombia. Correo electrónico: [ronelalfonsocardozo@hotmail.com](mailto:ronelalfonsocardozo@hotmail.com)
- 5 Odontóloga, Especialista en Ortodoncia. Universidad Santo Tomás, Facultad de Odontología, Bucaramanga, Colombia. Correo electrónico: [carofa\\_83@hotmail.com](mailto:carofa_83@hotmail.com)
- 6 Odontólogo, Especialista en Ortodoncia. Universidad Santo Tomás, Facultad de Odontología, Bucaramanga, Colombia. Correo electrónico: [bayronmoreno@hotmail.com](mailto:bayronmoreno@hotmail.com)
- 7 Odontóloga, Especialista en Ortodoncia. Universidad Santo Tomás, Facultad de Odontología, Bucaramanga, Colombia. Correo electrónico: [giset49@hotmail.com](mailto:giset49@hotmail.com)
- 8 Odontóloga, Especialista en Ortodoncia. Universidad Santo Tomás, Facultad de Odontología, Bucaramanga, Colombia. Correo electrónico: [erikazambranomartinez@yahoo.com](mailto:erikazambranomartinez@yahoo.com)

- 1 Degree project as partial requirement to qualify for the title of Specialist in Orthodontics, School of Dentistry, Universidad Santo Tomás. Bucaramanga, Colombia.
- 2 Chemical Engineer, MSc in Materials Engineering. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, Colombia. E-mail: [ing.nerly.montanez@hotmail.com](mailto:ing.nerly.montanez@hotmail.com)
- 3 Metallurgical Engineer, PhD in Corrosion. Professor at the Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, Colombia. E-mail: [darioypb@gmail.com](mailto:darioypb@gmail.com)
- 4 DMD, Specialist in Orthodontics. Universidad Santo Tomás, School of Dentistry, Bucaramanga, Colombia. E-mail: [ronelalfonsocardozo@hotmail.com](mailto:ronelalfonsocardozo@hotmail.com)
- 5 DMD, Specialist in Orthodontics. Universidad Santo Tomás, School of Dentistry, Bucaramanga, Colombia. E-mail: [carofa\\_83@hotmail.com](mailto:carofa_83@hotmail.com)
- 6 DMD, Specialist in Orthodontics. Universidad Santo Tomás, School of Dentistry, Bucaramanga, Colombia. E-mail: [bayronmoreno@hotmail.com](mailto:bayronmoreno@hotmail.com)
- 7 DMD, Specialist in Orthodontics. Universidad Santo Tomás, School of Dentistry, Bucaramanga, Colombia. E-mail: [giset49@hotmail.com](mailto:giset49@hotmail.com)
- 8 DMD, Specialist in Orthodontics. Universidad Santo Tomás, School of Dentistry, Bucaramanga, Colombia. E-mail: [erikazambranomartinez@yahoo.com](mailto:erikazambranomartinez@yahoo.com)

RECIBIDO: MAYO 6/2014 - ACEPTADO: JULIO 19/2016

SUBMITTED: MAY 6/2014 - ACCEPTED: JULY 19/2016

## INTRODUCCIÓN

La cavidad oral es el medio ideal para estudiar los procesos biológicos que se relacionan con el comportamiento de los metales frente a los dientes. Los metales y los materiales dentales interactúan continuamente con los fluidos que se producen en la boca, y como consecuencia los tejidos blandos se pueden ver afectados por lesiones y la presencia de aproximadamente 30 especies de bacterias.<sup>1</sup> La saliva es una solución hipotónica que contiene en su estructura bioactonato, cloro, potasio, sodio, nitrógeno y proteínas. Asimismo, el pH de la saliva varía desde 4,0 a 7,8, por lo tanto, los dientes funcionan en uno de los ambientes más inhóspitos del cuerpo humano.<sup>2</sup>

Los alambres de níquel-titanio son utilizados para la corrección de alteraciones dentales en etapas de alineación y nivelación. Dado que su contenido de níquel es mayor a 50%, poseen potencial suficiente para la liberación del mismo en el medio bucal, pudiendo ocasionar problemas de biocompatibilidad, como picazón, inflamación y lesiones eritematosas y dolorosas de la mucosa bucal. Si bien no se han podido demostrar casos de toxicidad severa, el níquel promueve una respuesta inflamatoria y alérgica en los tejidos blandos.<sup>2,3</sup>

Entre decenas de aleaciones con memoria de forma, se encuentran las aleaciones de níquel-titanio (Ni-Ti), que son consideradas las mejores debido a su excelente estabilidad mecánica, resistencia a la corrosión, biofuncionalidad y biocompatibilidad. La aplicación exitosa de los arcos de níquel-titanio se debe a su superelasticidad, caracterizada por un esfuerzo constante bajo carga o descarga. Estas aleaciones presentan propiedades mecánicas únicas e ideales para la práctica ortodóncica, ya que poseen un rango idealmente amplio de deformación efectiva correspondiente a la zona de fuerza óptima.<sup>4,5,6</sup>

La corrosión es la degradación de los materiales por ataques electroquímicos; es un comportamiento muy particular cuando la aparatología ortodóncica es colocada en la boca.<sup>1</sup> La corrosión de los materiales dentales siempre estará presente; uno de los requisitos básicos de las aleaciones que se utilizan para la cavidad bucal es

## INTRODUCTION

The oral cavity is the ideal environment to study biological processes related to the behavior of metals towards teeth. Metals and dental materials continuously interact with the fluids produced in the mouth, and as a result soft tissues can be affected by lesions and the presence of about 30 species of bacteria.<sup>1</sup> Saliva is a hypotonic solution containing bio-actonate, chlorine, potassium, sodium, nitrogen, and proteins. Also, the pH of saliva varies from 4.0 to 7.8, and therefore teeth are located in one of the most hostile environments of the human body.<sup>2</sup>

Nickel-titanium wires are used to correct dental alterations during the stages of alignment and leveling. Since their nickel content is greater than 50%, they are highly likely to release nickel in the oral environment, causing biocompatibility problems, such as itching, inflammation, and oral mucosa erythematous lesions which are often painful. While severe toxicity cases have not yet been documented, nickel triggers an inflammatory and allergic response in soft tissues.<sup>2,3</sup>

Among dozens of shape-memory alloys are nickel-titanium alloys (Ni-Ti), considered to be the best due to their excellent mechanical stability, resistance to corrosion, biofunctionality, and biocompatibility. Nickel-titanium archwires have been successful thanks to their superelasticity, characterized by a low constant effort, either loaded or unloaded. These alloys have unique mechanical properties and are ideal for orthodontic treatment, since they have an ideal wide range of effective deformation corresponding to the zone of optimum strength.<sup>4,5,6</sup>

Corrosion is the degradation of materials due to electrochemical attacks; it is a very particular behavior when orthodontic appliances are placed in the mouth.<sup>1</sup> Dental materials will always be corroded; one of the basic requirements for alloys used in the oral cavity is

que no se corroan. Por eso en la actualidad existen innovaciones metalúrgicas que previenen este tipo de comportamiento de los metales. La corrosión puede causar severa y catastrófica desintegración de los metales, y rugosidades de los mismos,<sup>7</sup> anulando las propiedades tan peculiares de estos alambres, como la memoria de forma y la superelasticidad, restringiendo el movimiento dental, y de esta forma exponiendo la salud del paciente debido a la liberación de iones metálicos (Ni).<sup>8,9</sup>

La aplicación de flúor y geles como las pastas dentales puede afectar las estructuras de los metales y aparatos. Los alambres de níquel-titanio sufren varias modificaciones debido a la masticación, y a pesar de tener buena resistencia a la corrosión, estos alambres se pueden romper o simplemente pueden perder sus propiedades de elasticidad; además, están expuestos a tensiones dentro de la cavidad bucal.<sup>10</sup> El objetivo de este estudio es evaluar el comportamiento de corrosión bajo tensión de los alambres níquel-titanio calibre 0,016” sumergidos en saliva artificial con diferentes concentraciones de fluoruros y valores de pH.

## MATERIALES Y MÉTODOS

### Muestra y diseño experimental

Se emplearon arcos de alambres níquel-titanio redondos de 0,016 pulgadas de diámetro, de marca comercial GAC, divididos en tres grupos de ensayo. Para el primer grupo, se aplicaron cuatro técnicas electroquímicas: potencial de corrosión, resistencia a la polarización lineal, curvas de Tafel y espectroscopía de impedancia electroquímica, aplicando un diseño experimental factorial de 2<sup>4</sup> con seis repeticiones escogidas al azar, para un total de 22 especímenes, en donde las variables a estudiar fueron: concentración de fluoruro, pH, fuerza aplicada y tiempo de inmersión.

Para el segundo grupo se usaron cuatro especímenes en los ensayos de polarización potenciodinámica, y en el tercer grupo se utilizaron cuatro especímenes para los análisis de liberación iónica, ya que estos últimos ensayos son de tipo destructivo (Tabla 1).

corrosion strength. This is why nowadays there are metallurgical innovations that seek to prevent this type of behavior of metals. Corrosion can cause severe and catastrophic disintegration of metals, as well as roughness,<sup>7</sup> cancelling the unique properties of these wires, such as memory shape and superelasticity, limiting dental movement, and thus exposing patient health due to the release of metal ions (Ni).<sup>8,9</sup>

Applying fluoride and gels (like toothpaste) can affect the structures of metals and appliances. Nickel-titanium wires undergo several modifications due to mastication, and despite having good resistance to corrosion, these wires can break or may simply lose their elasticity properties; in addition, they are exposed to tensions within the oral cavity.<sup>10</sup> The objective of this study is to evaluate the behavior of corrosion under tension of 0.016” Ni-Ti wires submerged in artificial saliva with different concentrations of fluorides and pH values.

## MATERIALS AND METHODS

### Sample and experimental design

This study used round nickel-titanium archwires of 0.016 inches in diameter of the GAC, commercial house which were divided into three test groups. The first group was subjected to four electrochemical techniques: corrosion potential, linear polarization resistance, Tafel curves, and electrochemical impedance spectroscopy, applying a 2<sup>4</sup> factorial experimental design with six replicates at random, for a total of 22 samples, where the following variables were studied: concentration of fluoride, pH, applied force, and immersion time.

The second group included four samples subjected to potentiodynamic polarization resistance measurements, and the third group also included four samples subjected to ion release analysis, as these latest tests are of a destructive type (Table 1).

Tabla 1. Grupos de experimentos

Grupo	[NaF] (%)	pH	Tiempo de inmersión (h)	Numero de especímenes
GC1	0	7	0	2
GC2	0	7	5	2
GI1	0	4	0	2
GI2	0,5	4	0	2
GI3	0	4	5	2
GI4	0,5	7	0	2
GI5	0,5	4	5	2
GI6	0,5	7	5	2

Los especímenes se limpiaron con acetona y se lavaron con etanol en un baño ultrasónico por 15 minutos. Las muestras se secaron con aire caliente antes de realizar las pruebas electroquímicas. Las variables de respuesta fueron velocidad de degradación, cantidad de iones liberados y morfología de la superficie de corrosión.

Los arcos fueron insertados en las ranuras de los brackets y adheridos directamente en dos premolares (recolectados de pacientes con previa autorización, tomando en consideración las normas estipuladas en la Resolución 8430 de 1993 del Ministerio de Protección Social). Los premolares fueron incrustados en un molde de acrílico, en el cual un mismo evaluador aplicó un grado de apiñamiento. Los arcos fueron insertados con dos fuerzas aplicadas de 56 y 224 gramos-fuerza (gf), la cual se midió en el dontrix —instrumento que sirve para medir la fuerza aplicada al alambre de níquel-titanio— (Figura 1).

Table 1. Experimental groups

Group	[NaF] (%)	pH	Immersion time (h)	Number of samples
GC1	0	7	0	2
GC2	0	7	5	2
GI1	0	4	0	2
GI2	0.5	4	0	2
GI3	0	4	5	2
GI4	0.5	7	0	2
GI5	0.5	4	5	2
GI6	0.5	7	5	2

Samples were cleaned with acetone and rinsed with ethanol in an ultrasonic bath for 15 minutes. They were dried with hot air before performing the electrochemical tests. The response variables were: degradation rate, amount of released ions, and morphology of corrosion surface.

The arches were inserted into the bracket slots and directly attached to two premolars (collected from patients with prior authorization, taking into account the standards set forth in Resolution 8430 of 1993 of the Ministry of Social Protection). The premolars were embedded in an acrylic mold, in which the same evaluator applied a crowding degree. The arches were inserted with two applied forces of 56 and 224 gram-force (gf), which was measured in a Dontrix—an instrument used to measure the force applied to a nickel-titanium wire— (Figure 1).

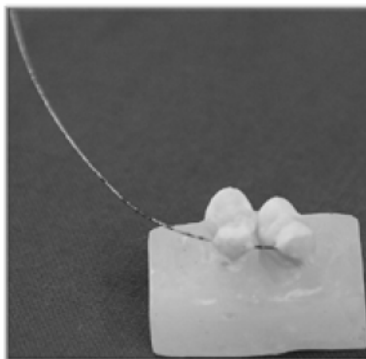


Figura 1. Modelo donde se simuló el apiñamiento

Figure 1. Model where crowding was simulated

## Caracterización y pruebas electroquímicas

La composición de los arcos se evaluó por medio de fluorescencia de rayos X de energía dispersa. Se analizaron tres puntos diferentes del arco y se promediaron para encontrar la composición final. El equipo que se usó fue un espectrómetro de fluorescencia de rayos X de energía dispersa Shimadzu EDX 800 HS, con un detector de estado sólido Si(Li) y una fuente de rayos X de rodio, con un colimador de 3 mm sin filtro. La cuantificación de los elementos se realizó empleando el método de los parámetros fundamentales (FP) mediante el software DXP-700E, Versión 1.00 REL. 014.

Se usó como electrolito saliva artificial Afnor (NaCl 0,7 g/L; KCl 1,2 g/L; NaHCO<sub>3</sub> 1,5 g/L; KSCN 0,33 g/L; Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O 0,26 g/L; urea 1,3 g/L), y su preparación se realizó de acuerdo a la norma ISO 3696 en agua destilada con diferentes concentraciones de fluoruro de sodio. Esto con el fin de obtener medios de saliva artificial con pH de 4, pH de 7, y concentraciones de fluoruro de sodio (NaF) al 0% y 0,5%.

Los alambres de níquel-titanio se evaluaron en una celda con tres electrodos: un electrodo de plata/cloruro de plata como referencia, uno de grafito como contraelectrodo, y el arco de níquel-titanio como electrodo de trabajo. La celda se sumergió en un baño termostataado marca Huber, para simular la temperatura corporal a 37,5° C (Figura 2), y los electrodos de la celda fueron conectados al potencióstato/galvanostato Gamry 600. Se determinó el potencial de corrosión por 300 segundos y se realizaron los ensayos de espectroscopía de impedancia electroquímica, resistencia a la polarización y curvas de Tafel para determinar el comportamiento a la corrosión del material en los medios. Se obtuvieron parámetros de potencial de corrosión y resistencia a la polarización. Se analizaron las muestras por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (MEB); el análisis químico de los productos encontrados se observó por EDS (espectroscopía de energía dispersa de rayos X) y el electrolito resultante se analizó mediante absorción atómica para cuantificar la cantidad de iones de níquel liberado.

## Characterization and electrochemical testing

The composition of arches was evaluated by means of energy dispersive X-ray fluorescence. Three different points of each arch were analyzed and averaged to find final composition, using a dispersed energy Shimadzu EDX 800 HS X-ray fluorescence spectrometer, with a solid state detector Si(Li) and a source of X-rays of rhodium, with 3 mm collimator and no filter. The quantification of elements was carried out using the method of basic parameters (BP) by means of the DXP-700E software, version 1.00 REL. 014.

Afnor artificial saliva (NaCl 0.7 g/L; KCl 1.2 g/L; NaHCO<sub>3</sub> 1.5 g/L; KSCN 0.33 g/L; Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O 0.26 g/L; urea 1.3 g/L) was used as electrolyte, which was prepared following ISO Standard 3696 in distilled water with different sodium fluoride concentrations. This in order to obtain environments of artificial saliva with pH 4, pH 7, and concentrations of sodium fluoride (NaF) of 0% and 0.5%.

Nickel-titanium wires were evaluated in a cell with three electrodes: a silver/silver chloride electrode as reference, a graphite electrode as counter electrode, and a nickel-titanium arch as working electrode. The cell was immersed in a Huber thermally insulated bath to simulate body temperature to 37.5° C (Figure 2), and the cell electrodes were connected to a Gamry 600 potentiostat/galvanostat. Corrosion potential was determined for 300 seconds, conducting the tests of electrochemical impedance spectroscopy, polarization resistance, and Tafel curves to determine the behavior to corrosion of the material in the environment. The parameters of potential of corrosion and resistance to polarization were obtained. Samples were analyzed by means of optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM); the chemical analysis of the products found was conducted by EDS (energy dispersive X-ray spectroscopy) and resulting electrolyte was analyzed by atomic absorption to quantify the amount of released nickel ions.

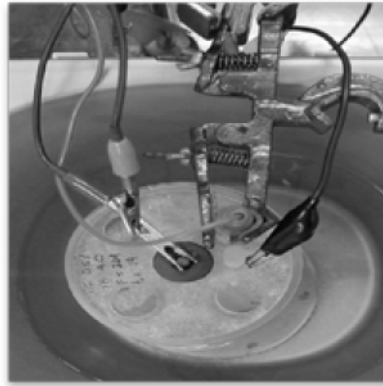


Figura 2. Celda con los tres electrodos

Figure 2. Cell with three electrodes

## RESULTADOS

### Caracterización por fluorescencia de rayos X

La composición de la aleación fue de 57,988% Ni, 42% Ti, y unas trazas de Zr (0,012%), con unas desviaciones estándar de 0,2, 0,2 y 0,001 respectivamente.

### Pruebas electroquímicas

Las pruebas de potencial de corrosión permiten establecer que a menor potencial de corrosión, mayor es la susceptibilidad a la corrosión. En la figura 3 se aprecia que existen valores de potencial menores cuando el electrolito contiene 0,5% de NaF, haciendo la aleación más susceptible al ataque de las sales que componen el electrolito. Potenciales mayores están relacionados con la formación de una capa de óxido sobre la superficie de la aleación que protege la probeta, haciéndola más estable. Esta capa de óxido generalmente contiene dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) y trazas de óxido de níquel ( $\text{NiO}$ ).<sup>7</sup>

## RESULTS

### Characterization by X-ray fluorescence

The composition of the alloy was 57.988% Ni, 42% Ti, and some traces of Zr (0.012%), with a standard deviation of 0.2, 0.2, and 0.001 respectively.

### Electrochemical tests

Corrosion potential tests allow to establish that the lower the corrosion potential the greater the susceptibility to corrosion. Figure 3 shows that potential values are lower when the electrolyte contains 0.5% of NaF, making the alloy more vulnerable to the attack of salts in the electrolyte. Higher potentials are linked to the formation of an oxide layer on the surface of the alloy that protects the test tube, making it more stable. This oxide layer usually contains titanium dioxide ( $\text{TiO}_2$ ) and traces of nickel oxide ( $\text{NiO}$ ).<sup>7</sup>

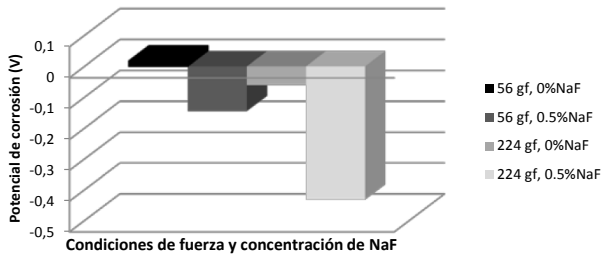


Figura 3. Potencial de corrosión (V) a pH 4 y tiempo de exposición de 5 horas

La medida de impedancia electroquímica permite determinar los procesos que suceden en la interfase metal-óxido-electrolito. El diagrama de Nyquist (Figura 4) muestra un cambio de pendiente, lo que permitió observar dos porciones del diagrama, una como bajas frecuencias y otra como altas frecuencias, lo cual indicó, respectivamente, la transferencia de carga entre la aleación y el electrolito y la formación de un óxido sobre la superficie del material. La transferencia de carga se puede entender en este caso como la pérdida gradual de masa del alambre de nitinol.

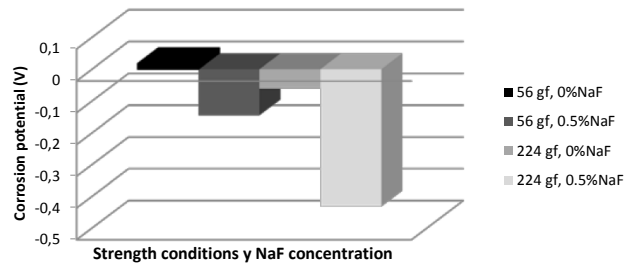


Figure 3. Corrosion potential (V) at pH 4 and exposure time of 5 hours

Measuring electrochemical impedance allows determining the processes happening at the metal-oxide-electrolyte interface. The Nyquist diagram (Figure 4) shows a change in slope, pointing at two parts of the diagram: one as low frequencies and one as high frequencies, respectively indicating the load transfer between alloy and electrolyte, and the formation of an oxide on the material's surface. In this case, load transfer can be understood as the gradual loss of nitinol wire mass.

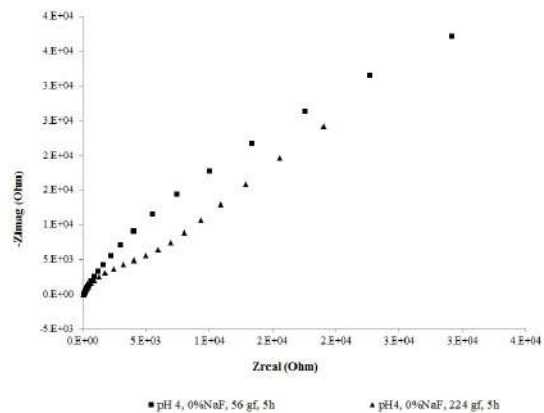
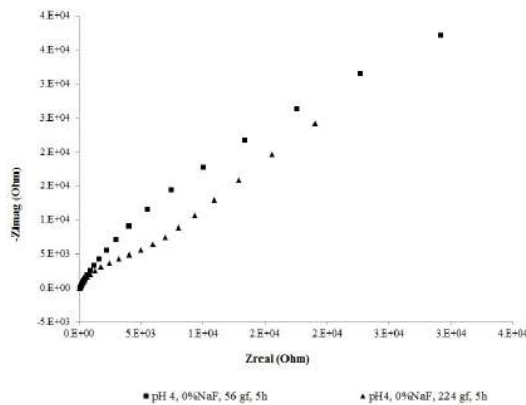


Figura 4. Espectroscopia de impedancia electroquímica, pH 4 y tiempo de inmersión de 5 horas

Figure 4. Electrochemical impedance spectroscopy, pH 4 and immersion time of 5 hours

La técnica de resistencia a la polarización lineal permitió calcular la medida de la velocidad de corrosión directa en tiempo real, por medio de las ecuaciones 1 y 2.<sup>11, 12</sup>

Linear polarization resistance allowed calculating direct corrosion rate in real time by means of equations 1 and 2.<sup>11, 12</sup>

$$CR = K_1 \frac{i_{cor}}{\rho} EW$$

### Ecuación 1

Donde CR está dado en mm/año

$i_{cor}$ : Densidad de corriente a la que ocurre la disolución del material en  $\mu A/cm^2$

$K_1$ :  $3,27 \times 10^{-3}$ , mm.g/ $\mu A.cm.año$

EW: peso equivalente de la aleación níquel-titanio, adimensional.

La densidad de corriente de corrosión puede ser calculada a partir de la resistencia a la polarización ( $R_p$ ) y el coeficiente de Stern-Geary ( $B = 0,02605$ ), como se muestra en la ecuación 2 de Stern-Geary.

$$i_{cor} = 10^6 \frac{B}{R_p}$$

### Ecuación 2

A mayor resistencia a la polarización, menor es la corriente de corrosión, y a su vez menor será la velocidad de corrosión. El valor de la resistencia a la polarización para pH 7, 0,5% NaF y 56 gf al mismo tiempo de inmersión fue mucho menor que el presentado a pH 7, 0,5% NaF y 224 gf, lo que indicó que la cantidad de fluoruro de sodio agregada disminuye sustancialmente el valor de la resistencia a la polarización a una fuerza de 56 gf, haciendo que el alambre se encuentre más susceptible a corroerse en el medio saliva artificial-fluoruro de sodio.

Los datos encontrados sobre velocidad de corrosión muestran valores más altos para los electrolitos que contenían el mayor porcentaje de peso de fluoruro de sodio y menor pH (4), independientemente de la fuerza aplicada, lo que indicó que el medio en donde se encuentra el alambre de nitinol es el que más interviene en su desgaste (Tabla 2).

$$CR = K_1 \frac{i_{cor}}{\rho} EW$$

### Equation 1

Where CR is expressed in month/year

$i_{cor}$ : Current density of material dissolution in  $\mu A/cm^2$

$K_1$ :  $3.27 \times 10^{-3}$ , mm.g/ $\mu A.cm.year$

EW: equivalent weight of the nickel-titanium alloy, dimensionless.

Corrosion current density can be calculated from polarization resistance ( $R_p$ ) and the Stern-Geary coefficient ( $B = 0.02605$ ), as shown in equation 2 by Stern-Geary.

$$i_{cor} = 10^6 \frac{B}{R_p}$$

### Equation 2

The greater the polarization resistance the lower the current of corrosion, and hence the lower the corrosion rate. The value of resistance to polarization for pH 7, 0.5% NaF and 56 gf at the same time of immersion was much lower than the one at pH 7, 0.5% NaF and 224 gf, suggesting that the amount of added sodium fluoride substantially reduces the value of resistance to polarization at a force of 56 gf, making the wire more likely to corrode in the artificial saliva-sodium fluoride environment.

The found corrosion rate data show higher values for electrolytes containing the greatest percentage of sodium fluoride weight and lower pH (4), regardless of the applied force, suggesting that the environment where the nitinol wire is located is the one that most intervenes in its deterioration (Table 2).



Tabla 2. Resistencias a la polarización y velocidades de corrosión

N.º de ensayo	Concentración de NaF en % de peso	pH	Fuerza (gf)	Tiempo (horas)	Resistencia a la polarización Rp (Ohm.cm <sup>2</sup> )	Corriente de corrosión Icor (µA/cm <sup>2</sup> )	Velocidad de corrosión CR (mm/año)
1	0	4	56	0	125679	0,2073	0,0030
2	<b>0,5</b>	<b>4</b>	56	0	534	48,8038	<b>0,7131</b>
3	0	7	56	0	495678	0,0526	0,0008
4	0,5	7	56	0	131233	0,1985	0,0029
5	0	4	224	0	95135	0,2738	0,0040
6	<b>0,5</b>	<b>4</b>	224	0	579	45,0194	<b>0,6578</b>
7	0	7	224	0	376890	0,0691	0,0010
8	0,5	7	224	0	587111	0,0444	0,0006
9	0	4	56	5	171228	0,1521	0,0022
10	<b>0,5</b>	<b>4</b>	56	5	586	44,4721	<b>0,6498</b>
11	0	7	56	5	578531	0,0450	0,0007
12	0,5	7	56	5	167288	0,1557	0,0023
13	0	4	224	5	131893	0,1975	0,0029
14	0,5	4	224	5	5556	4,6890	0,0685
15	0	7	224	5	495613	0,0526	0,0008
16	0,5	7	224	5	741295	0,0351	0,0005

Table 2. Polarization resistance and corrosion rates

Test #	Concentration of NaF in weight %	pH	Force (gf)	Time (hours)	Polarization resistance Rp (Ohm.cm <sup>2</sup> )	Current of corrosion Icor (µA/cm <sup>2</sup> )	Corrosion Rate CR (mm/year)
1	0	4	56	0	125679	0.2073	0.0030
2	<b>0.5</b>	<b>4</b>	56	0	534	48.8038	<b>0.7131</b>
3	0	7	56	0	495678	0.0526	0.0008
4	0.5	7	56	0	131233	0.1985	0.0029
5	0	4	224	0	95135	0.2738	0.0040
6	<b>0.5</b>	<b>4</b>	224	0	579	45.0194	<b>0.6578</b>
7	0	7	224	0	376890	0.0691	0.0010
8	0.5	7	224	0	587111	0.0444	0.0006
9	0	4	56	5	171228	0.1521	0.0022
10	<b>0.5</b>	<b>4</b>	56	5	586	44.4721	<b>0.6498</b>
11	0	7	56	5	578531	0.0450	0.0007
12	0.5	7	56	5	167288	0.1557	0.0023
13	0	4	224	5	131893	0.1975	0.0029
14	0.5	4	224	5	5556	4.6890	0.0685
15	0	7	224	5	495613	0.0526	0.0008
16	0.5	7	224	5	741295	0.0351	0.0005

El análisis de las curvas de Tafel y polarización potenciodinámica permitió hacer inferencias sobre la estabilidad de posibles óxidos formados en la superficie y la susceptibilidad a la corrosión. Si las curvas se desplazan hacia la derecha, ello indica que la densidad de corriente de corrosión es mayor, y por ende hay mayor velocidad de corrosión. Si las curvas se desplazan hacia abajo, ello indica mayor susceptibilidad a la corrosión. En la figura 5 se observó que a pH 4 y 0,5% NaF, las curvas presentaron corrientes de corrosión mayor (se desplazan hacia la derecha), y, por lo tanto, hay mayor susceptibilidad a la corrosión. Los valores correspondientes a la velocidad de corrosión se presentan en la tabla 2.

Analysis of Tafel curves and potentiodynamic polarization allowed making inferences about the stability of possible oxides formed on the surface and corrosion susceptibility. If curves move to the right, this indicates that corrosion current density is higher, and thus there is greater corrosion rate. If curves move downwards, this suggests increased corrosion susceptibility. Figure 5 shows that at pH 4 and 0.5% NaF, the curves showed greater corrosion currents (moving clockwise), and, therefore, there is increased corrosion susceptibility. Corrosion rate values are shown in table 2.

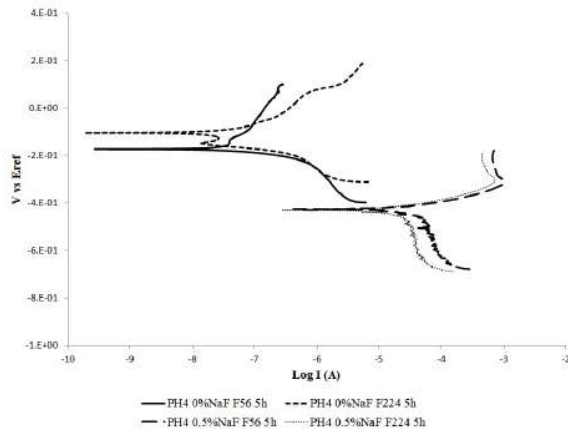


Figura 5. Curva tafel para pH 4 y 5 horas de inmersión

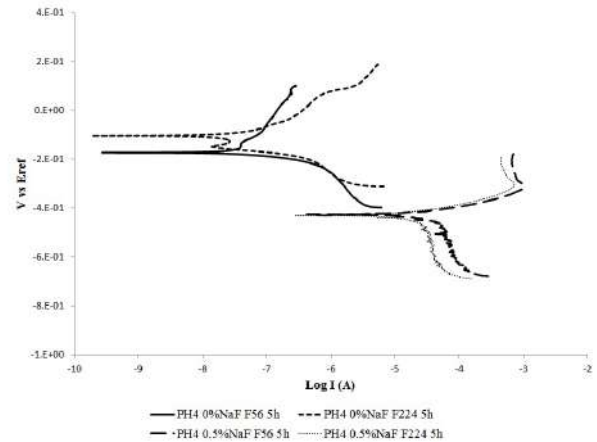


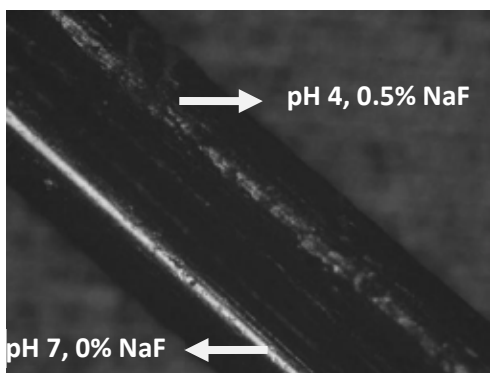
Figure 5. Tafel curve for pH 4 and 5 hours of immersion

### Microscopía óptica y absorción atómica

Los análisis de microscopía óptica mostraron que los alambres expuestos a la solución con pH 4 y 0,5% NaF fueron frágiles al contacto y se fracturaron en el punto de tensión, mientras que los alambres expuestos a pH 7 y 0% NaF no evidenciaron punto de fractura y mantuvieron brillo y elasticidad (Figuras 6 y 7). Sin embargo, se presentó el fenómeno de corrosión y desgaste en ambas muestras. Es claro que el factor tensión influyó de alguna manera en las propiedades mecánicas del material en estudio.

### Optical microscopy and atomic absorption

Optical microscopy analysis showed that the wires exposed to the solution with pH 4 and 0.5% NaF were fragile to contact and fractured at the point of tension, while the wires exposed to pH 7 and 0% NaF showed no fracture point and kept brightness and elasticity (Figures 6 and 7). However, both samples showed the phenomenon of corrosion and wear. It is clear that the factor tension somehow influenced the mechanical properties of the material under study.



6. Micrografía de los alambres expuestos a solución con pH 4, 0,5% NaF y pH 7, 0% NaF a un tiempo de exposición de 14 días. 4X

**Figure 6. Micrograph of wires exposed to solution with pH 4, 0.5% NaF and pH 7, 0% NaF at an exposure time of 14 days. 4 X**

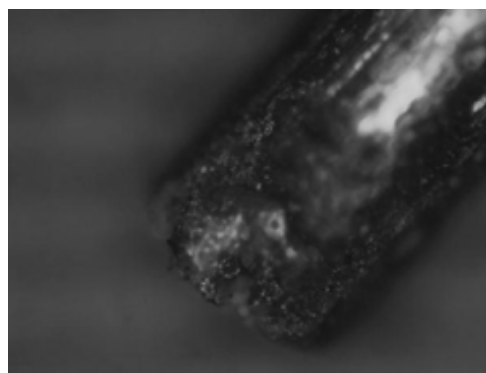


Figura 7. Micrografía del alambre expuesto a solución con pH 4, 0,5% NaF a un tiempo de exposición de 14 días. 10X

**Figure 7. Micrograph of the wire exposed to solution with pH 4, 0.5% NaF at an exposure time of 14 days. 10 X**

Por medio de absorción atómica se encontró que existe una diferencia significativa en cuanto a la liberación de iones níquel en un tiempo de 14 días. Para un pH 4, una fuerza aplicada de 224 gf y 0,5% NaF, la cantidad de níquel liberado fue de 38,76 mg Ni/L, mientras que para un pH 7, fuerza aplicada de 56 gf y 0% NaF, la cantidad de níquel liberado fue de 0,23 mg Ni/L. Lo anterior permitió inferir que las variables pH y concentración de fluoruro de sodio, correspondientes a variables que afectan el electrolito, influyen en la cantidad de iones níquel liberados al medio.

### Análisis morfológico por SEM

El análisis morfológico se hizo sobre los arcos expuestos a 14 días de inmersión a 37,5° C (pruebas de liberación iónica). En las micrografías se pudo observar que hubo corrosión localizada por picado con diferentes capas de profundidad en toda el área del material, por lo que hay pérdida del mismo. Esta forma de corrosión puede producir fallas estructurales, llegando al debilitamiento parcial o total del material (Figuras 8 y 9).

The atomic absorption test showed that there is a significant difference in terms of nickel ion release in a period of 14 days. For a pH 4, an applied force of 224 gf and 0.5% NaF, the amount of released nickel was 38.76 mg Ni/L, while for a pH 7, an applied force of 56 gf and 0% NaF, the amount of released nickel was 0.23 mg Ni/L. This allowed to infer that the variables pH and sodium fluoride concentration, corresponding to variables affecting the electrolyte, influence the amount of nickel ions released into the environment.

### Morphology analysis by SEM

The morphological analysis was made on the arches exposed to 14 days of immersion at 37.5 ° C (ionic release tests). The micrographs showed that there was localized corrosion by grinding with different layers of depth throughout the material's area, indicating loss of it. This form of corrosion can cause structural failures, causing the total or partial weakening of the material (Figures 8 and 9).

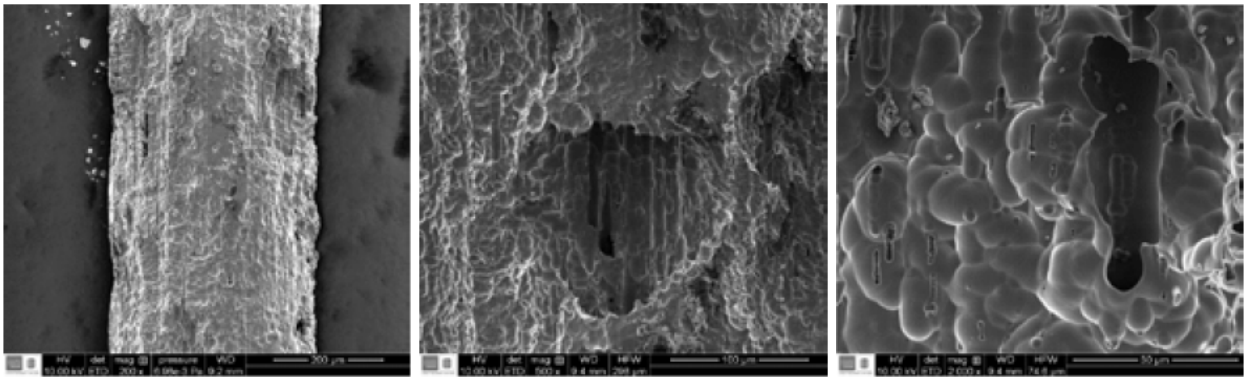


Figura 8. Arco de nitinol expuesto a pH 4 y 0,5% NaF a diferentes aumentos en un punto sin tensión, 200X, 500X y 2000X respectivamente

**Figure 8. Nitinol arch subjected to pH 4 and 0.5% NaF in different magnifications at a point with no tension, 200 X, 500 X and 2000 X respectively**

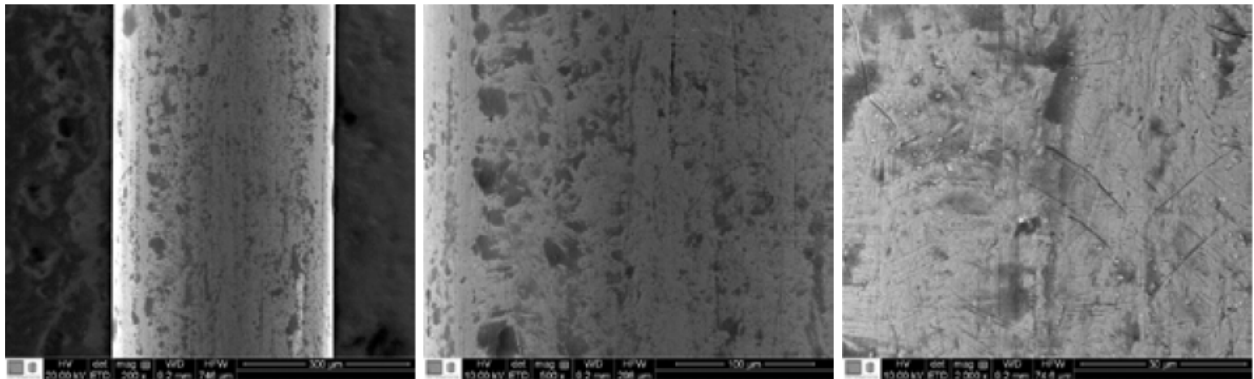


Figura 9. Arco de nitinol expuesto a pH 7 y 0% NaF a diferentes aumentos en un punto sin tensión, 200X, 500X y 2000X respectivamente

**Figure 9. Nitinol arch subjected to pH 7 and 0% NaF in different magnifications at a point with no tension, 200 X, 500 X and 2000 X respectively**

Los análisis EDS realizados al níquel (Ni)-titanio (Ti) mostraron, en general, tres subcapas de color gris oscuro, medio y claro. En las partes de color oscuro hubo principalmente Ti, Ni y O. Ti y Ni con 36 y 48 % de peso respectivamente, y oxígeno con 3% de peso. La capa de color gris oscuro es una subcapa en donde el elemento principal es Ti y NiO formada como producto de corrosión, y que se encuentra sobre una capa de Ni y Ti, fase rica en Ni —capa de color más claro— (Figuras 9 y 10).

The EDS analysis on nickel (Ni)-titanium (Ti) showed, in general, three sublayers of dark grey, mid grey and light grey shades. The areas with dark shades had mainly Ti, Ni, and O. Ti and Ni with 36 and 48% weight respectively, and oxygen with 3% of weight. The dark grey coat is a sublayer where the main element is Ti and NiO formed as a result of corrosion, located on a layer of Ni and Ti, a phase rich in Ni—layer of lighter shade— (Figures 9 and 10).

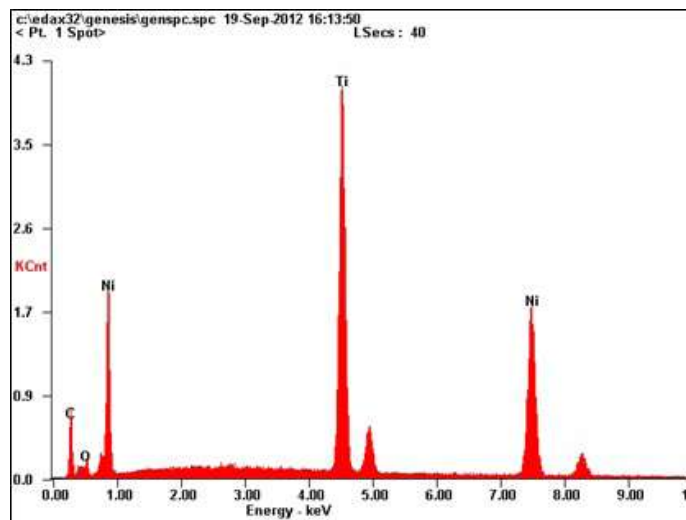


Figura 10. Espectro EDS del alambre de nitinol

Figure 10. EDS spectrum of nitinol wire

## Análisis estadístico

Se observan los factores que son estadísticamente significativos para la variable de respuesta velocidad de corrosión. Se observa que existe un efecto significativo de las variables pH, concentración de fluoruro de sodio y la interacción doble [NaF] y pH. El efecto del pH es negativo, lo cual indica que, a mayor valor de pH, menor es la velocidad de corrosión. La concentración de fluoruro de sodio es igualmente significativa para la variable de respuesta velocidad de corrosión, y tiene un efecto positivo sobre la variable de respuesta; a medida que aumenta la concentración de NaF, aumenta la velocidad de corrosión. También se observa que la interacción doble [NaF] y pH tiene efecto negativo sobre la velocidad de corrosión, en donde a pH 4, la velocidad de corrosión aumenta a medida que se llega a 0,5% de NaF. La variable tiempo se tomó en cuenta solamente para las pruebas electroquímicas, en donde el máximo de tiempo fue de 5 horas. El tiempo no fue un factor influyente en la variable de respuesta (Figura 11).

## Statistical analysis

This section includes the statistically significant factors for the variable of response to corrosion rate. There is a significant effect of variable pH, concentration of sodium fluoride, and double interaction [NaF] and pH. The effect of pH is negative, suggesting that the higher the pH value, the lower the corrosion rate. The concentration of sodium fluoride is also significant for the variable response to corrosion rate, and it has a positive effect on the variable of response; as the concentration of NaF increases, corrosion rate also increases. Also, the double interaction [NaF] and pH has a negative effect on corrosion rate, so at pH 4, corrosion rate increases as it gets to 0.5% of NaF. The time variable was taken into account only for the electrochemical tests, where the maximum period of time was 5 hours. Time was not an influential factor in the variable of response (Figure 11).

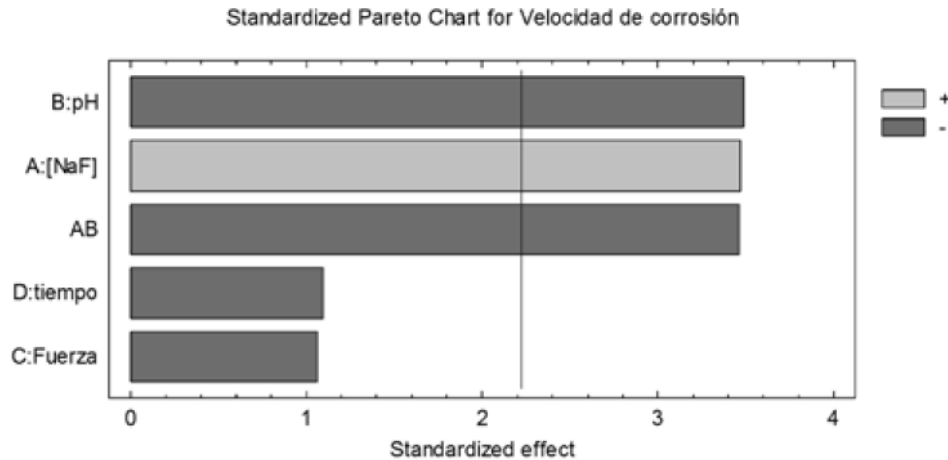


Figura 11. Diagrama de Pareto

Figure 11. Pareto chart

## DISCUSIÓN

Como prevención de la aparición de caries, en odontología generalmente se aplica flúor —elemento con propiedad antibacterial que permite dar resistencia y mineralizar la capa del esmalte dental—. Si bien el flúor ejerce una acción protectora del diente durante toda la vida, en interacción con algunos materiales de uso en la ortodoncia no proporciona el mismo beneficio.<sup>13, 14</sup> En este estudio se observaron diferencias en la corrosión de arcos de níquel-titanio de 0,016 pulgadas cuando son expuestos a diferentes fuerzas en saliva artificial con diversas concentraciones de fluoruros y valores de pH. De esta forma, se encontró que cuando se introduce cierta cantidad de NaF, el potencial de corrosión cambia, lo que indica que los arcos expuestos a 0,5% de fluoruro de sodio están sometidos a cambios superficiales diferentes a los que están expuestos a la saliva artificial pura.

Haciendo una comparación entre los valores de pH, a un pH 7 se tienen potenciales más altos que a un pH 4, lo que sugiere que los valores de pH, y por ende los valores de concentración de fluoruro, determinan los parámetros de corrosión de la muestra. Independientemente de la fuerza aplicada, se evidencia un mismo comportamiento para 0% de concentración de NaF y para 0,5% de con-

## DISCUSSION

In order to prevent dental caries, dental professionals generally apply fluoride—an element with antibacterial properties that provide strength and mineralize the dentin layer—. Even though fluoride has a protective action on teeth during the entire life of patients, in interaction with some dental materials it fails to provide the same benefits.<sup>13, 14</sup> This study analyzed differences in corrosion of 0.016” nickel-titanium arches exposed to various forces in artificial saliva with different concentrations of fluorides and pH values. Thus it showed that introducing a certain amount of NaF modifies the potential of corrosion, suggesting that arches exposed to 0.5% sodium fluoride are subjected to different surface changes in comparison to the ones exposed to pure artificial saliva.

In terms of comparison of pH values, pH 7 has a higher corrosion potential than pH 4, suggesting that pH values—and therefore the values of fluoride concentration—determine the sample’s corrosion parameters. Regardless of the applied force, there is evidence of the same behavior for 0% and 0.5%

centración de NaF, de modo que el módulo de la impedancia es menor para los arcos expuestos a saliva artificial con 0,5% de NaF, lo cual indica una susceptibilidad mayor a la corrosión en los arcos expuestos a pH 4 con 0,5% de NaF. Lo anterior concuerda con los hallazgos de Walker, White y Kula<sup>15</sup> sobre los efectos del flúor en gel en las propiedades mecánicas de los arcos de ortodoncia de níquel-titanio (Ni-Ti) y de cobre-níquel-titanio (Cu-Ni-Ti); estos autores encontraron que las propiedades mecánicas de descarga de los alambres se redujeron significativamente después de la exposición a los dos agentes de fluoruro estudiados. Estos resultados sugieren que el uso tópico de agentes fluorados con alambres de níquel-titanio podría disminuir las funciones de descarga en las propiedades mecánicas del alambre y contribuir a un tratamiento de ortodoncia prolongado.

El comportamiento del potencial de corrosión cambia cuando se introduce cierta cantidad de fluoruro de sodio, debido a la formación de una capa protectora de óxido sobre la superficie de aleación, que la hace más estable ante el ataque de las sales que afectan la morfología del alambre.<sup>16, 17</sup> La diferencia en la velocidad de corrosión entre las dos fuerzas, 56 gf y 224 gf, se halla cuando el arco de níquel-titanio se encuentra a un tiempo de inmersión de 5 horas; el valor de resistencia a la corrosión para una muestra sumergida a pH4, 0%NaF y a 5 horas de inmersión es menor para la fuerza de 224 gf que para la de 56 gf, lo que indica que la influencia en la velocidad de corrosión la da el porcentaje de fluoruro de sodio. La película pasiva que se forma en la superficie de la aleación no es estable en las condiciones de carga, sino que se da paso al agrietamiento de esa película pasiva, haciendo que el material se corroa.<sup>18</sup>

El estudio de la liberación de iones de níquel permitió concluir que el valor liberado de iones en el medio es mayor cuando el pH es menor. Estos valores encontrados por absorción atómica indican que en los puntos en los que hay disminución de pH por alguna patología dental o por mala higiene, además del uso de productos comerciales que contienen fluoruros,<sup>19</sup> la corrosión puntual del material se da a una velocidad considerable y ocurre una abundante liberación de iones de níquel al medio.

concentration of NaF, and thus impedance module is lower for the arches exposed to artificial saliva with 0.5% NaF, suggesting greater susceptibility for corrosion in the arches exposed to pH 4 with 0.5% NaF. This agrees with the findings by Walker, White, and Kula<sup>15</sup> on the effects of fluoride gel on the mechanical properties of nickel-titanium (Ni-Ti) and copper-nickel-titanium (Cu-Ni-Ti) orthodontic arches. These authors found out that the unloading mechanical properties of these archwires are significantly reduced after exposing them to the two fluoride agents under study. These results suggest that the topical use of fluoridated agents with nickel-titanium wires could reduce their unloading functions in the wire's mechanical properties and contribute to a long-lasting orthodontic treatment.

The behavior of corrosion potential changes when a certain amount of sodium fluoride is applied, due to the formation of a protective layer of oxide on the alloy surface, which makes it more stable to the attack of salts that affect the wire's morphology.<sup>16, 17</sup> The difference in corrosion rate between the two forces (56 gf and 224 gf) occurs when the nickel-titanium arch is immersed for a period of 5 hours; the value of corrosion resistance for a sample submerged in pH 4, 0% NaF and during 5 hours of immersion is lower for the force of 224 gf than for 56 gf, indicating that the influence on corrosion rate is provided by the percentage of sodium fluoride. The passive layer appearing on the alloy surface is not stable in loading conditions, but rather that passive layer presents cracking, which leads to material corrosion.<sup>18</sup>

The analysis of nickel ion release allowed concluding that the value of ions released into the environment is higher in the presence of a lower pH. These values, found by atomic absorption, indicate that at points where pH is decreased due to dental pathology or poor hygiene, in addition to the use of commercial products containing fluoride,<sup>19</sup> the material's corrosion occurs at a considerable rate and there is abundant release of nickel ions into the environment.

## CONCLUSIONES

- Las técnicas electroquímicas aplicadas permitieron determinar que los arcos de aleación níquel-titanio en saliva artificial en las diferentes condiciones de ensayo tienen menor susceptibilidad a la corrosión cuando no contienen concentraciones de NaF y cuando hay mayor valor de pH, lo que se encuentra relacionado con la formación de una capa de óxido en la superficie de la aleación, cuya estabilidad depende del ataque de los iones del medio en la superficie de la aleación.
- Se evidencia un desgaste de la superficie de la aleación níquel-titanio, asociado a la corrosión por picado, que se presenta mayormente en el arco que estuvo expuesto durante 14 días a pH 4 y 0,5% en peso de NaF, en donde el material libera iones de níquel con concentraciones de 38,76 mg Ni/L. En los puntos de contacto en donde el pH disminuye por razones de uso de productos fluorados e higiene, dicha liberación es considerable.
- El análisis estadístico permitió concluir que se encuentran mayores valores de velocidad de corrosión cuando el electrolito contiene mayor porcentaje de fluoruros, mientras que a menor pH, el arco de nitinol es más susceptible a corroerse. La variable fuerza estudiada no resultó significativa para la variable de respuesta a la velocidad de corrosión.

## CONFLICTO DE INTERÉS

Los autores declaran no tener ningún conflicto de interés.

## CORRESPONDENCIA

Nerly Deyanira Montañez Supelano  
 Universidad Santo Tomás. Grupo de Investigación en Corrosión (Universidad Industrial de Santander)  
 (+57) 311 221 12 08  
 ing.nerly.montanez@hotmail.com  
 Calle 9 carrera 27, Ciudad Universitaria  
 Bucaramanga, Colombia

## CONCLUSIONS

- The used electrochemical techniques allowed determining that nickel-titanium alloy arches in artificial saliva under different testing conditions are less vulnerable to corrosion when there is no concentration of NaF and in the presence of greater pH values, which is related to the formation of an oxide layer on the alloy surface, whose stability depends on the attack of ions in its environment.
- There was attrition of the nickel-titanium alloy surface, associated to corrosion by gridding, mostly occurring on the arch that was exposed for 14 days at pH 4 and 0.5% of NaF weight, with the material releasing nickel ions at concentrations of 38.76 mg Ni/L. At the contact points where pH decreases due to use of fluorinated products and hygiene, this release is significant.
- The statistical analysis allowed concluding that higher corrosion rate values occur when the electrolyte contains greater percentage of fluorides, while with lower pH values the nitinol arch is more vulnerable to corrosion. The studied variable of force did not prove to be significant for the variable of response to corrosion rate.

## CONFLICT OF INTEREST

The authors declare not having any conflict of interest.

## CORRESPONDING AUTHOR

Nerly Deyanira Montañez Supelano  
 Universidad Santo Tomás. Grupo de Investigación en Corrosión (Universidad Industrial de Santander)  
 (+57) 311 221 12 08  
 E-mail: ing.nerly.montanez@hotmail.com  
 Calle 9 carrera 27, Ciudad Universitaria  
 Bucaramanga, Colombia



## REFERENCIAS / REFERENCES

1. Graber TM, Vanarsdall RL, Vig KW. Biomateriales en ortodoncia. En: Ortodoncia: Principios generales y técnicas. 4 ed., Buenos Aires: Editorial Médica Panamericana; 2003. p. 345-390.
2. Chaturvedi TP. Una revisión sobre la corrosión de los metales en ortodoncia [Corrosion behavior of orthodontic alloys]. The Orthodontic Cyber Journal [Internet] 2008; enero [consultado el 21 de noviembre de 2012]. Disponible en: [https://web.archive.org/web/20101128180222/http://orthocj.com/journal/uploads/2008/01/0054\\_es.pdf](https://web.archive.org/web/20101128180222/http://orthocj.com/journal/uploads/2008/01/0054_es.pdf)
3. Shabalovskaya S, Anderegg J, Van Humbeeck J. Critical overview of nitinol surfaces and their modifications for medical applications. *Acta Biomater* 2008; 4(3): 447-467. DOI: <https://dx.doi.org/10.1016/j.actbio.2008.01.013>
4. Kusy RP. A review of contemporary archwires: their properties and characteristics. *Angle Orthod* 1997; 67(3): 192-207.
5. Walker, MP, Ries D, Kula K, Ellis M, Fricke B. Mechanical properties and surface characterization of beta titanium and stainless steel orthodontic wire following topical fluoride treatment. *Angle Orthod* 2007; 77(2): 342-348.
6. Venugopalan R, Trépanier C. Assessing the corrosion behaviour of Nitinol for minimally-invasive device design. *Min Invas Ther & Allied Technol* 2000; 9(2): 67-74.
7. Montañez N, Peña DY, Estupiñán H. Corrosión de alambres de nitinol en saliva artificial por técnicas electroquímicas. *Rev ION*, 2008; 21(1): 87-96.
8. Lee T, Wang C, Huang T, Chen L, Chou M, Huang H. Corrosion resistance of titanium-containing dental orthodontic wires in fluoride-containing artificial saliva. *J Alloy Comp* 2009; 448(1): 482-489.
9. Uribe GA, Aristizábal JF. Metales y alambres en ortodoncia. En: Fundamentos de odontología: Ortodoncia, teoría y clínica. 2 ed., Medellín: Corporación para investigaciones biológicas; 2010. p. 226-245.
10. Nanda R. Biomecánica en Ortodoncia Clínica. Argentina: Editorial Médica Panamericana; 1997.
11. ASTM International. Standard practice for calculation of corrosion rates and related information from electrochemical measurements. Designation: G102-89 (reapproved 2004). Conshohocken, Pensilvania: ASTM; 2004.
12. ASTM International. Standard test method for conducting potentiodynamic polarization resistance measurements. Designation: G59-97 (reapproved 2003). Conshohocken, Pensilvania: ASTM; 2003.
13. Schiff N, Grosogeat B, Lissac M, Dalard F. Influence of fluoridated mouthwashes on corrosion resistance of orthodontics wires. *Biomaterials* 2004; 25(19): 4535-4542.
14. Li X, Wang J, Han EH, Ke W. Influence of fluoride and chloride on corrosion behavior of NiTi orthodontic wires. *Acta Biomater* 2007; 3(5): 807-815.
15. Walker MP, White RJ, Kula KS. Effect of fluoride prophylactic agents on the mechanical properties of nickel-titanium-based orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2005; 127(6): 662-669.
16. Zhu L, Trépanier C, Fino J, Pelton AR. Oxidation of nitinol and its effect on corrosion resistance. En: *ASM Materials & Processes for Medical Device Conference*; Sanjay Shrivastava 2003. California: ASM International; 2003. p. 156-161.
17. Weinhold E, Velazco G. Corrosión de brackets ortodónticos y su implicación en los procesos alérgicos bucales. *Dentum* 2005; 5(3): 84-90.
18. Liu JK, Lee TM, Liu IH. Effect of loading force on the dissolution behavior and surface properties of nickel-titanium orthodontic archwires in artificial saliva. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2011; 140(2): 166-176.
19. Kumar S, Narayanan S, Kumar SS. Influence of fluoride ion on the electrochemical behaviour of  $\beta$ -Ti alloy for dental implant application. *Corros Sci* 2010; 52(5): 1721-1727.