

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Tese de Doutorado

**“Resistência à Fadiga e Comportamento em Torção  
de Instrumentos Endodônticos de NiTi *ProFile*”**

Autora: Maria Guiomar de Azevedo Bahia  
Orientador: Prof. Vicente Tadeu Lopes Buono

Janeiro 2004

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Maria Guiomar de Azevedo Bahia

“RESISTÊNCIA À FADIGA E COMPORTAMENTO EM TORÇÃO DE  
INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE NiTi *PROFILE*”

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Pós-  
Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da  
Universidade Federal de Minas Gerais

Área de Concentração: Ciência e Engenharia de Materiais  
Orientador: Vicente Tadeu Lopes Buono

Belo Horizonte  
Escola de Engenharia da UFMG

2004

Para Maria Adelaide e Bernardo

Ao Professor Vicente Tadeu Lopes Buono, com quem convivi orientação e desafio, com quem aprendi dedicação e paciência e, sobretudo, que foi capaz de manter o entusiasmo deste ideal até o fim. Minha gratidão!

## AGRADECIMENTOS

Muitas pessoas estiveram envolvidas nas diferentes etapas de elaboração e execução deste trabalho. A todas elas minha gratidão e carinho. Gostaria de agradecer especialmente:

À Professora Berenice Mendonça Gonzalez pela sabedoria e ensinamentos, pelos esclarecimentos e discussões valiosas e, sobretudo, pela amizade e calorosa acolhida na Escola de Engenharia.

Aos professores Dagoberto Brandão Santos e Paulo José Modenesi pelo conhecimento transmitido, paciência e disponibilidade durante todo o tempo.

À Renata de Castro Martins pelo carinho, disponibilidade constante e execução da análise estatística deste trabalho.

À Ana Maria Abras da Fonseca pela execução dos slides e, especialmente, pela colaboração contínua e presença em todos os momentos.

Ao amigo Leandro Aparecido Marcchi pelo valioso auxílio na realização dos ensaios mecânicos.

Aos técnicos e funcionários da EEUFMG que participaram diretamente da execução da parte experimental do trabalho: Newton Urias Pinto, Sandra Cristina Teixeira, Patrícia Mara Trigueiro Azevedo, Andréia Bicalho Henriques, João Alves Ribeiro, Hilda de Souza Batista, Vicente de Paulo Carvalho Alves e Efigênia Neves de Araújo. Muito obrigada pelo carinho e acolhida.

Ao Prof. Cândido Cardoso de Miranda Neto por ter sempre acreditado e incentivado em toda a minha vida profissional.

Aos professores da disciplina de Endodontia da FOUFMG, que contribuíram com o apoio carinhoso.

Ao Prof. Luiz Tadeu de Abreu Polleto, chefe do Departamento de Odontologia Restauradora da FOUFMG, pelo apoio e confiança.

Aos Drs. Lúcio Roberto Marzagão e Paulo Isaias Seraidarian pelo apoio e incentivo imprescindíveis.

À Suzana Carvalho Miranda, consultora técnica da Dentsply-Maillefer, pela grande ajuda na negociação e obtenção dos instrumentos *ProFile*.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais pelo apoio financeiro.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b>	01
<b>2. OBJETIVOS</b>	03
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	04
<b>3.1. Instrumentos Endodônticos de NiTi</b>	04
<b>3.2. Propriedades das Ligas NiTi</b>	11
<b>3.3. O Sistema NiTi</b>	22
<b>3.4. Transformação Martensítica em Ligas NiTi</b>	26
<b>3.5. Tratamento Termomecânico das Ligas NiTi</b>	37
<b>3.6. Deformação Cíclica das Ligas NiTi</b>	44
<b>3.7. Fratura por Fadiga</b>	57
<b>3.7.1. Fadiga em ligas NiTi</b>	60
<b>3.7.2. Fadiga em instrumentos endodônticos de NiTi</b>	80
<b>3.8. Fratura por Torção</b>	87
<b>3.8.1. Comportamento em torção das ligas NiTi</b>	88
<b>3.8.2. Fratura por torção de instrumentos endodônticos de NiTi</b>	93
<b>4. METODOLOGIA</b>	101
<b>4.1. Instrumentos Endodônticos Analisados</b>	101
<b>4.2. Caracterização do Material</b>	103
<b>4.3. Ensaio <i>in vivo</i></b>	104
<b>4.4. Ensaio de Fadiga</b>	107
<b>4.5. Ensaio de Torção</b>	110
<b>4.6. Caracterização da Superfície dos Instrumentos Ensaados</b>	113
<b>4.7. Análise da Superfície de Fratura</b>	113
<b>4.8. Análise Estatística</b>	114
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	117
<b>5.1. Caracterização do Material</b>	117
<b>5.1.1. Composição química</b>	117
<b>5.1.2. Fases Presentes</b>	118
<b>5.1.3. Temperaturas de Transformação</b>	119

<b>5.1.4. Propriedades Mecânicas</b>	120
<b>5.2. Ensaio <i>In Vivo</i></b>	125
<b>5.2.1. Análise da superfície dos instrumentos</b>	125
<b>5.3. Ensaio de Fadiga</b>	128
<b>5.3.1. Grupo Controle 01</b>	128
<b>5.3.2. Grupo Experimental 01</b>	136
<b>5.4. Ensaio de Torção</b>	142
<b>5.4.1. Grupo Controle 02</b>	142
<b>5.4.2. Grupo Experimental 02</b>	150
<b>5.4.3. Grupo Experimental 03</b>	153
<b>5.5. Caracterização da Superfície dos Instrumentos Ensaio em Fadiga</b>	166
<b>5.6. Análise da Superfície de Fratura dos Instrumentos</b>	171
<b>6. CONCLUSÕES</b>	184
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	187
<b>Apêndice I - Resultados dos Ensaio de Fadiga</b>	202
<b>Apêndice II - Dedução da Equação 5.2</b>	207
<b>Apêndice III - Resultados dos Ensaio de Torção</b>	208



**LISTA DE FIGURAS**

<b>Figura 3.1 -</b>	Instrumentos endodônticos de NiTi de <i>taper</i> variáveis.	6
<b>Figura 3.2 -</b>	Seção transversal (a) e vista longitudinal (b) de uma lima <i>ProFile</i> .	7
<b>Figura 3.3 -</b>	Raio e ângulo de curvatura descritos pelos parâmetros $r$ e $\alpha$ .	10
<b>Figura 3.4 -</b>	Curvas tensão-deformação para (a) austenita estável, (b) martensita térmica, (c) martensita induzida por tensão.	16
<b>Figura 3.5 -</b>	Diagrama tensão-temperatura ilustrando a faixa de temperatura onde ocorre a superelasticidade.	17
<b>Figura 3.6 -</b>	Representação esquemática da reconfiguração de maclas da martensita sob tração em uma liga NiTi (1) estado não deformado, (2) acomodação de maclas e formação de maclas compostas, (3) reorientação da martensita, (4) reorientação adicional e demaclação da martensita, (5) processo de demaclação, e (6) geração de deslocamentos pela deformação adicional.	19
<b>Figura 3.7 -</b>	Demaclação da liga NiTi deformada em $T < M_f$ e recuperação de forma em $T > A_f$ .	20
<b>Figura 3.8 -</b>	Diagrama de fase do sistema NiTi.	23
<b>Figura 3.9 -</b>	Diagrama tempo-temperatura-transformação de uma liga Ti-52%atNi.	25
<b>Figura 3.10 -</b>	Curva tensão-deformação mostrando o comportamento pseudoelástico.	29

- Figura 3.11** - Efeito da temperatura de teste sobre as tensões de patamar e limite de resistência. 30
- Figura 3.12** - Dependência do alongamento residual relativo com a temperatura (a) e, dependência da tensão crítica para a formação da martensita com a temperatura (b). 32
- Figura 3.13** - Variação das temperaturas de transformação com o recozimento por 30 minutos nas temperaturas indicadas. 41
- Figura 3.14** - Curvas tensão-deformação em tração de arame Ti-50,85 %at Ni em uma taxa de deformação de  $1,67 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ . 42
- Figura 3.15** - Comportamento cíclico de uma liga NiTi superelástica(a) saturação da deformação plástica após 60 ciclos(b). 45
- Figura 3.16** - Características da deformação cíclica em ligas NiTi. 46
- Figura 3.17** - Propriedades monotônica e cíclica (após 40 ciclos) de arame de NiTi tratado termicamente. 48
- Figura 3.18** - Resposta cíclica para testes de tração uniaxial (ciclos 0, 100, 102 e 200) (a) e resposta estabilizada ciclicamente (ciclos 0, 50 e 100) (b). 49
- Figura 3.19** - Deformações cíclicas sob tração-compressão de uma liga NiTi. 50
- Figura 3.20** - Fotomicrografias obtidas por MET de amostras (a) após deformação cíclica em tração-compressão apresentando maclas tipo I e alta densidade de deslocações e, (b) após 4% de deformação em tração com prevalência de maclas tipo II. 52

- Figura 3.21** - Fotomicrografias obtidas por MET, de amostras deformadas 4% (a) em tração apresentando maclas compostas (100) relacionadas às variantes B e C e, (b) em compressão sem maclas compostas entre as mesmas variantes. 53
- Figura 3.22** - Taxas de crescimento de trinca de fadiga para ligas metálicas biomédicas. 63
- Figura 3.23** - Curvas tensão-deformação para ligas NiTi. O limite de fadiga de  $10^7$  ciclos é marcado por uma barra horizontal. 63
- Figura 3.24** - Curvas de tensão em função do número de ciclos de fadiga até a fratura para ligas NiTi com diferentes Ms. 64
- Figura 3.25** - Curvas tensão-deformação uniaxial do comportamento constitutivo para a austenita estável, austenita superelástica e martensita (a) e comparação das taxas de crescimento da trinca de fadiga em função da variação da intensidade de tensão aplicada na austenita estável e superelástica (b). 70
- Figura 3.26** - Curvas amplitude de deformação/vida em fadiga em várias temperaturas teste para arames de (a) Ti-50%atNi, e (b) Ti-40Ni-10%atCu. 76
- Figura 3.27** - Elevação da temperatura ( $\Delta T$ ) (a) com o tempo e (b) com a velocidade de rotação, para ensaios de fadiga ao ar nas amplitudes de deformação indicadas. 77
- Figura 3.28** - Relação entre a amplitude de deformação e o número de ciclos até a fratura em várias temperaturas ao ar. 78

<b>Figura 3.29</b> - Tensões críticas para transformação martensítica ( $\sigma$ ) de liga NiTi equiatômica em função da temperatura de teste (T) e a via de carregamento.	89
<b>Figura 3.30</b> - Curvas tensão-deformação equivalente mostrando dois testes de torção uniaxial até 2,3% de deformação equivalente (a) e curvas tensão-deformação equivalente em tração (0; 0,7; 1,10; 1,5; 2; 3 e 6%), seguidas por torção (2%) (b).	90
<b>Figura 3.31</b> - Curvas tensão-deformação equivalente em torção (2%), seguidas por tração (0, 0,7, 1,05, 3 e 5,8%) e descarga reversa (a) e curvas tensão-deformação equivalente em tração (0, 0,7, 1,5, 3 e 6%) e torção (2%) simultâneas (b).	92
<b>Figura 4.1</b> - Jogo dos instrumentos <i>ProFile</i> .04 e .06 analisados.	101
<b>Figura 4.2</b> - Bancada de teste posicionada na lupa estereomicroscópica.	108
<b>Figura 4.3</b> - Dispositivo de bancada para ensaios de fadiga.	108
<b>Figura 4.4</b> - Lima posicionada no canal artificial de aço temperado.	109
<b>Figura 4.5</b> - Dispositivo de bancada para teste de torção.	112
<b>Figura 4.6</b> - Instrumento <i>ProFile</i> preso pelas garras do dispositivo para teste de torção.	112
<b>Figura 5.1</b> - Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em uma área de um instrumento <i>ProFile</i> 30/.06.	117
<b>Figura 5.2</b> - Difratoograma obtido em instrumentos <i>ProFile</i> 30/.06.	118

- Figura 5.3** - Difractograma obtido em fios de NiTi com 1,2mm de diâmetro, usados na fabricação dos instrumentos *ProFile*. 118
- Figura 5.4** - Curvas tensão-deformação convencionais médias até a ruptura em tração (3 testes cada), obtidas para os fios no estado como recebido e após 100 ciclos de carga-descarga até 4% de deformação em tração. 121
- Figura 5.5** - Curvas tensão-deformação cíclicas, para carregamento em tração até 4% de deformação e descarga, obtidas em fios de NiTi utilizados na fabricação dos instrumentos *ProFile*. 122
- Figura 5.6** - Sulcos de usinagem e manchas em instrumentos *ProFile* (a) 25/.06 e (b) 30/.06 sem uso. 126
- Figura 5.7** - Trincas e escoamento superficial em instrumentos *ProFile* (a) 25/.06 e (b) 30/.04. 126
- Figura 5.8** - Trincas e sulcos alargados em instrumentos *ProFile* (a) 30/.04 e (b) 25/.04. 127
- Figura 5.9** - Trincas e sulcos alargados e aprofundados em instrumentos *ProFile* (a) e (b) 25/.04. 127
- Figura 5.10** - Valores médios do Número de Ciclos até a Fratura (NCF) de instrumentos *ProFile* sem uso – Grupo Controle 01. 129
- Figura 5.11** - Variação do número de ciclos até a fratura, NCF, com a amplitude de deformação. 132
- Figura 5.13** - Valores médios do NCF para instrumentos *ProFile* dos Grupos Controle 01 e Experimental 01. 139

- Figura 5.14** - Valores médios de torque máximo até a fratura (a) e deflexão angular máxima (b) de instrumentos *ProFile* sem uso - Grupo Controle 02. 143
- Figura 5.15** - Curvas de torção típicas obtidas nos instrumentos *ProFile taper* .04 (a) e *taper* .06 (b) sem uso – Grupo Controle 02. 145
- Figura 5.16** - Valores médios de torque máximo até a fratura (a) e deflexão angular máxima (b) de instrumentos *ProFile* ensaiados em 1/2 de vida em fadiga - Grupo Experimental 02. 151
- Figura 5.17** - Valores médios de torque máximo até a fratura (a) e deflexão angular máxima (b) dos instrumentos *ProFile* ensaiados em 3/4 de vida em fadiga - Grupo Experimental 03. 154
- Figura 5.18** - Valores médios de torque máximo até a fratura (a) e de deflexão angular máxima (b) dos instrumentos *ProFile taper* .04 e .06, pertencentes aos Grupos Controle e Experimentais 02 e 03. 158
- Figura 5.19** - Curvas de torção obtidas em instrumentos *ProFile taper* .04 dos Grupos Controle 02 e Experimentais 02 e 03. (a) 20/.04, (b) 25/.04 e (c) 30/.04. 160
- Figura 5.20** - Curvas de torção obtidas em instrumentos *ProFile taper* .06 dos Grupos Controle 02 e Experimentais 02 e 03. (a) 20/.06, (b) 25/.06 e (c) 30/.06. 161
- Figura 5.21** - Alisamento superficial em instrumento *ProFile* 30/06 ensaiado em bancada de fadiga até 3/4 de vida em fadiga. 167

- Figura 5.22** - Áreas de alisamento superficial intercaladas com áreas com escoamento de material e trincas em instrumento *ProFile* 25/06 ensaiado em bancada de fadiga até 1/2 de vida em fadiga. 168
- Figura 5.23** - Áreas de alisamento superficial intercaladas com áreas com escoamento de material e trincas em instrumento *ProFile* 25/06 ensaiado em bancada de fadiga em até 1/2 de vida em fadiga. 169
- Figura 5.24** - Trinca abrangendo toda a extensão do plano radial e se estendendo para a concavidade em instrumento *ProFile* 25/06 ensaiado em bancada de fadiga até 3/4 de vida em fadiga. 169
- Figura 5.25** - Área com trincas e escoamento em instrumento *ProFile* 25/06 ensaiado em bancada de fadiga até 3/4 de vida em fadiga. 170
- Figura 5.26** - Superfície de fratura de um instrumento *ProFile* 30/06 ensaiado em fadiga até a ruptura – Grupo Controle 01. 172
- Figura 5.27** - Detalhe da região lisa da superfície de fratura de um instrumento *ProFile* 30/06 ensaiado em fadiga até a ruptura – Grupo Controle 01, mostrada na Fig. 5.26. 173
- Figura 5.28** - Detalhe da região central fibrosa da superfície de fratura mostrada na Fig. 5.26. 174
- Figura 5.29** - Superfície de fratura de um instrumento *ProFile* 25/06 usado no preparo de 10 canais radiculares curvos e ensaiado em bancada de fadiga até a ruptura – Grupo Experimental 01. 175
- Figura 5.30** - Detalhe da região próxima à borda da superfície de fratura de um instrumento *ProFile* 25/06 mostrada na Fig. 5.29. 175

- Figura 5.31** - Detalhe da região lisa, com estrias de fadiga (a) e da região fibrosa, com *dimples* (b) da superfície de fratura de um instrumento *ProFile 25/.06*, apresentada na Fig.5.29. 176
- Figura 5.32** - Superfície de fratura de um instrumento *ProFile 25/.06* ensaiado até a ruptura em torção – Grupo Controle 02. 177
- Figura 5.33** - Superfície de fratura de um instrumento *ProFile 25/.06* ensaiado em torção até a ruptura, após ensaios interrompidos de fadiga até 1/2 de sua vida útil – Grupo Experimental 02. 177
- Figura 5.34** - Superfície de fratura de um instrumento *ProFile 25/.06* ensaiado em torção até a ruptura, após ensaios interrompidos de fadiga até 3/4 de sua vida útil – Grupo Experimental 03. 179
- Figura 5.35** - Superfície de fratura de fio de NiTi ensaiado em tração até a ruptura. 179
- Figura 5.36** - Superfície de fratura de fio de NiTi ensaiado em tração até a ruptura. 179
- Figura 5.37** - Superfície de fratura de fio de NiTi ensaiado em tração até a ruptura. 180
- Figura 5.38** - Superfície de fratura de fio de NiTi ensaiado até a ruptura em tração, após 100 ciclos de carga-descarga até 4% de deformação. 181
- Figura 5.39** - Detalhe da região próxima à borda da superfície de fratura de fio de NiTi ensaiado até a ruptura em tração, mostrada na Fig. 5.38. 181
- Figura 5.40** - Detalhe da região lisa da superfície de fratura de fio de NiTi apresentada na Fig. 5.39. 182



**Figura 5.41 -** *Dimples* da área central da superfície de fratura de fio de NiTi 182 rompido em tração após 100 ciclos de carga e descarga.

**LISTA DE TABELAS**

<b>Tabela III.1</b> - Propriedades inerentes às ligas NiTi.	15
<b>Tabela III.2</b> - Número de ciclos até a fratura de instrumentos <i>ProFile</i> .	86
<b>Tabela III.3</b> - Valores de torque até a fratura.	97
<b>Tabela IV.1</b> - Protocolo clínico.	106
<b>Tabela V.1</b> - Temperaturas de transformação martensítica e reversa de instrumentos <i>ProFile</i> 30/.06 e fios de 1,2mm de diâmetro determinadas por DSC.	120
<b>Tabela V.2</b> - Valores médios (desvio padrão) da tensão de transformação, tensão em carga máxima e deformação até a fratura de fios na condição como recebidos e após 100 ciclos de carga e descarga até 4% de deformação em tração.	122
<b>Tabela V.3</b> - Ocorrência de trincas em instrumentos <i>ProFile</i> , usados em dez canais curvos de molares (%).	128
<b>Tabela V.4</b> - Valores médios da posição da fratura em relação ao comprimento total (25mm) de instrumentos <i>ProFile</i> sem uso – Grupo Controle 01.	129
<b>Tabela V.5</b> - Valores estimados da amplitude máxima de deformação a que cada instrumento <i>ProFile</i> foi submetido no ponto de flexão máxima no interior do canal artificial.	131

<b>Tabela V.6 -</b>	Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos <i>taper</i> .04 e .06 do Grupo Controle 01 em relação ao NCF e à posição da fratura – comparação entre instrumentos de mesmo calibre.	133
<b>Tabela V.7 -</b>	Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos <i>taper</i> .04 e .06 do Grupo Controle 01 em relação ao NCF e à posição da fratura – comparação de instrumentos de mesmo <i>taper</i> dois a dois.	134
<b>Tabela V.8 -</b>	Valores médios da posição da fratura em relação ao comprimento total (25mm) dos instrumentos <i>ProFile</i> do Grupo Experimental 01.	137
<b>Tabela V.9 -</b>	Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos <i>taper</i> .04 e .06 do Grupo Experimental 01 em relação ao NCF e à posição da fratura – comparação entre instrumentos de mesmo calibre.	138
<b>Tabela V.10 -</b>	Análise estatística dos resultados obtidos em instrumentos <i>ProFile</i> .04 e .06 em relação ao NCF e posição da fratura entre os Grupos Controle 01 e Experimental 01.	140
<b>Tabela V.11 -</b>	Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos <i>taper</i> .04 e .06 do Grupo Controle 02 em relação ao torque máximo até a fratura e deflexão angular máxima – comparação entre instrumentos de mesmo calibre.	146
<b>Tabela V.12 -</b>	Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos <i>taper</i> .04 e .06 do Grupo Controle 02 em relação ao torque máximo até a fratura e deflexão angular máxima– comparação de instrumentos de mesmo <i>taper</i> dois a dois.	147

<b>Tabela V.13</b> - Análise estatística dos resultados obtidos em instrumentos <i>ProFile</i> .04 e .06 em relação ao torque máximo até a fratura entre os Grupos Controle 02 e Experimental 02.	152
<b>Tabela V.14</b> - Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos <i>taper</i> .04 e .06 do Grupo Experimental 02 em relação ao torque máximo até a fratura e deflexão angular máxima– comparação entre instrumentos de mesmo calibre.	153
<b>Tabela V.15</b> - Análise estatística dos resultados obtidos em instrumentos <i>ProFile</i> .04 e .06 em relação ao torque máximo até a fratura e deflexão angular máxima entre os Grupos Controle 02 e Experimental 03.	155
<b>Tabela V.16</b> - Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos <i>taper</i> .04 e .06 do Grupo Experimental 03 em relação ao torque máximo até a fratura e deflexão angular máxima – comparação entre instrumentos de mesmo calibre.	156
<b>Tabela V.17</b> - Análise estatística dos resultados obtidos em instrumentos <i>ProFile</i> .04 e .06 em relação ao torque máximo até a fratura entre os Grupos Experimental 02 e Experimental 03.	162
<b>Tabela V.18</b> - Ocorrência de trincas em instrumentos <i>ProFile</i> ensaiados em bancada para testes de fadiga até 1/2 de vida em fadiga.	170
<b>Tabela V.19</b> - Ocorrência de trincas em instrumentos <i>ProFile</i> ensaiados em bancada para testes de fadiga até 3/4 de vida em fadiga.	171

## LISTA DE NOTAÇÕES

$\dot{\epsilon}$	Taxa de deformação
$\sigma_A$	Tensão necessária para induzir a transformação reversa
$\epsilon_a$	Amplitude de deformação
$\sigma_A(T_1)$	Tensão necessária para induzir a transformação reversa na temperatura $T_1$
$\sigma_e^P$	Tensão de escoamento plástico
$\Delta G^{A \rightarrow M}$	Varição de energia livre por unidade de transformação martensítica
$\Delta G_{NQ}^{A \rightarrow M}$	Varição de energia não-química, que opõe à transformação martensítica
$\Delta G_Q^{A \rightarrow M}$	Varição de energia química livre por unidade de transformação martensítica
$\Delta K$	Varição da intensidade de tensão
$\Delta K_{TH}$	Varição da intensidade de tensão limiar
$\sigma_m$	Tensão média
$\sigma_M$	Tensão necessária para induzir a transformação martensítica
$\sigma_M(T_1)$	Tensão necessária para induzir a transformação martensítica na temperatura $T_1$
$\sigma_s$	Tensão de escorregamento
$\Delta T$	Elevação de temperatura
ADA	<i>American Dental Association</i>
Af	Temperatura de final de transformação reversa
As	Temperatura de início de transformação reversa
D	Diâmetro do instrumento endodôntico
$D_o$	Diâmetro da ponta do instrumento endodôntico
$D_{16}$	Diâmetro a 16 mm da ponta do instrumento endodôntico
da/dN	Taxa de propagação da trinca
DIR	Deformação invariante de rede
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial

EMF	Efeito memória de forma
$e_o$	Alongamento residual
$e_o/e_{max}$	Alongamento residual relativo
ISO	<i>International Standards Organization</i>
Md	Temperatura máxima para formar a martensita induzida por tensão
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
Mf	Temperatura de final de transformação martensítica
MIT	Martensita induzida por tensão
Ms	Temperatura de início de transformação martensítica
Nf	Número de ciclos até a fratura
R	Raio de curvatura do canal
Rf	Temperatura de final de transformação de fase R
Rs	Temperatura de início de transformação de fase R
SE	Superelasticidade
Td	Temperatura de deformação
T	<i>Taper</i>
TM	Transformação martensítica
Tx	Temperatura máxima para formar a fase R induzida por tensão

## RESUMO

Neste trabalho foi realizado um estudo da resistência à fadiga e do comportamento em torção de instrumentos endodônticos de NiTi acionados a motor. Foram analisados os instrumentos *ProFile* 20/.04, 25/.04, 30/.04, 20/.06, 25/.06 e 30/.06 nas seguintes condições: Grupo Controle 01, constituído de 10 instrumentos de cada tipo sem uso, ensaiados até a ruptura em fadiga, utilizando um dispositivo de bancada com canal artificial de aço ferramenta temperado, com raio de curvatura de 5mm e ângulo de curvatura de 45°; Grupo Experimental 01, com 15 instrumentos de cada tipo, utilizados na prática clínica para limpeza e formatação de 10 canais radiculares curvos de molares humanos; Grupo Controle 02, com 10 instrumentos de cada tipo sem uso, ensaiados até a ruptura em torção, conforme a Especificação No. 28 da *American Dental Association* – ADA. Grupos Experimentais 02 e 03, com 10 instrumentos de cada tipo por grupo, previamente submetidos à deformação cíclica, em condições de laboratório, até 1/2 e 3/4 de sua vida em fadiga e, em seguida, ensaiados até a ruptura em torção. A análise dos resultados mostrou que a resistência à fadiga dos instrumentos *ProFile*, medida pelo número de ciclos até a fratura, varia inversamente com a amplitude máxima de deformação. Além disso, o emprego dos instrumentos na formatação de 10 canais radiculares curvos reduz em mais de 50% sua vida em fadiga. Foi também observado que a fadiga dos instrumentos até 1/2 e 3/4 de sua vida útil reduz sua resistência em torção em até 29 e 32%, respectivamente. A análise das superfícies de fratura mostrou características de fratura dúctil (*dimples*), com a região fibrosa abrangendo quase toda a superfície de fratura, e pequenas áreas lisas, restritas à periferia, com estrias de fadiga. Observou-se ainda a presença de múltiplas trincas secundárias, cuja nucleação, provavelmente associada à alta densidade de interfaces e imperfeições estruturais da martensita, pode proporcionar um modo eficiente de dissipação de energia, constituindo, assim, o principal mecanismo responsável pela lenta propagação de trincas de fadiga nas ligas NiTi.

**PALAVRAS-CHAVE:** Superelasticidade, ligas NiTi, instrumentos endodônticos *ProFile*, resistência à fadiga, comportamento em torção, terapia endodôntica

## ABSTRACT

A comparative study of the torsion behavior and of the fatigue resistance of rotary NiTi endodontic instruments was performed in this work. ProFile 20/.04, 25/.04, 30/.04, 20/.06, 25/.06 e 30/.06 instruments were analyzed at the following conditions: Control Group 01, containing 10 non-used instruments of each size and taper, tested until rupture in fatigue in a bench machine, inside an artificial canal made of quenched tool steel, with a 5mm curvature radius and an angle of curvature of 45°; Experimental Group 01, with 15 instruments of each type, previously employed for cleaning and shaping the root canal system of 10 curved canals in human molars during normal clinical practice; Control Group 02, with 10 non-used instruments of each size and taper, tested until breakage in torsion, according to Specification No. 28 of the American Dental Association – ADA; Experimental Groups 02 and 03, each group containing 10 instruments of the same size and taper, previously submitted to fatigue tests interrupted at 1/2 and 3/4 of the instrument's fatigue life. Analysis of the results obtained showed that the fatigue resistance of Profile instruments, measured by the number of cycles to failure, varies inversely with the strain amplitude. Besides that, the use of the instruments for cleaning and shaping 10 curved radicular canals reduces in more than 50% their fatigue life. It has also been observed that the instruments fatigued up to 1/2 and 3/4 of their fatigue life decrease their resistance in torsion by 29 and 32%, respectively. Analysis of the fracture surfaces showed that the presence of multiple secondary cracks, whose nucleation is probably associated to the high density of interfaces and other structural imperfections in martensite, may give rise to an efficient mechanism for the dissipation of energy, being, thus, the main mechanism responsible for the slow fatigue crack propagation in NiTi alloys.

**KEY WORDS:** Superelasticity, NiTi alloys, ProFile endodontic instruments, fatigue resistance, properties in torsion, endodontic therapy



## 1. INTRODUÇÃO

Efeito memória de forma é o comportamento apresentada por certos materiais que, após sofrerem deformação aparentemente permanente, recuperam sua forma original quando aquecidos. Alguns desses materiais podem ser “programados” pela seleção de composições químicas e tratamentos termomecânicos apropriados, para que a recuperação de forma se dê apenas com a retirada da tensão, sem necessidade de aquecimento. Esse efeito permite a recuperação de grandes deformações, conferindo ao material o que se convencionou chamar de “superelasticidade”. As ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica, desenvolvidas nos anos 60, são os materiais que apresentam as melhores características para aplicação dessas propriedades, especialmente na área biomédica, devido à sua excelente bio-compatibilidade. Entre as múltiplas aplicações comerciais das ligas NiTi nessa área, merecem referência os catéteres e os *stents* de artéria coronária utilizados em cirurgias cardiovasculares, os fios empregados em aparelhos ortodônticos e os instrumentos endodônticos acionados a motor. Nos últimos anos, estas aplicações tornaram-se de uso comum, inclusive no Brasil.

Os instrumentos endodônticos rotatórios, confeccionados a partir de fios superelásticos de NiTi, constituem um importante desenvolvimento da terapia endodôntica. O sucesso dessa terapia depende de uma adequada limpeza e formatação do sistema de canais radiculares. Entretanto, durante a instrumentação de canais curvos, podem ocorrer erros de procedimento, como a formação de degraus e o transporte do canal, que alteram sua morfologia. Embora a técnica de instrumentação possa levar a tais erros, a rigidez das instrumentos manuais de aço inoxidável, comumente utilizados na prática endodôntica, é a causa principal dessas alterações morfológicas. Os resultados da maioria dos estudos em endodontia têm mostrado que os instrumentos rotatórios de NiTi não só mantêm a forma original do canal, como também propiciam uma preparação significativamente mais rápida que a instrumentação manual.

Entretanto, durante a formatação de canais radiculares, o instrumento rotatório pode prender-se às paredes do canal e sofrer fratura por sobrecarga de torção. Além disso, na

instrumentação de canais curvos, os instrumentos de NiTi podem fraturar de maneira inesperada, sem deformação visível de suas lâminas de corte. As características desse tipo de fratura indicam que sua causa é a fadiga por flexão.

O problema da fratura por sobrecarga de torção tem sido abordado através da determinação do torque máximo até a fratura de cada tipo de instrumento e mediante o emprego de motores endodônticos com baixo torque, que podem ser programados de forma a evitar-se a aplicação de torques superiores àqueles que cada instrumento pode suportar sem se romper. Nesses estudos, porém, o efeito da fadiga por flexão, que pode comprometer a resistência em torção dos instrumentos, não foi ainda analisado de maneira adequada.

A estabilidade do efeito memória de forma tem sido a propriedade mais requisitada nas aplicações das ligas NiTi como atuadores mecânicos, e, até recentemente, o efeito da deformação cíclica aplicada no regime superelástico não era uma questão importante. Com o uso dos instrumentos endodônticos acionados a motor para limpeza e formatação de canais curvos, a resistência à fadiga mecânica das ligas NiTi superelásticas tornou-se, assim, uma questão relevante. As informações sobre o assunto disponíveis na literatura são escassas, e sua utilização prática tem sido pouco produtiva para a solução dos problemas específicos dos instrumentos endodônticos de NiTi.

Neste trabalho, pretendeu-se avaliar alguns aspectos da deformação cíclica de instrumentos endodônticos de NiTi, visando estabelecer correlações entre o uso clínico desses instrumentos e a ocorrência de fratura por fadiga ou por sobrecarga de torção. Foram realizados ensaios de fadiga em instrumentos previamente submetidos à ciclagem mecânica durante a instrumentação *in vivo* de canais radiculares curvos, visando determinar sua vida restante em fadiga, bem como ensaios de torção em instrumentos submetidos à deformação cíclica, em condições que simulam seu uso clínico, para avaliar a influência da fadiga no comportamento em torção desses instrumentos.

## 2. OBJETIVOS

Este trabalho teve como objetivos avaliar a influência do emprego clínico dos instrumentos endodônticos de NiTi *ProFile* na deterioração da sua vida em fadiga, bem como a influência da deformação cíclica, pela simulação do uso dos mesmos durante a terapia endodôntica, em sua resistência à fratura por torção. Foram abordadas as seguintes questões específicas:

- A influência da geometria, caracterizada pelo calibre de ponta e *taper* (conicidade), dos instrumentos de NiTi *ProFile* em sua resistência à fadiga, avaliada pelo número de ciclos até a fratura em ensaios de laboratório.
- A influência do emprego dos instrumentos de NiTi *ProFile* na formatação de 10 canais radiculares curvos (canais vestibulares de molares superiores e mesiais de molares inferiores) na sua resistência à fadiga, avaliada pela vida restante em fadiga.
- A influência da geometria dos instrumentos de NiTi *ProFile* em seu comportamento em torção, avaliado pelos parâmetros de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima determinados em ensaios de torção.
- A influência da fadiga no comportamento em torção dos instrumentos de NiTi *ProFile*, previamente submetidos a ensaios de fadiga interrompida e em seguida ensaiados em torção até a ruptura.

Espera-se que os resultados obtidos possam contribuir de maneira efetiva para o controle das falhas observadas na prática clínica e tornar a terapia endodôntica, baseada no uso dos instrumentos rotatórios de NiTi, mais segura e eficiente. Espera-se também contribuir para um maior conhecimento da fadiga mecânica em ligas NiTi superelásticas.

### **3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **3.1. Instrumentos Endodônticos de NiTi**

A fase de limpeza e formatação de canais radiculares curvos e atretricos representa um problema considerável no tratamento endodôntico, na medida que erros inadvertidos como formação de desvio, degrau e transporte podem ocorrer, alterando adversamente a morfologia do canal radicular e o prognóstico da obturação subsequente. Entre vários fatores, o sucesso da terapia endodôntica depende da qualidade da preparação do canal radicular (Pettiette et al. 2001).

A curvatura radicular é uma ocorrência freqüente na dentição humana, especialmente nos molares, caracterizando a complexidade anatômica do sistema de canais radiculares e introduzindo fatores na formatação que, se não controlados, produzem resultados técnicos indesejáveis. A investigação sobre o desenvolvimento de novas tecnologias endodônticas, testando continuamente materiais e aparelhos de instrumentação, bem como equipamentos auxiliares é essencial. Em busca do aprimoramento dos instrumentos endodônticos, duas grandes inovações foram introduzidas nos últimos anos: instrumentos com pontas modificadas não cortantes (Roane et al., 1985) e instrumentos flexíveis feitos com ligas NiTi superelásticas (Walia et al., 1988). Esta última transformou os métodos de instrumentação do canal radicular. As limas feitas desta liga superelástica são biologicamente compatíveis, e mais resistentes à fadiga que as de aço inoxidável. As propriedades mecânicas favoráveis da liga permitiram novos desenhos de lâmina, sistemas de calibre e conicidade alternativos e a introdução de movimento rotatório para a limpeza e formatação do sistema de canais radiculares. A instrumentação com limas de NiTi acionadas a motor criou, rápida e eficientemente, preparações de forma cônica-afunilada, ao mesmo tempo que reduziu os erros iatrogênicos (Glosson et al., 1995).

Os instrumentos endodônticos podem ser fabricados através de usinagem e/ou torção do material, originalmente na forma de fios trefilados. As propriedades físicas e mecânicas

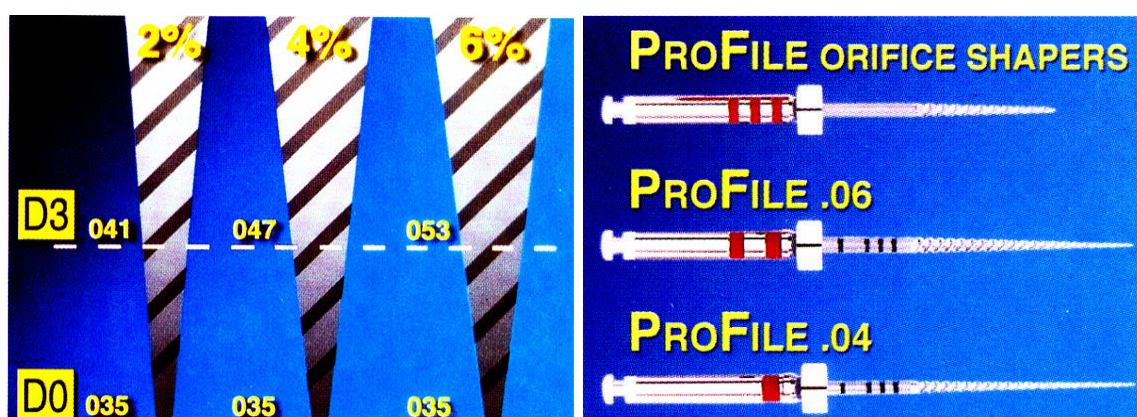
dos instrumentos são fortemente influenciadas pelo processo de fabricação (Wildey et al., 1992; Serene et al., 1995).

A fabricação de limas endodônticas de NiTi, a partir de fios superelásticos, é mais complexa que aquela das limas de aço inoxidável, devido à necessidade de usinagem. Uma vez obtido o lingote da liga NiTi, este é submetido a vários processos termomecânicos antes do fio ser usinado em um instrumento endodôntico. Essencialmente, o lingote sofre forjamento rotativo e, em seguida, é laminado para barras de seção circular (fio-máquina). Estas barras são então trefiladas, recozidas, decapadas e novamente trefiladas para fios mais finos. Estes fios são novamente recozidos, decapados e finalmente bobinados, para serem depois usinados (Thompson, 2000).

A usinagem das limas endodônticas de NiTi é um procedimento complexo, resultando, geralmente, em superfícies com alta concentração de defeitos tais como rebarbas, cavidades, riscos de usinagem, em adição a pites e bordas cortantes embotadas, que podem comprometer a habilidade de corte e, potencialmente, facilitar a corrosão do instrumento (Marending et al., 1998; Melo, 1999; Eggert et al., 1999; Martins et al., 2002). Associadas aos defeitos usuais de usinagem, quantidades variáveis de material aderente às pontas, concavidades e às bordas cortantes foram detectadas em instrumentos de NiTi sem uso, podendo os depósitos aumentarem após a instrumentação do canal radicular e comprometerem a manutenção da cadeia asséptica (Murgel et al., 1990; Marending et al., 1998). Verificou-se que os depósitos contém, principalmente, carbono e enxofre, possivelmente decorrentes do superaquecimento e conseqüente oxidação do óleo lubrificante empregado na usinagem e acabamento dos instrumentos (Martins et al., 2002). O calor e as irregularidades superficiais certamente aumentam a adesão dos produtos de reação de modo a impedir a sua remoção pelos procedimentos usuais de limpeza e esterilização. O uso das limas na formatação dos canais radiculares elimina uma quantidade considerável da substância aderente, mas depósitos ricos em cálcio e fósforo acumulam-se sobre as impurezas remanescentes (Martins et al., 2002).

Entretanto, quando se avalia a influência do acabamento superficial dos instrumentos *ProFile* na resistência à fadiga, verifica-se que esta propriedade é determinada, principalmente, pela amplitude máxima da tensão aplicada, que depende do diâmetro do instrumento, e não dos defeitos superficiais resultantes do processo de fabricação (Buono et al., 2001).

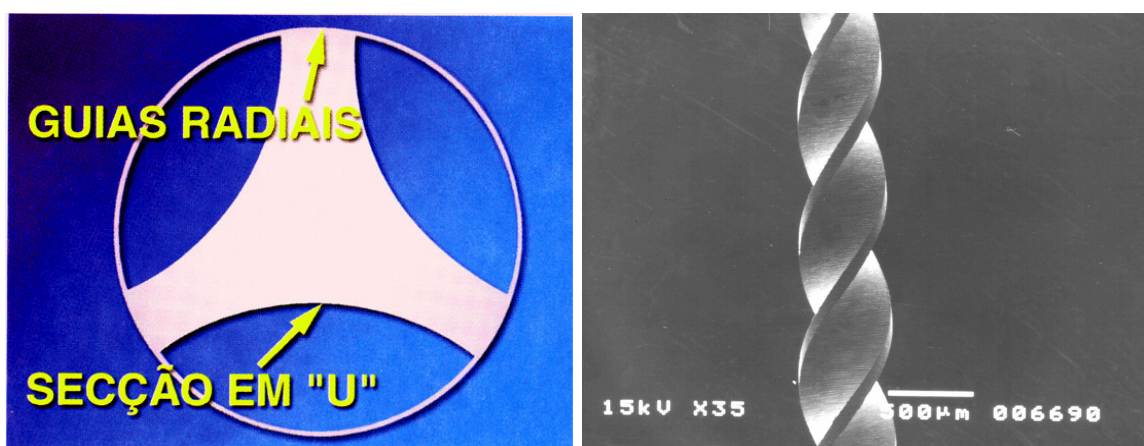
O sistema rotatório *ProFile* (Dentsply Maillefer, Baillagues, Suíça), objeto deste estudo, é composto de uma variedade de instrumentos, incluindo os *Orifice Shapers* e as limas *ProFile taper* (conicidade) .04 e .06. Os diâmetros destes instrumentos são medidos em dois pontos, sendo o primeiro na região da ponta ( $D_0$ ) e o segundo em uma região distante 16mm da mesma ( $D_{16}$ ). O conceito de maximizar a eficiência de corte pela redução do contato da área superficial do instrumento com a parede do canal radicular, associado à grande flexibilidade da liga NiTi, permitiram a fabricação de instrumentos endodônticos de “*taper* variável”, isto é, a conicidade da seção cortante ou ativa das lâminas aumenta uniformemente, do  $D_0$  até o  $D_{16}$ , de 0,04mm a 0,08mm a cada milímetro, proporcionando aos instrumentos uma conicidade muito maior que a dos instrumentos convencionais da *International Standards Organization* (ISO) de 0,02mm/mm (McSpadden, 1995). Assim, um instrumento com diâmetro de 0,35mm em  $D_0$ , apresentará diâmetros de 0,41, 0,47 e 0,53mm em  $D_3$  e diâmetros 0,67, 0,99 e 1,31mm em  $D_{16}$ , conforme seu *taper* .02, .04 e .06, respectivamente (Fig. 3.1).



**Figura 3.1** - Instrumentos endodônticos de NiTi de *taper* variáveis.

Os dois tipos diferentes de *taper* (.04 e .06) disponíveis nas limas *ProFile* são usados durante a limpeza e formatação dos canais. Os instrumentos de maior *taper* são utilizados no preparo do terço médio do canal e têm por objetivo fornecer uma conicidade maior durante o refinamento da formatação. As limas *ProFile* .04 formatam o terço apical do canal radicular, região onde normalmente ocorre uma grande incidência de curvaturas. A ponta, com ângulo de transição arredondado, guia o instrumento para o centro e no sentido apical do canal, enquanto as regiões da lâmina de corte fazem contato com as paredes dentinárias e iniciam a formatação. Quando o instrumento progride apicalmente, o contato com as paredes dentinárias se move para as proximidades da ponta do instrumento, levando a um maior atrito, pela maior área superficial de contato dos planos radiais com as paredes dentinárias (West e Roane, 1998). Os preparos de maior conicidade produzidos por estes instrumentos apresentam muitas vantagens, entre elas uma melhor capacidade de limpeza, maior controle apical e criação de um sistema de fluxo restrito, favorável às técnicas de obturação tridimensional.

Os instrumentos *ProFile* apresentam um plano radial, que separa as suas bordas cortantes bidirecionais e uma estria com seção transversal em forma de U, que recebe os debris (Fig. 3.2). Os planos radiais e a ponta inativa mantêm o instrumento centralizado no corpo do canal, prevenindo o transporte apical.



(a)

(b)

**Figura 3.2** – Seção transversal (a) e vista longitudinal (b) de um instrumento *ProFile*.

Apesar da maior flexibilidade dos instrumentos de NiTi, o risco de fratura inesperada permanece um problema significativo na clínica endodôntica. Flexibilidade e resistência à fratura são exigências importantes para os instrumentos endodônticos, determinadas pela forma e diâmetro da seção transversal, liga metálica utilizada e processo de fabricação dos mesmos. Os instrumentos de NiTi exibem comportamento superelástico e permanecem dentro deste regime em situações que causariam deformação permanente nos instrumentos de aço inoxidável. A fadiga do metal, levando à fratura do instrumento, pode ocorrer abaixo do seu limite elástico, sem quaisquer sinais visíveis de deformação plástica prévia. Portanto, a inspeção visual não é um método seguro para a avaliação e descarte dos instrumentos de NiTi usados clinicamente (Pruett et al., 1997).

A Especificação N<sup>o</sup> 29 da *American Dental Association* (ADA) estipula as exigências de projeto, procedimentos de teste e propriedades mecânicas dos instrumentos endodônticos, mas os testes são conduzidos de modo estático. Esta especificação não considera ainda a geometria do canal, a fadiga e a fratura de instrumentos rotatórios submetidos à flexão durante o preparo de canais curvos. O fenômeno de carregamento cíclico e a conseqüente fadiga do metal, impostos pela curvatura do canal, podem ser os fatores mais importantes na fratura dos instrumentos rotatórios de NiTi (Serene et al., 1995; Sotokawa, 1998).

O recente desenvolvimento dos sistemas endodônticos acionados a motor, com instrumentos de forma não padronizada, calibre e conicidade variáveis, levou à necessidade de se compreender e testar a resistência à fadiga destes instrumentos. A rotação do instrumento endodôntico o submete à tensões de tração e compressão na área de curvatura do canal. O ciclo contínuo de forças de tração e compressão a que os instrumentos são submetidos produz uma forma de carregamento cíclico das mais destrutivas (Dieter, 1986). Os níveis de tensão durante o carregamento cíclico são geralmente dependentes da forma real da curvatura e das cargas aplicadas, com um nível maior de tensão na área de curvatura máxima do canal radicular.

Roane et al. (1985) definiram, pela primeira vez na literatura endodôntica, os parâmetros relacionados à magnitude do momento de dobramento ou “força de



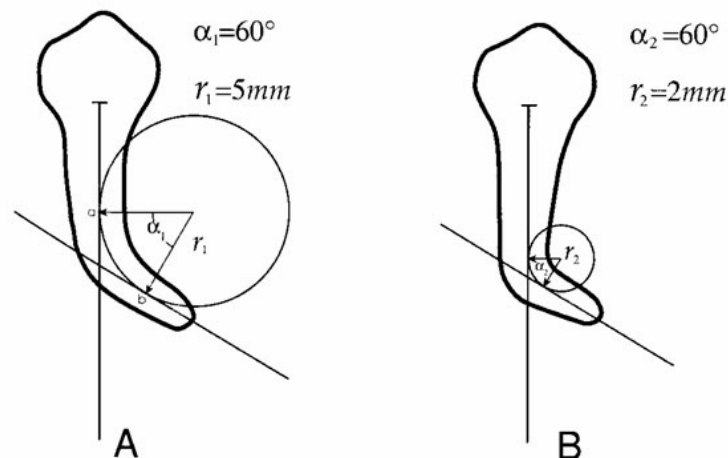
restauração”, desenvolvidos nas limas endodônticas como uma função da massa, geometria e composição do instrumento, raio e arco de curvatura e a distância do ponto de curvatura máxima à ponta do instrumento. Assim, a força de restauração apresenta magnitude variável e aumentará: (a) se a massa do metal aumenta (forma, calibre e conicidade); (b) se o raio de curvatura diminui; (c) se o arco de curvatura aumenta; ou (d) se a distância do ponto de curvatura máxima à ponta do instrumento diminui. Portanto, os canais que são uniformemente curvos em todo o seu comprimento, apresentam menor probabilidade de fratura e/ou transporte do forame, enquanto aqueles exibindo curvatura abrupta, concentrada em um pequeno segmento da raiz, refletem maior desafio. Estas curvaturas abruptas, localizadas principalmente no terço apical do canal, representam problema ainda maior porque não permitem muita alteração do raio e ângulo de curvatura, através da pré-dilatação coronária do canal, já que sua influência é expressa através de um braço de alavanca muito curto .

Foi demonstrado, desde muitos anos (Hess, 1925), que os canais radiculares não têm formas perfeitas, e estudos mais recentes confirmaram que as interferências coronárias devem ser eliminadas para que os instrumentos possam progredir no sentido apical. Quando um instrumento cessa a sua penetração apical é, normalmente, devido à interferências localizadas coronariamente à posição onde a ponta está bloqueada. Assim, as manobras *crown-down* (coroa-ápice), pela dilatação coronária precoce, permitem a progressão apical através da eliminação destas interferências coronárias pelo instrumento precedente (Schilder, 1974; Machtou e Ruddle, 1998).

A forma da curvatura do canal foi definida de maneira mais exata por Pruett et al. (1997), através de dois parâmetros independentes: ângulo e raio de curvatura. O raio de curvatura representa quão abrupto ou severo um ângulo de curvatura específico ocorre quando o trajeto do canal desvia de uma linha reta. Quanto menor o raio de curvatura, mais abrupto é o desvio do canal.

O raio de curvatura é o raio de um círculo que coincide com o caminho tomado pelo canal na área da curvatura mais abrupta. O ângulo de curvatura é o arco formado entre os pontos de desvio sobre o círculo, ou o ângulo formado entre as linhas

perpendiculares traçadas das tangentes que intersectam no centro do círculo (Fig. 3.3). A geometria do canal assim descrita, associada ao diâmetro do instrumento no ponto de curvatura máxima, determinado pela distância da curvatura à sua ponta, definirão o estado de tensão sobre a haste flexionada e o processo de fadiga da mesma.



**Figura 3.3** - Raio e ângulo de curvatura descritos pelos parâmetros  $r$  e  $\alpha$ .

Dos dois parâmetros utilizados para definir a forma do canal, raio e ângulo de curvatura, o raio parece ser o fator geométrico mais significativo no que diz respeito ao número de ciclos até a fratura dos instrumentos de NiTi acionados a motor. Possivelmente, pelo fato de que a tensão sobre o instrumento é inversamente proporcional ao raio de curvatura, quando o raio de curvatura decresce, a tensão e, portanto, a deformação sobre o instrumento aumenta, e a vida em fadiga diminui. Assim, o raio de curvatura com sua tensão resultante sobre o instrumento é considerado um fator significativo, contribuindo clinicamente para a fratura do mesmo e para o transporte do canal (Pruett et al., 1997).

Da mesma forma, a geometria dos canais radiculares de molares inferiores humanos extraídos foi avaliada através dos parâmetros ângulo e raio de curvatura, obtendo valores médios de ângulo de curvatura de  $34^\circ$  e  $32^\circ$  para os canais méso-vestibular e méso-lingual, respectivamente. As curvaturas predominaram no terço médio do canal (60,9%), seguido pelo apical (39,1%). Os valores médios dos raios de curvatura foram 5,8mm e 5,1mm para os canais méso-vestibular e méso-lingual, respectivamente. Apesar dos dois parâmetros não apresentarem correlação, o raio de curvatura é o que

melhor caracteriza a geometria dos canais radiculares, permitindo uma avaliação adequada da magnitude da tensão-deformação incidindo sobre o instrumento durante a formatação de canais radiculares curvos (Martins et al., 2002).

A importância do fator geométrico na instrumentação de canais curvos aumenta quando se considera a presença de curvaturas primária, secundária e terciária, tornando complexa a anatomia do sistema de canais radiculares. Levando em consideração a alta incidência de curvaturas secundárias em molares inferiores humanos (30%), quando radiografias proximais são analisadas e a sua localização predominante no terço apical, em média a 2,2mm do forame apical, fica claro o papel do raio de curvatura e a conseqüente deformação a que o instrumento endodôntico é submetido, quando flexionado nestas regiões curvas (Cunningham e Senia, 1992).

Estabelecida a complexidade anatômica do sistema de canais radiculares, o processo de fadiga desempenha um papel importante na fratura súbita de instrumentos endodônticos durante a formatação de canais curvos, justificando a necessidade de se desenvolver conhecimento e um protocolo de teste para avaliar e definir padrões de resistência à fadiga que sejam clinicamente aceitos para as limas de NiTi acionadas a motor.

Durante a formatação, o instrumento pode se prender às paredes do canal, quando então é submetido a altos níveis de tensão, levando freqüentemente à fratura. A maior preocupação com o uso dos instrumentos rotatórios é a fratura inesperada, sem deformação visível das suas lâminas de corte. A fratura desses instrumentos pode ocorrer sob duas circunstâncias: fratura por torção e fadiga por flexão.

### **3.2. Propriedades das Ligas NiTi**

As ligas com memória de forma (LMF) são materiais que apresentam duas propriedades importantes: o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE), também chamada pseudoelasticidade. No EMF, a deformação não elástica, na fase de baixa temperatura é recuperada através da transformação reversa, pelo aquecimento a uma

temperatura crítica, ligeiramente mais alta. Sob condições adequadas é possível recuperar de 6 a 8% de deformação induzida por dobramento, torção, tração e compressão pelo aumento da temperatura, usualmente de menos de 50°C acima da temperatura de deformação (Kennon e Dunne, 1981).

Este efeito foi observado pela primeira vez em uma liga Au-47,5%atCd por Chang e Read (1951), mas o interesse crescente originou-se da descoberta do “Nitinol”, uma liga NiTi equiatômica, em 1963, por Buehler e colaboradores no “*Naval Ordnance Laboratory – NOL*” em Silver Springs, Maryland – EUA. Durante este tempo, o conhecimento dos aspectos micromecânicos das transformações martensíticas alcançou um nível adequado, entretanto, a conexão entre os comportamentos microscópico e macroscópico dessa liga é muito complexa. Isto é parcialmente devido à grande variação na resposta mecânica com relação à temperatura, taxa de carregamento, quantidade de deformação, geometria da amostra, história termomecânica, natureza do ambiente e à interação entre vários destes parâmetros.

A superelasticidade das ligas NiTi está associada a uma grande deformação recuperável (até 15%) sob carga e descarga, em uma temperatura apropriada. Enquanto o EMF envolve processos térmico e mecânico, na superelasticidade a força motriz para a transformação é mecânica. O carregamento mecânico produz uma transformação martensítica a partir da austenita, enquanto a descarga resulta na transformação reversa à fase parente  $\beta$ . Como a transformação martensítica prossegue em competição com a deformação plástica da fase  $\beta$ , alguma deformação plástica sempre permanece após a transformação reversa na descarga; a quantidade desta deformação residual depende principalmente do teor de níquel, da temperatura e do tipo de ciclagem termomecânica (Miyazaki et al.; 1981, 1982, 1986, 1989).

A transformação martensítica (TM), que caracteriza os dois efeitos acima, é uma transformação de fase adifusional nos sólidos, em que os átomos se movem cooperativamente por um mecanismo do tipo cisalhamento, sem alterar a composição química da matriz, e são rearranjados em uma nova estrutura cristalina mais estável. Embora o deslocamento atômico relativo seja pequeno, comparado à distância

interatômica, uma mudança de forma macroscópica aparece associada à TM. Nas ligas NiTi a austenita - fase parente, ou de alta temperatura, é, como já foi dito, a fase  $\beta$ , de estrutura cúbica de corpo centrado ordenada, designada B2, e a martensita, a fase de baixa temperatura, é monoclínica ordenada, designada B19', de simetria inferior (Otsuka e Wayman, 1998).

Enquanto a transformação martensítica nos aços é produzida por têmpera a partir de altas temperaturas, a transformação martensítica nas ligas com memória de forma é usualmente termoelástica, isto é, é reversível pelo aquecimento e resfriamento e ocorre em uma estreita faixa de temperatura. Pelo resfriamento da austenita (fase  $\beta$ ), estável em alta temperatura, a martensita começa a se formar na temperatura  $M_s$ , e o material torna-se completamente martensítico abaixo da temperatura final de transformação,  $M_f$ . Durante o aquecimento da martensita, estável em baixa temperatura, sob tensão zero, o material permanece martensítico até a temperatura de início de formação da austenita,  $A_s$ . Entre  $A_s$  e  $A_f$ , a temperatura de final da transformação reversa, ambas martensita e austenita estão presentes. Acima da temperatura  $A_f$ , a liga é totalmente austenítica.

A martensita também pode ser formada numa faixa de temperatura entre  $M_s$  e  $M_d$  pela aplicação de tensão (onde  $M_d$  é a temperatura máxima em que a martensita pode ser induzida por tensão), e a martensita assim formada é chamada martensita induzida por tensão (MIT). Existe uma equivalência entre temperatura e tensão: um decréscimo na temperatura se equivale a um aumento na tensão, ambos estabilizando a martensita. De fato, a variação necessária na tensão para produzir a MIT aumenta linearmente com a temperatura acima de  $M_s$  (Wayman e Duerig, 1990).

A presença de impurezas pode afetar as temperaturas de transformação do material assim como as suas propriedades mecânicas. A maioria das impurezas, com exceção de Cu e Nb, diminuem as temperaturas de transformação, a medida que podem reagir com o Ti para formar precipitados, que resultam em uma matriz rica em Ni, abaixando assim a temperatura de transformação. A maioria destas impurezas, simultaneamente, aumentam a resistência e decrescem a ductilidade do material (Russel, 2000).

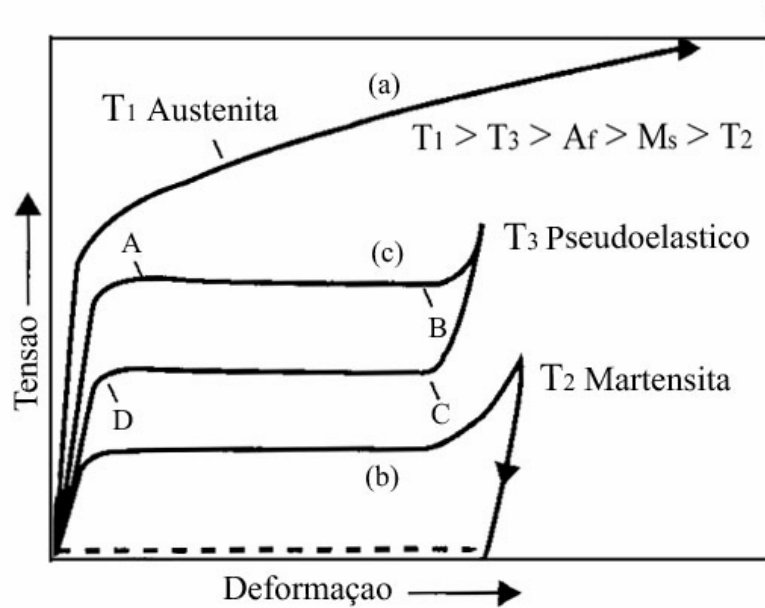
As ligas NiTi tecnologicamente mais importantes, com 49 a 51%atNi, apresentam temperaturas de transição ( $M_s$ ) de  $-50$  a  $110^\circ\text{C}$  e histerese de transformação (Af-Mf) de  $30$  a  $55^\circ\text{C}$  (Holtz et al., 1999).

Além do efeito memória de forma e da superelasticidade, as ligas NiTi, no estado martensítico, exibem uma alta capacidade de amortecimento de vibrações mecânicas, possivelmente relacionada à mobilidade das interfaces da martensita (Liu et al., 1999). A Tabela III.1. apresenta as propriedades físicas e mecânicas de maior interesse das ligas NiTi.

Em temperaturas suficientemente acima de Af as ligas NiTi, na fase austenítica, se comportam como um metal normal, com escoamento e fluxo plástico iniciado em um nível de tensão normalmente baixo (Fig. 3.4a). Em temperaturas abaixo de  $M_s$ , a austenita é instável e se transforma em variantes de martensita auto-acomodadas. Em um nível baixo de tensão, as variantes de martensita mais favoravelmente orientadas crescem às expensas das outras, resultando em uma grande deformação. Grande quantidade desta deformação permanece após a descarga, podendo ser recuperada pelos aquecimento e transformação reversa à fase austenítica (Fig. 3.4b). Em temperaturas ligeiramente acima de Af a austenita transforma-se para martensita pela aplicação de tensão, e sofre grandes deformações em uma tensão constante (A-B). Durante a descarga, a martensita induzida por tensão (MIT) reverte à austenita em um nível de tensão inferior, com completa recuperação da deformação, caracterizando a superelasticidade (Fig. 3.4c). Curvas tensão-deformação semelhantes são obtidas em temperaturas entre  $M_s$  e Af, contudo, na descarga o material não reverte completamente à austenita, mantendo alguma quantidade de deformação.

**Tabela III.1.** - Propriedades inerentes às ligas NiTi.

<b>Propriedades Físicas:</b>	
Ponto de fusão	1300°C
Densidade	6,45gms/cm <sup>3</sup>
Condutividade térmica (Austenita)	0,18W/cm.°C
Condutividade térmica (Martensita)	0,086W/cm.°C
Coeficiente de expansão térmica (Austenita)	11,0E-6/°C
Coeficiente de expansão térmica (Martensita)	6,6E-6/°C
Calor específico	0,20cal/gm.°C
Resistência à corrosão	Excelente
<b>Propriedades Mecânicas:</b>	
Módulo de elasticidade (Austenita)	≅ 83GPa
Módulo de elasticidade (Martensita)	≅ 28 a 41GPa
Limite de escoamento (Austenita)	195 a 690MPa
Limite de escoamento (Martensita)	70 a 140MPa
Limite de resistência (inteiramente recozido)	895MPa
Limite de resistência (encruado)	1900MPa
Razão de Poisson	0,3
Alongamento até a fratura (inteiramente recozido)	25-50%
Alongamento até a fratura (encruado)	5-10%
Formabilidade a quente	Muito bom
Formabilidade a frio	Difícil (encruamento rápido)
Usinabilidade	Difícil
Soldabilidade	Difícil
<b>Propriedades de Transformação:</b>	
Faixa de temperatura de transformação	-200 a +110°C
Deformação de transformação (1 ciclo)	8%
Deformação de transformação (100 ciclos)	6%
Deformação de transformação (100,000 ciclos)	4%
Deformação de transformação (1,000,000 ciclos)	1,5%



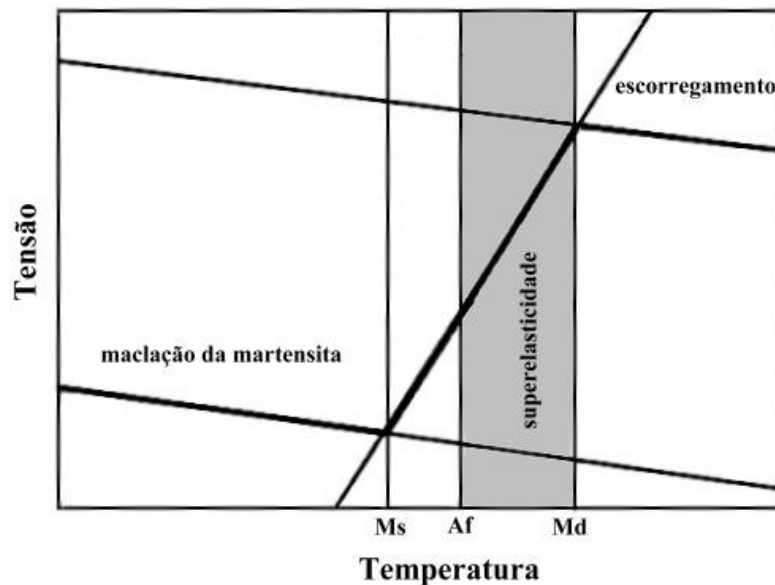
**Figura 3.4** - Curvas tensão-deformação para (a) austenita estável, (b) martensita térmica, e (c) martensita induzida por tensão (Wilkes e Liaw, 2000).

Uma propriedade física significativamente diferente entre austenita e martensita é o limite de escoamento. A estrutura martensítica pode se deformar pelo movimento dos contornos de maclas, que são muito móveis. Assim, o limite de escoamento da martensita é extremamente baixo comparado ao da austenita, que se deforma por geração e movimento de deslocações. Somente uma certa quantidade de deformação martensítica pode ser acomodada por este processo de movimento de macla e uma vez excedida, o material se deformará elasticamente outra vez e, eventualmente, sofrerá escoamento num segundo momento por processos irreversíveis - movimento de deslocações (Wayman e Duerig, 1990).

A superelasticidade só pode ocorrer se a temperatura do material estiver abaixo de  $M_d$  e acima de  $A_s$ . Se a temperatura excede  $M_d$  a martensita não pode ser induzida por tensão; se ela se encontrar abaixo de  $A_s$  a martensita induzida por tensão permanecerá estável durante a descarga. De fato, para a expressão completa da superelasticidade é necessário a aplicação de tensão em uma temperatura acima de  $A_f$  (Fig. 3.5). A linha espessa do diagrama tensão-temperatura representa a variação na tensão de escoamento usual para as ligas com memória de forma. Abaixo de  $M_s$ , a deformação ocorre por maclação da martensita; entre  $M_s$  e  $A_f$  a martensita é induzida por tensão, mas uma vez



induzida é estável; entre Af e Md a martensita induzida por tensão torna-se instável durante a descarga e a superelasticidade é observada; acima de Md a deformação por escorregamento se inicia, uma vez que a martensita não pode mais ser induzida por tensão (Duerig e Zadno, 1990).



**Figura 3.5** – Diagrama tensão-temperatura ilustrando a faixa de temperatura onde ocorre a superelasticidade (Duerig e Zadno, 1990).

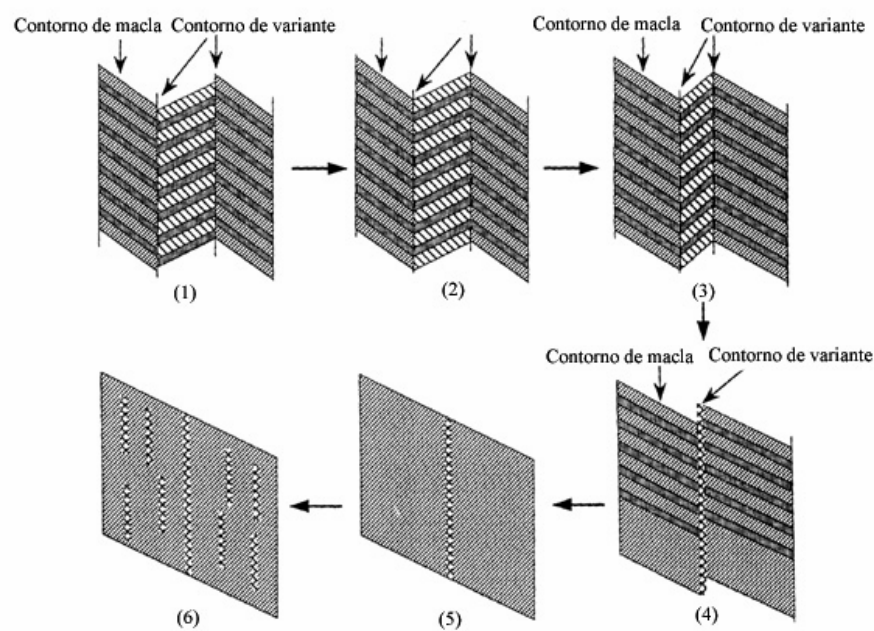
Como pode ser visto, a dependência extrema da temperatura associada aos efeitos da fadiga, são dois fatores chaves que limitam a aplicação das ligas superelásticas. Valores muito baixos de deformação plástica só podem ser obtidos dentro de uma faixa de temperatura de cerca de 60°C. Abaixo desta janela ideal, a recuperação durante a descarga é incompleta, podendo se completar pelo aquecimento. Acima da janela ideal a temperatura aproxima-se de Md e a deformação aplicada não pode ser acomodada sem algum movimento de deslocções; neste caso, o aquecimento após a descarga não resultaria em recuperação adicional. Um segundo aspecto desta dependência é o efeito da temperatura sobre as tensões de transformação martensítica ( $\sigma_M$ ) e reversa ( $\sigma_A$ ). Quando a temperatura aumenta, a diferença entre a temperatura ambiente e Ms aumenta e as duas tensões de patamar também aumentam. A taxa de aumento é linear, com valores típicos variando de 3 a 20MPa/°C nas ligas superelásticas. Deve-se ter em mente que a transformação de fase tem um alto calor latente de transformação – cerca de

5cal/g no NiTi, mas fortemente dependente de  $M_s$ . Assim, embora seja dito que o evento superelástico é isotérmico, frequentemente não é o caso devido ao auto-aquecimento na amostra (Duerig e Zadno, 1990).

Como foi visto, a transformação martensítica pode ser induzida pelo abaixamento da temperatura ou pela aplicação de tensão. Além disso, a termodinâmica e a cinética da transformação são fortemente dependentes das direções das tensões aplicadas em relação à orientação da rede cristalina. Não existe aparecimento ou desaparecimento súbito de grandes grupos de placas. A transformação procede essencialmente em equilíbrio entre a energia motriz química da transformação e uma energia elástica armazenada, que é a energia que tende a resistir à transformação. A transformação é dita espontânea se a energia química motriz excede, em uma grande extensão, a energia elástica armazenada. Uma vez que a transformação se inicia, o crescimento e a nucleação catalítica não podem ser suprimidos por influências externas (Delaey et al., 1974; Buono, 1982).

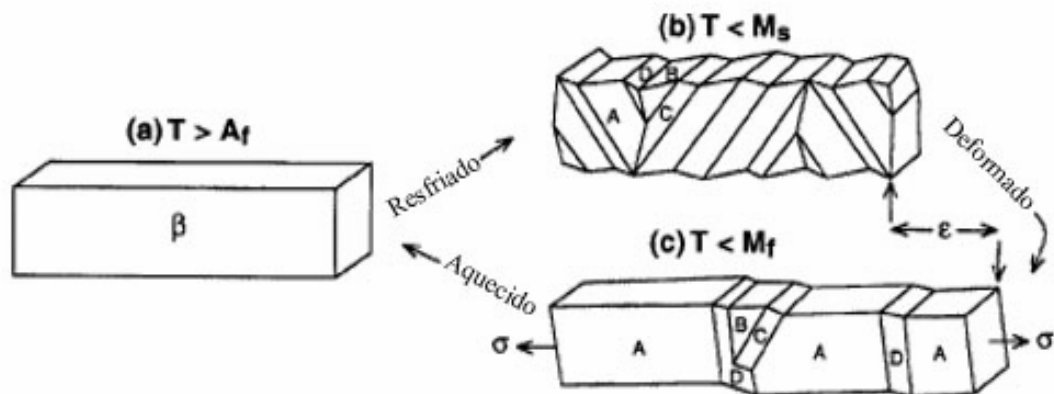
A deformação da liga em um intervalo de temperatura apropriado, acima de  $M_s$ , resulta na nucleação de placas de martensita favoravelmente orientadas, que crescem durante a deformação adicional pela propagação de uma interface coerente. A microestrutura da martensita induzida por tensão é diferente da martensita termoelástica. As redes com um baixo grau de simetria, como a monoclinica, têm configurações energeticamente equivalentes, chamadas variantes, que são rotações e/ou imagens especulares umas das outras. Variantes diferentes têm orientações locais diferentes e interseções coerentes de tais variantes são chamadas contornos de variantes. A martensita induzida por tensão consiste de uma única variante preferencialmente orientada de acordo com a tensão aplicada, enquanto a martensita produzida por resfriamento consiste de uma mistura aleatória de várias variantes. Uma vez que somente uma variante de martensita é formada na MIT, existe uma mudança de forma (alongamento) que é completamente recuperada sob a liberação da tensão. Esta situação é diferente da martensita térmica, onde devido à auto-acomodação não existe mudança de forma global acompanhando a formação das muitas variantes de martensita.

Foi verificado que as maclas que se formam são simplesmente outras orientações (variantes) de martensita. Os contornos de maclas são locais de energia relativamente baixa e, devido à coerência atômica, podem se mover com relativa facilidade pela aplicação de tensão. A análise cristalográfica mostra que os contornos entre placas de martensita também se comportam como contornos de maclas, isto é, as próprias placas individuais de martensita são maclas em relação às placas adjacentes. Assim, o termo contornos de macla, geralmente se refere aos contornos entre as placas de martensita bem como os contornos dentro das placas (Wayman e Duerig, 1990). O movimento dos contornos de macla por tensão, chamado demaclação, resulta em mudança de orientação de uma variante em outra, que está mais favoravelmente orientada em relação à direção da tensão aplicada, como esquematizado na Fig. 3.6 (Shaw e Kyriakides, 1995). Por isso, a reorientação da martensita pode progredir via migração do contorno de variante, resultando em um estreitamento de algumas variantes de martensita (Liu et al., 1999).



**Figura 3.6** – Representação esquemática da reconfiguração de maclas da martensita sob tração em uma liga NiTi (1) estado não deformado, (2) acomodação de maclas e formação de maclas compostas, (3) reorientação da martensita, (4) reorientação adicional e demaclação da martensita, (5) processo de demaclação, e (6) geração de deslocamentos pela deformação adicional (Liu et al., 1999).

Sob resfriamento entre as temperaturas  $M_s$  e  $M_f$ , o cristal da fase parente se transforma em 24 variantes de martensita em um modo de auto-acomodação. Em todos os casos, seis grupos de quatro variantes se formam e a mudança de forma macroscópica média em cada grupo torna-se aproximadamente zero, como resultado do cancelamento mútuo das mudanças de forma individuais. Assim, a forma inicial do material não se altera. Mas, quando esta configuração de multi-orientação de martensita é deformada, eventualmente resulta em uma única orientação de martensita devido à demacção e ao movimento de certas interfaces de martensita, como esquematizado na Figura 3.7. O mesmo acontece quando as interfaces martensita/martensita se movem sob tensão: uma orientação cresce às expensas de outra (Wayman, 1980).



**Figura 3.7** – Demacção da liga NiTi deformada em  $T < M_f$  e recuperação de forma em  $T > A_f$  (Wayman, 1980).

Sob tensão de tração abaixo de  $M_f$ , ocorre o alongamento pela demacção dentro de uma variante, coalescência variante-variante, e em seguida coalescência grupo-grupo. O resultado final é a permanência daquelas variantes, cuja mudança de forma permite a extensão máxima da amostra na direção da tensão aplicada (Fig.3.7). O alongamento depende da estrutura e da mudança de forma intrínseca da martensita, e da orientação da rede cristalina da fase parente com relação à tensão aplicada. Liberando a tensão aplicada, o alongamento permanece, uma vez que o rearranjo reverso de maclas e variantes não ocorre nesta temperatura (Wayman, 1981).

A deformação recuperável de ambos processos depende do movimento reversível destas interfaces martensíticas pela remoção da tensão aplicada ou mudança de temperatura. A princípio, todas as interfaces martensíticas são reversíveis, e em todas as transformações martensíticas existe uma equivalência termodinâmica de tensão elástica e força motriz química devido à mudança na temperatura. A característica especial do comportamento termoelástico é que os deslocamentos que levam à mudança na estrutura cristalina são os únicos deslocamentos que ocorrem, independente de se a transformação é induzida por tensão ou por temperatura. Assim, o comportamento termoelástico permite a recuperação da deformação imposta até a magnitude da deformação de transformação. Uma condição essencial é que a deformação de transformação seja acomodada elasticamente pela matriz circundante (Wayman, 1981).

Uma vez que o efeito memória de forma envolve a reversão, durante o aquecimento, de uma distorção de forma produzida por deformação em uma temperatura apropriada, é necessário que o mecanismo da deformação seja reversível. Logicamente, a deformação não pode ocorrer por escorregamento, que prossegue pelo movimento irreversível de deslocamentos. Da mesma forma, a deformação reversível somente pode ocorrer pelo movimento de interfaces parcial ou inteiramente coerentes, que podem se mover na direção reversa por ativação apropriada (Wayman, 1980).

Durante o aquecimento do material deformado, a transformação reversa ocorre entre  $A_s$  e  $A_f$ , pela contração das placas que nuclearam e cresceram durante a transformação martensítica, e a recuperação da forma se dá simultaneamente de uma maneira dependente da estrutura deformada. Uma vez que as variantes de martensita têm uma correspondência de rede única com a fase parente, esta fase retransformada está exatamente no mesmo estado inicial e o comprimento original é outra vez assumido (Fig. 3.7). Isto é uma conseqüência das simetrias relativas envolvidas e da necessidade de manter o ordenamento. Em outras palavras, a fase parente altamente simétrica tem muitos eixos principais cristalograficamente equivalentes para a mudança de estrutura, que levará assim às muitas variantes de martensita observadas. Por outro lado, a martensita, de simetria inferior, não goza de tal multiplicidade de escolhas, e somente uma única variante da fase parente é nucleada durante a transformação reversa devido

às restrições cristalográficas. Logo, uma reversão exata do mecanismo de transformação nas placas, favoravelmente orientadas pelo processo de deformação, necessariamente gera os grãos iniciais na orientação original. Em ambos os casos a transformação reversa forma a estrutura de grãos original e, por isso, a forma original do material é regenerada (Wayman, 1980).

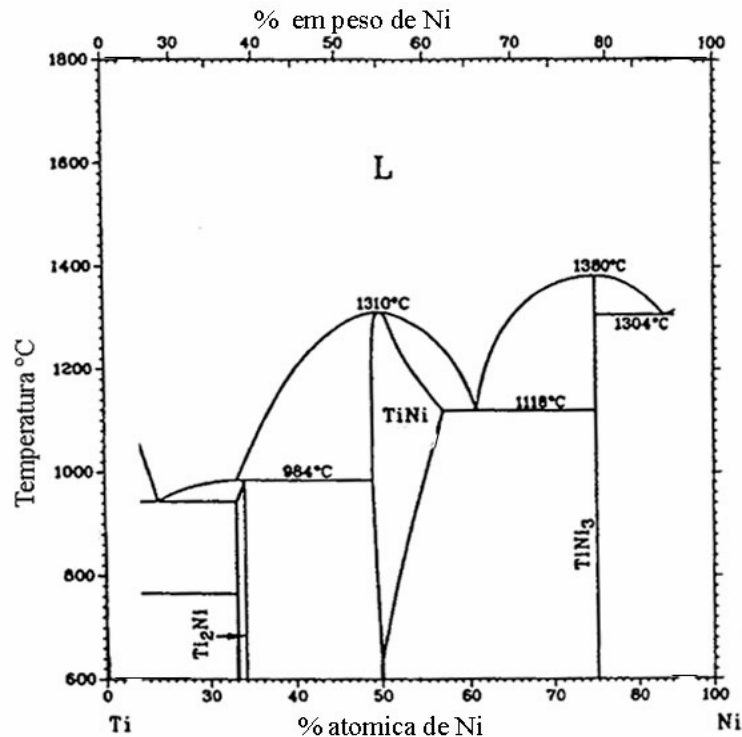
A acomodação da forma devido ao movimento dos contornos de maclas pode ser suportado somente pela estrutura martensítica, menos simétrica, e quando se retorna à estrutura austenítica mais simétrica, a deformação por demaclação deve desaparecer (Wayman e Duerig, 1990).

Uma vez que a transformação martensítica é uma transformação de primeira ordem e está associada à uma mudança de forma como descrito acima, surge uma grande deformação ao redor da martensita quando esta é formada na fase parente. É importante reduzir esta deformação nos processos de nucleação e crescimento da martensita. Esta deformação, que é construída ao redor de placas individuais de martensita, é efetivamente cancelada pela formação de grupos de placas mutuamente acomodadas, onde a mudança líquida de forma é muito pequena. Existem duas maneiras de se obter esta redução: pela introdução de escorregamento ou de maclas. Estas são chamadas deformação invariante de rede (DIR), já que nenhum dos processos altera a estrutura da martensita. Isto é, escorregamento ou maclação são processos necessários na TM pela razão citada e, através de microscopia eletrônica, maclas ou deslocções são usualmente observadas na martensita. A opção por escorregamento ou maclação depende do tipo de liga, mas maclação é normalmente introduzida como uma DIR nas ligas com memória de forma. (Otsuka e Wayman, 1998).

### 3.3. O Sistema NiTi

No diagrama de fase do sistema NiTi (Fig. 3.8), o interesse está restrito à região central, limitada pelas fases  $Ti_2Ni$ ,  $TiNi_3$  e  $TiNi$  - a fase  $\beta$ , esta última se transforma martensiticamente da estrutura B2 para a B19'. A região de fase  $\beta$  é mostrada muito

estreita em temperaturas abaixo de 650°C, geralmente se fazendo presente somente na faixa de composição entre 50,0 e 50,5%atNi (Otsuka e Ren, 1999).



**Figura 3.8** - Diagrama de fase do sistema NiTi (Otsuka e Ren, 1999).

As ligas ricas em Ni são instáveis no sentido que no material recozido pode ocorrer uma mudança nos valores de Ms durante a exposição prolongada em temperaturas que podem ser encontradas em serviço. Esta instabilidade é a consequência da formação de precipitados. Dois fatores governam a nucleação e o crescimento dos precipitados. Em altas temperaturas, existe energia térmica suficiente para permitir a rápida difusão dos átomos de Ni e Ti na matriz. Entretanto, torna-se muito difícil para os átomos formarem um núcleo de precipitado quando a temperatura aumenta. Em temperaturas mais baixas, contudo, ocorre uma situação oposta: tem-se altas taxas de nucleação, mas baixas taxas de difusão. Estes dois processos são otimizados em temperaturas intermediárias (350–450°C), obtendo-se assim taxas de precipitação máximas e maior impacto sobre as temperaturas de transformação. Na verdade, foi verificado um máximo na reação de precipitação em torno de 425°C, isto é, o Af aumenta mais rapidamente após tratamentos térmicos a 425°C. A mudança na temperatura de transformação, portanto, é

devida à difusão dos átomos de Ni e Ti, onde os átomos de Ni se congregam nos precipitados e os átomos de Ti se movem para a matriz de fase NiTi. Como a matriz se torna enriquecida em Ti, a temperatura de transformação aumenta, como esperado da relação entre composição e temperatura de transformação (Melton, 1990).

Embora a composição do material permaneça inalterada, mudanças localizadas de composição podem afetar as temperaturas de transformação. Enquanto as ligas ricas em Ni apresentam um baixo valor de  $A_s$  na condição temperada e um aumento significativo nesta temperatura após envelhecimento do material, nas ligas ricas em Ti observa-se uma diferença muito pequena entre estas condições de tratamento térmico. A instabilidade observada no lado rico em Ni é uma consequência da faixa de solubilidade do NiTi se estendendo a teores maiores de Ni em temperaturas acima de 500°C. Em temperaturas altas o excesso de Ni se encontra em solução no NiTi, e no envelhecimento por tempos mais longos e baixas temperaturas ele se precipita. No lado rico em Ti a faixa de solubilidade é praticamente independente da temperatura (Melton, 1990).

Existe um interesse pelas ligas NiTi ricas em Ni porque as temperaturas de transformação podem ser controladas através do teor de Ni. No lado rico em Ni é sabido que os precipitados de  $Ti_3Ni_4$ , formados nos estágios iniciais de envelhecimento em baixas temperaturas, se apresentam finamente dispersos e são muito efetivos em melhorar as características de memória de forma e superelasticidade (Otsuka e Ren, 1999). Estes precipitados são coerentes com a matriz, têm uma forma lenticular e dão origem a campos de tensão ao redor deles (Allafi et al., 2002). A precipitação de  $Ti_3Ni_4$  endurece a matriz da fase  $\beta$ , melhorando assim a capacidade de recuperação do EMF (Saburi et al., 1982; Miyazaki et al., 1982).

Os precipitados de  $Ti_3Ni_4$  tornam-se instáveis acima de 627°C e se decompõem (Somsen et al., 1999). Os precipitados da fase metaestável  $Ti_2Ni_3$  ou da fase estável  $TiNi_3$ , são encontrados ao lado da fase  $\beta$  em temperaturas superiores a 627°C (Nishida et al., 1986).



Através de estudos de transformação isotérmica (Otsuka e Wayman, 1998), foi mostrado que a fase  $TiNi_3$  é uma fase de equilíbrio, e que duas outras fases intermediárias,  $Ti_3Ni_4$  e  $Ti_2Ni_3$ , são formadas antes da fase  $TiNi_3$ , aparecendo na seguinte ordem com o envelhecimento (Fig.3.9):

(a) envelhecimento em temperaturas abaixo de  $680^\circ C$



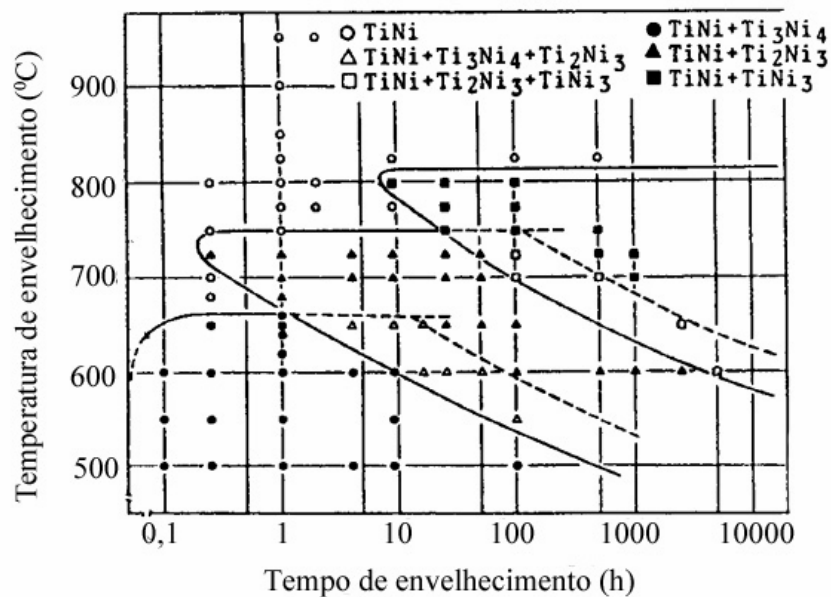
(b) envelhecimento em temperaturas entre  $680^\circ C$  e  $750^\circ C$



(c) envelhecimento em temperaturas entre  $750^\circ C$  e  $800^\circ C$



Em qualquer das três faixas de temperatura, o produto final da decomposição é uma mistura de  $TiNi_3$  e  $TiNi$ , já que as fases  $Ti_3Ni_4$  e  $Ti_2Ni_3$  são metaestáveis (Otsuka e Wayman, 1998).



**Figura 3.9** - Diagrama tempo-temperatura-transformação de uma liga Ti-52%atNi (Otsuka e Wayman, 1998).

### 3.4. Transformação Martensítica em Ligas NiTi

É interessante discutir a origem da transformação martensítica (TM), isto é, qual é a força motriz que dirige tal transformação. Parece que no nível da dinâmica de rede quase todas as TM têm uma origem comum: são conduzidas de forma dominante pela diferença de entropia entre as fases austenítica e martensítica. A austenita tem entropia vibracional mais alta, contribuindo significativamente para a entropia do sistema. Ao contrário, a martensita tem entropia vibracional mais baixa, resultando na ocorrência de uma transformação de um estado de entropia alta (austenita) para um estado de entropia baixa (martensita) em uma faixa de temperatura usualmente não muito alta. De acordo com o princípio básico da termodinâmica, um estado de baixa entropia é favorecido em temperaturas baixas e um estado de alta entropia é favorecido em temperaturas altas (Otsuka e Ren, 1999).

Assim, a diferença nas energias livres entre a austenita e a martensita na temperatura  $M_s$  é a força motriz química crítica para o início da transformação martensítica. Em geral, a mudança de energia livre associada com uma transformação martensítica ( $\Delta G^{A \rightarrow M}$ ) é dada por:

$$\Delta G^{A \rightarrow M} = \Delta G_Q^{A \rightarrow M} + \Delta G_{NQ}^{A \rightarrow M} \quad (3.1)$$

onde  $\Delta G_Q^{A \rightarrow M}$  é a mudança de energia livre química (por unidade de volume) associada com a transformação da austenita para a martensita, e  $\Delta G_{NQ}^{A \rightarrow M}$  é a energia não química que se opõe à transformação (consistindo da deformação elástica armazenada e da energia de superfície). Uma vez que a interface martensita-austenita é semi-coerente, a energia de superfície deve ser pequena e a energia elástica dominaria este termo. A energia de deformação elástica por unidade de volume de martensita escala com a razão comprimento/espessura. Durante o equilíbrio termoelástico, a placa de martensita continua a aumentar sua razão comprimento/espessura até que as energias química e não-química se equilibrem. Consequentemente, uma placa de comprimento constante pode aumentar ou diminuir de espessura, quando a temperatura de transformação é abaixada ou elevada, respectivamente. Esta é a origem do termo “transformação termoelástica” (Wayman e Bhadeshia, 1996).

Deformando a liga próximo à  $M_s$ , uma porcentagem variada de deformação pode ser acomodada pelos processos associados com a transformação martensítica, com os mecanismos de deformação dependendo da relação entre a temperatura de deformação ( $T_d$ ) e as temperaturas de transformação. Quatro regimes de temperatura podem ser distinguidos segundo Melton e Mercier (1979) e Miyazaki et al. (1981):

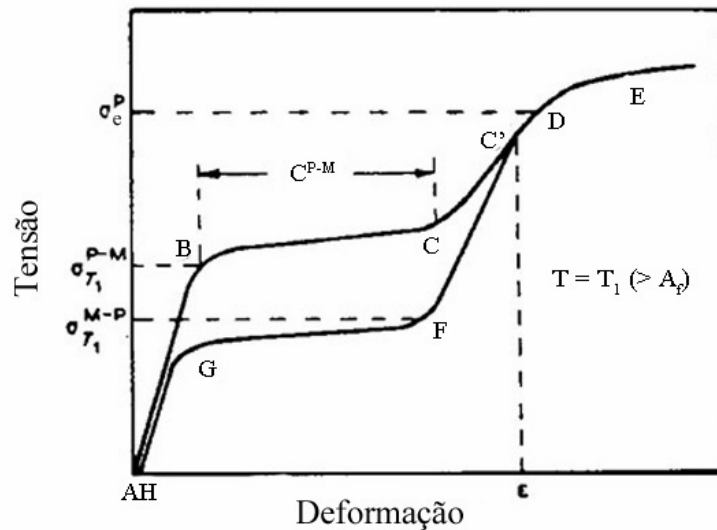
- (1)  $T_d < M_f$  . Neste caso, a quantidade variável de deformação inicial resulta de uma combinação de: (a) um crescimento, induzido por tensão, de uma orientação de martensita às expensas de outra adjacente, orientada desfavoravelmente; (b) uma reorientação, induzida por tensão, da martensita, e (c) uma migração dos contornos de macla, induzida por tensão, dentro de uma variante de martensita. Nesta faixa de temperatura, a tensão de fluxo diminui com o aumento da temperatura, porque a deformação procede com o movimento de contornos entre as placas de martensita ou maclas internas que se movem por um processo ativado termicamente.
- (2)  $M_s < T_d < A_f$  - A martensita será induzida por tensão no carregamento, e se mostrará estável, de modo que permanecerá na descarga. Verifica-se um pico de tensão no ponto de escoamento, onde começaria a formação de martensita induzida por tensão. Para uma temperatura de deformação  $M_f < T_d < M_s$ , os processos serão uma mistura dos casos (1) e (2).
- (3)  $A_f < T_d < M_d$  - Aqui, a martensita induzida por tensão no ciclo de carregamento é instável na ausência de tensão e, conseqüentemente, reverterá à austenita na descarga, caracterizando a superelasticidade.
- (4)  $T_d > M_d$  – A deformação plástica precede a formação de martensita induzida por tensão. A tensão crítica, requerida para induzir a transformação martensítica, nesta faixa de temperatura torna-se tão alta que a deformação plástica pelo movimento de deslocações ocorre antes da formação de martensita induzida por tensão. A deformação por escorregamento, induzida nesta faixa, é responsável pela presença da deformação residual após a descarga, que aumenta com o aumento da temperatura.

O EMF é obtido por deformação em temperaturas correspondendo a (1) e (2) seguida de aquecimento acima de  $A_f$ . Quando a deformação inicial se encontra abaixo de um limite de deformação de aproximadamente 6%, pode ser obtida uma recuperação de 100%.

Isto implica que a concentração de defeitos, gerada durante um único teste, é insignificante, isto é, a contribuição dos processos de fluxo plástico convencional é muito baixa (Melton e Mercier, 1979).

A aplicação de tensão sobre uma liga metaestável susceptível à transformação martensítica em uma temperatura constante,  $T_1$ , é representada pela curva tensão-deformação da Figura 3.10, se  $T_1$  for maior que  $A_f$ . A seção AB representa a deformação elástica da fase parente. No ponto B, correspondendo a um nível de tensão  $\sigma_M(T_1)$ , as primeiras placas de martensita começam a formar. A transformação é completada quando o ponto C é alcançado. A inclinação da seção BC reflete a facilidade com que a transformação prossegue até o final. É esperado que no final do patamar de tensão (BC) a maior parte do material tenha se transformado em martensita, embora em material policristalino algumas bolsas de austenita residual, cuja transformação exige um nível de tensão mais alto, ainda permaneçam (Miyazaki et al., 1981). Além do ponto C, o aumento na deformação requer um aumento na tensão. Inicialmente, o principal mecanismo de deformação é a distorção elástica da martensita monoclinica acompanhada pela transformação gradual das bolsas de austenita residual. Em uma deformação de aproximadamente 7,5% (próximo ao ponto C'), a tensão alcança um nível suficientemente alto para que a martensita inicie o escorregamento, isto é, a deformação permanente, e a inclinação da curva começa a decair (Shaw e Kyriakides, 1995).

Em D, é alcançado o ponto de escoamento plástico,  $\sigma_e^P$ , da martensita e o material se deforma plasticamente até ocorrer a fratura. Se a tensão é liberada antes de alcançar o ponto D, isto é no ponto C', a deformação é recuperada em vários estágios. A porção C'F da curva corresponde ao descarregamento elástico da martensita. Alcançando uma tensão  $\sigma_A(T_1)$  em F, a transformação reversa se inicia e a fração de martensita decresce até a fase parente ser completamente restaurada (G). A seção GH representa o descarregamento elástico da austenita. A deformação total pode ou não ser completamente recuperada (Krishnan et al., 1974).



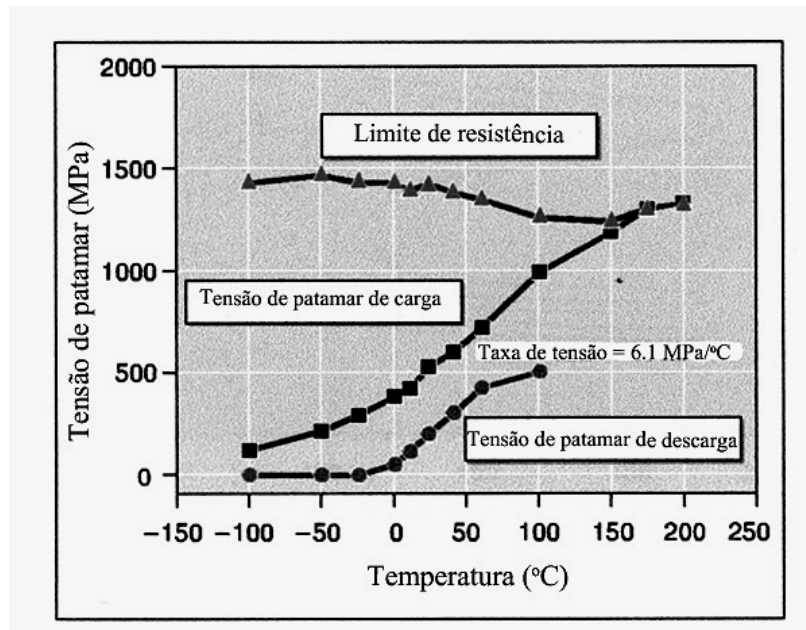
**Figura 3.10** - Curva tensão-deformação mostrando o comportamento pseudoelástico (Krishnan et al., 1974).

A área englobada pelas curvas de carga e descarga fornece a quantidade de energia dissipada, associada com a pseudoelasticidade, devido essencialmente à seqüência de formação das interfaces entre as fases (Lim e McDowell, 1995). A diferença entre  $\sigma_M(T_1)$  e  $\sigma_A(T_1)$  determina a histerese de tensão (Krishnan et al., 1974).

A magnitude da histerese depende da liga, mas valores de 20-40°C são típicos para os sistemas de ligas com memória de forma. Microscopicamente, a histerese pode ser associada ao atrito do movimento dos contornos de martensita que apresentam relação de macla, que se manifesta na forma de energia química interfacial ou na geração de defeitos na interface austenita-martensita (Wayman e Duerig, 1990, Gall e Maier, 2002).

A tensão necessária para induzir a transformação,  $\sigma_M(T_1)$ , foi mostrada ser uma função linear da temperatura, com uma relação semelhante para  $\sigma_A(T_1)$ . As tensões  $\sigma_M(T_1)$  e  $\sigma_A(T_1)$  aumentam com o aumento da temperatura, enquanto a tensão de escoamento da fase  $\beta$ ,  $\sigma_e^P$ , decresce com o aumento da temperatura. As variações adicionais do comportamento tensão-temperatura são devidas às variações dos componentes da tensão aplicada em relação à orientação cristalina (Krishnan et al., 1974).

Como pode ser visto na Fig. 3.11, as propriedades mecânicas das ligas NiTi dependem diretamente das tensões de patamar e da temperatura de teste.



**Figura 3.11** – Efeito da temperatura de teste sobre as tensões de patamar e limite de resistência (Pelton et al.,2000).

Verifica-se uma relação linear entre a tensão de patamar e a temperatura na faixa de 0°C e 60°C para o patamar de descarga e até 150°C para o patamar de carga. Estas variações na tensão de patamar seguem a relação de Clausius-Clapeyron:

$$\frac{d\sigma}{dT} = \frac{\Delta H}{T\epsilon_0} \quad (3.2)$$

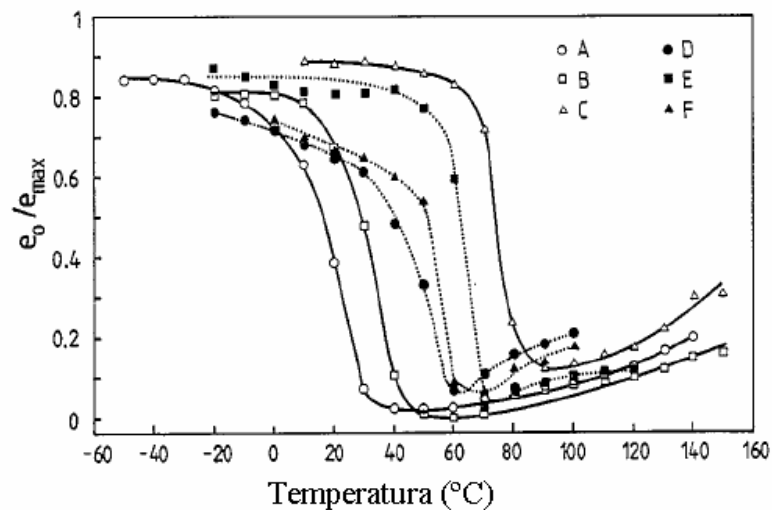
Onde  $d\sigma$  é a mudança na tensão de patamar,  $T$  é a temperatura teste,  $\Delta H$  é o calor latente de transformação e  $\epsilon_0$  é a deformação de transformação.  $\Delta H$  e  $\epsilon_0$  são controlados pela cristalografia da transformação e podem ser considerados constantes. O lado direito da equação portanto define a “taxa de tensão” para as transformações induzidas por tensão. Como foi dito, a taxa de tensão para as ligas NiTi se encontra numa faixa típica de 3-20MPa°C<sup>-1</sup>. O limite de resistência decresce gradualmente a partir de -100°C até 150°C, com um ligeiro mínimo em 150°C. O limite de resistência e a tensão de patamar convergem acima desta temperatura, que é uma indicação adicional de que Md está

próximo desta temperatura. O alongamento é mais ou menos constante até cerca de 150°C e em seguida cai em temperaturas mais altas. A combinação da ductilidade baixa e tensões altas acima de 150°C pode indicar uma tenacidade mínima para o material (Pelton et al., 2000).

As curvas tensão-deformação obtidas em temperaturas abaixo de  $A_f$  revelam uma grande quantidade de alongamento residual ( $e_o$ ) após a descarga, enquanto aquelas obtidas em temperaturas acima de  $A_f$  revelam um comportamento superelástico, que é caracterizado por uma recuperação, quase perfeita, da forma na descarga. A relação entre o alongamento residual relativo ( $e_o / e_{max}$ ) e a temperatura define que, abaixo de  $A_s$ ,  $e_o / e_{max}$  é cerca de 0,8 e quase constante, independente da temperatura, porque a recuperação da deformação na descarga, nestas temperaturas, consiste principalmente de uma deformação elástica e uma deformação induzida por demacção na martensita, que tem uma natureza independente da temperatura. Acima de  $A_s$ , o alongamento residual relativo começa a decrescer abruptamente e cai a um valor mínimo em  $A_f$ . A recuperação da deformação na descarga nestas temperaturas contém a recuperação da deformação pela transformação reversa da martensita, bem como as deformações elástica e induzida pela demacção (Fig. 3.12a) (Strnadel et al., 1995).

Quando se considera a dependência da tensão crítica para induzir a formação de martensita ( $\sigma_M$ ) com a temperatura, observa-se que, a medida que a temperatura aumenta,  $\sigma_M$  a princípio diminui, alcançando um mínimo aproximadamente no ponto  $M_s$ . Nesta faixa de temperatura,  $\sigma_M$  representa a tensão para o movimento dos contornos e interfaces de macla entre as variantes de martensita, já que a amostra se encontra na fase martensítica antes do carregamento. Acima de  $M_s$ ,  $\sigma_M$  aumenta com a temperatura, uma vez que ela representa a tensão para induzir a formação de martensita. Próximo ao ponto  $A_f$ , os resultados se desviam desta linearidade, porque  $\sigma_M$  se torna maior que a tensão crítica para o escorregamento ( $\sigma_s$ ). O decréscimo relativo em  $\sigma_s$ , comparado com  $\sigma_M$ , quando a temperatura sobe, leva ao aumento da deformação plástica residual e por isso ao aumento do alongamento relativo,  $e_o / e_{max}$ , como mostrado na Fig. 3.12a. No sistema NiTi a tensão crítica para o escorregamento,  $\sigma_s$ , eleva-se com o teor de níquel, devido ao endurecimento por solução sólida em adição à

alta densidade de deslocações termicamente rearranjadas, e nas ligas com elevado teor de níquel, em alguma extensão, à precipitação de partículas finas de  $Ti_3Ni_4$ .

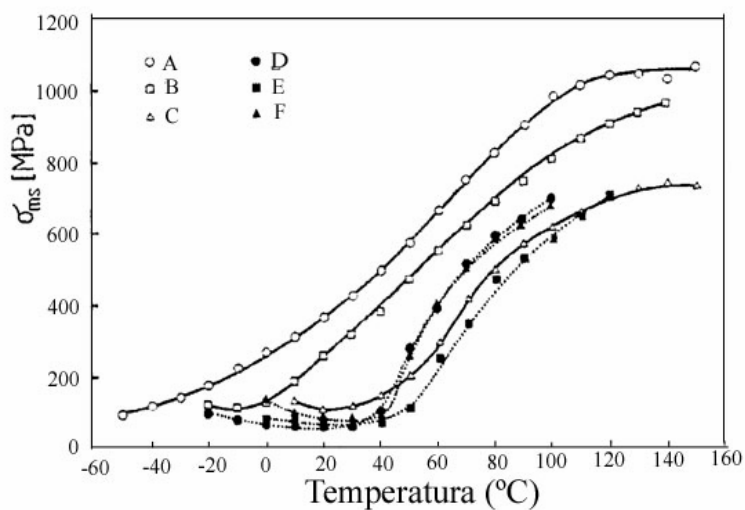


(a)

A = Ti-50,9Ni (%at) Ms = -30,7°C Af = 44,6°C

B = Ti-50,5Ni (%at) Ms = -18,5°C Af = 53,0°C

C = Ti-50,0Ni (%at) Ms = 37,5°C Af = 77,8°C



(b)

D = Ti-41,0Ni-10Cu (%at) Ms = 29,8°C Af = 50,0°C

E = Ti-40,0Ni-10Cu (%at) Ms = 41,4°C Af = 66,6°C

F = Ti-41,5Ni-10Cu (%at) Ms = 37,5°C Af = 60,0°C

**Figura 3.12** - Dependência do alongamento residual relativo com a temperatura (a), e dependência da tensão crítica para a formação da martensita com a temperatura (b) (Strnadel et al., 1995).



Nos sistemas de ligas NiTi aparecem dois tipos de estruturas martensíticas dependendo do teor de níquel, adição de elementos de liga e história termomecânica. Entre estas, a mais comum é uma martensita monoclinica (B19'), que é observada em ligas NiTi binárias aproximadamente equiatômicas com recozimento completo e na maioria das ligas ternárias. A martensita B19' tem uma estrutura monoclinica, cuja célula unitária pode ser alongada cerca de 10% em relação à fase parente, e este alongamento define o máximo de mudança de forma recuperável. O outro tipo de estrutura é a chamada fase R, que aparece em ligas NiTi binárias ricas em níquel e envelhecidas em uma temperatura baixa apropriada, em ligas NiTi aproximadamente equiatômicas, que receberam tratamento termomecânico adequado, assim como em ligas ternárias (Ni-Ti-Fe e Ni-Ti-Al) (Saburi, 1998).

Durante o envelhecimento de ligas NiTi ricas em Ni ocorre a precipitação de partículas coerentes de  $Ti_3Ni_4$  na matriz de B2. Em muitos casos tal sistema matriz/partícula se transforma em dois estágios, primeiro de B2 à fase R trigonal e em seguida de R à martensita B19'. Na ausência de partículas de  $Ti_3Ni_4$ , ocorre a transformação em um passo de B2 para B19'. Mas, a presença de partículas coerentes produz uma forte resistência à grandes deformações invariantes de rede associadas com a formação de B19'. A fase R produz uma deformação invariante de rede significativamente menor e é muito mais afetada pelos precipitados (Allafi et al., 2002a).

Bataillard et al. (1998) através de microscopia eletrônica de transmissão (MET), verificaram que ambas martensitas, fase R e B19', nucleiam próximo aos precipitados de  $Ti_3Ni_4$  e em seguida crescem na matriz, mas com uma diferença no comportamento de crescimento. A fase R cresce regularmente sem interrupções aparentes, ao contrário da martensita B19' que nucleia em explosões abruptas e cresce rapidamente a um tamanho significativo; em seguida requer superesfriamento adicional antes de consumir o restante da matriz. Eles explicam a transformação de fase R para B19' chamando atenção de que as temperaturas de transformação nas regiões próximas aos precipitados (governadas por tensões de longo alcance) são diferentes daquelas de regiões longe dos precipitados, onde as tensões de longo alcance não são importantes. Estas duas regiões, portanto, transformam em dois passos em uma temperatura mais alta próximo aos

precipitados e em uma temperatura inferior longe deles. Foi verificado que, dependendo do tempo e da temperatura de envelhecimento, desenvolvem-se distribuições não homogêneas de Ni, que podem afetar as temperaturas de transformação. É sabido que a formação de grandes precipitados resulta em um decréscimo de Ni na matriz, associado a um aumento nas temperaturas de transformação. No início do processo de envelhecimento a concentração de Ni da matriz muda somente próximo às partículas e a maior parte da matriz não é afetada. Após tempos intermediários de envelhecimento, a concentração de Ni varia fortemente em função da localização entre as partículas e após longos tempos de envelhecimento, todo o excesso de Ni é consumido e a microestrutura de duas fases alcança equilíbrio termodinâmico. Após tempos curtos de envelhecimento as curvas de DSC apresentam dois picos distintos de transformação, três picos após tempos intermediários de envelhecimento e outra vez dois picos após longos períodos de envelhecimento, denominado comportamento de transformação 2-3-2. Este comportamento pode ser explicado, possivelmente, por dois elementos básicos:

- (1) a não homogeneidade de composição que se desenvolve durante o envelhecimento, quando os precipitados de  $Ti_3Ni_4$  crescem, e
- (2) a diferença entre as barreiras de nucleação, que é pequena para a fase R e que é grande para a martensita B19' (Allafi et al., 2002a).

Por outro lado, Bataillard et al. (1998) atribuem as transformações martensíticas em múltiplos passos aos campos de tensão de longo alcance ao redor dos precipitados coerentes.

É importante entender o processo de precipitação no sentido de estabelecer a sua influência sobre as transformações martensíticas. Após tempos de envelhecimento variando entre 1, 10 e 100 horas para uma liga NiTi 50,7%atNi, Allafi et al. (2002b), analisando micrografias de MET, verificaram a nucleação heterogênea dos precipitados de  $Ti_3Ni_4$  nos estágios iniciais de envelhecimento (1h). A precipitação de pequenas partículas lenticulares de  $Ti_3Ni_4$  ocorreu somente nos e próximo aos contornos de grão, bem como próximo às partículas de óxido ( $Ti_4Ni_2O$ ), resultantes do processamento da liga e que também atuam como sítios preferenciais de nucleação para os precipitados. A maior parte do grão se encontra livre de precipitados. Nas ligas NiTi ricas em Ni pode haver uma concentração mais alta de Ni nos contornos de grão, além disso, estes

contornos favorecem energeticamente a nucleação pelo decréscimo da energia interfacial entre o precipitado e a fase parente. Inicialmente, muitos precipitados se formam no contorno de grão e seus tamanhos permanecem pequenos porque há crescimento competitivo. Os campos de tensão dos precipitados coerentes iniciais assistem a nucleação de outros precipitados que se formam com menos frequência à alguma distância do contorno de grão e, por isso, podem crescer a tamanhos maiores. Aumentando o tempo de envelhecimento para 10h, os autores verificaram precipitados mais grosseiros que os anteriores (1h) e a presença deles em um arranjo de cinturão nos contornos de grão ainda era uma característica proeminente. Em adição, os precipitados formavam redes irregulares no interior do grão. Mas, mesmo após 10 horas de envelhecimento, grande parte do interior do grão estava livre de precipitados. Estas microestruturas heterogêneas, resultantes de tempos de envelhecimento curto e intermediário, exibem transformação martensítica em três passos: 1º pico- formação de fase R nas regiões contendo precipitados; 2º pico- formação de martensita B19' nas regiões contendo precipitados; e 3º pico- transformação de B2 para B19' em regiões livres de precipitados. É possível que esta transformação em três passos não possa ser justificada com base nos campos de tensão de longo alcance (Bataillard et al., 1998) nem na variação da concentração de Ni entre os precipitados durante o envelhecimento (Allafi et al., 2002a), mas sim pela microestrutura heterogênea, com regiões com e sem precipitados. Após tempos de envelhecimento longos (100h), os precipitados crescem a grandes tamanhos e o espaçamento entre eles torna-se tão grande que a transformação martensítica da matriz não é muito afetada pela sua presença. Os precipitados grandes, além disso, podem perder a coerência e assim seu potencial para afetar a nucleação de fases martensíticas (Allafi et al., 2002b).

A transformação  $B2 \rightarrow R$  acontece por nucleação e crescimento. Com o resfriamento, as placas finas de fase R nucleiam a partir de defeitos de rede como as deslocções, crescem e se juntam. Com o resfriamento adicional, muitas outras placas de fase R se formam semelhantemente, e, finalmente, toda a região se transforma em fase R. A região entre  $R_s$  e  $R_f$ , caracterizada por uma pequena histerese de temperatura, representa simplesmente uma região de duas fases consistindo das fases parente e fase

R. Com o aquecimento, as placas de fase R se contraem e desaparecem (Otsuka e Ren, 1999).

A fase R tem uma estrutura trigonal, que é descrita por uma rede hexagonal. Ela é alongada 0,94%, uma ordem de grandeza menor que aquela da martensita B19' (10%), portanto, o alongamento continuado transforma a única variante de fase R em martensita demaçada (Miyazaki et al., 1988). A fase R tem seu próprio conjunto de variantes, que são demaçadas por tensão nos estágios iniciais da aplicação de carga, contribuindo para a deformação através da distorção romboédrica da célula unitária. A fase R é estável entre os pontos  $R_s$  e  $M_s$  e coexiste com a martensita B19' entre  $M_s$  e  $M_f$ . Assim, a deformação associada à elas aparece numa ampla faixa de temperatura.

A transição  $B2 \rightarrow B19'$  pode ser prevenida pela precipitação de partículas de  $Ti_3Ni_4$ , o que de fato ocorre nos estágios iniciais do recozimento, em temperaturas baixas (380, 450 e 550°C), uma vez que estas atuam como centros de nucleação para a fase R. A quantidade de partículas de  $Ti_3Ni_4$  atuando como sítios de nucleação para a fase R não muda muito com o teor de níquel, mas o crescimento destas partículas com o aumento da temperatura de recozimento reduz o número de possíveis sítios de nucleação, levando à conclusão de que, para uma dada temperatura de recozimento, a temperatura de transformação de fase R ( $T_R$ ) é aproximadamente independente da concentração de níquel, mas decresce ligeiramente com o aumento da temperatura de recozimento. A temperatura  $M_s$ , ao contrário, aumenta com o aumento da temperatura de recozimento. Este aumento resulta do crescimento dos precipitados de  $Ti_3Ni_4$ , fornecendo aumento da área superficial para nucleação da martensita B19' (Somsen et al., 1999). Por outro lado, o endurecimento por precipitação pela fase  $Ti_2Ni$  não pode ser usado no lado rico em Ti, porque nesta faixa o limite de solubilidade é praticamente vertical (Fig.3.8).

Da mesma forma que as ligas com memória de forma tratadas termomecanicamente (48,9% de trabalho a frio e tratamento térmico a 450°C por 1 hora) apresentam duas ou mais transformações no resfriamento,  $B2 \rightarrow$  Fase R e Fase R  $\rightarrow$  Martensita B19', no aquecimento estas ligas podem apresentar duas transformações distintas: Martensita B19'  $\rightarrow$  fase R e fase R  $\rightarrow$  B2 (Thoma et al., 1995). Entretanto, parece que na

transformação reversa  $B19' \rightarrow B2$  não há nenhuma vantagem energética em passar através de um estágio intermediário (fase R), porque as deformações de transformação de uma transformação  $B19' \rightarrow$  fase R e de fase R  $\rightarrow B2$  são quase as mesmas. Portanto, foi sugerido que a transformação reversa em dois passos seja devida a um primeiro pico de transformação associado à transformação reversa em regiões livres de precipitados de  $Ti_3Ni_4$  e um segundo pico de transformação no restante da microestrutura (Allafi et al., 2002b).

### 3.5. Tratamento Termomecânico das Ligas NiTi

Os tratamentos termomecânicos podem implicar em três reações diferentes no estado sólido: (1) mudança local na composição química (precipitação), (2) reparo dos defeitos (recristalização), e (3) transformação estrutural de fase. As ligas com memória de forma são materiais em que se pode usar estas “reações combinadas”. A aniquilação de deslocamentos pela recuperação e recristalização ou o início de formação e dissolução de precipitados são de grande importância para as propriedades estruturais (dureza) e funcionais (temperaturas de transformação).

Após a solidificação do lingote de NiTi, a microestrutura deve ser refinada por processos de deformação adicionais no sentido de se obter propriedades úteis em muitas aplicações, uma vez que após a fusão ela apresenta propriedades mecânicas como ductilidade, resistência à fratura, efeito memória de forma e superelasticidade aquém do desejado (Russel, 2000).

Como foi mencionado, a região da fase B2 ordenada no diagrama de fase NiTi é muito estreita (de 50,0%at a 50,5%atNi) em temperaturas abaixo de 650°C. Embora as propriedades das ligas com teor de Ni maior que 50,5%at sejam sensíveis ao tratamento térmico em temperaturas entre 300°C e 500°C, devido à precipitação de  $Ti_3Ni_4$ , as ligas com teor de Ni entre 50,0%at e 50,5%at são insensíveis a este tratamento, porque nelas não ocorre a precipitação de  $Ti_3Ni_4$ . Contudo, os tratamentos termomecânicos como recozimento em temperatura abaixo de 500°C após trabalho a frio, afetam em muito as

suas propriedades. As ligas NiTi aproximadamente equiatômicas (teor de Ni inferior a 50,5%at), quando totalmente recozidas, exibem comportamento pseudoelástico apenas parcialmente e o EMF também não é bom (Saburi, 1982). O alongamento permanente, devido à deformação por escorregamento, aumenta com o aumento da temperatura de teste. Contudo, isto pode ser melhorado por tratamento termomecânico, que aumenta efetivamente a resistência à deformação por escorregamento, aumentando de forma substancial a deformação pseudoelástica. Foi observado que a deformação recuperável na descarga aumenta com o grau crescente de laminação a frio antes do recozimento. A liga com deformação a frio a partir de 20% e recozimento a 400°C apresenta pseudoelasticidade completa (Saburi, 1982).

O trabalho a frio apenas, isto é sem o recozimento, destrói o patamar martensítico na curva tensão-deformação. Logo, um material trabalhado a frio até 20% na fase martensítica apresenta um limite de escoamento muito alto, mas suas propriedades de memória de forma são pobres na medida que somente deformações muito pequenas podem ser recuperadas. O recozimento irá restaurar o efeito memória de forma, mas reduzirá a tensão de escoamento (Melton, 1990). As propriedades finais do componente de NiTi são determinadas, em grande escala, pela combinação da quantidade de trabalho a frio e o tempo e a temperatura usados no tratamento térmico final. Como as ligas NiTi encruam muito rapidamente, usualmente a deformação no trabalho a frio não deve ultrapassar 30 a 50% em cada estágio, antes do material ser recozido (Russel, 2000).

Como visto, as transformações das ligas NiTi, incluindo a transformação de austenita para a fase R, são influenciadas pela composição, pelo trabalho a frio e pela temperatura do tratamento térmico. Foi verificado por Thoma et al. (1995) que a temperatura de transformação A→R aumenta com o aumento do trabalho a frio, seguido de tratamento térmico em baixas temperaturas. Com o tratamento térmico nas temperaturas de 350 e 400°C, em ligas NiTi aproximadamente equiatômicas, a temperatura de transformação A→R aumenta com o aumento do trabalho a frio em pequenas quantidades, alcançando um máximo entre 40 e 50% de trabalho a frio e, decrescendo ligeiramente, em porcentagens mais altas de trabalho a frio. Para estas ligas a temperatura do tratamento térmico tem um efeito significativo sobre a temperatura de transformação A→R. Para

uma quantidade de trabalho a frio específica, a temperatura de transformação A→R aumenta quando a temperatura do tratamento térmico diminui. Esta sensibilidade ao tratamento termomecânico é atribuída ao nível de tensão interna e densidade de deslocamentos gerados. A convergência e a proximidade da temperatura de transformação A→R para todas as composições de ligas NiTi em alta taxa de trabalho a frio (>45% de redução de área) e baixa temperatura de tratamento térmico (350 e 400°C), indicam que o nível de tensão interna e/ou densidade de deslocamentos são os fatores predominantes no controle da temperatura de transformação, tendo a composição da liga uma influência menor (Thoma et al., 1995).

De um modo geral, pode-se afirmar que o tratamento termomecânico cria uma subestrutura de deslocamentos bem desenvolvida na austenita, levando à mudanças fundamentais na cinética de transformação e na estrutura da martensita, influenciando as propriedades das ligas NiTi (Prokoshkin et al., 1995).

Utilizando ligas apresentando teor de Ni acima de 50,5%at, envelhecidas a 400°C após solubilização ou recozidas a 400°C após trabalho a frio, Miyazaki e Otsuka (1986) observaram um escoamento em duas etapas em uma faixa de temperatura entre  $M_f$  e uma temperatura crítica  $T_x$ , acima da qual a fase R não pode ser induzida por tensão e somente a martensita B19' é induzida por tensão. O primeiro estágio está associado à formação de fase R, e o segundo à transformação martensítica para a estrutura B19'. A pseudoelasticidade associada à transformação martensítica aparece em temperaturas acima de  $A_f$ , contudo, a pseudoelasticidade associada à fase R não é observada claramente mesmo acima de  $R_f$ . A falta de evidência para o comportamento pseudoelástico para o primeiro estágio pode ser originada de:

- (1) a deformação de transformação associada com a fase R induzida por tensão é tão pequena que é difícil de ser detectada, e
- (2) a microdeformação plástica, induzida durante o teste de tração precedente, pode afetar a deformação no primeiro estágio seguinte, mesmo nas ligas que receberam os tratamentos térmicos descritos.

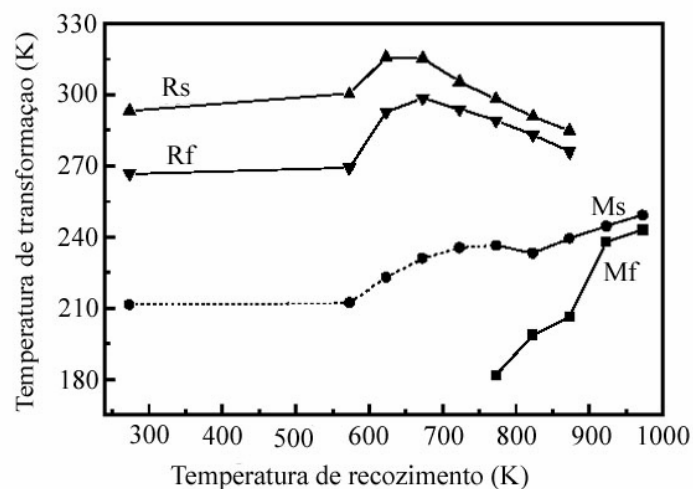
As curvas tensão-deformação, focalizando o primeiro estágio, podem ser divididas em duas regiões de temperatura de acordo com a dependência de temperatura da tensão crítica para o primeiro estágio. Na região  $T < R_s$ , a tensão crítica assim como a deformação decrescem com o aumento da temperatura. As duas possíveis justificativas para o decréscimo gradual da deformação com o aumento da temperatura são a dependência de temperatura da estrutura de fase R e o efeito da microdeformação plástica que pode ser induzida durante os testes de tração precedentes. O modo de deformação nesta região é o rearranjo de variantes de fase R em uma variante mais favorável. Na outra região onde  $R_s < T$ , a tensão crítica aumenta rapidamente com o aumento da temperatura, significando que a tensão crítica para o primeiro estágio é a tensão para induzir a fase R. A tensão crítica para o segundo estágio mostra semelhante dependência da temperatura, embora as regiões de temperatura estejam em torno do ponto  $M_s$ . Os dados do primeiro e segundo escoamentos refletem bem as características de cada transformação. A histerese de tensão da pseudoelasticidade associada com a fase R é muito pequena, enquanto aquela associada com a transformação martensítica é grande. As deformações de transformação para ambos estágios também correspondem às deformações de transformação da fase R e da transformação martensítica, respectivamente, isto é, a primeira sendo menos de um décimo da última. Quando se analisa qualitativamente as tensões críticas no primeiro estágio, verifica-se um valor de tensão cinco vezes menor para as ligas envelhecidas em relação às recozidas. Três possíveis fatores elevariam as tensões críticas: o teor de Ni, a presença de precipitados e a presença de deslocamentos. Como as amostras apresentavam o mesmo teor de Ni e a presença de precipitados, o fator essencial para a elevação da tensão crítica deve ser a presença de deslocamentos (Miyazaki e Otsuka, 1986).

A observação da estrutura interna, por microscopia eletrônica de transmissão (MET), das ligas Ti-49,8%atNi e Ti-50,6%atNi, mostra que a solubilização a 1000°C resultou em uma fase única do tipo B2 sem quaisquer precipitados. O envelhecimento a temperaturas intermediárias (400°C) após a solubilização introduz precipitados nas ligas ricas em níquel, e o recozimento em temperaturas intermediárias, abaixo da temperatura de recristalização (400°C), após trabalho a frio reorganiza as deslocamentos, como uma



estrutura interna, em todas as composições e finos precipitados nas ligas ricas em Ni (Miyazaki e Otsuka, 1986).

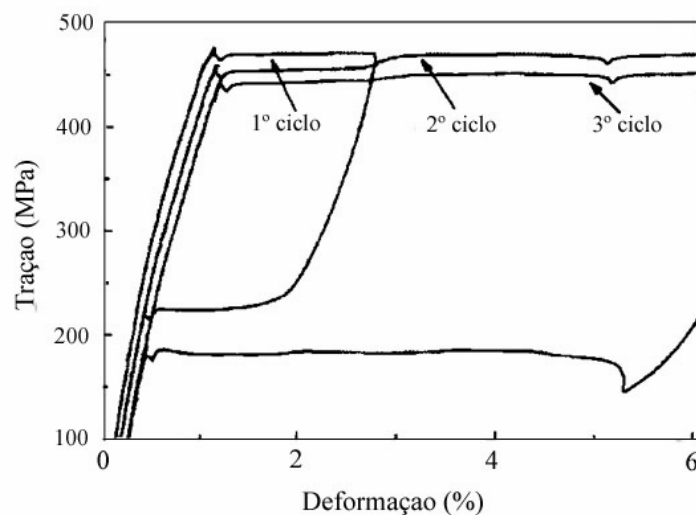
Como mencionado, a temperatura de recozimento é um fator importante que afeta o comportamento de transformação e a superelasticidade das ligas Ti 50,85%atNi. No processo de resfriamento, as temperaturas  $R_s$  e  $R_f$  atingem valores máximos para as amostras recozidas a 400°C. Acima desta temperatura, elas decrescem linearmente com o aumento da temperatura de recozimento. Ambas temperaturas  $M_s$  e  $M_f$  aumentam de forma monotônica com o aumento da temperatura de recozimento e as diferenças entre  $R_s$  e  $R_f$  e entre  $M_s$  e  $M_f$  tornam-se menores. Por exemplo, quando a temperatura de recozimento é 500°C, a diferença entre  $M_s$  e  $M_f$  é cerca de 55K, ao passo que para amostras recozidas a 700°C, a diferença é cerca de 6K, como pode ser observado na Fig.3.13 (Huang e Liu, 2001).



**Figura 3.13** - Variação das temperaturas de transformação com o recozimento por 30 minutos nas temperaturas indicadas (Huang e Liu, 2001).

A transformação reversa acontece em dois estágios durante o processo de aquecimento subsequente, com os picos de transformação de martensita para fase R ( $R_s$  e  $R_f$ ) e fase R para austenita ( $A_s$  e  $A_f$ ) se sobrepondo. As mais altas temperaturas de transformação também corresponderam à uma temperatura de recozimento de 400°C (Huang e Liu, 2001).

As propriedades de tração em ensaios cíclicos da liga Ti-50,85%atNi também dependem da temperatura de recozimento. As amostras foram tracionadas a 3%, 8% e 12% de deformação e as curvas tensão-deformação mostraram que o ponto de início do patamar de tensão é mais alto no primeiro ciclo (cerca de 474MPa). Nos segundo e terceiro ciclos, ele caiu cerca de 12MPa. Contudo, quando a deformação alcança 3%, que é a deformação de descarga do primeiro ciclo, a tensão aumenta a quase o mesmo nível que aquela do primeiro ciclo (Fig. 3.14).



**Figura 3.14** - Curvas tensão-deformação em tração de arame Ti-50,85%atNi em uma taxa de deformação de  $1,67 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  (Huang e Liu, 2001).

Isto pode estar relacionado à seqüência de transformação do material que sofreu transformação induzida por tensão. Parece que, durante o segundo ciclo de carregamento, a porção do material que se transformou em martensita no primeiro ciclo tende a transformar primeiro e isto requer uma força motriz inferior àquela do restante do material. Quando a deformação alcança 3%, a austenita remanescente começaria se transformar em martensita, e a força motriz requerida para promover este processo é mais alta, ou seja, a mesma do início do primeiro ciclo. Todas as amostras recozidas abaixo de  $550^\circ\text{C}$  apresentam um patamar de tensão mais alto no primeiro ciclo, com ligeira queda de patamar no início do segundo ciclo, embora sua magnitude tenha decrescido com o aumento da temperatura de recozimento. Contudo, para as amostras recozidas a  $600^\circ\text{C}$ , o patamar de tensão no segundo ciclo é mais alto que aquele do

primeiro ciclo. Quando a deformação alcança a deformação de descarga do ciclo anterior, a tensão tem uma queda aguda, que é contrária às observações em amostras recozidas em temperaturas inferiores. A diferença entre o patamar de tensão na carga e o patamar de tensão na descarga é a histerese superelástica. Embora o patamar de tensão do primeiro ciclo seja mais alto que aquele do segundo ciclo, o patamar de tensão na descarga do segundo ciclo é muito inferior e a histerese é maior (Fig. 3.14). Entretanto, com o aumento da temperatura de recozimento, a histerese é aproximadamente a mesma para ciclos diferentes (Huang e Liu, 2001).

Outra característica interessante desta liga é que existe uma queda da tensão no início do patamar de tensão, enquanto durante a descarga, ocorre um incremento da tensão no início do patamar de tensão na descarga. No início do patamar de tensão no carregamento a austenita é estável, assim é requerida uma energia de ativação para iniciar a transformação induzida por tensão. Quando o primeiro embrião de martensita é formado, seu contorno progride sob uma força motriz inferior, resultando em uma queda de tensão no início da deformação. No processo de descarga, quando a deformação está dentro da região do patamar, a austenita residual pode atuar como núcleo e as curvas de descarga são mais uniformes. Quando toda a austenita se transformou em martensita pela aplicação de tensão, uma barreira de energia, que surge da tensão residual na martensita, precisa ser vencida. Isto pode explicar o aumento de tensão no início do patamar de descarga (Huang e Liu, 2001).

Liu et al. (1998) realizaram ensaios de tração-compressão em uma liga NiTi equiatômica, submetida a diferentes tratamentos de recozimento. No caso da deformação em tração, foi observado um patamar de tensão, quando a amostra foi recozida em temperaturas acima de 550°C. A tensão de patamar sob tração e a magnitude da tensão global em deformação mais alta (até 8%) dependem da temperatura de recozimento prévio da liga. A tensão de patamar aumenta com o aumento da temperatura de recozimento entre 550 e 800°C, o que está de acordo com resultados anteriores obtidos em chapas de NiTi (Liu et al., 1997), onde o recozimento a 550°C resultou em tensão de patamar mais baixa. Por outro lado, a tensão global do material sob tração em deformações mais elevadas (até 8%), decresce com o aumento

da temperatura de recozimento. Contudo, para o mesmo material sob compressão, não existe um patamar de tensão plano para nenhuma das condições de recozimento estudadas (entre 400 e 800°C por 30 minutos). Sob compressão, abaixo de 5% de deformação, o efeito da condição de recozimento sobre a curva tensão-deformação parece menos significativo, embora a tensão global do material em deformações mais altas (até 8%) tenha decrescido com o aumento da temperatura de recozimento. Os autores mostraram que a deformação da martensita sob compressão é principalmente de natureza plástica até mesmo para deformações menores que 1%.

### 3.6. Deformação Cíclica das Ligas NiTi

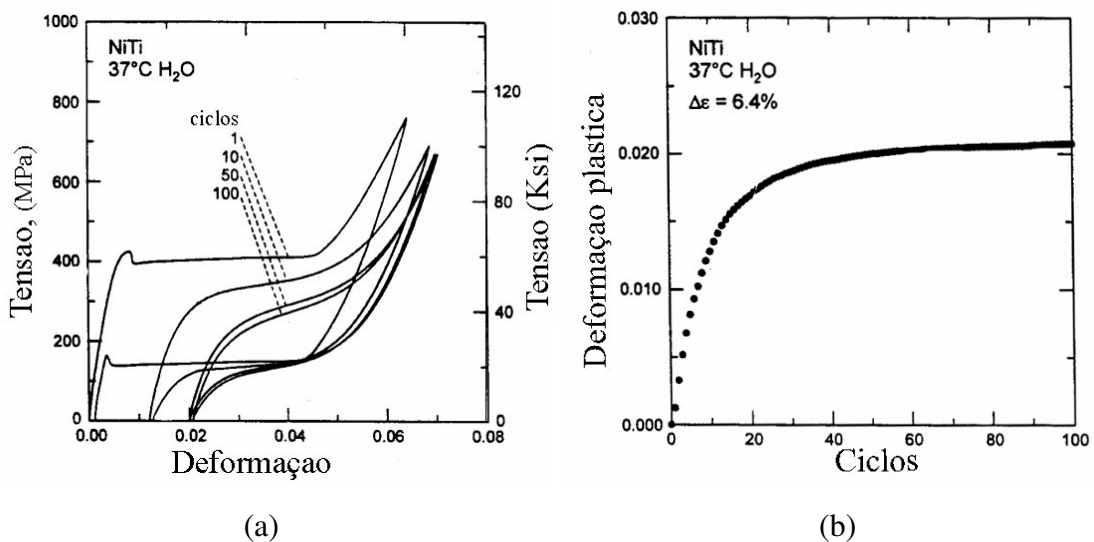
As ligas NiTi submetidas à deformação cíclica geralmente apresentam deformação permanente, possivelmente como consequência da introdução de deslocamentos e outros defeitos gerados em altos níveis de tensão nos ciclos de tração precedentes (Melton e Mecier, 1979). Sendo este o caso, a estabilidade do comportamento cíclico pode ser melhorada pela elevação da tensão crítica de escorregamento. Dois mecanismos são disponíveis para elevar a tensão crítica de escorregamento nas ligas NiTi:

- (1) o endurecimento por precipitação, mais efetivamente realizado pelo envelhecimento a 400°C por 1 hora, após a solubilização a 1000°C, e
- (2) o endurecimento devido à alta densidade de deslocamentos rearranjados termicamente, obtido pelo recozimento a 400°C por 1 hora, após trabalho a frio.

No primeiro caso há uma mudança gradual e crescente da inclinação do patamar de tensão pela deformação cíclica, enquanto no segundo, o patamar é conservado mesmo após 100 ciclos. Como as temperaturas de envelhecimento e recozimento são as mesmas, ambos mecanismos estão disponíveis, simultaneamente, em uma amostra recozida a 400°C sem a solubilização precedente (Miyazaki et al., 1982).

O comportamento cíclico de uma liga NiTi superelástica, previamente recozida a 500°C, foi analisado para o 1º, 10º, 50º e 100º ciclos, confirmando um amaciamento cíclico, onde a tensão requerida para nuclear as placas de martensita e a tensão de pico na faixa de deformação máxima decresceram com a ciclagem (Fig. 3.15a). A magnitude das

mudanças no comportamento cíclico decresce com o aumento do número de ciclos, ou seja, o amaciamento cíclico é maior entre o 1º e 10º ciclos, com pequena diferença entre o 50º e 100º ciclos. Além disso, a deformação plástica residual satura-se após aproximadamente 60 ciclos, permanecendo relativamente constante em um valor de 2,1% após deformação adicional (Fig. 3.15b). Isto, possivelmente, indica uma “saturação” da microestrutura, isto é, mudanças adicionais desprezíveis na estrutura de deslocamentos e maclas, para a faixa de deformação aplicada. É importante observar que após a saturação, a magnitude da deformação superelástica reversível é ainda da ordem de 5% (McKelvey e Ritchie, 1999).

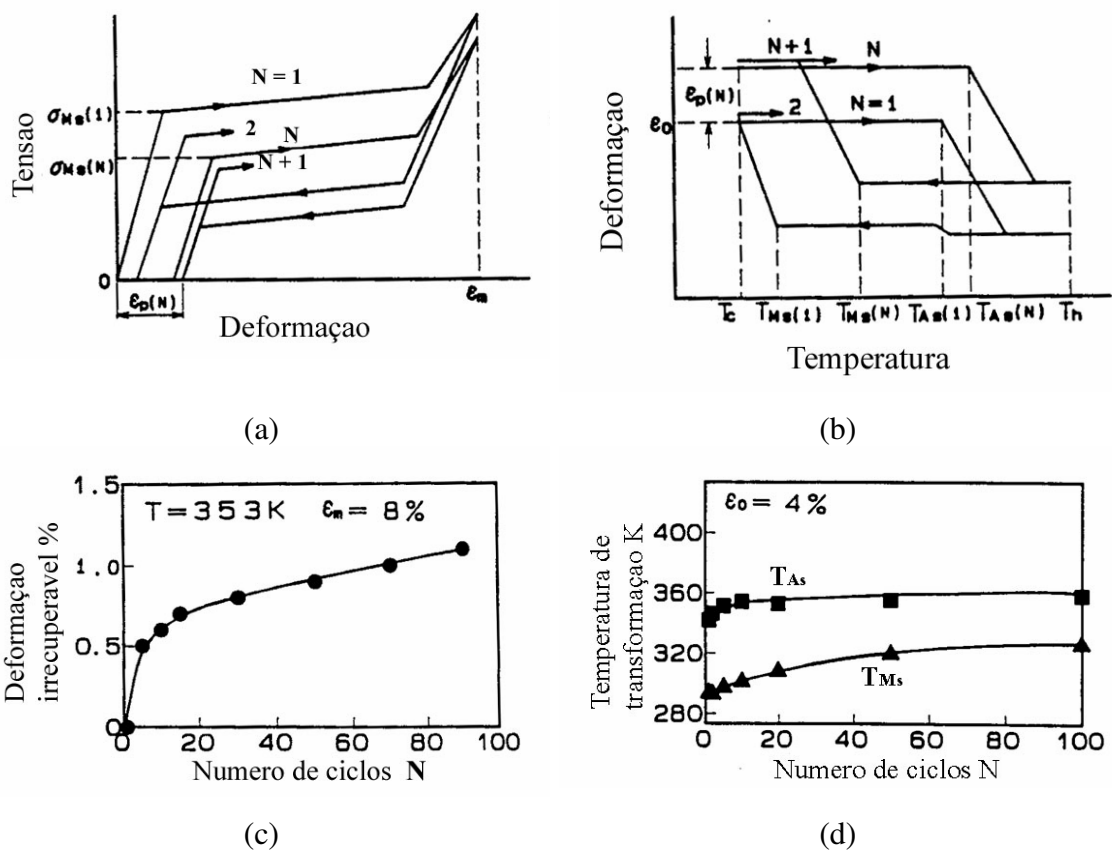


**Figura 3.15** - Comportamento cíclico de uma liga NiTi superelástica (a), e saturação da deformação plástica após 60 ciclos (b) (McKelvey e Ritchie, 1999).

De um modo geral o comportamento das ligas NiTi submetidas à ciclagem termomecânica é caracterizado pelas seguintes propriedades:

- (1) as tensões críticas para o início e final das transformações martensítica e reversa decrescem com o aumento no número de ciclos (Fig.3.16a),
- (2) as temperaturas de início e final das transformações martensítica e reversa se elevam com o aumento do número de ciclos (Fig.3.16b e d),
- (3) a deformação residual não recuperável aumenta com o progresso da deformação cíclica, como mostrado pelo desvio do ponto original das curvas tensão-deformação (Fig.3.16a e c),

- (4) a histerese de tensão torna-se menor com o aumento do número de ciclos (Fig.3.16a),
- (5) a extensão da deformação de transformação decresce com o aumento do número de ciclos, devido ao aparecimento da deformação não recuperável (Fig.3.16a), e
- (6) cada fenômeno mencionado acima varia significativamente nos ciclos iniciais, mas a quantidade de variação em cada propriedade decresce com o aumento no número de ciclos (Fig.3.16a,b,c,d), (Miyazaki et al., 1986; Tobushi et al., 1992, 1996).



**Figura 3.16** - Características da deformação cíclica em ligas NiTi (Tobushi et al., 1992).

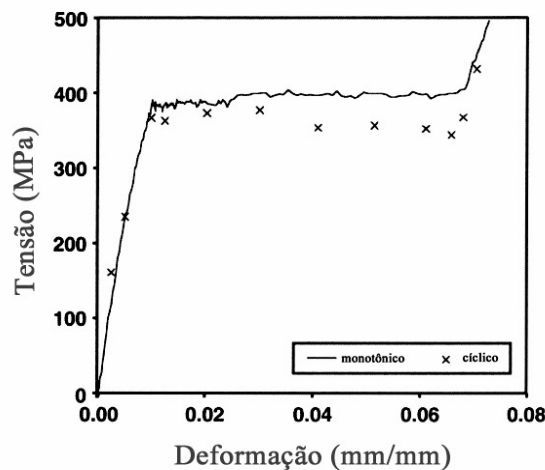
Os resultados de testes de aquecimento e resfriamento cíclicos, sob tensão constante, demonstram que as temperaturas de início das transformações martensítica e reversa (Ms e As) variam significativamente nos primeiros ciclos, mas adquirem valores aproximadamente constantes após um certo número de ciclos (Fig. 3.16d).

A provável causa para a deformação residual é a ocorrência de deformação por escorregamento durante o ciclo de deformação precedente (Melton e Mercier, 1979) e às placas de martensita que permanecem após a descarga. O campo de tensão formado pela deformação, introduzido para satisfazer a condição de compatibilidade das deformações em um contorno de grão, que aumenta com o número de ciclos, pode ser a causa deste efeito. Esta martensita residual localiza-se nas proximidades dos contornos de grãos e contribui para a deformação residual. A tensão interna formada por estas deformações por escorregamento pode assistir à formação de martensita induzida por tensão, levando a um decréscimo na tensão crítica aplicada para induzir martensita pela deformação cíclica. O aumento da deformação residual e a redução da tensão crítica para formar martensita dependem não somente da tensão crítica de escorregamento, mas também da capacidade de endurecimento cíclico da liga. Uma maior tensão crítica de escorregamento, conseqüência, por exemplo, de um maior teor de níquel, e um mais intenso endurecimento cíclico pela geração de deslocamentos, em geral reduz a taxa de crescimento da deformação residual com o aumento do número de ciclos e justifica a estabilização do diagrama tensão-deformação cíclica. A menor tensão cíclica de escorregamento nas ligas com baixo teor de níquel e o considerável endurecimento por deformação cíclica, assistido por uma grande deformação residual, induzem à maiores tensões internas e a um declínio mais pronunciado da tensão crítica para formação de martensita quando o número de ciclos aumenta (Tobushi et al., 1992; Strnadel et al., 1995). Portanto, é importante elevar a tensão crítica para o escorregamento, no sentido de estabilizar as características de pseudoelasticidade contra a deformação cíclica. Esta tensão crítica é sensível à estrutura interna, que depende do tratamento termomecânico e do teor de Ni, como já foi mencionado (Miyazaki et al., 1986).

Da mesma forma, a deformação de transformação aumenta com o decréscimo do teor de Ni nas ligas NiTi. Esta maior deformação em ligas com teores menores de Ni, que significa ligas menos endurecidas, é atribuída ao fato de que a natureza de suas deslocamentos oferece somente ligeira resistência contra o crescimento de variantes de martensita preferencialmente orientadas. Assim, as ligas NiTi com maior teor de Ni exibem valores mais altos de tensão crítica de escorregamento, por isso grau inferior de deformação residual, menor quantidade de endurecimento cíclico por deslocamento, menor

indução de tensão interna e, conseqüentemente, sua tensão para formação de martensita não decresce tão rapidamente quando o número de ciclos aumenta, como no caso de ligas com baixo teor de Ni (Strnadel et al., 1995).

A análise da variação das propriedades pelo carregamento cíclico em *stents* arteriolares de NiTi demonstrou que, quando se sobrepôs as curvas tensão-deformação monotônica e cíclica antes da região de patamar, a tensão cíclica correspondeu aos valores monotônicos. Na região de patamar, contudo, a tensão cíclica divergiu dos valores monotônicos correspondentes, demonstrando uma redução de até 50MPa na tensão necessária para fornecer uma dada deformação cíclica. O comportamento cíclico exibiu valores inferiores de amplitude de tensão, que decresceram com o aumento da amplitude de deformação e o decorrer da transformação martensítica. Para ciclos de deformação mais alta, além da região de patamar, somente poucos pontos foram obtidos (Fig. 3.17). Estes pontos mostraram uma diferença menor entre as tensões cíclica e monotônica. O amaciamento observado após o carregamento cíclico pode ser atribuído ao movimento de deslocacões e à reorientação de grãos que decrescem a tensão de transformação requerida (Tolomeo et al., 2000).



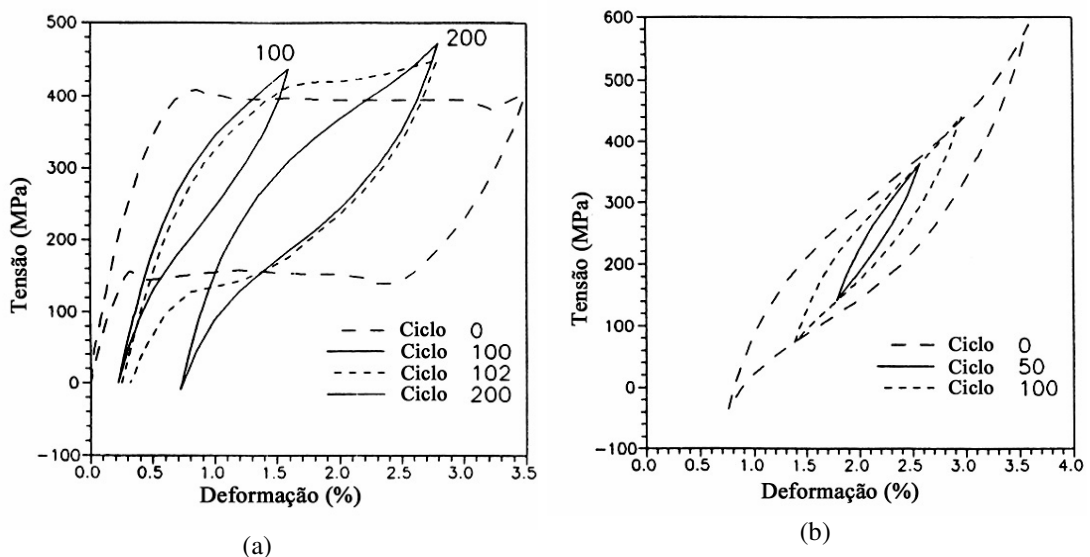
**Figura 3.17** – Propriedades monotônica e cíclica (após 40 ciclos) de arame de NiTi tratado termicamente (Tolomeo et al., 2000).

Dados preliminares (Duerig e Tolomeo, 2000) indicam que a fase martensítica experimenta menos amaciamento cíclico que a fase austenítica. Esta tendência foi especialmente proeminente na região de patamar durante a transformação martensítica



induzida por tensão. Além do patamar, o modo de deformação incluiu deformação por escorregamento com efeitos cíclicos limitados. Portanto, para as ligas NiTi aproximadamente equiatômicas, o amaciamento cíclico é dominado pelo processo de transformação (Tolomeo et al., 2000).

Uma observação interessante feita por Lim e McDowell (1995), com relação à ciclagem uniaxial em tração de uma liga Ti 50,8%Ni usando valores crescentes de deformação máxima (de 1,6 a 2,8%), é que a resposta tensão-deformação é dependente da faixa de deformação de transformação máxima na história de carregamento em que a resposta foi estabilizada. Isto pode ser verificado comparando os ciclos 100 e 102 da Figura 3.18a. Com o aumento da deformação até 2,8%, houve pequeno efeito do carregamento anterior, a liga comportou-se semelhante ao material virgem, exceto no que diz respeito ao aumento da deformação residual e da taxa de encruamento e à redução da tensão crítica para iniciar a transformação martensítica, sugerindo uma perda de memória da história de carregamento prévio (Fig.3.18a).

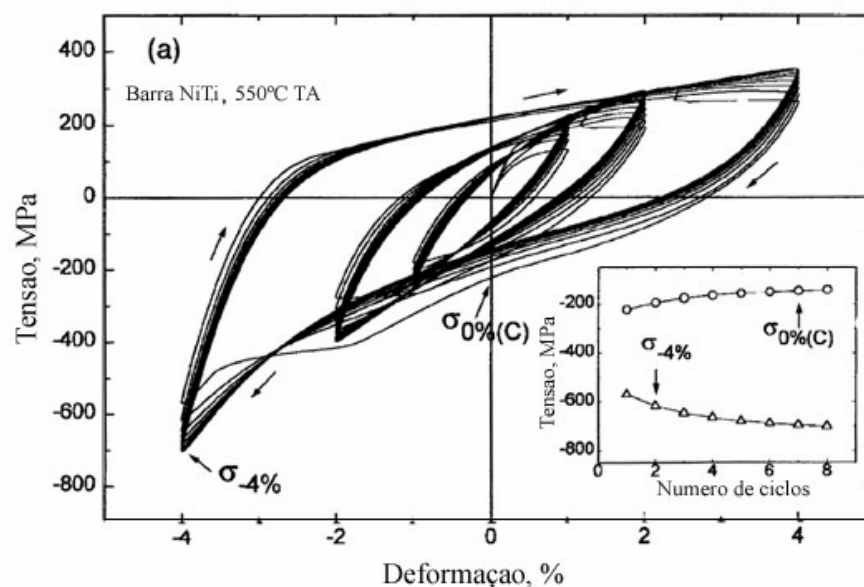


**Figura 3.18** – Resposta cíclica para testes de tração uniaxial (ciclos 0, 100, 102 e 200) (a), e resposta estabilizada ciclicamente (ciclos 0, 50 e 100) (b) (Lim e McDowell, 1995).

Entretanto, quando se compara os ciclos 0, 50 e 100 da Figura 3.18b, a curva tensão-deformação de um nível de deformação inferior está sempre contida dentro da alça

tensão-deformação estabilizada de um nível de deformação maior, indicativo de uma perda de memória das amplitudes de deformação menores durante a ciclagem em níveis mais altos. Estas características de resposta podem ser atribuídas aos efeitos de interação associados com a configuração e distribuição da martensita e quaisquer arranjos de deslocação, que possam ser gerados na fase parente (Lim e McDowell, 1995).

De um modo geral, a análise das curvas tensão-deformação das ligas NiTi sob carregamento cíclico, apresentadas na Fig. 3.19 aponta características assimétricas. Durante o primeiro ciclo de tração-compressão, aparece um patamar de tensão que desaparece nos ciclos seguintes de deformação. O nível de tensão sob compressão é muito mais alto que aquele sob tração para deformações equivalentes. Sob compressão acontece um encruamento rápido e o material é muito mais difícil de se deformar que sob tração (Xie et al., 1998; Orgéas e Favier, 1995, 1998; Holtz et al., 1999).



**Figura 3.19** - Deformações cíclicas sob tração-compressão de uma liga NiTi (Xie et al., 1998).

Resultado semelhante, em relação à assimetria das curvas tensão-deformação sob carga de tração-compressão entre  $\pm 3\%$  de deformação, foi obtido por Lim e McDowell

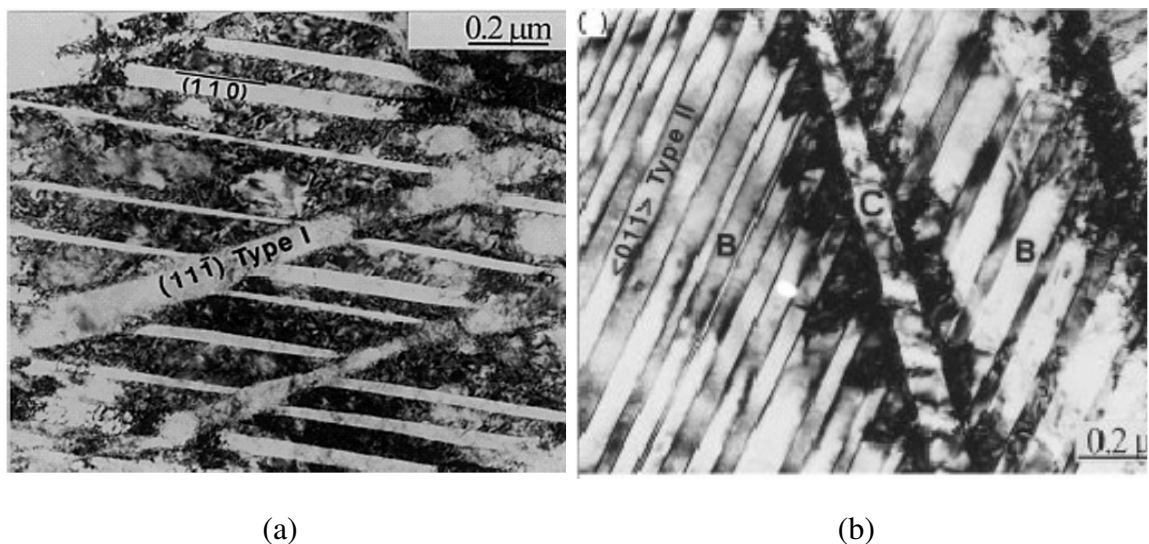
(1999) após experimentos em tubos de paredes finas de NiTi 50,8%atNi. A resposta tensão-deformação foi pseudoelástica. Quando a transformação martensítica procede durante a deformação de 0 a 3%, é liberado um calor latente, resultando no aquecimento da amostra. Para a transformação reversa, durante a descarga de 3 a 0%, o calor latente é absorvido. Foi demonstrado que sob ciclagem mecânica, a temperatura na liga muda devido à geração/absorção de calor latente durante a transformação de fase. A mudança de temperatura durante o carregamento altera a resposta tensão-deformação e induz dependência da taxa de deformação (Shaw e Kyriakides, 1997). Quando a amostra é comprimida de 0 a 3%, as variantes de martensita, que são algo diferentes daquelas em tração, se formam devido à textura cristalográfica da amostra e à redução de simetria das variantes de martensita comparada à da fase parente. Isto induz a assimetria tração-compressão observada. A diferença substancial da área encerrada pela alça de histerese nas condições de tração e compressão da resposta tensão-deformação, é uma evidência adicional da interação de diferenças de energia em tração e compressão associadas à morfologias diferentes das fases transformadas.

Durante a ciclagem mecânica, as tensões máximas de tração e compressão aumentam após cada ciclo, sugerindo um processo de endurecimento cíclico, possivelmente relacionado com a geração de novos defeitos de rede, especialmente deslocamentos, durante a deformação adicional. O nível de tensão em 0% de deformação sob compressão, contudo, decresce com o aumento do número de ciclos, mostrando um processo de amaciamento cíclico, relacionado ao rearranjo dos defeitos de rede, que “limpa” o caminho de deformação. Os processos de endurecimento e amaciamento cíclicos parecem mudar de um para outro ciclo, passando através de dois pontos de cruzamento nas curvas tensão-deformação. Em todos os casos, as tensões máximas aumentam com o aumento do número de ciclos e tendem a estabilizar com a ciclagem adicional (Lim e McDowell, 1999).

Após a transformação martensítica termoelástica das ligas NiTi, as placas estão autoacomodadas, no sentido de minimizar a mudança de forma da transformação. Vários tipos de maclas se formam no interior das variantes de martensita, sendo a formação da

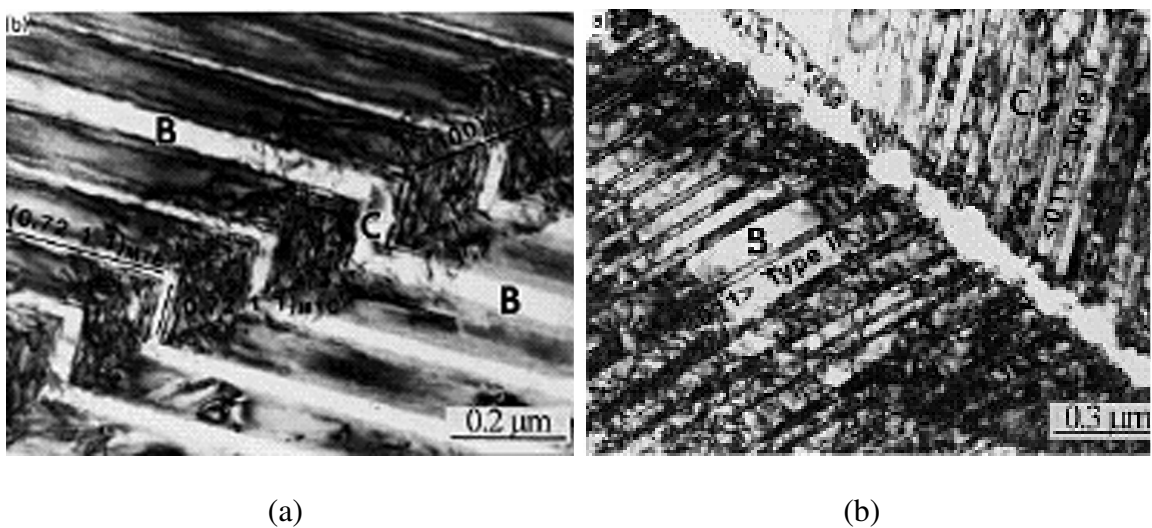
macla tipo II, que tem o plano (011) como plano de macla, o principal mecanismo de deformação invariante de rede (Miyazaki et al., 1989).

Nas amostras sofrendo deformação cíclica de tração-compressão ( $\pm 4\%$  de deformação) as variantes de martensita estão ainda auto-acomodadas, sendo a maclação tipo I ( $11\bar{1}$ ) a mais freqüentemente observada como mostra a Fig. 3.20a. Maclas tipo II (011), ilustradas na Fig. 3.20b, e maclas compostas (001) estão também presentes em adição a vários tipos de defeitos de rede, gerados como resultado da ciclagem mecânica. Contudo, é gerada uma alta densidade de deslocamentos dentro das maclas e na área dos planos de junção. Estes achados de Liu et al. (1999) mostram que o mecanismo de deformação envolvido na ciclagem mecânica não é um simples mecanismo de reorientação da martensita, mas envolve um mecanismo de deformação da microestrutura mais complexo. O fato das maclas tipo I ( $11\bar{1}$ ) serem as mais freqüentemente observadas, sugere que sob deformação cíclica de tração-compressão, acontece uma reconfiguração, induzida por tensão, das maclas de martensita, uma vez que nas amostras não deformadas a maior prevalência era de maclas tipo II (011).



**Figura 3.20** - Fotomicrografias obtidas por MET de amostras (a) após deformação cíclica em tração-compressão apresentando maclas tipo I e alta densidade de deslocamentos, e (b) após 4% de deformação em tração com prevalência de maclas tipo II (Xie et al., 1998).

Após tração até 4% de deformação as maclas de martensita são principalmente do tipo II (011). Acontece uma reorientação das variantes de martensita, não sendo observada deformação plástica significativa na maior parte das maclas e essas ainda se apresentam retas com poucas deslocamentos. Contudo, uma grande densidade de deslocamentos se forma ao longo do plano de junção. Em adição às maclas tipo II (011) em cada variante, pode ser verificado que umas variantes são relacionadas a outras por uma macla composta (100) como pode ser observado na Fig. 3.21a. A macla composta (100) não se adapta à teoria cristalográfica e, por isso, foi reconhecida como uma macla de deformação. A formação destas maclas torna o plano de junção coerente, do ponto de vista atômico, e com maior mobilidade sob tensão. Por isso, a reorientação de variantes de martensita sob tração pode progredir via movimento do plano de junção, resultando no estreitamento das variantes com orientação menos favorável. Como resultado da reorientação da martensita, as deslocamentos são rearranjadas formando redes na área reorientada (Xie et al., 1998).



**Figura 3.21** - Fotomicrografias obtidas por MET, de amostras deformadas 4% (a) em tração apresentando maclas compostas (100) relacionadas às variantes B e C, e (b) em compressão sem maclas compostas entre as mesmas variantes (Xie et al., 1998).

A microestrutura da martensita nas amostras comprimidas a 4% de deformação é diferente. As variantes são auto-acomodadas, principalmente com maclas do tipo II (011), enquanto uma alta densidade de deslocamentos foi gerada nas bandas de maclas da martensita e nas áreas de acomodação das variantes (Fig. 3.21b). Não foram

encontradas placas de martensita contíguas relacionadas a maclas após compressão. Os planos de junção entre as placas de martensita não eram móveis e, como resultado, não foi observada migração destes planos de junção. Uma alta densidade de deslocações aparece dentro das placas de martensita e na área de junção (Fig. 3.21b). Entre as bandas de cisalhamento uma alta densidade de falhas de empilhamento são formadas. As deslocações são regularmente distribuídas nas bandas de maclas, sendo aniquiladas nos contornos de maclas, e nas áreas de acomodação de variantes. A densidade de deslocações é muito mais alta nas áreas de junção das variantes que dentro das maclas (Xie et al., 1998).

Resumindo, as observações ao microscópio eletrônico de transmissão (MET) mostram que a principal diferença microestrutural entre as amostras sob deformação cíclica de tração-compressão a 4% é que, sob tração, não foi observada nenhuma deformação plástica significativa devido à tensão aplicada na maioria das bandas de macla da martensita. Diferentemente, sob compressão foi introduzida uma alta densidade de deslocações nas bandas de macla da martensita e na área de acomodação de variantes. Sob tração, duas placas de martensita contíguas contendo maclas tipo II (011) apresentam relação de macla, resultando em alta mobilidade do plano de junção, com conseqüente auto-acomodação das variantes pelo movimento das interfaces (Fig. 3.21a). Sob compressão não foi encontrada nenhuma relação de macla entre as placas de martensita contíguas, não ocorrendo a reorientação de variantes (Figura 3.21b). Isto sugere que o mecanismo de deformação da martensita sob tração a 4% esteja relacionado principalmente à migração de interfaces de variantes e, sob compressão a 4%, relacionado à geração e movimento de deslocações, podendo explicar a diferença nas curvas tensão-deformação e a assimetria das mesmas durante a deformação cíclica.

Como foi bem estabelecido, os resultados experimentais (Xie et al., 1998) mostram que há uma assimetria significativa entre tração e compressão durante a deformação devida à transformação martensítica. Foi verificado que, quando o processo de deformação é dominado pela reorientação da martensita, o comportamento do material é mais simétrico em tração e compressão do que quando o material é deformado por transformação martensítica. Foi concluído que a mesma fração de martensita é induzida

em tração e em compressão. Por isso, a assimetria observada nas curvas de tensão-deformação poderia ser explicada pelo fato de que, embora a mesma fração de martensita seja formada em tração e em compressão, a reorientação das variantes é mais eficiente em tração que em compressão, isto é, a assimetria se deve aos modos diferentes de acomodação da deformação durante a transformação martensítica induzida por tensão (Orgéas e Favier, 1995).

É importante, neste momento, entender o significado do termo “reorientação de martensita”, quando se considera a deformação cíclica tração-compressão, como sendo a descrição de um processo em que:

- (1) duas variantes de martensita contíguas tornam-se relacionadas como maclas no estágio inicial de deformação,
- (2) as interfaces entre estas duas variantes se tornam móveis e migram sob tensão, e como resultado, uma variante cresce às expensas da outra, e
- (3) ocorre demaclação adicional da variante de martensita reorientada (Liu et al., 1998).

Um dos parâmetros usados para avaliar o desempenho das ligas com memória de forma é a velocidade de resposta, que depende da forma e dimensão dos elementos e das propriedades do material. A taxa de deformação ( $\dot{\epsilon}$ ) e/ou a taxa de variação na temperatura são, portanto, variáveis importantes nos projetos de aplicação dessas ligas.

A influência da taxa de deformação sobre as propriedades do material foi investigada por Liu et al. (1998) através de ensaios de tração-compressão monotônica em uma liga NiTi aproximadamente equiatômica, submetida a taxas de deformação de  $1,8 \times 10^{-4}$  e  $1,8 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  para tração e  $3 \times 10^{-4}$  e  $1,5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  para compressão. Os autores concluíram que a taxa de deformação tem pouca influência sobre a curva tensão-deformação, tanto sob tração como sob compressão. Entretanto, resultados distintos foram obtidos por Lin et al. (1996), em fios de Ti-55,3% em peso Ni, ciclados em tração sob diferentes taxas de deformação. Os autores observaram uma elevação da tensão de transformação martensítica com o aumento da taxa de deformação no intervalo de  $1,7 \times 10^{-5}$  a  $3,3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Para cada valor de  $\dot{\epsilon}$  considerado, tanto a tensão de transformação martensítica ( $\sigma_M$ ) quanto a tensão de transformação reversa ( $\sigma_A$ ) aumentam com a

elevação da temperatura. Assim, na aplicação das LMF em movimento cíclico, deve ser observado que, se a taxa de deformação é alta, a temperatura sobe e a tensão aumenta, podendo acarretar com facilidade o dano de fadiga (Lin et al., 1996).

No caso de  $\dot{\epsilon} < 1,7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , a variação de tensão no patamar das curvas tensão-deformação, durante o processo de carregamento, é pequena e as curvas são horizontais, indicando que  $\sigma_M$  é quase constante. No caso de  $\dot{\epsilon} \geq 1,7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $\sigma_M$  é alta e esta variação é grande. Se  $\dot{\epsilon}$  é pequena, há tempo suficiente para a interface se mover, de modo que a alta tensão requerida para mover a interface é relaxada, resultando em um patamar de TM sob tensão quase constante, com pequena flutuação. Ao contrário, se  $\dot{\epsilon}$  é grande, a interface se move rapidamente e há pouco tempo para relaxar a tensão na interface, a resistência de deformação que leva ao movimento da interface aumenta, resultando na flutuação da tensão de TM. Ou seja, há um aumento na resistência friccional do material. Quanto maior a temperatura, maior é o aumento de  $\sigma_M$  com  $\dot{\epsilon}$  (Lin et al., 1996).

As tensões de transformação reversa ( $\sigma_{As}$  e  $\sigma_{Af}$ ) decrescem com o aumento de  $\dot{\epsilon}$ , com uma diferença crescente entre as duas tensões a medida que se aumenta a taxa de deformação. Este decréscimo se justifica pelo fato de que na região de TM, a interface entre as fases austenita e martensita se move de forma semelhante ao movimento das bandas de Luders nos aços. Cerca de 4,5% da deformação ocorre devido ao movimento de interfaces. Observa-se uma leve influência da taxa de deformação sobre a recuperação da deformação. Provavelmente, em função dos baixos valores de  $\sigma_{Ms}$  (300-350 MPa), a quantidade de deslocamentos induzidas durante a transformação martensítica é pequena, influenciando pouco a temperatura de transformação reversa. A deformação não recuperável após o aquecimento sem tensão (EMF) é cerca de 0,7% em ambas taxas de deformação  $1,7 \times 10^{-5}$  a  $3,3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . No caso de deformação cíclica, devido ao EMF, quanto maior a deformação máxima, maior a deformação não recuperável (Lin et al. 1996).



### 3.7. Fratura por Fadiga

O termo fadiga é apropriado para se referir à fratura dos materiais submetidos à tensões cíclicas e a resistência dos materiais à fadiga é um dos aspectos mais importantes a serem considerados nas aplicações de dispositivos que utilizam partes rotatórias. A fratura por fadiga nos metais envolve três estágios: a nucleação de trincas, seu crescimento lento e progressivo e a fratura final rápida. No primeiro estágio, a nucleação da trinca de fadiga, como na maioria dos processos de fratura dúctil, está relacionada a fluxo plástico não homogêneo em nível microscópico, podendo ocorrer mesmo quando a estrutura se encontra, macroscopicamente, sob tensões elásticas. Em todos os materiais existem regiões de não homogeneidade, resultando em defeitos de superfície que funcionam como concentradores locais de tensão. Estes fatores podem resultar em fluxo plástico localizado, produzindo “intrusões” e “extrusões” superficiais que, sob a ação de tensões variando com o tempo, denominadas tensões cíclicas, culminam na nucleação de uma trinca. Este estágio de nucleação, Estágio I, é de natureza cristalográfica e é ditado mais pelo escorregamento que pelas considerações de fratura por tração. Assim, a trinca se propaga inicialmente em uma direção a aproximadamente 45° do eixo principal de tração (Courtney, 1990).

As trincas nucleadas desta forma crescem como resultado das tensões variando com o tempo, denominadas tensões cíclicas. Durante o processo de “crescimento lento” (Estágio II), a taxa de avanço da trinca está intimamente relacionada à frequência e à amplitude do ciclo de tensão ou deformação. O crescimento lento da trinca, num plano perpendicular à direção da tensão principal de tração, é interrompido pela fratura final rápida, quando a trinca desenvolvida progressivamente atinge o tamanho crítico para propagação instável. Desta forma, a área de fratura final depende das tensões aplicadas e da tenacidade do material. (Courtney, 1990).

Embora as fraturas por fadiga sejam, em sua maioria, macroscopicamente “frágeis”, isto é, não apresentem deformação macroscópica, é condição necessária que haja deformação plástica localizada, pois como em qualquer tipo de fratura de metais, a trinca de fadiga é nucleada e propagada por deformação plástica (Dieter, 1986).

Devido ao importante papel da plasticidade na fadiga, é sensato avaliar o comportamento em fadiga do material sob condições de deformação, mais que de tensão. Dependendo da forma como o componente é solicitado, o ciclo de solitação pode ser mais facilmente caracterizado pelo valor das tensões aplicadas ou pelo valor das deformações resultantes. Na verdade, os testes de tensão e deformação cíclicas estão relacionados entre si. Para alguns metais, existe uma amplitude de tensão abaixo da qual a fratura não acontecerá, independente do número de ciclos, chamada limite de fadiga. Uma boa regra é que, quando a tensão média ( $\sigma_m$ ) é igual a zero, o limite de fadiga seja em torno de 40% do limite de resistência do metal (Dieter, 1986). Tanto a amplitude de tensão crítica como o limite de fadiga são alterados pela magnitude da tensão média, assim, quando  $\sigma_m$  aumenta, o limite de fadiga ou a amplitude de tensão crítica deve decrescer (Courtney, 1990).

Durante a fadiga de alto ciclo ( $N_f \gg 10^3$ ), o nível de tensão é tal que o material sofre somente deformação elástica macroscópica. Na faixa de fadiga de baixo ciclo ( $N_f < 10^3$ ) ocorre deformação plástica, tanto microscópica quanto macroscópica. Assim, nas condições de baixo ciclo domina a deformação plástica e nas condições de alto ciclo domina a deformação elástica. Diferentes propriedades são desejadas do material para aplicações que envolvem fadiga de baixo e alto ciclos. Em aplicações de baixo ciclo, é requerido um material de alta ductilidade, porque as trincas de fadiga são nucleadas precocemente e o avanço lento da trinca é inibido em um material que encrua adequadamente e manifesta boa maleabilidade. Na fadiga de baixo ciclo o Estágio II de propagação da trinca ocupa a maior parte da vida em fadiga do dispositivo. Ao contrário, ligas resistentes têm melhor desempenho em aplicações de fadiga de alto ciclo, onde a nucleação de trincas de fadiga é mais difícil e o processo de nucleação consome a maior parte da vida em fadiga. Dispositivos que pretendem realizar com segurança um grande número de ciclos devem, portanto, utilizar materiais de alta resistência. É claro que o material manifestando resistência “ideal” à fadiga deve apresentar resistência e ductilidade altas (Courtney, 1990).

As superfícies de fratura dos metais que falham por fadiga apresentam características específicas que podem ser utilizadas para identificar a fadiga como causa provável da

falha. Na observação macroscópica das superfícies fraturadas, chamam a atenção duas características importantes: a presença de uma superfície lisa, que pode ou não conter marcas na forma de anéis, conhecidas como “marcas de praia”, correspondendo à região de crescimento lento e intermitente das trincas; e uma região fibrosa, característica de fratura dúctil, correspondendo ao processo de fratura final. Sob amplitudes de tensão variáveis, a trinca pode parar a propagação quando a tensão é baixa e continuar a crescer quando ela se eleva. Esta alternância de períodos de crescimento rápido com períodos de crescimento lento ou ausência de crescimento, muda o grau de atrito a que as superfícies da trinca sofrem, resultando no aparecimento das “marcas de praia”. Logo, estas marcas são produzidas em consequência de alterações na amplitude e frequência das tensões cíclicas. Portanto, é importante enfatizar que as “marcas de praia” não se formam em situações de laboratório, onde não há alterações nos ciclos de tensão. Usualmente, as “marcas de praia” sobre a superfície de fratura são concêntricas com a origem da fratura, tornando possível a sua determinação. Deve ser registrado que as distâncias entre as “marcas de praia” não são uma medida do avanço da trinca por ciclo de tensão-deformação, uma vez que as falhas por fadiga só ocorrem, normalmente, após milhares de ciclos, ficando claro que a trinca, crescendo lentamente, avança somente distâncias microscópicas em cada ciclo (Courtney, 1990; Reed-Hill, 1992).

As áreas relativas das regiões de crescimento lento e fratura rápida representam uma medida grosseira da magnitude da tensão cíclica máxima e/ou da tenacidade à fratura do material. Por exemplo, para uma mesma tenacidade à fratura, a área de fratura rápida aumenta com a tensão máxima aplicada. De maneira semelhante, para uma tensão máxima fixa, a área relativa correspondendo ao crescimento lento da trinca aumenta com a tenacidade à fratura do material. A taxa de propagação da trinca está intimamente relacionada à variação de tensão (diferença entre as tensões máxima e mínima) em cada ciclo; quanto maior a variação de tensão, maior a taxa de avanço da trinca (Courtney, 1990; Reed-Hill, 1992).

Do ponto de vista microscópico, a propagação de uma trinca sob a influência de tensões alternadas produz fraturas que exibem uma série de marcas paralelas, normalmente curvas, orientadas numa direção normal à direção de propagação da trinca. Estas marcas

são denominadas “estrias de fadiga”, e o espaçamento entre elas representa uma medida do avanço lento da trinca, por ciclo de tensão-deformação, apesar de que nem todo ciclo produz uma estria. Assim, as estrias de fadiga representam as posições sucessivas ocupadas pela frente de propagação da trinca nos ciclos de tensão sucessivos (Reed-Hill, 1992). A presença das marcas de praia e/ou estrias de fadiga é evidência somente do crescimento intermitente da trinca, e não, necessariamente, o significado de que a falha tenha sido causada por fadiga (Courtney, 1990).

### **3.7.1. Fadiga em ligas NiTi**

Uma vez que novas aplicações das ligas NiTi superelásticas envolvem carregamento cíclico, é essencial o conhecimento do comportamento em fadiga dessas ligas, uma vez que a sua resistência à fadiga determina, em muitos casos, sua aplicabilidade. Entretanto, existem poucos dados sobre a propagação da trinca de fadiga para esses materiais. Como foi visto, a fadiga em materiais metálicos é, usualmente, causada pela formação, acúmulo e crescimento de defeitos, nucleação e crescimento de trincas e fratura final, em uma estrutura de fase estável. Entretanto, fenômenos adicionais como mudança nas temperaturas de transformação, a perda da memória e do comportamento superelástico devem também ser considerados, pois podem ser a consequência e ditarem as características essenciais da fadiga nas ligas com memória de forma. Assim, a essência da resistência à fadiga da liga NiTi é caracterizada pela estabilidade dos ciclos superelásticos ou a estabilidade das temperaturas de transformação nos ciclos térmicos (Hornbogen, 2002).

Nas aplicações crescentes das ligas NiTi em condições superelásticas, sob modos de deformação cíclica complexos, é crítico prever a vida útil baseado em modelamento teórico e caracterização experimental em íntima pertinência ao modo real de serviço. Na faixa de temperatura superelástica, a fratura é um modo crítico de falha para muitas aplicações. As filosofias de projeto que têm evoluído em lidar com a fratura podem ser reduzidas a quatro abordagens: a tensão-número de ciclos em fadiga; a deformação-número de ciclos em fadiga; a propagação da trinca de fadiga e o modelo de teste do

componente. Estas abordagens freqüentemente são usadas de forma complementar no projeto de fadiga (Yang, 1997).

As curvas deformação- número de ciclos em fadiga ( $\epsilon - N$ ) sob condições isotérmicas controladas por deformação podem ser divididas em duas regiões: a região de alto ciclo com deformação elástica (transformação de fase-R induzida por tensão) e a região de baixo ciclo com deformação superelástica típica (transformação martensítica induzida por tensão). Devido ao fato de que as ligas NiTi exibem queda significativa da tensão de patamar ou relaxação da tensão durante a ciclagem superelástica, a abordagem controlada por deformação tem importante vantagem comparada à qualquer abordagem controlada por tensão (Yang, 1997).

Embora a termodinâmica e a transformação de fase das ligas com memória de forma e superelasticidade tenham sido amplamente estudadas, existem somente dados muito limitados na literatura descrevendo a propagação de trincas em ligas NiTi sob carregamento monotônico ou cíclico (Melton e Mercier, 1979; Dauskardt et al., 1989; Miyazaki et al., 1989; Hornbogen, 1990, 2002, McKelvey e Ritchie, 1999; 2001). É crítico que as taxas de propagação da trinca ( $\Delta a/\Delta N$ ) e, em particular, os valores do limiar de fadiga ( $\Delta K_{TH}$ ), que descreve a variação da intensidade de tensão para o início da propagação da trinca, sejam conhecidos para se estimar a expectativa de vida do dispositivo e fornecer um projeto racional contra a falha por fadiga.

O primeiro estudo sobre fadiga em LMF parece ser o de Rachinger (1957), que realizou testes de dobramento em um monocristal de Cu-Al-Ni, com limites de deformação de  $\pm 2\%$  e encontrou uma vida em fadiga de 53.000 ciclos. Sob tais condições de deformação a maioria dos materiais falharia em 50 ciclos ou menos. Mais tarde, Buehler e Wang (1968) relataram que “era possível carregar uma amostra de NiTi até aproximadamente quatro vezes seu limite de escoamento, acompanhado por considerável deflexão da amostra durante o teste, e ela realizar  $10^7$  ciclos sem fraturar”.

Em 1979 Melton e Mercier investigaram o comportamento em fadiga das ligas NiTi, no sentido de verificar se os processos martensíticos permanecem reversíveis sob

carregamento cíclico. Para isto, foram usadas seis ligas com diferentes valores de  $M_s$  (-30, 10, 20, 30, 47 e 70°C). As medidas de fadiga foram realizadas convenientemente em temperatura ambiente.

As taxas de crescimento da trinca foram essencialmente as mesmas para as ligas com  $M_s$  de 20°C e 47°C, embora uma seja inteiramente martensítica e a outra totalmente austenítica à temperatura ambiente. As taxas de crescimento esperadas para a liga com  $M_s = 20^\circ\text{C}$ , a partir da relação empírica (Melton e Mercier, 1979):

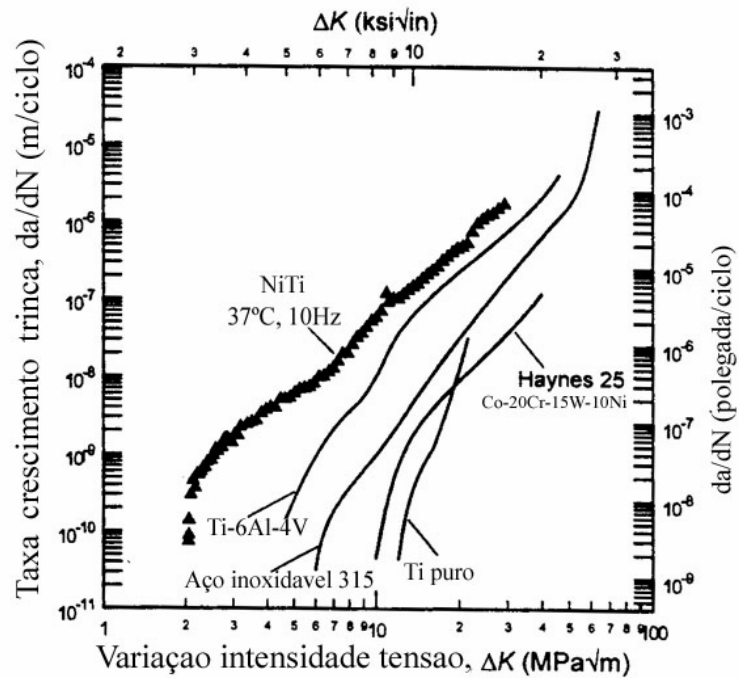
$$\frac{\Delta a}{\Delta N} = 5,1 \times 10^{-6} \left( \frac{\Delta K}{E} \right)^{3,5} \quad (\text{m/ciclo}) \quad (3.3)$$

onde  $E$  é o módulo de elasticidade da liga, foram quase uma ordem de magnitude superior àquelas determinadas nos ensaios.

Este decréscimo na taxa de crescimento da trinca pode ser uma consequência dos processos reversíveis da transformação martensítica, refletindo menos acúmulo de dano por ciclo comparado aos materiais convencionais.

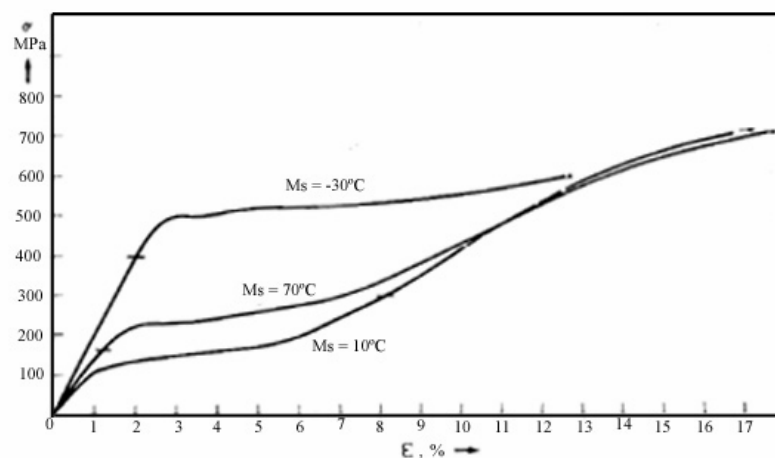
Contrário aos estudos de Melton e Mercier (1979), as taxas de crescimento determinadas por Dauskardt et al. (1989) foram sensíveis ao valor de  $M_s$ , embora a variação na resistência ao crescimento da trinca, caracterizada por  $\Delta K_{TH}$ , não representasse uma função linear de  $M_s$ .

Embora o efeito superelástico seja normalmente mantido após o carregamento cíclico, os valores de  $\Delta K_{TH}$  encontrados são muito baixos (2 MPam<sup>1/2</sup>) e as taxas de crescimento da trinca são mais rápidas nas ligas NiTi, quando comparados a outros materiais metálicos estruturais com aplicações biomédicas, conforme mostrado na Fig. 3.22 (McKelvey e Ritchie, 1999).



**Figura 3.22** - Taxas de crescimento de trinca de fadiga para ligas metálicas biomédicas (McKelvey e Ritchie, 1999).

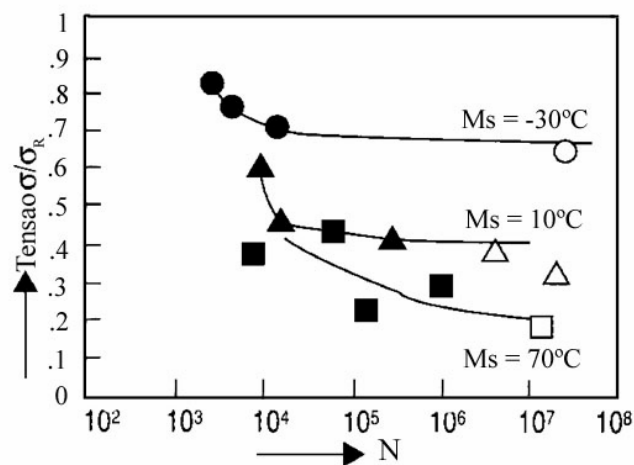
Analisando as curvas tensão-deformação da Fig. 3.23, obtidas para as mesmas ligas em ensaios de tração, observa-se que as tensões de escoamento mudam de maneira significativa com os valores de  $M_s$ , ao passo que as curvas para todas as ligas são muito semelhantes para deformações excedendo 12%.



**Figura 3.23**- Curvas tensão-deformação para ligas NiTi. O limite de fadiga de  $10^7$  ciclos é marcado por uma barra horizontal (Melton e Mercier, 1979).

O fato de que o limite de fadiga se localizou abaixo do patamar inicial de transformação (Fig. 3.23) indica que, com a ciclagem repetida, a reorientação da martensita sob tensão leva ao acúmulo gradual de defeitos. É possível que estas deslocações sejam geradas na interface entre as diferentes placas de martensita.

As curvas de fadiga tensão-número de ciclos até a fratura para as ligas com valores de  $M_s = -30, 10$  e  $70^\circ\text{C}$  mostram que o limite de fadiga de  $10^7$  ciclos aumenta com a redução do valor de  $M_s$  como mostra a Fig. 3.24. A tensão é normalizada para o limite de resistência porque, como evidenciado pela Fig. 3.23, a tensão de escoamento destas três ligas muda por um fator de mais de 4, enquanto o limite de resistência permanece aproximadamente constante. Deve, contudo, ser lembrado que a tensão de escoamento não é a tensão em que ocorre fluxo plástico por escorregamento, mas a tensão necessária para induzir a formação de martensita ou reorientar a martensita existente.



**Figura 3.24** - Curvas de tensão em função do número de ciclos de fadiga até a fratura para ligas NiTi com diferentes  $M_s$  (Melton e Mercier, 1979).

Comparando os limites de fadiga destas ligas NiTi com os materiais convencionais, a partir da análise da Figura 3.24, a taxa de fadiga máxima de 0,65 é alta, mas o valor inferior de 0,2 é ruim. É notável que a taxa de fadiga seja tão dependente da composição, demonstrando a variedade de propriedades mecânicas alcançáveis dependendo da relação entre a temperatura de deformação ( $T_d$ ) e as temperaturas  $M_s$ .



Quando  $T_d$  se encontra acima de  $M_s$  mas abaixo de  $A_s$  ( $M_s < T_d < A_s$ ), na fase de carregamento a martensita que é induzida por tensão se mantém estável por todo o teste. Aquelas variantes de martensita serão seletivamente produzidas e darão a deformação máxima na direção da tensão aplicada e a sua reorientação sob a reversão da tensão ocasionará uma menor formação de defeitos que a martensita térmica, onde não ocorre nenhuma seleção de variantes e algumas estarão desfavoravelmente orientadas. A diferença no limite de fadiga de  $10^7$  ciclos das ligas com  $M_s = 70^\circ\text{C}$  e  $M_s = 10^\circ\text{C}$  pode ser justificada em termos da diferente densidade de defeitos criada pela reorientação da martensita.

Para a liga com  $M_s = -30^\circ\text{C}$ , a tensão para induzir martensita é alta, e na descarga a martensita é termicamente instável e reverterá. As concentrações de tensão podem ser prevenidas a partir das trincas em formação, uma vez que a martensita será retida durante todo o ciclo nas regiões altamente tensionadas para acomodar esta tensão. Se o campo de tensão ao redor do concentrador muda, ele pode ser acomodado pela reorientação da martensita induzida por tensão, ou sua reversão. Quando a martensita é estável à temperatura ambiente, as incompatibilidades de deformação entre as placas de martensita podem levar à geração de deslocamentos em níveis intermediários de tensão. Assim, não seria esperado que as ligas com  $M_s = 70^\circ\text{C}$  e  $M_s = 10^\circ\text{C}$  fossem tão efetivas como aquelas com  $M_s = -30^\circ\text{C}$  em inibir a nucleação da trinca. As ligas com  $M_s = 70^\circ\text{C}$ , inicialmente no estado martensítico, formaram termicamente variantes com orientação menos favorável. Esta tendência levou ao aparecimento de defeitos, que encurtaram a vida em fadiga dessa liga (Melton e Mercier, 1979).

As transformações de fase mecanicamente induzidas já foram exploradas como um método de se aumentar a tenacidade à fratura em vários materiais. Foi mostrado que na presença de uma transformação de fase *in situ*, a resistência ao avanço da trinca pode ser significativamente aumentada em aços inoxidáveis austeníticos. Contudo, neste caso a transformação de fase envolve um componente dilatacional relativamente grande e positivo, que devido à detenção do material elástico circundante, não transformado, resulta em extensão da trinca dentro de uma zona de material comprimido (Hornbogen, 1978). Inversamente, a transformação de fase em ligas NiTi envolve simples

cisalhamento com apenas uma pequena mudança de volume negativa (Dauskardt et al., 1989) e, portanto, não é sabido se os micromecanismos que contribuem para a resistência à fratura são semelhantes neste material. Nas ligas NiTi o retardo na propagação da trinca é também observado, possivelmente, por um mecanismo diferente. Se a temperatura de teste está na faixa de temperatura da superelasticidade ( $A_f < T < M_d$ ), o cisalhamento martensítico é reversível, isto é, o deslocamento da abertura da trinca é parcial ou completamente revertido e o crescimento da trinca é reduzido. Se a deformação de transformação máxima de  $\leq 8\%$  é excedida, é esperado crescimento normal da trinca na martensita recentemente transformada e deformada na ponta da trinca (Hornbogen, 2002).

Da análise do crescimento de trincas de fadiga em microestruturas instáveis (em transformação) e estáveis em ligas NiTi aproximadamente equiatômicas, Dauskardt et al. (1989) observaram que as taxas de crescimento da trinca de fadiga são relativamente elevadas, e os valores do limiar de fadiga ( $\Delta K_{TH}$ ) relativamente baixos, comparados a outras ligas metálicas de níveis de resistência semelhantes. Os valores de  $\Delta K_{TH}$  variaram de  $5,4 \text{MPam}^{1/2}$  na estrutura austenítica estável a  $1,6 \text{MPam}^{1/2}$  na austenítica instável, com transformação reversível. Em geral, as taxas de crescimento da trinca de fadiga são mais lentas na estrutura martensítica estável e, particularmente, na austenítica estável. Surpreendentemente, as taxas de crescimento são mais rápidas, com valores inferiores de  $\Delta K_{TH}$  nas estruturas austeníticas sofrendo transformação induzida por tensão, e em particular, quando a transformação é reversível. Embora as razões para este comportamento não sejam claras, a falta de um efeito significativo de embotamento da ponta da trinca, resultante, em parte, da pequena e negativa mudança de volume associada à transformação de fase, poderia ser considerada. Entretanto, porque os autores empregaram amostras de composição diferentes, não é possível separar o comportamento de fadiga de outros possíveis efeitos de composição, já que outras propriedades mecânicas destas ligas são sensíveis à composição.

É importante observar que o papel de uma transformação de fase sobre o crescimento da trinca pode ser extremamente complexo, pois envolve fatores como:

- (a) as propriedades intrínsecas das fases parente e produto, com possíveis diferenças significativas no módulo de elasticidade e tenacidade à fratura;
- (b) a energia gasta pela transformação, incluindo os efeitos do aquecimento próximo à ponta da trinca, e
- (c) o efeito da mudança de fase em suprimir a localização da deformação e o conseqüente embotamento da ponta da trinca (Dauskardt et al., 1989).

Resultados semelhantes foram obtidos por Tabanlı et al. (1999), quando investigaram os efeitos da deformação média sobre as propriedades de fadiga de tubos de Ti-50,6%atNi com Af entre -3 e -6°C. A sobreposição da deformação cíclica às curvas de tensão-deformação quasi-estáticas demonstra que, quando a deformação média aumentou de 0,25% para 0,36% na austenita, a vida em fadiga decresceu de 185.000 ciclos para 97.300 ciclos. Em uma deformação média de 2% no patamar de carregamento da martensita induzida por tensão, a vida em fadiga caiu para 10.900 ciclos. Na mesma deformação média, mas na descarga, a vida em fadiga foi de 24.340 ciclos. Para uma deformação média de 9,3%, que corresponde à microestrutura completamente martensítica, a vida em fadiga foi novamente longa, 82.650 ciclos. As vidas em fadiga curtas na região de patamar foram consideradas conseqüência da coexistência de martensita e austenita, com contornos de fase funcionando como fontes de concentração de tensão. Estes resultados mostram que, para uma amplitude de deformação constante, a vida em fadiga do NiTi não decresce de forma monotônica com o aumento da deformação média.

Os efeitos da transformação martensítica sobre as taxas de propagação da trinca de fadiga de placas de NiTi, foram avaliados por Miyazaki et al. (1989). Uma investigação sistemática, através da análise de parâmetros como temperatura de teste (-20 a 150°C) e do teor de Ni (Ti-50,6%atNi, Ti-50,8%atNi e Ti-51,0%atNi), foi realizada. Os resultados mostraram forte dependência da taxa de propagação da trinca sobre a variação do fator de intensidade de tensão ( $\Delta K$ ) e da temperatura de teste. A taxa de propagação da trinca exibiu uma relação linear com  $\Delta K$ , quando plotados em escala log-log.

Na faixa de temperatura onde  $T_d < M_s$ , a taxa de propagação da trinca apresentou o valor mais baixo. Nesta situação, a fase martensítica permanece na ponta da trinca. A deformação ocorre pelo movimento de contornos de maclas ou interfaces entre as variantes, e a tensão crítica para a deformação é muito baixa e quase insensível à temperatura. Portanto, a concentração de tensão na ponta da trinca será relaxada mais efetivamente. Esta é a razão pela qual a taxa de propagação da trinca assume valores mínimos e será constante, independente da temperatura de teste.

Na faixa de temperatura onde  $M_s < T_d < M_d$ , a taxa de propagação da trinca aumenta com o aumento da temperatura de teste. A fase martensítica foi induzida para relaxar a concentração de tensão na ponta da trinca em propagação, durante toda a ciclagem. A tensão crítica para induzir a transformação martensítica aumenta com o aumento da temperatura de teste, o que significa que a relaxação da tensão na ponta da trinca torna-se difícil com o aumento da temperatura. Assim, a taxa de propagação da trinca aumenta com o aumento da temperatura até  $M_d$ , acima da qual não ocorre a transformação martensítica induzida por tensão, ou a tensão crítica para induzir a transformação martensítica é muito alta para relaxar efetivamente a concentração de tensão na ponta da trinca. Na faixa de temperatura onde  $T_d > M_d$ , a taxa de propagação da trinca torna-se insensível à temperatura de teste, pois corresponde à taxa de propagação da trinca na fase parente.

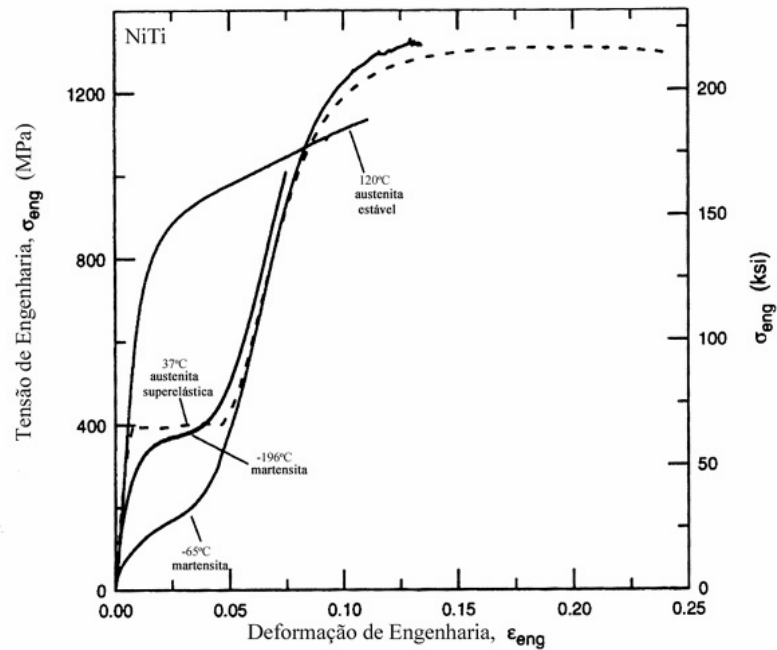
Quando a variável foi o teor de Ni da liga, Miyazaki et al. (1989) verificaram que a taxa de propagação da trinca aumentou com o aumento do teor de Ni, justificado em razão de que a temperatura de transformação decresce com o aumento do teor de Ni da liga.

Em 2001, McKelvey e Ritchie estudaram o comportamento de uma liga NiTi equiatômica, com ênfase particular no efeito da transformação martensítica induzida por tensão sobre o crescimento da trinca, caracterizado na austenita estável (a  $120^\circ\text{C}$ ), na austenita superelástica (a  $37^\circ\text{C}$ ) e na martensita (a  $-65$  e  $-196^\circ\text{C}$ ). Os resultados mostraram, no geral, maior resistência ao crescimento da trinca de fadiga com o decréscimo da temperatura, de modo que limiares de fadiga mais altos e mais lentas taxas de propagação de trinca foram encontrados na martensita comparada à austenita

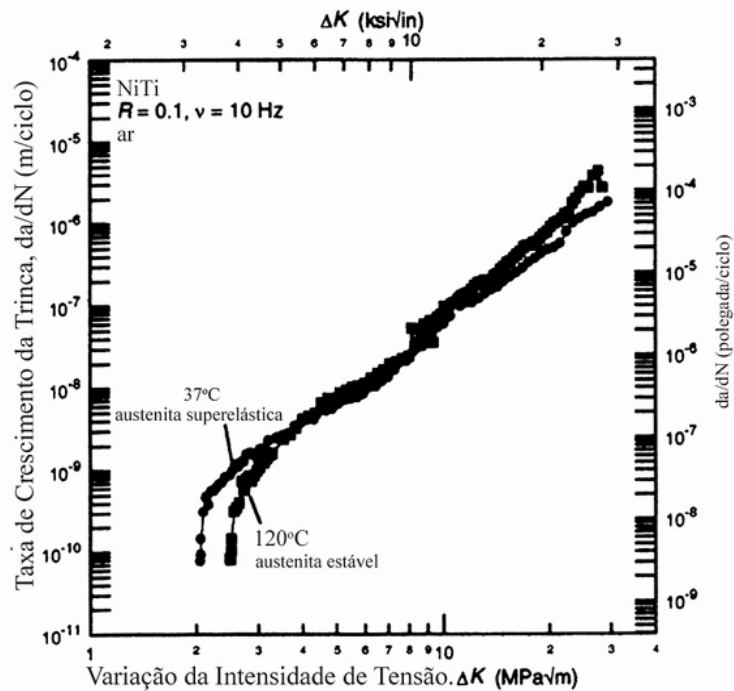
estável e superelástica. Enquanto o estudo de Dauskardt et al. (1989) comparou estas microestruturas diferentes numa mesma temperatura (22°C), pelo ajuste da composição da liga NiTi, a comparação feita por McKelvey e Ritchie (2001) usou a mesma composição, variando a temperatura. É importante observar que das microestruturas de NiTi estudadas nos dois trabalhos citados, a austenita superelástica apresentou as piores propriedades em relação ao crescimento da trinca, embora seja a microestrutura mais utilizada para aplicações comerciais. Os resultados obtidos sugerem que a superelasticidade não parece aumentar a resistência ao crescimento da trinca de fadiga na liga NiTi.

Com o objetivo de verificar o comportamento na ponta de uma trinca de fadiga em crescimento na austenita superelástica a 37°C, McKelvey e Ritchie (2001), usaram microscopia eletrônica de transmissão e difração de raios-X do material dentro da zona plástica na ponta da trinca. Digna de nota foi a observação de que a transformação induzida por tensão da austenita superelástica, que ocorre prontamente a 37°C durante teste de tração uniaxial, pode ser suprimida durante a propagação da trinca de fadiga pelo estado de tensão hidrostática, desenvolvido no campo triaxial na frente de uma trinca de fadiga crescendo em estado plano de deformação. Acredita-se que a inibição da transformação superelástica na vizinhança da trinca de fadiga seja devida ao fato de que a transformação austenita-martensita envolve uma mudança de volume negativa. Este efeito de inibição da transformação justifica a diferença marcante no comportamento monotônico constitutivo entre austenita estável e superelástica e a semelhança no comportamento das duas microestruturas, em relação à propagação da trinca de fadiga (Fig. 3.25a,b). Estas observações sugerem que o material na ponta da trinca não sofreu transformação durante o crescimento da trinca de fadiga na liga NiTi superelástica porque: (1) as taxas de crescimento da trinca nas microestruturas estável e superelástica são muito semelhantes, e (2) as taxas de crescimento correspondentes nas microestruturas da austenita superelástica e da martensita são muito diferentes.

Ao contrário, para amostras muito finas de austenita superelástica, onde o alto grau de triaxialidade não foi desenvolvido devido à prevalência das condições planas de tensão, a transformação martensítica induzida por tensão ocorreu na ponta da trinca.



(a)



(b)

**Figura 3.25** – Curvas tensão-deformação uniaxial do comportamento constitutivo para a austenita estável, austenita superelástica e martensita (a), e comparação das taxas de crescimento da trinca de fadiga em função da variação da intensidade de tensão aplicada na austenita estável e superelástica (b) (McKelvey e Ritchie, 2001).

Notável é o efeito da nucleação múltipla de trincas nos contornos de variantes na martensita. A liga se apresenta muito danificada pelas microtrincas, contudo, consome um grande número de ciclos antes que se desenvolvam trincas macroscópicas, que possam iniciar o crescimento de acordo com os princípios da mecânica da fratura (Hornbogen, 2002). Os contornos de grão em ligas com memória de forma de estrutura ordenada CCC proporcionam locais de severa incompatibilidade de deformação por causa da alta anisotropia elástica. No estado martensítico, se origina um grande número de contornos adicionais de cristais, incluindo contornos de variantes e de maclas. Com relação à formação de trincas, eles podem atuar de uma maneira simples como os contornos de grão originais na austenita, mas formam um número muito maior de pequenas trincas. A rápida formação de múltiplas trincas resulta em um crescimento lento das mesmas devido à dissipação de energia em um sistema de trincas altamente ramificado (Hornbogen, 1990).

Outro fator que afeta a resistência à degradação cíclica das ligas NiTi, ajudando a entender os mecanismos de deformação operantes nestas ligas submetidas à condições de carregamento cíclico, é o tamanho dos precipitados de  $Ti_3Ni_4$ , controlado através de tratamentos térmicos. O envelhecimento de uma liga NiTi com composição de Ti-50,9%atNi, para produzir precipitados menores (10nm) e coerentes de  $Ti_3Ni_4$ , geralmente melhora a resistência à fadiga do NiTi comparado a outros tratamentos térmicos como solubilização ou superenvelhecimento. A liga com estes precipitados pequenos e coerentes de  $Ti_3Ni_4$  proporciona a estabilização da martensita devido à ciclagem mecânica e ausência de geração e movimento de deslocamentos. Amostras com precipitados grandes (50nm) e incoerentes mostraram geração e movimento de deslocamentos significativos, devido à ciclagem mecânica, em adição à placas de martensita estabilizada (Gall e Maier, 2002).

Dois modos diferentes de deformação podem levar à deformação permanente e perda das características superelásticas no NiTi: a estabilização da martensita e a atividade de deslocamento. O trabalho de Gall e Maier (2002) deixa clara a dependência do tamanho do precipitado sobre o mecanismo da deformação permanente. Embora o precipitado de pequeno tamanho previna o movimento de deslocamentos, as interfaces de martensita

podem ser ancoradas nos precipitados, levando ao acúmulo de deformação permanente. Os materiais com precipitados maiores não mostram a ancoragem da martensita como um modo de deformação dominante, mas sim fluxo plástico grosseiro. Por causa destes mecanismos microestruturais em competição, o tratamento térmico nem sempre é o meio mais efetivo de melhorar a resistência à degradação cíclica do NiTi. Alterar a textura cristalográfica em NiTi policristalino pode ser um meio mais efetivo de prevenir a degradação cíclica nestas ligas (Gall e Maier, 2002).

Além da fadiga mecânica clássica, inúmeros fenômenos adicionais são importantes na fadiga das ligas NiTi. Os defeitos induzidos por fadiga modificarão as temperaturas de transformação bem como a histerese nas curvas tensão-deformação. Existe uma tendência da ciclagem mecânica abaixar as temperaturas de transformação e as alças de histerese (Hornbogen, 1990). Utilizando chapas de Ti 50,7%atNi em três condições microestruturais: (1) solubilizada a 850°C por 15min e temperada; (2) envelhecida a 350°C por 1h e (3) tratada termomecanicamente através de laminação a frio e envelhecida a 500°C por 6min, Heckmann e Hornbogen (2002) realizaram testes de tração seguidos de carregamento cíclico na faixa de superelasticidade. Os resultados mostraram um efeito significativo do tratamento termomecânico sobre a estabilidade da liga contra a fadiga, sendo a maior estabilidade superelástica manifestada pela liga apresentando deslocamentos e pequenos precipitados dispersos na matriz. O tratamento termomecânico não suprimiu a transformabilidade, mas elevou a tensão de escoamento clássica, a tensão de transformação martensítica e o limite de resistência da liga. Além disso, ele mudou o modo de deformação de transformação de uma interface de propagação muito localizada tipo banda de Lüders, em que a área deformada nucleia e se propaga por toda a amostra, para uma distribuição mais homogênea da deformação. Deformações de cerca de 10% na amostra solubilizada e 6% na tratada termomecanicamente foram localizadas nas bandas de Lüders. A amostra envelhecida apresentou um comportamento entre estes dois extremos.

A microestrutura que recebeu tratamento termomecânico continha defeitos primários intencionalmente introduzidos (deslocamentos e precipitados), que levam a um encruamento que, por sua vez, estabiliza o material contra a formação adicional de



defeitos de fadiga indesejáveis, durante a ciclagem. Em adição, a martensita residual, não retransformada, afeta tanto o comportamento de transformação como o comportamento superelástico. Portanto, a existência de defeitos primários e a conseqüente elevação da tensão de escoamento, sem a perda da transformabilidade martensítica, são a causa da melhora da resistência à fadiga da liga. Em resumo, uma baixa proporção entre tensão de transformação e tensão de escoamento e uma alta tensão de escoamento convencional fornecem a base para uma alta resistência à fadiga das ligas NiTi (Heckmann e Hornbogen, 2002).

Resultados contrários aos de Heckmann e Hornbogen (2002) foram obtidos por Miyazaki et al. (1989). Quando foi investigado o efeito do tratamento térmico sobre a taxa de propagação da trinca de fadiga em placas de NiTi de composição Ti-50,8%atNi, não foi encontrada nenhuma diferença na taxa de propagação da trinca entre as amostras que sofreram solubilização a 900°C por 1h seguida de envelhecimento a 500°C por 1 h e aquelas recozidas a 400°C por 1h após trabalho a frio. A taxa de propagação da trinca, medida a -20°C para ambas amostras, é praticamente a mesma. Estas descobertas, possivelmente, se devem ao fato de que, como a temperatura de teste é inferior às temperaturas Ms das amostras, a concentração de tensão na ponta da trinca pode ser facilmente relaxada pela maclação e/ou movimento de interfaces entre as variantes de martensita. Por isso, a deformação por escorregamento não ocorre em nenhuma das amostras, levando ao mesmo mecanismo de relaxação para as duas. Por outro lado, como a tensão crítica para induzir a transformação martensítica aumenta com o aumento da temperatura de teste, começa a ocorrer deformação por escorregamento nas amostras solubilizadas e envelhecidas pelo aumento da temperatura. Como os dois modos de relaxação, a transformação martensítica e a deformação por escorregamento, são disponíveis para relaxar a concentração de tensão na ponta da trinca destas amostras, a propagação da trinca é suprimida mais eficientemente nelas do que nas amostras recozidas.

A caracterização da fadiga de ligas NiTi superelásticas, em condições isotérmicas e controladas por deformação sob dobramento rotatório foi realizada por Yang (1997). Os resultados mostraram que o comportamento isotérmico deformação-número de ciclos

em fadiga é altamente dependente da temperatura de teste, com as temperaturas inferiores resultando claramente em vidas em fadiga mais longas. A vida em fadiga relativamente inferior nas temperaturas de teste mais altas pode ser atribuída ao mais alto módulo de elasticidade e tensão de patamar com o aumento da temperatura. Foi ainda constatado que existe um aumento significativo, na faixa de fadiga de alto ciclo, na vida em fadiga das amostras que receberam um envelhecimento adicional (abaixo de 500°C), em relação àquelas que foram submetidas apenas à trefilação e envelhecimento, enquanto este efeito foi menos significativo na faixa de fadiga de baixo ciclo. Isto indica que a abordagem de tratamento térmico para melhorar a vida em fadiga é mais efetivo para componentes de NiTi projetados para aplicações de alto ciclo.

Considerando o efeito da taxa de deformação, a evolução do calor de transformação deve ser mencionado. No caso da propagação heterogênea da transformação, este calor é localizado na interface entre o material transformado e o não transformado. Como a temperatura é aumentada pela transformação, ele se mantém aí localizado, podendo levar à nucleação de novas bandas de transformação. Para a transformação mais homogênea, a distribuição de calor é menos localizada. Portanto, o efeito do calor é mais pronunciado para as condições de transformação heterogênea. A microestrutura que recebeu tratamento termomecânico é menos afetada pela variação da taxa de deformação por causa do aquecimento homogêneo, que aquela que foi solubilizada e envelhecida (Heckmann e Hornbogen, 2002).

A análise de DSC mostra uma considerável mudança das temperaturas de transformação devida à ciclagem mecânica. Uma característica adicional é a mudança da transformação primária em um estágio ( $A \rightarrow M$ ) para uma transformação em dois estágios ( $A \rightarrow R \rightarrow M$ ), a medida que cresce o número de ciclos. A condição com tratamento termomecânico manifestou maior estabilidade das temperaturas de transformação (Heckmann e Hornbogen, 2002).

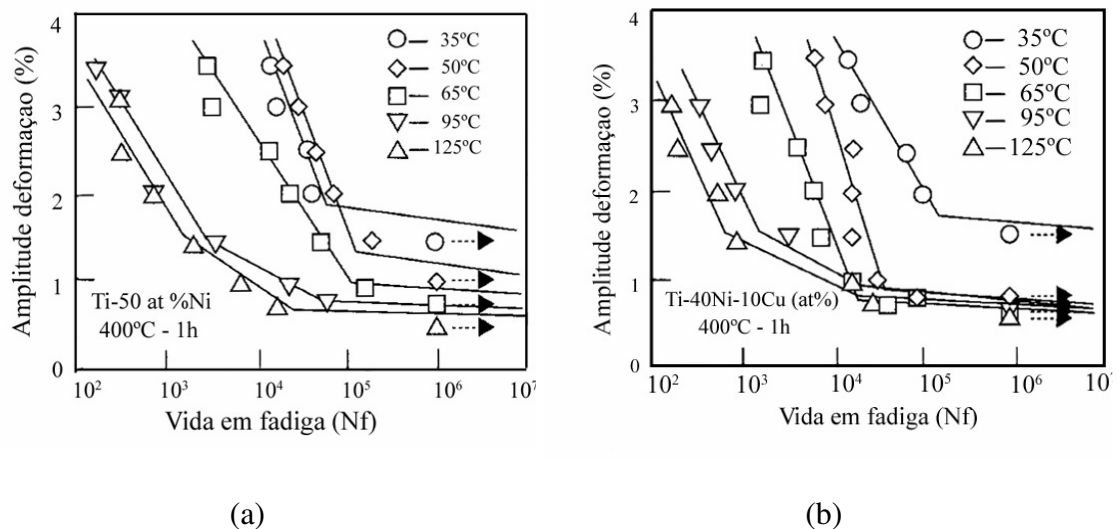
Testes de fadiga controlada por deformação foram realizados em *stents* arteriolares de NiTi tratados termicamente, no sentido de avaliar o efeito da pré-deformação sobre o comportamento em fadiga. Quando as amostras foram deformadas no regime de baixo

ciclo, a vida em fadiga foi dependente da amplitude de deformação, mas apresentou menor dependência no regime de alto ciclo. Embora não inteiramente caracterizado, o comportamento em fadiga mostrou-se dependente da história de carregamento. As amostras tracionadas até 6% de deformação e em seguida descarregadas em um deslocamento cíclico específico exibiram vidas em fadiga menores. Interessante o fato de que o limite de fadiga para diferentes valores de pré-deformação permaneceu relativamente constante. Isto sugere que o limite de fadiga do NiTi superelástico não é tão fortemente correlacionado com a deformação média como seria esperado em um material convencional (Tolomeo et al., 2001).

Com o objetivo de prolongar a vida em fadiga, a adição de Cu às ligas NiTi é uma opção atrativa, já que a histerese de tensão e a deformação no patamar de transformação decrescem com o aumento do teor de Cu. Os efeitos da amplitude de deformação, temperatura de teste e tensão sobre arames de NiTi de composição Ti-50,9%atNi foram investigados por Kim e Miyazaki (1997), usando dobramento rotatório como dispositivo para teste de fadiga. Os testes de fadiga foram conduzidos na condição superelástica da liga, isto é, nas temperaturas 20, 50 e 80°C, sendo  $A_f = 10^\circ\text{C}$ . Os resultados mostraram que, nas regiões de amplitude de deformação mais altas e intermediárias (entre 3,5 e 1%), a vida em fadiga aumenta com o decréscimo da temperatura de teste. Contudo, a vida em fadiga é aproximadamente a mesma, independente da temperatura de teste, na região de amplitude de deformação inferior (0,8%). As vidas em fadiga a 20 e 50°C na região de amplitude de deformação mais alta são aproximadamente constantes, independente da amplitude de deformação, provavelmente porque a deformação ocorre sempre ao redor das interfaces entre as áreas transformadas e não transformadas, onde a tensão local é mantida constante. Contudo, a vida em fadiga a 80°C mostra dependência da amplitude de deformação, pois o modo de deformação nesta temperatura inclui deformação por escorregamento bem como transformação martensítica induzida por tensão.

Em 1999, Miyazaki et al. realizaram um estudo semelhante ao anterior utilizando arames de Ti-50%atNi ( $A_f = 77^\circ\text{C}$ ) e Ti-40Ni-10%atCu ( $A_f = 57^\circ\text{C}$ ), previamente recozidos a 400°C por 1 hora após trefilação com 30% de redução. Os efeitos da

amplitude de deformação e da temperatura de teste sobre a vida em fadiga dos arames foram investigados, concluindo que, para ambas as ligas, a vida em fadiga e o limite de fadiga mostram uma clara dependência da temperatura de teste. A vida em fadiga aumenta com o decréscimo da temperatura em uma faixa intermediária de 50 a 95°C, enquanto é quase insensível em regiões de temperaturas inferiores e superiores (35 e 125°C). As inflexões nas curvas para as duas ligas foram localizadas na faixa de  $10^4$ - $10^5$  ciclos, correspondendo ao limite proporcional, isto é, ao limite de deformação elástica. Uma segunda inflexão foi observada nas duas temperaturas mais altas, correspondendo ao limite elástico, ou seja, o ponto onde iniciou a deformação martensítica macroscópica (Fig. 3.26). A temperatura de teste mais baixa estava abaixo de  $A_s$ , sendo as amostras martensíticas, e as duas temperaturas mais altas estavam acima de  $A_f$ , sendo as amostras austeníticas. As temperaturas intermediárias envolvem várias quantidades de martensita induzida por tensão e a sua reversão.

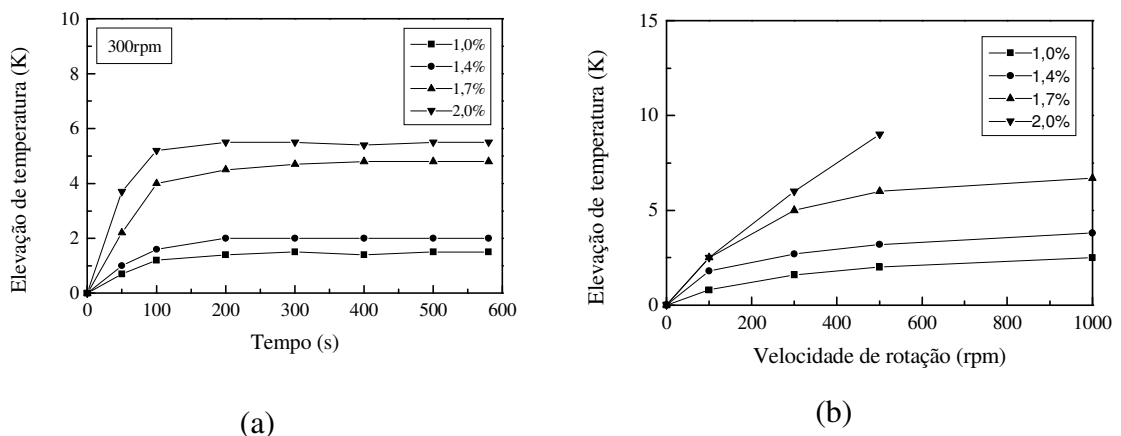


**Figura 3.26** - Curvas amplitude de deformação/vida em fadiga em várias temperaturas teste para arames de (a) Ti-50%atNi, e (b) Ti-40Ni-10%atCu (Miyazaki et al., 1999).

Testes de tração mostram que a deformação máxima recuperável decresce com o aumento do conteúdo de Cu, apresentando valores de 6,4% para a liga binária e 5,2% para a liga ternária. Por outro lado, a histerese de tensão decresce com o teor de Cu, com a liga ternária exibindo um valor de cerca de 30% da liga NiTi. Entretanto, a vida em fadiga da liga NiTi é sempre maior que aquela da liga TiNiCu, quando é considerada em

função da diferença de temperatura entre as temperaturas de teste e  $M_s$  (Miyazaki et al., 1999).

A influência das atmosferas de ar e água, da amplitude de deformação, da temperatura e da velocidade de rotação sobre a fadiga de arames de Ti-55,3% em peso Ni foi investigada através de teste de dobramento rotatório (Tobushi et al., 1997). A análise da relação entre a elevação da temperatura ( $\Delta T$ ) e o tempo ( $t$ ) ao ar, com várias amplitudes de deformação ( $\epsilon_a$ ) e velocidade de rotação constante (300rpm) mostra que  $\Delta T$  aumenta rapidamente nos primeiros ciclos, mas alcança um valor aproximadamente constante após 150 segundos (Fig. 3.27a). A elevação da temperatura é proporcional à amplitude de deformação e, quanto maior a velocidade de rotação, maior é a elevação máxima de temperatura, encurtando a vida em fadiga (Fig.3.27b).

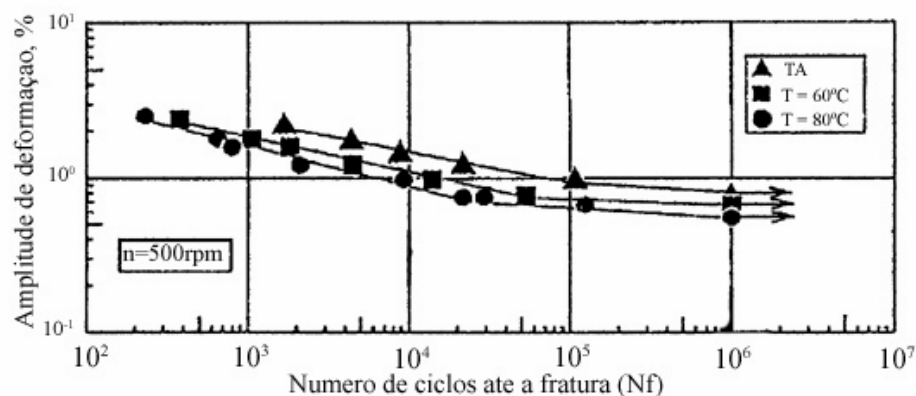


**Figura 3.27** - Elevação da temperatura ( $\Delta T$ ) (a) com o tempo, e (b) com a velocidade de rotação, para ensaios de fadiga ao ar nas amplitudes de deformação indicadas (Tobushi et al., 1997).

Durante o dobramento rotatório, a configuração da amostra em dobramento é mantida constante e o único movimento é a rotação. Portanto, o coeficiente de transferência de calor entre a amostra e o ar é pequena e a radiação de calor no ar é limitada, resultando em um leve efeito de resfriamento. Ainda, no dobramento rotatório, a transformação martensítica ocorre através de toda a superfície da amostra. Isto significa que o volume afetado pela TM é grande e, portanto, o calor gerado também é grande. A elevação de temperatura sob dobramento rotatório em  $\epsilon_a = 2\%$  e  $f = 500\text{cpm}$  é 28K. Esta elevação

leva a um aumento maior na tensão de transformação martensítica, resultando em uma vida em fadiga mais curta em proporção à elevação da temperatura (Tobushi et al., 1997, 2000; Furuichi et al., 2003).

Quando se analisa a relação entre a amplitude de deformação e o número de ciclos até a fratura ( $N_f$ ), verifica-se que quando  $\epsilon_a$  é maior que 0,8%,  $N_f$  é pequeno (Fig. 3.28). Como visto na Fig. 3.27,  $\Delta T$  aumenta quando  $\epsilon_a$  aumenta. A elevação na temperatura acarreta um aumento na tensão de transformação, resultando em um número de ciclos até a fratura pequeno (Tobushi et al., 1996, 1997; Furuichi et al., 2003).



**Figura 3.28** - Relação entre a amplitude de deformação e o número de ciclos até a fratura em várias temperaturas ao ar (Tobushi et al., 1997).

Na região de  $0,8 < \epsilon_a < 1\%$  ou  $10^4 < N_f < 10^5$ , a curva  $\epsilon_a$ - $N_f$  tem uma inflexão. A região de  $\epsilon_a$  menor que 0,8%, corresponde à transformação de fase-R. Portanto, nas aplicações das ligas NiTi a vida em fadiga seria longa, se operadas nesta região de fase R (Fig. 3.28).

Se a temperatura  $T$  é alta, as curvas da Fig. 3.28 se movem para a esquerda e para baixo, isto é, quanto maior a temperatura, menor o número de ciclos até a fratura para a mesma amplitude de deformação. Isto é devido ao fato de que as tensões de transformação de fase R e martensítica são aumentadas com a elevação da temperatura, resultando em um  $N_f$  menor.

Analisando a relação entre a  $\epsilon_a$  e  $N_f$  em ambiente aquoso, verifica-se que a inclinação global da relação é a mesma que aquela ao ar. Entretanto, no caso dos testes de fadiga em água, a temperatura do arame é mantida constante e, portanto, a tensão de escoamento é constante durante o teste. Na região de  $\epsilon_a$  pequena, onde ocorre a transformação de fase R, a vida em fadiga se estende por mais de  $10^7$  ciclos.

A introdução do fator velocidade de rotação na análise mostra que, ao ar, quanto maior a velocidade de rotação, menor é o número de ciclos, pois se a velocidade é grande, o aumento máximo de temperatura é maior. Portanto, se a velocidade de rotação é grande, a tensão de transformação é alta, resultando em  $N_f$  pequeno. Logo, pode-se afirmar que quanto mais alta a temperatura, menor é a vida em fadiga. Na água, a temperatura não muda, mesmo que a velocidade de rotação seja diferente, resultando no mesmo  $N_f$ . Assim, se a amplitude de deformação se encontra na região de transformação martensítica, a vida em fadiga ao ar é mais curta que aquela em água.

A fratura de materiais metálicos é geralmente classificada como frágil ou dúctil baseada em uma combinação de observações microestruturais e propriedades macroscópicas do material. Do ponto de vista microscópico, a nucleação, crescimento e coalescência de vazios a partir de partículas de segunda fase ou outras heterogeneidades leva à ruptura dúctil, e a superfície de fratura é caracterizada pela presença de *dimples*. Por outro lado, a fratura frágil é caracterizada pela quebra seqüencial de ligações atômicas (clivagem) e a superfície de fratura apresenta planos cristalográficos facetados. Na maioria das situações, a fratura dúctil ocorre com maior deformação macroscópica comparada à fratura frágil. Contudo, em materiais e geometrias onde ocorre severa concentração de tensão, a fratura dúctil pode ocorrer após uma deformação relativamente pequena (Gall et al., 2001).

Foi demonstrado pelo estudo de Gall et al. (2001) que a morfologia de fratura do NiTi policristalino tem as mesmas características dos monocristais de NiTi. De uma maneira geral, para tratamentos térmicos equivalentes, as amostras policristalinas apresentaram uma aparência da superfície de fratura mais dúctil comparada às imagens de monocristais. A ductilidade aumentada pode ser devida à interação de grãos com

orientações diferentes. Foi ainda observado que as diferentes orientações entre grãos adjacentes não fornece uma via de fratura livre para clivagem contínua, como visto nos monocristais. Contudo, em grãos individuais, foram encontradas marcas de clivagem semelhantes às aquelas nos monocristais. Foi concluído deste trabalho que, em NiTi policristalino, a clivagem do material ocorre em conjunção aos mecanismos de crescimento de vazios e formação de *dimples*, ou seja, a fratura tem características mistas.

### 3.7.2. Fadiga em instrumentos endodônticos de NiTi

Como foi visto, as situações de fadiga podem ser divididas em dois grupos: a fadiga controlada por deformação e a controlada por tensão. É sabido que as ligas NiTi oferecem boa resistência à fadiga em alta deformação, fadiga controlada por deformação, enquanto podem sofrer fadiga mais rapidamente em situações controladas por tensão. Os instrumentos endodônticos de NiTi são uma aplicação recente, mas de rápido crescimento, em razão das excelentes propriedades de fadiga controlada por deformação do NiTi, capazes de tolerar situações de fadiga severa no sistema de canais radiculares curvos (Duerig et al., 1999).

É importante assinalar que três variáveis devem ser consideradas nos experimentos de fadiga com ligas NiTi: temperatura, tensão externa e deformação (Hornbogen, 1990).

Os resultados das análises por calorimetria exploratória diferencial (DSC) em instrumentos *ProFile* apresentados na literatura, para obtenção das temperaturas de transformação, são variados e controversos. As temperaturas de transformação martensítica e de transformação reversa para instrumentos *ProFile* 20/.04 sem uso, obtidas por Kuhn e Jordan (2002), mediante análise de curvas de DSC, foram em média, 35 e 39°C, respectivamente. Contudo, após o uso destes instrumentos em condições clínicas (12 canais radiculares e aproximadamente 10 ciclos de esterilização), as temperaturas de transformação tiveram os valores reduzidos em aproximadamente 15°C. Por outro lado, Brantley et al. (2002) obtiveram valores de *As* e *Ms* para instrumentos *ProFile* .04 sem uso, variando de -32 a -5°C e -17 e 19, respectivamente. Os



instrumentos *ProFile* .04, submetidos a 1, 3 e 6 usos clínicos simulados por estes autores, apresentaram temperaturas nas curvas de DSC, variando de  $-37$  a  $-5^{\circ}\text{C}$  para As e de  $-79$  a  $16$  para Ms.

Uma variável controversa no estudo da fadiga dos instrumentos endodônticos de NiTi é a velocidade de rotação com a qual eles são acionados. De forma ideal, eles devem ser usados em uma taxa que minimize a deformação e a fratura, enquanto maximiza sua eficiência de corte. Apesar das recomendações dos fabricantes sugerirem uma velocidade de rotação entre 150 e 350rpm, não há consenso com relação à velocidade ótima. É importante reconhecer que um instrumento suporta um número médio de ciclos até a fratura, que é determinado por parâmetros externos específicos como raio e ângulo de curvatura e o diâmetro do instrumento. Uma velocidade de rotação mais alta consumiria mais rapidamente a vida útil do instrumento que uma velocidade menor. Logo, uma velocidade mais baixa seria benéfica e forneceria uma vida clínica maior, usando mais lentamente o número finito de ciclos disponível até a fratura. Isto é especialmente verdadeiro quando um instrumento de NiTi é usado em condições de curvatura severa (Pruett et al., 1997).

Velocidades de rotação mais altas podem produzir tensões friccionais e torques altos, ao mesmo tempo que submetem o instrumento a mais ciclos de tração-compressão em canais curvos (Li et al., 2002). Entretanto, os resultados na literatura com relação ao efeito da velocidade de rotação sobre o número de ciclos até a fratura de instrumentos de NiTi são controversos. Alguns autores constataram que a velocidade de rotação não interferiu no número de ciclos até a fratura (Pruett et al., 1997; Melo, 1999), enquanto outros mostraram haver uma redução significativa no tempo até a fratura, quando a velocidade de rotação aumenta (Laszkiewicz e Gambarini, 1998; Yared et al., 2001; Li et al., 2002). Estes últimos resultados indicaram que uma velocidade mais baixa pode reduzir a incidência de fratura do instrumento, especialmente em um canal com ângulo de curvatura superior a 30 graus, a medida que forneceria uma vida clínica maior e uma melhor sensibilidade tátil, usando mais lentamente o número finito de ciclos disponível até a fratura (Laszkiewicz e Gambarini, 1998).

A avaliação do efeito da velocidade de rotação sobre a distorção e/ou fratura de limas de NiTi *ProFile* indica que a incidência dessas falhas é quatro vezes mais freqüente a 333,33rpm que a 166,67rpm. As limas de menor calibre (20/.04) mostraram o maior número de distorção e/ou fratura em ambas velocidades, com uma maior prevalência nos 1 a 3mm apicais do instrumento (Gabel et al., 1999). Estudo semelhante, usando canais de osso bovino com diâmetro e raio de curvatura idênticos, indica que a velocidade de rotação de 150rpm retarda a fratura de instrumentos *ProFile* .04, quando comparada à velocidade de 350rpm (Dietz et al., 2000).

Entretanto, quando se compara as taxas de deformação e fratura e o tempo médio de trabalho entre os instrumentos de NiTi *ProFile* .04 *Series 29* acionados a 150 e 350rpm, verifica-se que a instrumentação de molares a 350rpm resultou em metade do número de instrumentos deformados e metade do tempo consumido, em relação à instrumentação a 150rpm (Daughery et al., 2001).

A maior incidência de distorção/fratura em instrumentos apresentando pequeno diâmetro na ponta sugere a fratura por torção, uma vez que estes não suportam o alto nível de torque a que são submetidos e porque a fratura por fadiga ocorre de forma prevalente em instrumentos de maior diâmetro.

Parâmetros tais como diâmetro da haste, raio e ângulo de curvatura interferem de forma significativa sobre o número de ciclos até a fratura. Este número sofreu uma redução significativa com o aumento na conicidade (*taper*) e calibre do instrumento, com a redução no raio de curvatura e o aumento no ângulo de curvatura do canal. A fratura do instrumento ocorreu sempre no ponto de flexão máxima, isto é, o ponto médio do segmento curvo (Pruett et al., 1997; Haikel et al., 1999; Melo et al., 2002; Gambarini, 1999, 2001).

Clinicamente, a vida em fadiga de um instrumento pode estar relacionada ao grau a que ele é flexionado quando colocado em um canal curvo, com flexões maiores apresentando expectativa de vida menor. Foi sugerido que o estado de deformação superelástica ocorre quando um instrumento *Lightspeed* de calibre 30 é girado em um

tubo metálico com um raio de curvatura de 5mm e ângulo de curvatura de 30 graus, resultando em comportamento de fadiga de baixo ciclo. Esta fadiga de baixo ciclo está mais intimamente relacionada à quantidade de deformação do que ao nível de tensão imposto à amostra. Desta forma, a redução do raio de curvatura e/ou o aumento do ângulo de curvatura resultam em tensão e deformação aumentadas, monitoradas clinicamente através de radiografias. A maioria das aplicações clínicas de instrumentos de NiTi, pelo menos periodicamente, envolve a flexão superelástica destes instrumentos (Pruett et al.,1997).

A avaliação do número de ciclos até a fratura de instrumentos de NiTi *ProFile taper .06* novos e após uso clínico repetido (média de 26,7 canais a 250rpm), mostrou uma redução significativa na resistência à fadiga entre os instrumentos novos e usados, com instrumentos de calibre e *taper* maiores sofrendo fratura em menos tempo que aqueles mais finos e menos cônicos (Tabela III.2). Este resultado, possivelmente, é o reflexo da tensão cíclica sobre os instrumentos durante o uso em canais curvos (Gambarini, 2001).

Por outro lado, estudo semelhante mostrou que o uso repetido dos instrumentos *ProFile .06* em condições clínicas (canais de 4 molares a 150rpm) não influenciou o número de ciclos até a fratura, independente do calibre do instrumento. Embora o Nf de cada calibre de lima do grupo experimental tenha sido menor que o do grupo controle, como pode ser visualizado na Tabela III.2, não houve uma diferença estatisticamente significativa (Yared et al., 2000).

Embora as metodologias dos estudos anteriores apresentem algumas diferenças, é possível que o fator crucial afetando os resultados seja a não coincidência do ponto de flexão máxima sobre os instrumentos entre o uso clínico e o teste de fadiga em bancada. Portanto, os instrumentos seriam ensaiados em segmentos diferentes da haste, impostos pelas distâncias diferentes entre o ponto de flexão máxima e a ponta do instrumento, produzindo resultados em bancada que não seriam representativos da vida em fadiga restante. Infelizmente, é muito difícil correlacionar os resultados em laboratório (Nf) com a real resistência até a fratura no uso clínico, porque a complexidade anatômica é extremamente irregular e variável. É também complicado entender e reproduzir,

experimentalmente, todos os tipos diferentes de tensões que podem ocorrer quando um instrumento endodôntico sofre rotação em um canal curvo, atrésico e irregular.

Outra questão relevante é a condição estática dos instrumentos nos dispositivos de testes em laboratório, ou seja, sem movimento de vai e vem durante a sua rotação, como recomendado pelos fabricantes. O uso do movimento axial cíclico de instrumentos de aço inoxidável (*Gates Glidden*) é proposto como um meio de distribuir a fadiga do metal, prevenindo a concentração da tensão em um ponto, prolongando, assim, a vida útil do instrumento (Dederich et al., 1986).

Foi verificado que independente da distância usada no movimento axial (1, 2 e 3mm), o tempo de fratura sempre diminui quando a velocidade de rotação aumenta, e ao contrário, o tempo até a fratura aumenta quando se passa da condição estática para a de movimento axial. Quando a amplitude do movimento axial aumenta, o tempo até a fratura aumenta. Uma maior amplitude de movimento axial dá ao instrumento um intervalo de tempo mais longo antes dele passar outra vez pela área de tensão-deformação mais alta (Dederich et al., 1986; Li et al.; 2002).

Apesar da preocupação em simular as condições clínicas, mantendo os instrumentos sob flexão, o aumento do tempo até a fratura relacionado ao maior comprimento do movimento axial se justifica, possivelmente, pelo menor diâmetro da haste, no ponto de flexão máxima, com o comprimento axial maior. Estas descobertas ratificam a idéia de que manter o instrumento em uma única profundidade no canal encoraja o dano prematuro do mesmo.

Entretanto, o estudo de Peters e Barbakow, (2002) não encontrou um aumento significativo da vida útil de instrumentos *ProFile* .04 calibres 30 e 45 com a adoção do movimento axial. A única diferença significativa encontrada entre as condições estática e axial, foi aquela registrada para o instrumento de calibre 15.

Especificamente no contexto odontológico, um melhor conhecimento das características de deformação cíclica, velocidades de nucleação e propagação de trincas e, conseqüente

resistência à fadiga das ligas NiTi, é imprescindível para o emprego eficiente e seguro dos dispositivos.

**Tabela III.2.** Número de ciclos até a fratura de instrumentos *ProFile*.

Instrumento	Raio (mm)	Ângulo (°)	Velocidade (rpm)	Nº. Ciclos	Referência	
20/.04	5		350	620	Haikel et al. (1999)	
20/.06				535		
25/.04				613		
25/.06				464		
30/.04				543		
30/.06				501		
20/.04	5	90	350	619	Laszkiewicz e Gambarini (1999)	
25/.04				613		
30/.04				544		
20/.06				534		
25/.06				463		
30/.06				500		
20/.06 (N)		90	150	1188	Yared et al. (2000)	
25/.06 (N)				1056		
30/.06 (N)				1152		
35/.06 (N)				919		
40/.06 (N)				901		
20/.06 (U)				1028		
25/.06 (U)				991		
30/.06 (U)				1061		
35/.06 (U)				835		
40/.06 (U)				854		
20/.04 (N)	5		350	620	Gambarini (2001)	
25/.04 (N)			350	614		
20/.06 (N)			350	535		
25/.06 (N)			350	464		
20/.04 (U)			250/350	383		
25/.04 (U)			250/350	232		
20/.06 (U)			250/350	343		
25/.06 (U)			250/350	229		
25/.04 (N)	5		350	613	Gambarini (2001)	
20/.06 (N)				535		
25/.06 (N)				463		
25/.04(AT)				233		
20/.06(AT)				343		
25/.06(AT)				229		
25/.04(BT)				466		
20/.06(BT)				454		
25/.06(BT)				352		
25/.04 (Est)						45
25/.04 (Est)	300	514				
25/.04 (Est)	400	389				
25/.04 (D1)	300	609				
25/.04 (D2)	300	669				
25/.04 (D3)	300	715				
25/.04 (D1)	200	508				
25/.04 (D2)	200	554				
25/.04 (D3)	200	666.3				

(N) Instrumento novo  
(U) Instrumento usado(AT) Motor de alto torque (>3Ncm)  
(BT) Motor de baixo torque (<1Ncm)Est) Teste estático  
(D1, D2, D3) Movimento axial 1, 2 e 3mm

### 3.8 – Fratura por Torção

A ruptura por torção de um metal dúctil ocorre por cisalhamento ao longo dos planos submetidos às tensões máximas de cisalhamento, resultando em um plano de fratura normal ao eixo longitudinal. Na faixa elástica, a tensão de cisalhamento varia linearmente de zero, no centro do corpo de prova, até um valor máximo na superfície, gerando um gradiente de tensões ao longo do diâmetro de uma barra sólida. Devido a este gradiente de tensões, as fibras superficiais são freadas ao escoamento pelas fibras internas menos tensionadas, acarretando uma certa dificuldade na primeira manifestação de escoamento para medida do ângulo de torção. Este efeito pode ser eliminado pelo uso de um corpo de prova tubular de paredes finas, onde as tensões de cisalhamento são distribuídas uniformemente, sem a ocorrência do gradiente. Uma vez ultrapassado o limite de escoamento em torção, a distribuição de tensões cisalhantes do centro até a superfície da amostra não é mais linear (Dieter, 1986; Souza, 1995).

Grandes deformações plásticas em torção podem resultar em mudanças consideráveis no comprimento da amostra, acarretando superposição de tensões longitudinais de grandezas desconhecidas nas tensões cisalhantes de torção, se as extremidades estão fixas. Embora o teste de torção não tenha a mesma aceitação que o teste de tração, ele fornece uma medida mais fundamental da plasticidade de um metal, uma vez que valores altos de deformação podem ser obtidos sem complicações como a estricção em tração. Além disso, em torção os testes podem ser mais facilmente efetuados em taxas de deformação altas e constantes. A medida da deformação no ensaio de torção é calculada pelo ângulo de torção, dado pelo deslocamento de um ponto da amostra próximo à cabeça giratória, em relação a um ponto numa mesma linha longitudinal próximo à outra cabeça (Dieter, 1986; Souza, 1995).

O aspecto da fratura da amostra submetida ao ensaio de torção é o inverso daquele observado em tração. Na torção, a superfície de fratura, em metais dúcteis, é perpendicular ao eixo da amostra, não apresentando estricção, semelhante a uma fratura frágil em tração. Ao contrário, em metais frágeis a superfície de fratura apresenta uma forma de hélice, mas novamente sem sinais de estricção (Souza, 1995).

### 3.8.1 - Comportamento em torção das ligas NiTi

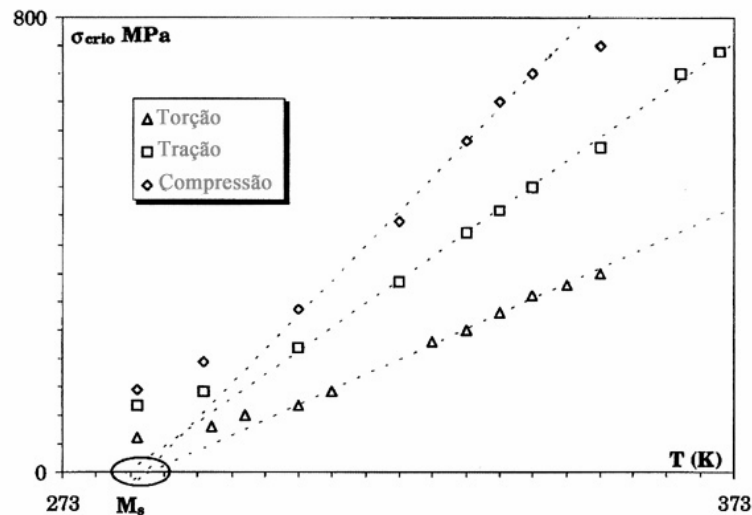
A maioria dos testes mecânicos em ligas NiTi encontrados na literatura foram realizados em fios e, assim, em apenas uma dimensão. Como resultado, a maioria dos modelos constitutivos fenomenológicos é baseada em dados uniaxiais, resultando em pouco conhecimento da resposta do material sob carregamento multiaxial, além disso, a maioria dos estudos foi realizada em tubos de paredes finas.

O comportamento termomecânico da transformação martensítica induzida por tensão foi investigado em chapas de NiTi de composição equiatômica, considerando diferentes modos de deformação (Orgéas e Favier, 1998). A amostra foi deformada em cinco temperaturas diferentes (35, 70, 80 e 97°C) sob carregamento cíclico em torção, com uma magnitude de deformação de cisalhamento de  $\pm 7,5\%$ . As tensões críticas para as transformações martensítica e reversa aumentaram com o aumento da temperatura de teste, da mesma forma que a deterioração do comportamento superelástico, evidenciada pelo aumento da deformação residual após a descarga. Este efeito é atribuído ao aumento da deformação plástica com o aumento da temperatura e foi menos pronunciado para deformações de cisalhamento menores. As tensões críticas para a transformação martensítica em cisalhamento, tração e compressão, medidas das curvas tensão-deformação e plotadas em função da temperatura de teste podem ser visualizadas na Figura 3.29. Em temperaturas abaixo de 35°C, o aumento nas tensões críticas com a temperatura foi lento para todos os três modos de carregamento. Em temperaturas entre 35 e 70°C, as tensões críticas foram uma função linear da temperatura de teste. Acima de 70°C, a dependência da temperatura e tensão crítica em compressão não foi linear por muito tempo, sugerindo que a influência da deformação plástica tornou-se mais pronunciada. Para tração e cisalhamento a linearidade da dependência da temperatura e tensões críticas se estendeu até 97 e 80°C, respectivamente. Fica confirmada que a dependência da temperatura e tensão crítica para a transformação martensítica induzida por tensão é fortemente influenciada pelo modo de deformação.

Sun e Li (2002) realizando testes de tração-torção em microtubos de NiTi, verificaram que, durante o carregamento por torção (cisalhamento puro), a curva tensão-deformação exibiu endurecimento monotônico, a transformação induzida por tensão mostrou-se

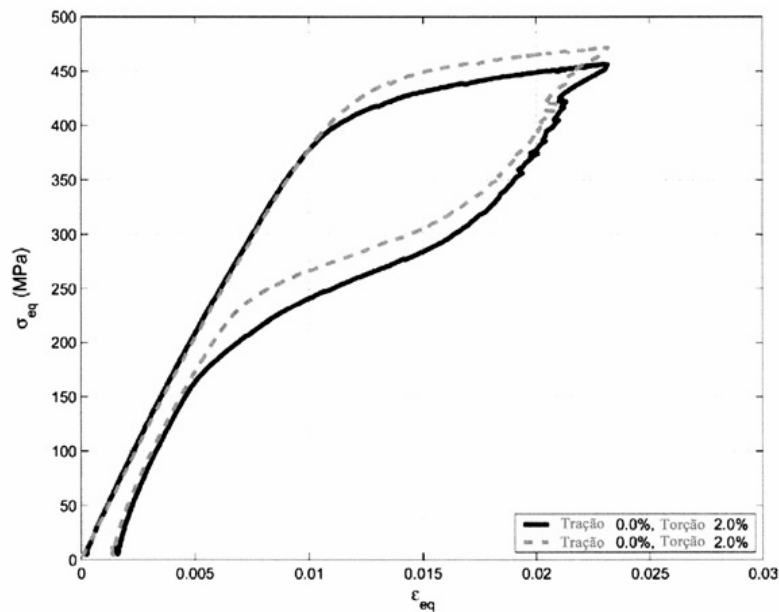


axialmente homogênea através de todo o tubo e a deformação de transformação é muito menor (em torno de 0,7%) que aquela sob tração (aproximadamente 5%).

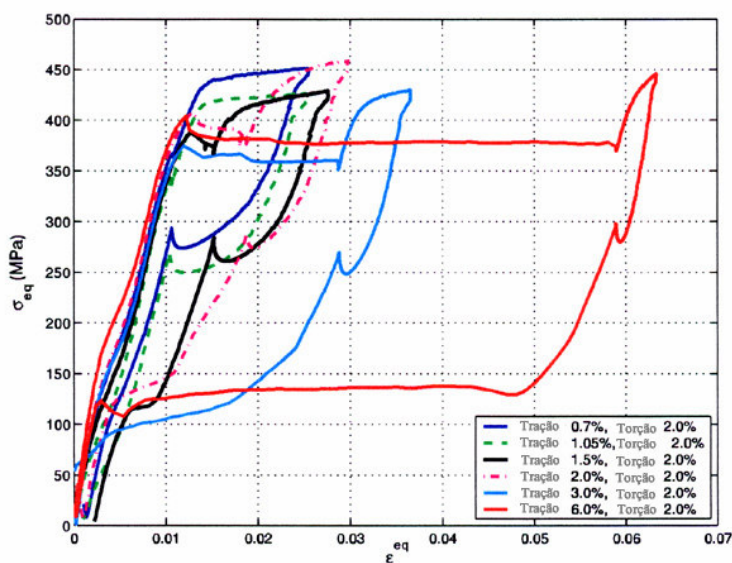


**Figura 3.29** – Tensões críticas para transformação martensítica ( $\sigma$ ) de liga NiTi equiatômica em função da temperatura de teste ( $T$ ) e a via de carregamento (Orgéas e Favier, 1998).

Um estudo mais detalhado sobre o comportamento mecânico da liga NiTi sob carga multiaxial, usando três vias de carregamento sob condições isotérmicas, foi conduzido por McNaney et al. (2003) em tubos de paredes finas, para minimizar o gradiente na deformação torsional ao longo da direção radial. Utilizando taxas de deformação na faixa de  $10^{-5}$ - $10^{-4}$ s $^{-1}$  para o carregamento em tração e torção, os autores empregaram três programas específicos de carga/descarga, a saber: carga em tração seguida por torção, carga em torção seguida por tração e carga e descarga em tração-torção simultâneas. Os resultados experimentais mostraram variações significativas na resposta mecânica ao longo dos dois eixos de carregamento. As descargas de todas as curvas tensão-deformação passam de volta à origem em todos os testes, indicando que a transformação é reversível e exibe o efeito superelástico independentemente da via de carregamento. Sob carregamento torsional puro, a transição da região de carregamento elástico para o patamar de transformação é menos nítida que sob carga de tração (Fig. 3.30a).



(a)



(b)

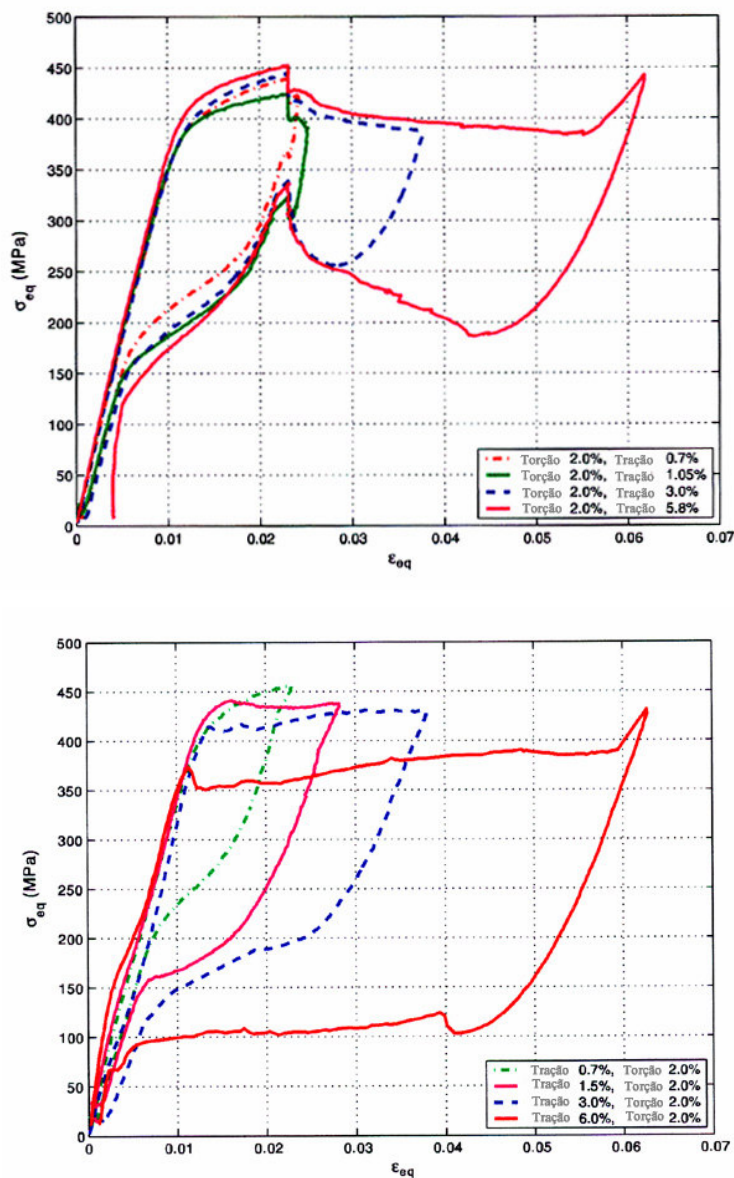
**Figura 3.30** – Curvas tensão-deformação equivalente mostrando dois testes de torção uniaxial até 2,3% de deformação equivalente (a), e curvas tensão-deformação equivalente em tração (0; 0,7; 1,10; 1,5; 2; 3 e 6%), seguidas por torção (2%) (b) (McNaney et al., 2003).

Os resultados dos experimentos envolvendo tração até 6% de deformação, seguida por torção até 2% de deformação, apresentam inúmeras características qualitativas. Em baixas deformações de tração (<1%), o comportamento global é semelhante àquele de torção pura; em altas deformações de tração, é observado um aumento nítido na tensão

no segmento de torção da curva, indicando a geração de um novo grupo de variantes de martensita, que são energeticamente preferenciais para a deformação em torção. Em adição, a histerese na alça de carga/descarga de torção parece reduzir progressivamente com o aumento da deformação de tração aplicada, que é consistente com a redução da fração de volume de variantes associadas à torção. Em todos os níveis de deformação de tração aplicada, o final do segmento de descarga torsional é marcado por um aumento da tensão equivalente com decréscimo da deformação equivalente aplicada, indicando que o material manteve a “memória” do seu estado de transformação em tração (Fig. 3.30b). Foi observado que as condições de carregamento têm influência significativa sobre o comportamento de deformação da liga NiTi (Orgéas e Favier, 1998; Lim e McDowell, 1999; Sun e Li, 2002; McNaney et al., 2003).

Os resultados da via de carregamento em torção até 2% de deformação, seguida por tração até 5,8% de deformação, indicam que o patamar de transformação que segue o carregamento em torção ocorre em níveis de tensão decrescendo de forma monotônica. Outra vez, o material parece exibir memória da transição do carregamento em torção para aquele em tração (Fig. 3.31a).

No carregamento simultâneo tração-torção até 6% e 2% de deformação, respectivamente, todas as vias de carregamento produzem curvas que são qualitativamente semelhantes àquelas obtidas sob tração ou torção puras. A presença de patamares de transformação obtidos em tensões aproximadamente constantes, significa que mudanças marcadas nas tensões durante o carregamento em tração são efetuadas pela geração de novos grupos de variantes de martensita, enquanto as variantes existentes levam à tensões mais altas devido à sua incompatibilidade energética com o estado de carregamento atual. Pode ser ainda observado pela análise da Figura 3.31b, que as tensões das transformações martensítica e reversa decrescem com o aumento proporcional do carregamento em tração.



(a)

(b)

**Figura 3.31** – Curvas tensão-deformação equivalente em torção (2%), seguidas por tração (0, 0,7, 1,05, 3 e 5,8%) e descarga reversa (a), e curvas tensão-deformação equivalente em tração (0, 0,7, 1,5, 3 e 6%) e torção (2%) simultâneas (b) (McNaney et al., 2003).

Este comportamento, decorrente do carregamento simultâneo em tração e torção, tem algum significado clínico, quando se pensa nos modos de carregamento a que os instrumentos rotatórios de NiTi são submetidos no SCR. Em determinadas situações, dependendo da geometria e calibre original do canal associados ao desenho e diâmetro

do instrumento e pressão apical exercida, tensões de tração, compressão e torção podem incidir concomitantemente sobre o instrumento endodôntico.

Os experimentos confirmam características importantes como a memória que a liga NiTi parece exibir da sua história de transformação por todo o processo de carregamento. Outra característica interessante é que as transformações martensíticas em tração e torção seguem vias muito diferentes. Ao contrário do escoamento inicial em metais, a tensão de transformação em torção é significativamente mais alta do que em tração. No carregamento em tração seguido por torção, foi observada a formação de bandas de Lüders tão logo a tensão de tração alcançou o valor de patamar de aproximadamente 400MPa em 1% de deformação em tração. As bandas permaneceram visíveis durante o ciclo de torção, onde a tensão de tração foi mantida fixa. Contudo, as bandas de Lüders não foram observadas durante o carregamento torção-tração. Estas observações de McNaney et al. (2003) foram também encontradas por Sun e Li (2002), em testes de tração-torção em microtubos de NiTi. É suposto que a formação das bandas de Lüders, durante o ciclo de tração facilita a deformação, consistente com as tensões mais altas em torção, onde tais bandas não se formam, pelo menos até 2% de deformação de cisalhamento. Isto é suportado também pelos testes de carregamento simultâneo, onde a tensão de patamar decresce com o aumento da deformação em tração. A diferença de comportamento observada nos dois eixos de carregamento fornece um conhecimento importante à transformação de fase induzida por tensão sob carregamento multiaxial, comumente encontrado em várias aplicações envolvendo os materiais superelásticos.

### **3.8.2. Fratura por torção de instrumentos endodônticos de NiTi**

O outro tipo de fratura, muito prevalente na prática endodôntica, é a fratura por torção. Esta fratura ocorre quando a ponta ou qualquer parte do instrumento se prende às paredes do canal, enquanto a haste continua girando. O limite elástico do metal é excedido e o instrumento sofre deformação plástica seguida de fratura, especialmente em canais atrésicos e curvos.

Muitos fatores podem afetar a resistência à torção e/ou deflexão angular das limas endodônticas, tais como calibre (diâmetro de ponta), conicidade (*taper*), desenho do instrumento, o material utilizado e o modo de fabricação, a combinação de rigidez e flexibilidade, além da direção de rotação do instrumento (Hilt et al., 2000).

O comportamento superelástico dos instrumentos endodônticos de NiTi é representado pelo patamar de transformação martensítica, dentro do qual a tensão permanece aproximadamente constante até o final da transformação. A martensita é mais deformável e capaz de absorver até 8% de deformação recuperável. Em presença de deformação adicional mínima há uma pequena resposta linear elástica até o limite elástico, causada pela deformação elástica da martensita auto-acomodada, com aparecimento de pequena quantidade de escorregamento e movimento de deslocamentos. Qualquer deformação adicional resulta em deformação plástica e fratura. O patamar superelástico é clinicamente útil, porque permite fácil e eficiente deformação do instrumento sem aumento significativo da carga aplicada, explicando porque os instrumentos acionados a motor devem ser operados em carga constante quando a tensão de início de transformação martensítica, dada especialmente pelo raio de curvatura do canal, é alcançada, para maximizar a eficiência e minimizar os erros iatrogênicos (Gambarini, 2000).

Assim, para minimizar o risco de fratura intra-canal, os instrumentos devem ser operados em uma faixa de valores de tensão clínica entre o início e o final da transformação martensítica, isto é, no patamar de superelasticidade, que é uma carga segura e eficiente. Contudo, esta faixa é pequena e difícil de ser determinada. Com boa aproximação ela pode ser definida como ligeiramente inferior ao limite de elasticidade. Os limites elástico e de fratura dos instrumentos rotatórios de NiTi são dependentes do desenho, dimensões (calibre e *taper*) e da geometria do canal radicular. Andreasen e Morrow (1978) demonstraram que os arames de aço inoxidável sofrem uma carga muito maior, comparados aos arames de NiTi, para defletirem uma quantidade equivalente. Clinicamente, isto significa que o NiTi é mais flexível, requer menor força para a deflexão, quando negocia um canal curvo, e, conseqüentemente, apresenta menor força

de restauração, reduzindo a tendência de alterar o trajeto original do canal (Gambarini, 2000).

Foi verificado que as solicitações de compressão, torção e flexão de arames de NiTi resultam em comportamento constitutivo semelhante àquele em tração. Contudo, a tensão crítica em torção é muito menor que a tensão observada em tração ou compressão, enquanto as deformações recuperadas são muito maiores (Melton, 1990; Orgéas e Favier, 1998).

O torque aplicado à lima é um entre muitos parâmetros que podem influenciar a incidência de travamento, deformação e fratura. Durante a preparação do canal radicular cada instrumento pode ser submetido a níveis diferentes de torque. A princípio, um instrumento usado com um alto torque é muito ativo e a incidência de fratura tenderia a aumentar. Se o nível de torque é igual ou maior ao torque para deformação ou fratura, a sua ocorrência é significativa (Yared e Sleiman, 2002). Esta alta tensão não é clinicamente importante em canais retos, onde a resistência à remoção da dentina é baixa. Ao contrário, em canais curvos e calcificados, a resistência é alta e o instrumento pode tornar-se preso próximo à ponta. Nestas situações o alto torque fornecido pelo motor pode levar imediatamente à fratura do instrumento preso, uma vez que o profissional não tem tempo para parar o motor ou retrain o instrumento.

O estudo de Peters et al. (2003) estabeleceu uma correlação positiva e estatisticamente significativa entre o torque gerado e a força apical aplicada durante a formatação de canais radiculares de dentes extraídos, bem como os volumes pré-operatórios destes canais. Assim, a formatação de canais constrictos submeteu os instrumentos rotatórios de NiTi à maiores cargas torsionais. Ao mesmo tempo, as forças dirigidas apicalmente aumentaram de forma significativa quando canais atrésicos foram preparados.

O uso de motores de baixa velocidade e alto torque, aceitos na última década, mas produzindo muitos erros iatrogênicos, deveria ser substituído pelos motores de baixa velocidade e baixo torque, já que cada instrumento tem um torque correto específico, próximo ao limite de elasticidade. Teoricamente, o motor de baixo torque pararia de

girar, podendo reverter a direção de rotação, quando o instrumento é submetido a níveis de torque iguais ao valor de torque selecionado no motor. Assim, a ocorrência de deformação plástica e/ou fratura do instrumento é muito reduzida. Os valores são usualmente baixos para instrumentos de menor calibre e conicidade, e altos para aqueles de calibre e *taper* maiores. Além disso, os motores devem ter um controle preciso e de fino ajuste dos valores de torque, para usufruir destes conceitos e não exceder o limite de elasticidade, evitando, conseqüentemente, a deformação plástica e fratura intra-canal.

Outra vantagem importante dos motores de baixo torque é aumentar a sensibilidade tátil da instrumentação rotatória, um passo fundamental na redução do risco de fratura. Valores de torque baixos significam baixa pressão aplicada sobre o instrumento endodôntico (Gambarini, 2000). Entretanto, de acordo com Yared e Sleiman (2002), um motor de baixo torque reduziria a eficiência de corte do instrumento e sua progressão no canal radicular ficaria mais difícil, levando o operador a forçá-lo encorajando o travamento, deformação e fratura do mesmo.

Embora alguns testes mecânicos tenham sido realizados para avaliar o desempenho das limas de NiTi, os resultados foram controversos e dependentes, principalmente, do tipo e desenho dos instrumentos. Um resumo dos valores de torque máximo em ensaios de torção de instrumentos *ProFile*, apresentados na literatura pode ser visto na Tabela III.3. Marsicovetere et al. (1996) mostraram que os instrumentos de NiTi *Lightspeed* excederam os valores da Especificação No. 28 da ANSI/ADA para a deflexão angular máxima, mas os valores de torque máximo dos instrumentos de calibre 30 a 50 estavam abaixo do mínimo especificado.



**Tabela III.3.** Valores de torque até a fratura.

Instrumento	Torque (N.cm)	Referência
<i>ProFile</i> 15/.04	0,22	Wolcott e Himel (1997)
<i>ProFile</i> 25/.04	0,49	
<i>ProFile</i> 35/.04	1,27	
<i>ProFile</i> .04	0,40 – 0,80	Kobayashi et al. (1997)
<i>ProFile</i> 25/.04	0,78	Svec e Powers (1999)
<i>ProFile</i> 30/.04	1,06	
<i>ProFile</i> 35/.04	1,47	
<i>ProFile</i> 15/.04	0,24	Gambarini (1999)
<i>ProFile</i> 20/.04	0,38	
<i>ProFile</i> 25/.04	0,56	
<i>ProFile</i> 30/.04	0,84	
<i>ProFile</i> 35/.04	1,31	
<i>ProFile</i> 40/.04	1,71	
<i>ProFile</i> 15/.06	0,43	Gambarini (1999)
<i>ProFile</i> 20/.06	0,65	
<i>ProFile</i> 25/.06	0,87	
<i>ProFile</i> 30/.06	1,29	
<i>ProFile</i> 35/.06	1,93	
<i>ProFile</i> 40/.06	2,34	
<i>ProFile</i> 20/.04	0,36	Peters e Barbakow(2002)
<i>ProFile</i> 35/.04	1,38	
<i>ProFile</i> 60/.04	3,23	
<i>ProFile</i> 15/.04	0,38	Yared e Kulkarni (2003)
<i>ProFile</i> 20/.04	0,63	
<i>ProFile</i> 25/.04	0,73	
<i>ProFile</i> 30/.04	0,81	
<i>ProFile</i> 35/.04	1,09	
<i>ProFile</i> 40/.04	1,24	

A análise do tipo e frequência de defeitos em limas de NiTi *Quantec*, descartadas após seis meses de uso clínico, realizada por Sattapan et al. (2000), revelou que a maioria dos

instrumentos (55,7%) falhou por torção, em comparação à falha por fadiga (44,3%). Todas as limas que fraturaram experimentalmente por torção apresentaram defeitos do tipo desenrolamento e enrolamento reverso das estrias de corte acima do ponto de fratura. Por outro lado, as limas apresentando fratura por fadiga mostraram uma ruptura aguda sem quaisquer defeitos aparentes. O ponto de fratura nestas limas correspondeu ao ponto de curvatura máxima do tubo de vidro, com diâmetro interno de 1mm, curvado em 90° com um raio de curvatura de 5mm. A mais alta porcentagem de limas fraturadas (37,7%) aconteceu com a lima nº 2 (15/02), que não é muito resistente à torção. As limas mais finas são usadas para alargamento apical, daí a probabilidade de se prenderem às paredes do canal próximo à ponta. As limas mais calibrosas, contudo, não fraturam por torção devido à sua maior massa, refletindo a necessidade de um torque mais alto até a fratura.

É possível que as observações de Sattapan et al. (2000) sobre a maior incidência de fratura por torção e a sua ocorrência preferencial em instrumentos de menor calibre, sejam explicadas pela técnica preconizada pelo sistema *Quantec*, utilizando pequena dilatação coronária prévia e preparo apical precedendo o preparo do corpo do canal. Portanto, a extensão do instrumento sob tensão é maior, bem como a tendência a empregar força apical mais acentuada no sentido de se atingir o comprimento de trabalho, com probabilidade crescente do instrumento se prender na ou próximo à ponta, acarretando a falha.

Peters e Barbakow (2002) usaram uma abordagem diferente para avaliar o torque e a força apical gerados pela rotação de instrumentos *ProFile .04* em dentes unirradiculares com canais curvos. O principal critério da plataforma de teste foi colocar o sensor de torque dinâmico entre o instrumento endodôntico e o motor, de modo que os erros introduzidos pela incongruência dos eixos do sensor e das trajetórias do canal fossem evitados. Estes autores determinaram o torque até fratura para os instrumentos *ProFile .04* nos calibres 20, 35 e 60 de acordo com a Especificação N° 28 da ADA e usaram uma seqüência de instrumentos *ProFile .04* nos calibres 60-15, de maneira *crown-down*, em 10 incisivos e caninos inferiores extraídos, com curvatura média do canal de 13,2°. Quando se compara os valores de torque gerados pelos instrumentos *ProFile .04* nos

calibres 20, 35 e 60 durante o preparo de canais com pequena curvatura (13,2°) com aqueles obtidos pelos testes segundo a Especificação N° 28 da ADA, constata-se valores de torque até a fratura mais altos nos ensaios do que aqueles gerados durante o preparo de dentes extraídos.

Com o objetivo de avaliar os efeitos do uso clínico simulado sobre os valores de torque e deflexão angular, Svec e Powers (1999) realizaram um estudo, utilizando instrumentos *ProFile* .04 nos calibres 25, 30 e 35. Os instrumentos foram usados em tubos de metal, com diâmetro interno de 1,5mm e comprimento de 15mm, apresentando ângulo e raio de curvatura de 90° e 5mm, respectivamente. Com o objetivo de simular as condições clínicas, os tubos foram submersos em solução salina ou hipoclorito de sódio a 5,25% e os instrumentos esterilizados em autoclave após cada uso. Os instrumentos foram acionados por um motor elétrico girando a 150rpm, realizando três ciclos de fadiga de 30 segundos cada um. Os resultados mostraram que a exposição dos instrumentos ao processo de fadiga, irrigantes e ciclos de esterilização não afetou, de forma significativa, os valores de torque comparados aos controles, embora tenha ficado clara a tendência dos valores de torque obtidos aumentarem com o calibre do instrumento testado.

Yared e Kulkarni (2003) compararam o torque e a deflexão angular até a fratura de instrumentos *ProFile* .04, nos calibres 15 a 40, novos e usados em blocos endodônticos de resina acrílica, com canais curvos. Os resultados mostraram que o torque até a fratura dos instrumentos novos aumentou de forma significativa com o calibre do instrumento. A comparação entre os valores de torque até a fratura de instrumentos novos e usados de mesmo calibre, apresentou diferença significativa apenas para os instrumentos 25, 30, 35 e 40. Com relação às médias obtidas para o ângulo de rotação até a fratura, não foi encontrada diferença significativa entre os instrumentos novos e usados de mesmo calibre. Em resumo, os resultados sugerem que o uso repetido (5 vezes cada jogo) de instrumentos *ProFile* .04 em blocos de resina afetaram principalmente o torque até a fratura.

A inspeção da localização das áreas de contato entre os instrumentos *ProFile* .04 e .06 e as paredes do canal, e a avaliação da relação entre estas áreas e as forças apicais e

torque exercidos durante a preparação de canais radiculares retos, foram realizadas por Blum et al. (1999). O estudo mostrou que, na técnica escalonada (*step back*), todas as áreas de contato incluíram a ponta do instrumento até valores variando de 1 a 15mm, com altos valores de força apical (4 a 10N) e torque (6 a  $30 \times 10^{-5}$ N.m). Na primeira fase da técnica coroa-ápice (*crown-down*), onde os instrumentos *taper* .06 preparam a parte coronária do canal, a localização das áreas de atrito nunca envolveu a ponta do instrumento. O contato afetou somente áreas variando entre 2 a 7mm, caracterizando-se numa das fases mais seguras da preparação, em relação ao corte. Além disso, o torque desenvolvido durante esta fase foi o mais alto da preparação ( $12$  a  $19 \times 10^{-5}$ Nm), sugerindo trabalho ativo dos instrumentos. Como estes altos valores de torque foram desenvolvidos na porção média das limas .06, foram bem tolerados por elas. Ao contrário, os instrumentos .04 exibiram áreas de contato variando de 1 a 10mm, indicando que os 3mm mais próximos da ponta receberam atrito durante a preparação, refletindo forte risco de deformação e fratura.

Para o mesmo torque desenvolvido, a quantidade de material que é envolvida no corte depende da área de contato entre o instrumento e as paredes do canal. Logo, a fase de transição entre os instrumentos de *taper* .06 e .04 é muito delicada, em termos da localização da área de contato e, conseqüentemente, da tensão sobre o instrumento. Assim, para valores iguais de torque e força vertical desenvolvidos, um instrumento pode fraturar se somente uma pequena parte próxima à ponta é envolvida na ação de corte, ou não sofrer dano, em termos de fadiga ou desgaste devido à tensão, se a superfície envolvida no corte ocupar uma área relativamente maior do instrumento (Blum et al., 1999).

Revista a literatura, constata-se um grande desenvolvimento científico-tecnológico referente à fabricação, propriedades mecânicas, comportamento constitutivo e aplicações das ligas NiTi nas três últimas décadas. Entretanto, apesar de sua crescente utilização em condições de carregamento cíclico, com possibilidade de degradação das características superelástica e do efeito memória de forma, ainda não se atingiu um entendimento consistente em relação ao comportamento em fadiga desta classe de materiais.

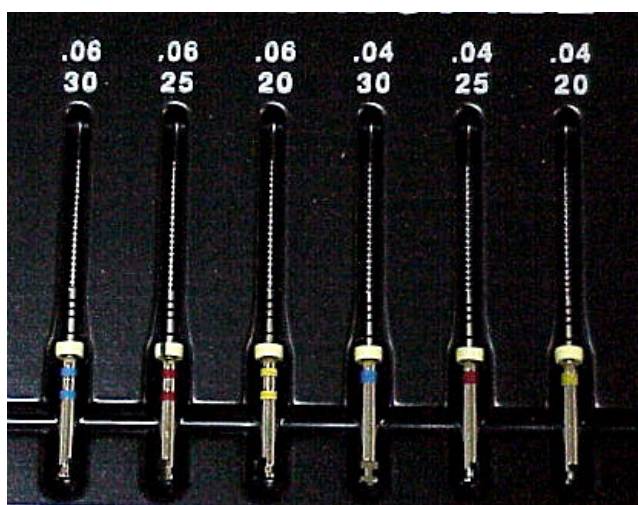
## 4. METODOLOGIA

Estabelecido o risco de fratura abrupta dos instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi durante a formatação de canais radiculares curvos, associada à fadiga por flexão, fica clara a necessidade de se avaliar a vida em fadiga restante destes instrumentos após seu uso clínico de rotina. Da mesma forma, considerando que os mesmos podem também sofrer fratura por sobrecarga de torção, é importante avaliar o efeito da deformação cíclica, em condições que simulem o uso clínico, sobre a sua resistência em torção.

Visando contribuir para o conhecimento da relação estrutura-propriedades-processamento desta importante classe de biomateriais, é também necessário caracterizar a constituição e as propriedades mecânicas dos instrumentos rotatórios de NiTi, para um melhor aproveitamento das informações disponíveis na literatura.

### 4.1. Instrumentos Endodônticos Analisados

Para atingir os objetivos almejados, 55 jogos de instrumentos *ProFile* (Dentsply-Maillefer, Baillagues, Suíça), nos seguintes calibres e *taper* – 20/.04, 25/.04, 30/.04, 20/.06, 25/.06 e 30/.06 (Figura 4.1), num total de 330 instrumentos foram utilizados no estudo.



**Figura 4.1** – Jogo dos instrumentos *ProFile* .04 e .06 analisados.

Os instrumentos foram adquiridos dos fornecedores habituais, selecionados e divididos em cinco grupos:

- Grupo Controle 01: 10 jogos de instrumentos novos, a serem ensaiados em dispositivo de bancada até a ruptura por fadiga. Este grupo servirá de referência para estabelecer o número médio de ciclos até a fratura que um instrumento sem uso pode realizar, em condições as mais próximas possíveis da prática clínica.
- Grupo Controle 02: 10 jogos de instrumentos novos, a serem ensaiados até a ruptura em dispositivo de bancada para testes de torção, para determinação dos valores médios de torque até a fratura e de deflexão angular máxima.
- Grupo Experimental 01: 15 jogos de instrumentos, cada qual utilizado pela autora no preparo de 10 canais radiculares curvos (vestibulares de molares superiores e mesiais de molares inferiores), durante sua prática diária. Este grupo será ensaiado no dispositivo de bancada para testes de fadiga e servirá de referência para avaliação do número médio de ciclos até a fratura que um instrumento utilizado nestas condições pode realizar.
- Grupo Experimental 02: 10 jogos de instrumentos ensaiados no dispositivo de bancada para testes de fadiga, até 1/2 de sua vida em fadiga e em seguida ensaiados em torção até a ruptura, para avaliação do efeito da deformação cíclica, em condições semelhantes às da prática clínica, sobre a resistência à torção e a deflexão angular máxima dos instrumentos.
- Grupo Experimental 03: 10 jogos de instrumentos ensaiados no dispositivo de bancada para testes de fadiga, até 3/4 de sua vida em fadiga e em seguida ensaiados em torção até a ruptura, para avaliação do efeito da deformação cíclica, em condições semelhantes às da prática clínica, sobre a resistência à torção e a deflexão angular máxima dos instrumentos.

Além dos instrumentos descritos, amostras de fios de NiTi de 1,2mm de diâmetro, utilizados na etapa de usinagem final dos instrumentos *ProFile*, obtidos pela autora durante visita à Dentsply-Maillefer, em Baillagues, Suíça, foram empregados em diversas etapas de caracterização do material

## 4.2. Caracterização do Material

A composição química da liga NiTi utilizada na confecção dos instrumentos *ProFile* investigados foi analisada semi-quantitativamente por espectroscopia de energia de raios-X – EDS, realizada no microscópio eletrônico de varredura – MEV (JSM 5410, Jeol, Tokyo, Japão) em diferentes áreas de um instrumento *ProFile* 30/.06 e em amostras do fio de NiTi empregado na confecção dos instrumentos.

Para identificação das fases presentes no material, foram realizadas análises por difratometria de raios-X - DRX (PW 1710, Philips-PANalytical, Almelo, Holanda) nos instrumentos de NiTi *ProFile* e nos fios de NiTi. Foram empregadas amostras contendo 9mm de haste e 6mm de parte ativa de doze limas *ProFile* 30/.06 sem uso, e doze fios de NiTi de 1,2mm de diâmetro e 15mm de comprimento. Estas dimensões foram escolhidas em função da área da amostra em que os raios-X incidem, que é mantida constante e igual a  $12 \times 12 \text{mm}^2$  pelo emprego de fenda divergente de tamanho variável. O conjunto de seções de limas e fios de NiTi, quando colados lateralmente uns aos outros e posicionados no eixo do goniômetro, mantém as regiões de corte, isto é as bordas das amostras, fora da região de incidência dos raios-X, garantindo, assim, que as fases eventualmente formadas por deformação na região de corte não contribuam para a análise realizada. As condições de ensaio foram: radiação Cu-K $\alpha$ , cristal monocromador de grafita, varredura por passo entre 10 e 120°2 $\theta$ , passo de 0,01°2 $\theta$  e tempo por passo de 1 segundo. Os picos de difração obtidos foram indexados utilizando programa específico *APD* (Philips-PANalytical, Almelo, Holanda), com base nas fichas eletrônicas do *ICDD - International Committee for Diffraction Data*.

Objetivando caracterizar as temperaturas de transformação da liga utilizada na confecção dos instrumentos *ProFile*, hastes de limas *ProFile* 30/.06 e os fios de NiTi de 1,2mm de diâmetro foram ensaiados por calorimetria exploratória diferencial (*Differential Scanning Calorimetry – DSC*, DSC 60, Shimadzu, Kyoto, Japão). Amostras de 2mm de comprimento, com cerca de 20mg, foram seccionadas cuidadosamente, utilizando ferramenta de corte apropriada, e ensaiadas no intervalo de

temperaturas de  $-60$  a  $80^{\circ}\text{C}$ , com uma taxa de aquecimento/resfriamento de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . As temperaturas de início e fim das transformações martensítica e reversa foram determinadas a partir do desvio da curva de DSC das linhas base adjacentes, indicando liberação ou absorção de calor associada a essas transformações.

As propriedades mecânicas dos fios de NiTi utilizados na fabricação dos instrumentos foram determinadas em ensaios de tração, utilizando uma máquina universal de ensaios (Instron 5581, Canton, MA, EUA). Os testes foram realizados à temperatura ambiente, a uma taxa de deformação de  $1,0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ , em 03 fios de 1,2mm de diâmetro e 80mm de comprimento útil, utilizando um extensômetro. A tensão de transformação austenita-martensita, o limite de resistência e a deformação até a fratura foram determinados como a média de três ensaios, utilizando o programa de análise *Instron Series IX for Windows*.

Visando caracterizar o comportamento do material em deformação cíclica, foram também realizados ensaios de carga e descarga em tração em 03 amostras dos fios de NiTi com as características já descritas e comprimento útil de 50mm. As amostras foram submetidas a 100 ciclos com deformação total até 4% e descarga, a uma taxa de deformação de  $1,0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ . Após a ciclagem, os fios foram submetidos a ensaios de tração, nas mesmas condições descritas anteriormente, com o objetivo de verificar possíveis mudanças nos valores médios dos parâmetros de resistência mecânica e ductilidade obtidos para os fios no estado como recebido.

### **4.3. Ensaios *In Vivo***

A natureza aleatória dos ciclos de tensão em grande parte dos processos de fadiga que ocorrem durante o emprego de dispositivos dificulta a simulação dos mesmos em ensaios de laboratório, onde estes ciclos de tensão, freqüentemente, não apresentam alteração de amplitude e freqüência. Assim, a análise da vida restante em fadiga dos instrumentos endodônticos utilizados na formatação de canais radiculares curvos



representa uma oportunidade especial de levar em consideração esta natureza aleatória na análise do problema.

Para acompanhar adequadamente as condições de solicitação mecânica dos instrumentos *ProFile* empregados nos testes *in vivo*, foram realizadas tomadas radiográficas na posição buco-lingual dos dentes selecionados, buscando identificar a configuração anatômica do SCR e determinar o ângulo e o raio de curvatura dos canais, conforme definidos por Pruett *et al.* (1997). Estes parâmetros foram determinados projetando as imagens radiográficas no Projetor de Perfis, com aumento de 10x.

O emprego clínico dos instrumentos do Grupo Experimental 01 envolveu os seguintes procedimentos: obtenção de radiografias cêntricas de cada dente, para avaliação das condições anatômicas e determinação dos comprimentos aproximados dos canais, aplicação de anestesia apropriada, preparação da cavidade de acesso, localização dos orifícios dos canais e limpeza e formatação do sistema de canais radiculares. A formatação seguiu a técnica *crown-down*, conforme o protocolo clínico descrito na Tabela IV.1, em movimentos axiais contínuos, utilizando o hipoclorito de sódio (NaOCl) a 5,25% como solução irrigadora e Rc-prep (Premier Dental Products, Norristown, PA, EUA) como lubrificante. A pressão exercida sobre a peça de mão durante a formatação foi leve, não sendo os instrumentos forçados apicalmente ou mantidos na mesma profundidade por um tempo prolongado, cada instrumento não permanecendo por mais que 10s dentro do canal.

Cada jogo de instrumentos foi usado para formatar 10 canais com raio de curvatura médio de 4,4mm. Os instrumentos foram minuciosamente lavados, para a remoção mecânica de detritos, acondicionados em frascos de vidro e esterilizados após cada uso, em estufa previamente aquecida a 170° C, onde foram mantidos por uma hora (Cotone *et al.*, 1993). A velocidade de operação foi de 315rpm, tendo sido utilizado um motor elétrico endodôntico de alto torque (TC Motor 3000, Nouvag, Goldach, Suíça), selecionado em 10N.cm de torque e uma peça de mão com redução de 16:1 (WH 975, DentalWork, Burmoos, Áustria).

**Tabela IV.1** - Protocolo clínico.

- 
1. Radiografia pré-operatória e determinação do comprimento de trabalho provisório (CTP).  
Exploração com lima tipo-K calibre 8/10, utilizada para estabelecer a patência do canal.
  2. Pré-alargamento coronário para eliminação das interferências coronárias.  
Seqüência operatória:     *Orifice shaper 4 (50/.07)*  
                                  *Orifice shaper 3 (40/.06)*  
                                  *Orifice shaper 2 (30/.06)*  
                                  *ProFile 30/.06*  
                                  *ProFile 25/.06*  
                                  *ProFile 20/.06*
  3. Determinação do comprimento de patência do canal (CPC), através de localizador eletrônico de ápice Root ZX (J. Morita Corp. Kyoto, Japão).
  4. Preparo apical.  
Seqüência operatória:     *ProFile 30/.04*  
                                  *ProFile 25/.04*  
                                  *ProFile 20/.04*
  5. Modelagem final:  
Seqüência operatória:     *ProFile 30/.06*  
                                  *ProFile 25/.06*  
                                  *ProFile 20/.06*
  6. Recapitulação com a lima de patência tipo-K 10
- 

O protocolo clínico (Tabela IV.1) foi seguido com recapitulações, até que o comprimento de trabalho (CT) fosse alcançado, no mínimo por uma lima 20/.06, quando então a formatação foi considerada finalizada. O CT foi estabelecido a 0,5mm do comprimento de patência do canal (CPC).

Antes e após a formatação dos canais radiculares, os instrumentos do Grupo Experimental 01 foram avaliados por microscopia eletrônica de varredura – MEV (JSM 5410, Jeol, Tokyo, Japão), para observação de suas características superficiais. Os exames foram realizados através de imagens de elétrons secundários, registradas em intervalos que permitissem a observação das seções de corte perpendiculares ao feixe de elétrons, a partir da ponta dos instrumentos até a 6<sup>a</sup> estria da seção de corte, esta última

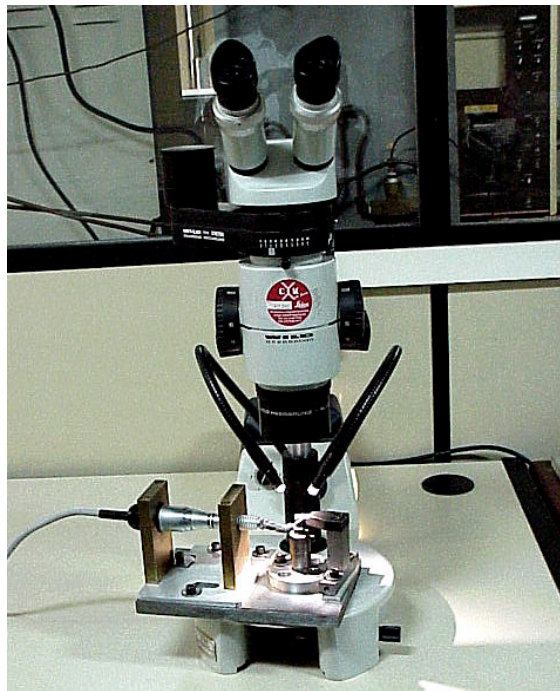
localizada a 4,6mm da ponta (Martins, 2003), abrangendo a região submetida às condições mais severas de deformação cíclica durante a formatação de canais curvos.

Em seguida, os instrumentos do Grupo Experimental 01 foram ensaiados em fadiga até a ruptura, nas mesmas condições de ensaio do Grupo Controle 01. A comparação dos resultados dos ensaios de fadiga nos dois grupos permitiu avaliar a vida útil restante dos instrumentos utilizados na prática clínica.

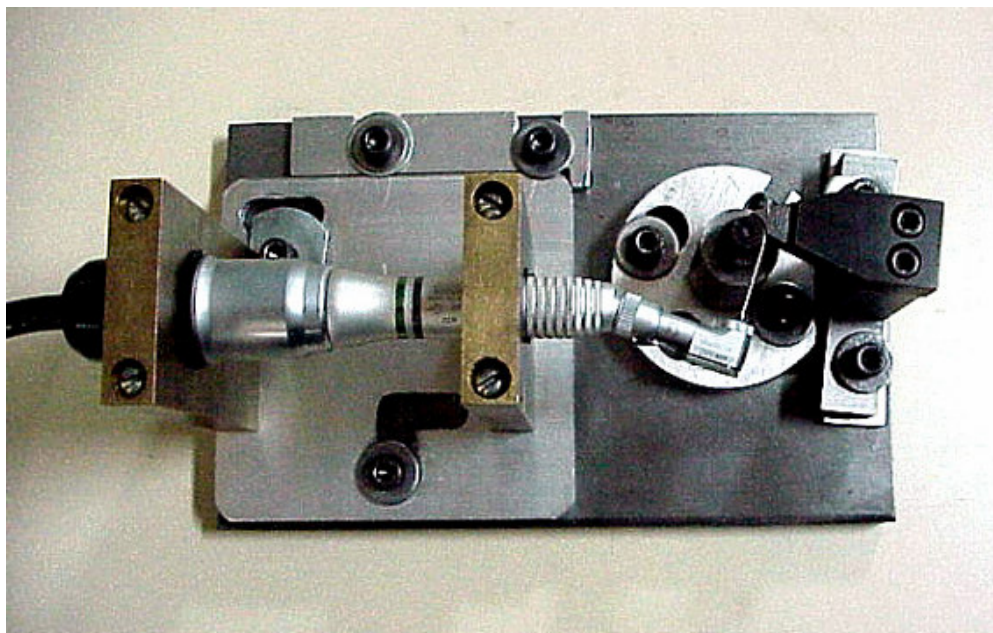
#### **4.4. Ensaio de Fadiga**

Os ensaios de fadiga foram realizados em um dispositivo de bancada desenvolvido em trabalhos anteriores (Melo, 1999, Martins, 2003), que permite a livre rotação dos instrumentos em um canal artificial curvo, simulando a condição geométrica limite da instrumentação rotatória na prática clínica, considerando apenas os esforços de flexão na região de curvatura máxima. Com o objetivo de manter a localização do ponto de flexão máxima no canal artificial semelhante àquela estabelecida no estudo *in vivo*, os instrumentos foram mantidos dentro do canal sem que 1 ou 2mm da ponta girassem livres fora do mesmo. Os ensaios foram monitorados posicionando a bancada de fadiga sob uma lupa estereomicroscópica, como mostrado na Figura 4.2.

O dispositivo de ensaio de fadiga, mostrado em detalhe na Figura 4.3, consiste de uma base de aço carbono com suportes para fixação da peça de mão e do canal artificial. A peça de mão é presa por dois suportes de latão que, por sua vez, são fixados em uma base móvel. Assim, uma vez ajustadas todas as partes da bancada, o único conjunto que pode ser movido é o da peça de mão. Este conjunto pode movimentar-se na direção horizontal, permitindo a troca de instrumentos e seu retorno à posição de teste. Nesta posição, o ajuste da plataforma móvel a um batente previamente regulado garante que os instrumentos sejam ensaiados na mesma posição, ou seja, com o ponto de curvatura máxima na mesma região do instrumento.



**Figura 4.2** – Bancada de teste posicionada na lupa estereomicroscópica.

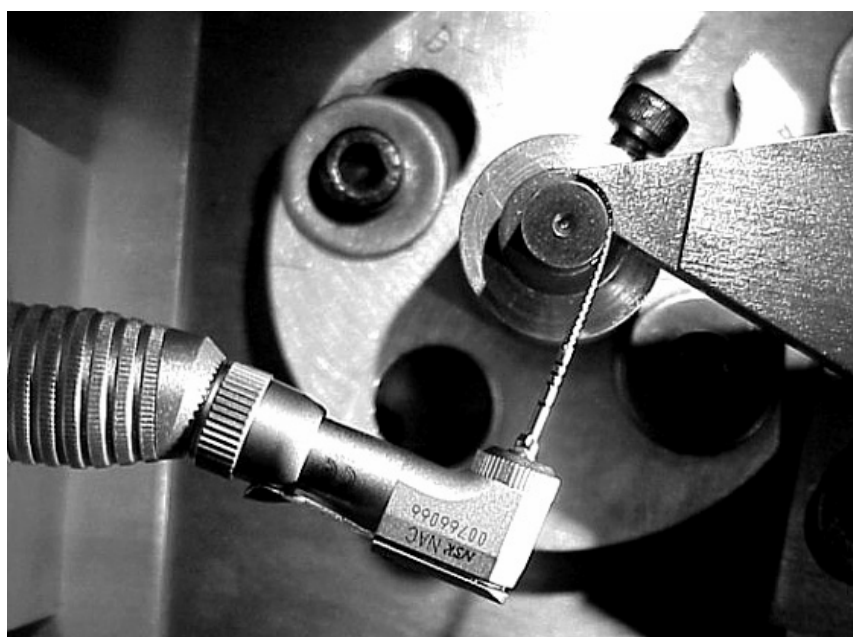


**Figura 4.3** - Dispositivo de bancada para ensaios de fadiga.

Conforme mostrado na Figura 4.4, o canal artificial é formado por uma peça de aço ferramenta ABNT H13, usinada na forma de um arco cuja curvatura se ajusta a um cilindro guia, feito do mesmo material, com raio de 5 mm. Após a usinagem, o canal artificial foi temperado, para impedir o desgaste pelos instrumentos ensaiados,

especialmente os de maior diâmetro, o que poderia alterar o raio de curvatura especificado. A geometria do canal artificial, caracterizada por seu ângulo e raio de curvatura de 45° e 5mm, respectivamente, foi escolhida com base em valores médios destes parâmetros obtidos na literatura (Pruett et al., 1997; Haikel et al., 1999; Gambarini, 2001a, 2001b; Yared et al., 2001, 2002) e confirmados recentemente pelo exame das raízes mesiais de 82 molares inferiores extraídos (Martins et al., 2002; Martins, 2003).

O posicionamento dos instrumentos no canal artificial, de forma a definir o ponto de curvatura máxima em torno de 3 mm da ponta, foi realizado considerando a avaliação dos instrumentos usados nos ensaios *in vivo*. As imagens obtidas por MEV dos instrumentos utilizados na formação dos canais radiculares mostraram que a incidência de microtrincas na superfície destes instrumentos se deu no intervalo entre a 2ª e 5ª estrias, com maior prevalência entre as 2ª e 3ª estrias. A medida da distância dessa região em relação à ponta do instrumento, realizada em um projetor de perfis (Mitutoyo, Tokyo, Japão), revelou que a fadiga dos instrumentos ocorre, em média, entre 1,4 e 3,8mm da ponta do mesmo. Portanto, no dispositivo desenvolvido para os ensaios de fadiga, o instrumento foi posicionado de forma a manter a curvatura máxima nesta posição.



**Figura 4.4** - Instrumento posicionado no canal artificial de aço temperado.

A peça de mão (WH 975, DentalWork, Burmoos, Áustria) possui redução de 16:1 e o acionamento das limas foi realizado utilizando um motor elétrico endodôntico de baixa rotação e controle de torque (Endo-Plus, VK-Driller, São Paulo, SP, Brasil). O motor foi operado a 250rpm e programado para exercer um torque máximo de 5N.cm (0,05N.m). Desta forma, erros de montagem como pressão do canal artificial sobre o instrumento, ocasionando tensões de atrito excessivas entre o instrumento e as paredes do canal artificial, seriam comunicadas ao operador pelo aparelho e o ensaio interrompido. Durante os ensaios, o atrito foi minimizado pelo emprego de óleo de silicone como lubrificante. O tempo de ensaio foi registrado utilizando um cronômetro digital. O número de ciclos até a fratura (NCF) foi obtido multiplicando-se a velocidade de rotação pelo tempo até a fratura.

Os 10 jogos de instrumentos *ProFile* sem uso, compondo o Grupo Controle 01, foram ensaiados até a ruptura na bancada de fadiga, para estabelecer o número médio de ciclos até a fratura (NCF) que cada instrumento pode realizar.

Em seguida, os 15 jogos de instrumentos *ProFile* utilizados nos ensaios *in vivo* foram ensaiados na mesma bancada, para estabelecer o NCF destes instrumentos e compará-lo aos valores obtidos pelos instrumentos do Grupo Controle 01, refletindo a vida restante em fadiga dos instrumentos *ProFile* após o preparo de 10 canais radiculares curvos.

Os 20 jogos de instrumentos *ProFile*, compondo os Grupos Experimentais 02 e 03, foram ensaiados na bancada para testes de fadiga até 1/2 e 3/4 de sua vida em fadiga, respectivamente, com o objetivo de se avaliar o efeito da deformação cíclica sobre a resistência à torção do instrumento, quando da sua ruptura no ensaio de torção.

#### **4.5. Ensaio de Torção**

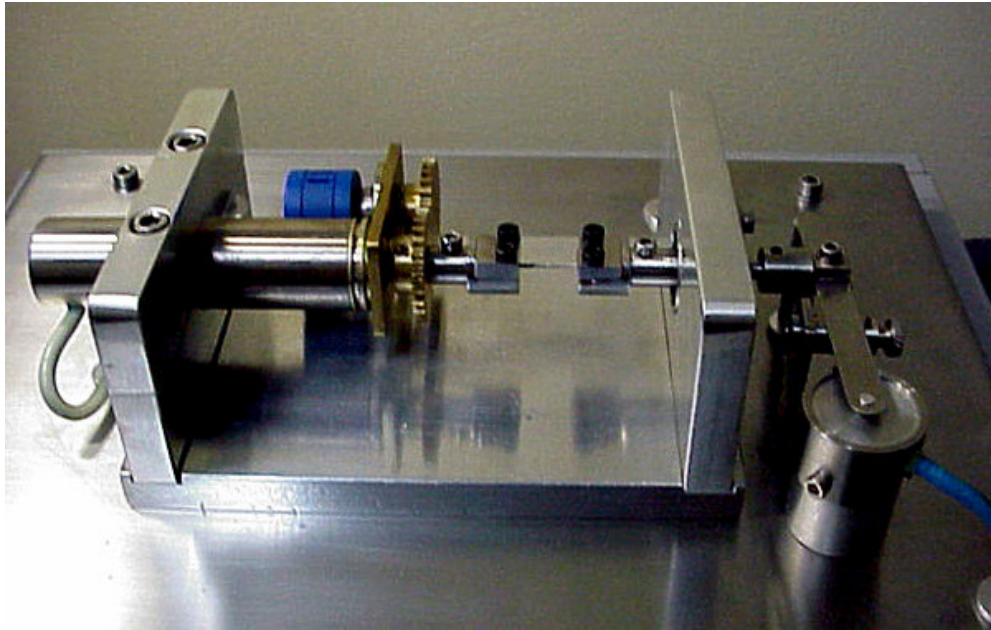
Para os ensaios de torção foi projetada e construída uma máquina de torção para teste em bancada pela empresa Analógica Ltda. (Belo Horizonte, MG, Brasil). Este dispositivo dispõe de um indicador de processo (Eurotherm 2408i, exatidão de 1% e

reprodutibilidade melhor que 0,1% da faixa), para monitorar e fornecer o torque instantâneo, e um controlador de processo (Eurotherm 2416, com linearidade de 0,5%, reprodutibilidade de 0,01%, rotação máxima de 5 rotações e resolução melhor que 500 pontos por rotação), que monitora e fornece os valores correspondentes de deflexão angular. A medição de torque é realizada utilizando uma célula de carga, que através de um braço de alavanca mede o torque sobre o eixo que suporta a ponta de fixação do instrumento (Fig. 4.5). Esta célula possui capacidade de até 500gf e está conectada ao indicador de processo. A medição e controle do ângulo de rotação são realizados através de um transdutor de posição angular do tipo resistivo, conectado ao controlador de processo. O dispositivo de ensaio possui, ainda, um programa para aquisição e processamento dos dados, especialmente desenvolvido para comunicação com os instrumentos de leitura de carga e ângulo de rotação.

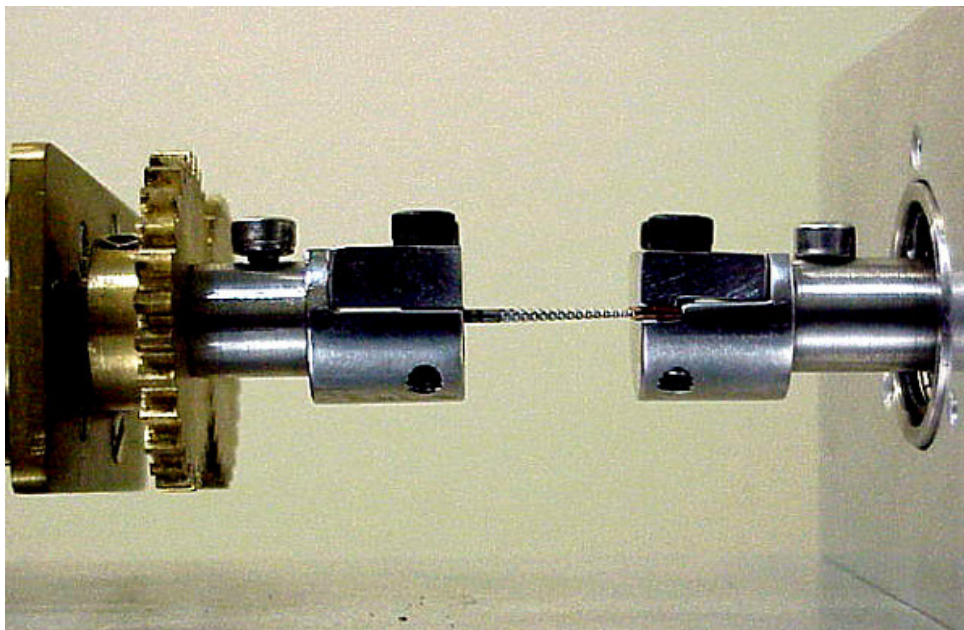
Após o registro da velocidade de rotação angular no controlador de rotação (2rpm no sentido horário, em todos os ensaios) e da carga máxima de segurança da célula de carga no indicador de carga (de acordo com o diâmetro do instrumento), a posição do motor é “zerada” e a amostra posicionada.

Para a colocação do instrumento *ProFile* na máquina de teste, seu cabo foi removido, com um alicate adequado, no ponto de união do cabo com a haste. A haste foi então introduzida na garra de acionamento. Os 3mm da ponta do instrumento foram presos na outra garra conectada à célula de carga. O posicionamento adequado da ponta do instrumento foi feito com o auxílio de um batente de 3mm de profundidade, usinado na parte inferior da garra. O aprisionamento seguro da ponta do instrumento foi feito utilizando duas chapas de cobre recozido, de 0,3mm de espessura, posicionadas entre o instrumento e as garras (Fig.4.6).

Desta forma, foram ensaiados 10 jogos de instrumentos *ProFile* sem uso para determinação dos valores médios de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima – Grupo Controle 02.



**Figura 4.5** – Dispositivo de bancada para teste de torção.



**Figura 4. 6-** Instrumento *ProFile* preso pelas garras do dispositivo para teste de torção.

Os 20 jogos de instrumentos *ProFile*, ensaiados em bancada para teste de fadiga até 1/2 e 3/4 da vida em fadiga (10 jogos para cada modalidade), foram em seguida ensaiados em torção até a ruptura, para avaliação do efeito da deformação cíclica sobre a resistência à torção de cada instrumento – Grupos Experimentais 02 e 03.



#### **4.6. Caracterização da Superfície dos Instrumentos Ensaiaados**

Três instrumentos *ProFile* de cada calibre e *taper*, sem uso, foram analisados por MEV (JSM 5410, Jeol, Tokyo, Japão) para verificação das características superficiais normalmente apresentadas por estes instrumentos.

Três instrumentos de cada calibre e *taper*, retirados aleatoriamente dos 15 jogos de instrumentos *ProFile* utilizados nos ensaios *in vivo*, antes do ensaio até a ruptura na bancada para teste de fadiga, foram também examinados por MEV, com o objetivo de avaliar as alterações superficiais decorrentes da formatação de 10 canais radiculares curvos e compará-las às características observadas nos instrumentos sem uso. Ênfase especial foi dada à ocorrência e localização de microtrincas na superfície dos instrumentos examinados.

Finalmente, três instrumentos de cada calibre e *taper*, retirados aleatoriamente dos jogos de instrumentos submetidos aos testes de fadiga interrompidos (Grupos Experimentais 02 e 03) foram analisados por MEV, antes dos ensaios de torção até a ruptura, visando comparar suas características superficiais e a presença e localização de microtrincas com aquelas encontradas nos instrumentos do Grupo Experimental 01.

#### **4.7. Análise das Superfícies de Fratura**

As superfícies de fratura de alguns dos instrumentos ensaiados até a ruptura em fadiga e em torção foram analisadas por MEV (JSM 6360, Jeol, Tokyo, Japão). Para estas observações, foram escolhidos aleatoriamente três instrumentos, um de cada tipo, em cada um dos grupos.

As superfícies de fratura dos fios de NiTi submetidos a ensaios de tração até a ruptura e aqueles submetidos a 100 ciclos de carga e descarga até 4% de deformação antes da ruptura em tração, foram também analisadas por MEV, no sentido de comparar as

características decorrentes das diferentes formas de carregamento, a saber, tração, flexão, flexão seguida de tração e flexão seguida de torção.

#### 4.8. Análise Estatística

Para alcançar os objetivos do trabalho, testes comparativos de resistência à fadiga, medida pelo número de ciclos até a fratura, e da posição da fratura em relação ao comprimento total do instrumento (25mm), foram realizados entre os instrumentos do Grupo Controle 01 (instrumentos sem uso) e do Grupo Experimental 01 (instrumentos submetidos aos experimentos *in vivo*).

Da mesma forma, testes comparativos foram realizados entre os resultados obtidos nos ensaios de torção, relativos ao torque máximo até a fratura e à deflexão angular máxima, nos instrumentos do Grupo Controle 02 (instrumentos sem uso), Grupo Experimental 02 (instrumentos submetidos a ensaios de fadiga em bancada até 1/2 de sua vida útil) e Grupo Experimental 03 (instrumentos submetidos a ensaios de fadiga em bancada até 3/4 de sua vida útil).

Estas comparações foram feitas através de testes de hipóteses, nos quais uma afirmação sobre a probabilidade de um determinado tratamento modificar ou não uma certa propriedade é avaliada com base em valores dessa propriedade, determinados experimentalmente, e no coeficiente de confiabilidade exigido na comparação.

No presente trabalho, o teste *t* de Student foi utilizado para avaliar a resistência à fadiga e o comportamento em torção dos instrumentos *ProFile* analisados. O principal requisito para aplicação deste teste é que os valores dos parâmetros analisados representem uma população em que os mesmos estejam normalmente distribuídos. A hipótese de normalidade na distribuição dos valores do número de ciclos até a fratura de instrumentos *ProFile*, com base nos resultados obtidos no mesmo dispositivo de testes empregado no presente trabalho, foi verificada por Martins (2003), comparando os

resultados estatísticos de testes paramétricos (*t* de Student) e não paramétricos (Kruskal-Wallis).

Assim, nos testes de hipóteses realizados, os valores médios dos parâmetros foram comparados usando a expressão (Meyer, 1970; Montgomery, 1991):

$$t_o = \frac{\bar{y}_1 - \bar{y}_2}{S_p \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}} \quad (4.1)$$

onde  $\bar{y}_1$  e  $\bar{y}_2$  são os valores médios determinados na amostragem,  $n_1$  e  $n_2$  são os tamanhos das amostras e  $S_p^2$  é uma estimativa da variância comum. Admitindo a possibilidade das amostras apresentarem variâncias diferentes,  $S_p^2$  é dada por:

$$S_p^2 = \frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{n_1 + n_2 - 2} \quad (4.2)$$

onde  $S_1^2$  e  $S_2^2$  são as variâncias das duas amostras individuais. A hipótese a ser testada é se os valores médios são iguais e isto é feito comparando o valor de  $|t_o|$ , determinado utilizando as equações 4.1 e 4.2, com o valor de *t* de Student correspondente ao número de graus de liberdade  $n_1 + n_2 - 2$  e ao coeficiente de confiabilidade,  $\alpha$ , escolhido. Assim, se

$$|t_o| > t_{(n_1+n_2-2), 1-\alpha} \quad (4.3)$$

então os valores médios do parâmetro *y* são diferentes e a probabilidade de que o teste de hipótese esteja errado, e portanto que as médias sejam iguais, é menor que  $1 - \alpha$ . O coeficiente de confiabilidade empregado nos testes de hipótese realizados no presente trabalho foi  $\alpha = 95\%$ . Para este nível de confiabilidade, que é empregado na maioria dos trabalhos na área de saúde humana (Soares e Siqueira, 1999), o valor da probabilidade

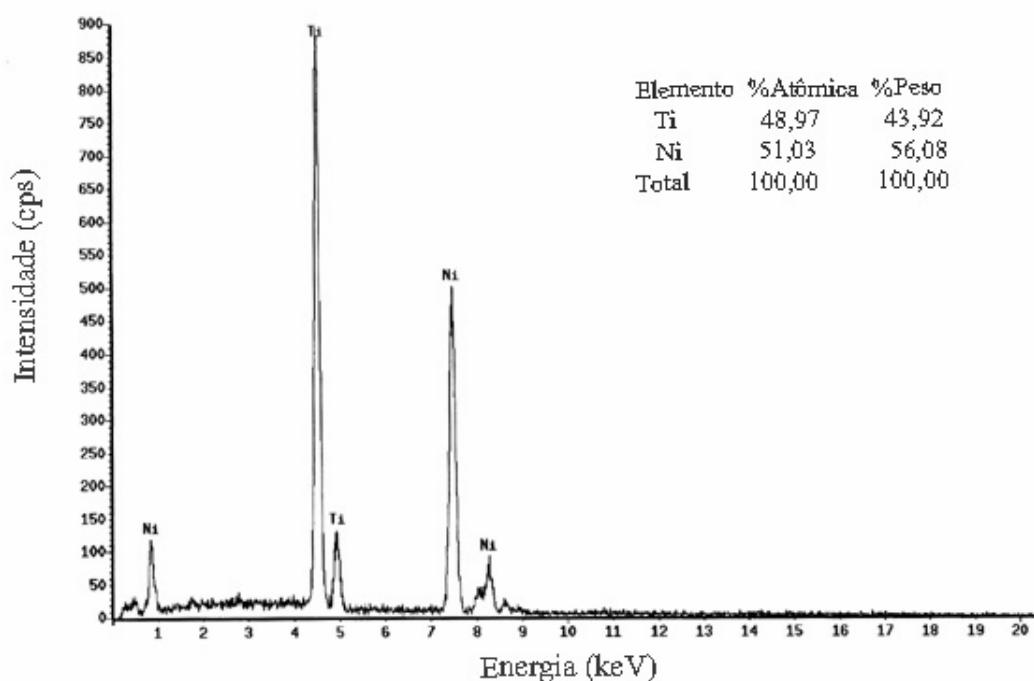
de significância  $p$ , que representa a chance de que a hipótese esteja correta e as médias sejam iguais quando a relação expressa na equação 4.3 for encontrada, é  $p \leq 0,05$ .

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Caracterização do Material

#### 5.1.1. Composição química

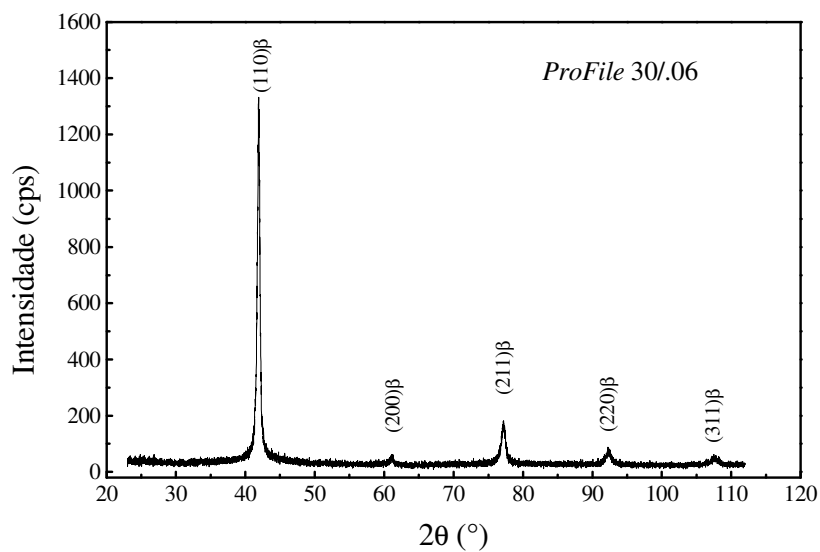
A análise química por Espectroscopia de Energia de Raios-X (EDS) realizada no microscópio eletrônico de varredura em diferentes áreas de instrumentos *ProFile 30/06* e de fios de NiTi empregados na confecção dos instrumentos mostrou que, em média (10 áreas, desvio padrão igual a 0,3%atNi), a liga utilizada tem a composição química 49%atTi-51%atNi (44%Ti-56%Ni em peso). Esta composição corresponde à fornecida pelo fabricante dos instrumentos *ProFile* (Dentsply-Maillefer, Ballaigues, Suíça). A Figura 5.1 mostra um espectro típico de EDS obtido em um instrumento *ProFile 30/06*.



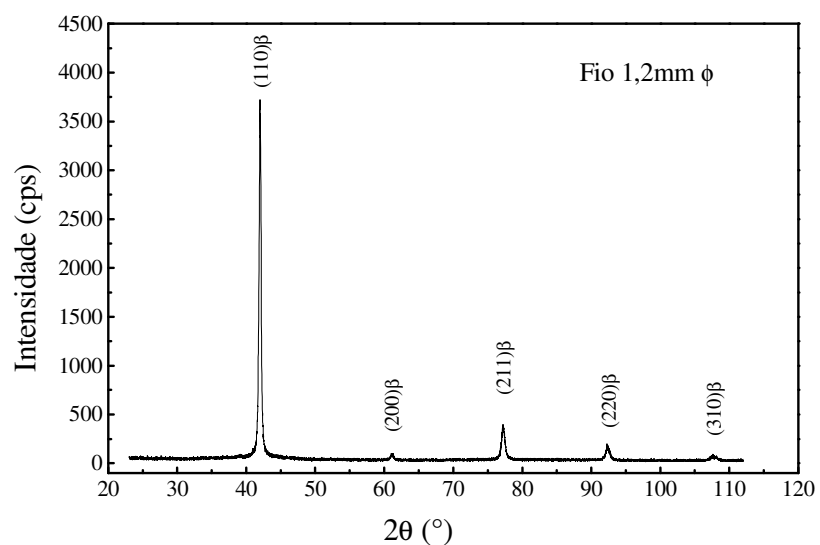
**Figura 5.1** – Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em uma área de um instrumento *ProFile 30/06*.

### 5.1.2. Fases presentes

Os difratogramas de raios-X obtidos nos instrumentos *ProFile 30/06* e nos fios de NiTi com 1,2mm de diâmetro são mostrados nas Figuras 5.2 e 5.3, respectivamente. Observe, nos dois difratogramas, apenas a presença da austenita (fase  $\beta$ , de estrutura B2). Resultado semelhante foi encontrado por Kuhn et al. (2001), em difratogramas de instrumentos *ProFile*, indicando que a liga era completamente austenítica à temperatura ambiente.



**Figura 5.2** - Difratograma obtido em instrumentos *ProFile 30/06*.



**Figura 5.3** - Difratograma obtido em fios de NiTi com 1,2mm de diâmetro, usados na fabricação dos instrumentos *ProFile*.

Embora a composição química da liga e o processo de fabricação dos instrumentos (descrito na seção 3.1), envolvendo trefilação e recozimento em baixas temperaturas, promovam as condições apropriadas à formação de finos precipitados de  $Ti_3Ni_4$  e ao aparecimento da fase R (Miyazaki e Otsuka, 1986; Thoma et al., 1995; Saburi, 1998; Otsuka e Ren, 1999; Huang e Liu, 2001), nenhuma evidência da presença destas fases foi observada nos difratogramas obtidos. É possível, que a temperatura e o tempo de recozimento dos fios trefilados, não definidos por Thompson (2000), tenham sido insuficientes para promover a precipitação de  $Ti_3Ni_4$  em quantidade que pudesse ser detectada por DRX.

### 5.1.2. Temperaturas de transformação

As temperaturas de transformação martensítica e reversa, determinadas por DSC em amostras de um instrumento *ProFile* 30/06 sem uso e dos fios de NiTi de 1,2mm de diâmetro, são mostradas na Tabela V.1. Verifica-se que a temperatura  $M_s$  encontra-se abaixo da temperatura ambiente, o que justifica a presença apenas da fase  $\beta$ , detectada na análise por difração de Raios-X. Conforme discutido anteriormente, e em concordância com os resultados de DRX, picos correspondentes à formação e transformação reversa da fase R não foram observados nas curvas de DSC. Resultados semelhantes foram obtidos por Kuhn e Jordan (2002) em instrumentos *ProFile* 20/04, tendo sido identificadas apenas a transformação de austenita para martensita no resfriamento e a transformação reversa de austenita para martensita no aquecimento, sem a ocorrência da fase R. Entretanto, os valores relatados pelos autores para as temperaturas de transformação martensítica e reversa, respectivamente 35 e 39°C em média, são maiores do que os encontrados no presente trabalho (Tabela V.1), além de serem incompatíveis com a ocorrência do efeito superelástico nas condições necessárias para emprego clínico do instrumento. De um modo geral, resultados de DSC em instrumentos de NiTi são escassos e contraditórios. Brantley et al. (2002), empregando a mesma técnica para determinação das temperaturas de transformação em instrumentos *ProFile* sem uso, encontraram valores de  $A_s$  variando entre -5 e -32°C e  $M_s$  entre -17 e 19°C, o que certamente está em desacordo com outros dados da literatura sobre ligas NiTi superelásticas (Otsuka e Wayman, 1998; Liu et al., 1999; Pelton et al., 2000).

**Tabela V.1** - Temperaturas de transformação martensítica e reversa de instrumentos *ProFile* 30/.06 e fios de 1,2mm de diâmetro determinadas por DSC.

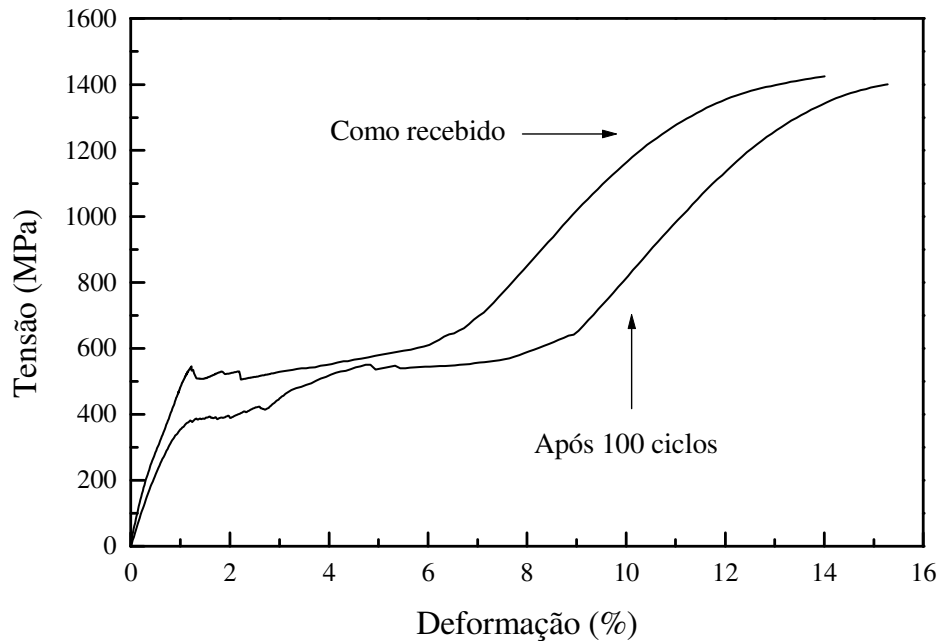
Material	Temperaturas de Transformação (°C)			
	Ms	Mf	As	Af
<i>ProFile</i> 30/.06	18,4	- 1,8	1,2	22,9
	18,5	- 6,1	8,8	22,0
	17,7	1,0	0,1	23,9
Média (Desvio)	18,2 (0,4)	-2,3 (3,6)	3,4 (4,7)	22,9 (1,0)
Fio de NiTi	16,4	-4,3	2,1	19,1
	18,9	-6,4	1,7	25,8
	17,2	-4,3	0,1	20,4
Média (Desvio)	17,5 (1,3)	-5,0 (1,2)	1,3 (1,1)	21,8 (3,6)

### 5.1.3. Propriedades mecânicas

As curvas tensão-deformação convencionais, determinadas mediante as médias de três testes, dos fios no estado como recebido e após 100 ciclos de carga-descarga ensaiados até a ruptura em tração, são mostradas na Figura 5.4. Em concordância aos resultados obtidos por DRX e DSC, não se observa, nessas curvas, o patamar de transformação da fase  $\beta$  para a fase R, que geralmente ocorre em baixas tensões e deformações, conforme discutido na seção 3.4. O pico de tensão no início do patamar superelástico na curva tensão-deformação se refere à tensão necessária à nucleação de variantes de martensita na austenita, enquanto que a sua queda abrupta está associada ao fato de que a propagação das variantes de martensita convenientemente orientadas requer menor tensão do que aquela necessária para a sua nucleação na austenita (Krishnan et al., 1974; Saw e Kyriakides, 1995; Huang e Liu, 2001). O fluxo descontínuo no patamar de transformação das curvas mostradas na Fig. 5.4 está associado à nucleação heterogênea da martensita e à propagação localizada, tipo bandas de Lüders, da deformação associada à transformação de fase (Saw e Kyriakides, 1995; Heckmann e Hornbogen, 2002; Sun e Li, 2002).



Os valores médios dos parâmetros que descrevem o comportamento em tração dos fios de NiTi são mostrados na Tabela V.2. Na mesma tabela, são apresentados os valores médios da tensão de transformação, do limite de resistência e da deformação até a fratura dos fios submetidos a 100 ciclos de carga e descarga até 4% de deformação em tração.



**Figura 5.4** - Curvas tensão-deformação convencionais médias até a ruptura em tração (3 testes cada), obtidas para os fios no estado como recebido e após 100 ciclos de carga-descarga até 4% de deformação em tração.

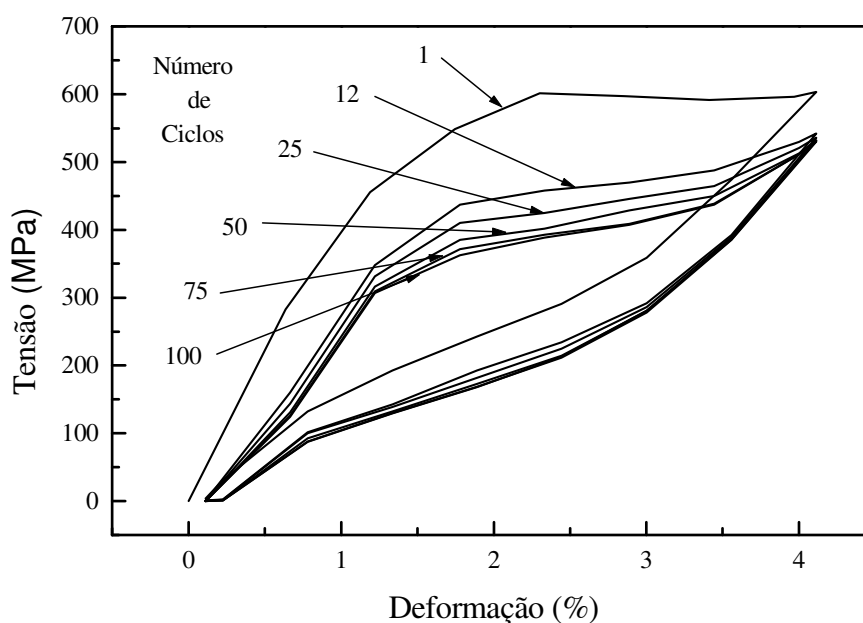
Os resultados apresentados na Figura 5.4 e resumidos na Tabela V.2 mostram que os parâmetros de resistência mecânica e ductilidade dos fios de NiTi são apenas levemente influenciados por 100 ciclos de carga e descarga até 4% de deformação em tração. O limite de resistência e a deformação até a fratura praticamente não mudam, merecendo destaque apenas a observação de que a deformação no patamar de transformação aumentou em cerca de 25% nos fios ciclados 100 vezes, em relação aos fios no estado como recebido. Estes resultados estão de acordo com os de Tolomeo et al. (2000), que avaliaram a diferença entre as propriedades mecânicas em carregamentos monotônico e cíclico em *stents* arteriolares de NiTi superelástico. Como no presente estudo, a variação das tensões nas curvas tensão-deformação ocorreu principalmente no patamar

superelástico, com menores diferenças na região elástica, antes do patamar de transformação, e para deformações mais altas, além dessa região.

**Tabela V.2** – Valores médios (desvio padrão) da tensão de transformação, limite de resistência e deformação até a fratura de fios nas condições como recebidos e após 100 ciclos de carga e descarga até 4% de deformação em tração.

Propriedade	Condição	
	Como recebido	Ciclado 100 vezes
Tensão de Transformação (MPa)	550 (7,5)	404 (21,3)
Limite de Resistência (MPa)	1.404 (7,0)	1.403 (18,1)
Deformação até a Fratura (%)	11,2 (0,9)	12,4 (0,3)

As curvas tensão-deformação, obtidas nos ensaios com carregamento cíclico em tração até 4% de deformação e descarga, são mostradas na Figura 5.5, para o primeiro ciclo e para os ciclos de número 12, 25, 50, 75 e 100.



**Figura 5.5** – Curvas tensão-deformação cíclicas, para carregamento em tração até 4% de deformação e descarga, obtidas em fios de NiTi utilizados na fabricação dos instrumentos *ProFile*.

As curvas apresentadas na Figura 5.5 mostram as tensões de início e final das transformações martensítica e reversa decrescendo com o aumento do número de ciclos. Após 100 ciclos, a tensão de início da transformação martensítica diminuiu em cerca de 26,5% de seu valor no estado como recebido. Além disso, a deformação não recuperável aumentou com a ciclagem, variando de aproximadamente 0,1% até cerca de 0,25% após 100 ciclos. Observou-se, ainda, uma redução na histerese de tensão com o aumento no número de ciclos.

Em resumo, as variações no comportamento do material sob carga e descarga ocorrem nos primeiros ciclos e se caracterizam, principalmente, pela diminuição na inclinação do patamar de transformação e da tensão de transformação, que tendem a estabilizar-se a medida que o número de ciclos aumenta. Esta estabilização indica, possivelmente, o efeito de “saturação” da subestrutura, isto é, as mudanças adicionais na estrutura de deslocações e maclas, são desprezíveis para a faixa de deformação aplicada (McKelvey e Ritchie, 1999).

O comportamento cíclico sob carga e descarga dos fios de NiTi analisados é semelhante ao registrado por vários autores (Melton e Mercier, 1979; Miyazaki et al., 1982, 1986; Tobushi et al., 1992, 1996; McKelvey e Ritchie, 1999). A deformação residual é justificada, por estes autores, pela geração de deslocações durante a deformação cíclica e pela presença de placas de martensita remanescentes. A tensão interna, gerada pelas deslocações e pela presença de variantes de martensita não transformada, contribui para a formação de martensita induzida por tensão, resultando em decréscimo na tensão de transformação.

A subestrutura da martensita em ligas NiTi deformadas até 4% em tração foi descrita por Xie et al. (1998) e Liu et al. (1998, 1999), obtidas por microscopia eletrônica de transmissão, dos mecanismos de demaclação e reorientação de variantes. De acordo com esses autores, não ocorre deformação plástica significativa, com aumento na densidade de deslocações, na maioria das variantes de martensita submetidas a esta solitação mecânica. Entretanto, uma grande densidade de defeitos se forma no plano de junção de certo tipo de variantes, associadas a maclas compostas. Como resultado da

reorientação das variantes de martensita, as deslocções são rearranjadas, dando origem aos efeitos macroscópicos observados neste estudo, como a diminuição das tensões de início e final das transformações martensítica e reversa, bem como a diminuição da inclinação do patamar de transformação e da histerese de tensão.

A relativa estabilidade da superelasticidade da liga NiTi sob carregamento cíclico observada neste estudo, se deve, provavelmente, aos efeitos do tratamento termomecânico realizado no preparo dos fios de NiTi usado na fabricação dos instrumentos *ProFile* (Thompson, 2000). Saburi (1998) constatou que a superelasticidade das ligas NiTi pode ser melhorada de forma substancial pelo tratamento termomecânico, que aumenta efetivamente a resistência à deformação por escorregamento. Nas ligas NiTi com teor de Ni um pouco acima de 50%at, a deformação a frio combinada com recozimento em baixa temperatura dão origem à recuperação da microestrutura, com o rearranjo das deslocções, e à precipitação da fase de transição  $Ti_3Ni_4$  na forma de pequenas partículas coerentes e finamente dispersas na matriz, aumentando a tensão de fluxo plástico, a tensão de transformação martensítica, bem como o limite de resistência do material, em relação à liga após solubilização (Miyazaki e Otsuka, 1986; Thoma et al., 1995; Saburi, 1998; Huang e Liu, 2001; Heckmann e Hornbogen, 2002). Foi observado por Heckmann e Hornbogen (2002) que estes defeitos primários (deslocções e precipitados), intencionalmente introduzidos, aumentam a tensão de fluxo plástico que, por sua vez, estabiliza o material contra a geração adicional de defeitos durante a ciclagem mecânica, resultando em uma subestrutura mais resistente à fadiga. Em resumo, as propriedades finais do componente de NiTi são determinadas, em grande extensão, pela combinação da quantidade de trabalho a frio, do tempo e da temperatura usados no tratamento térmico final (Russel, 2001).

## 5.2. Ensaio *In Vivo*

A geometria dos canais radiculares curvos formatados nos ensaios *in vivo*, avaliada pela medida do ângulo e do raio de curvatura nas radiografias de estudo, utilizando o projetor de perfis, apresentou valores médios de 32,9° e 4,4mm, respectivamente.

Nenhum instrumento sofreu fratura intra-canal nem apresentou sinais visíveis de deformação plástica durante a formatação dos 150 canais radiculares curvos de molares (vestibulares de molares superiores e mesiais de molares inferiores). Possivelmente, a ausência de fratura se deve ao fato de que os instrumentos foram operados com movimento axial contínuo, sem permitir que fossem mantidos na mesma profundidade por um tempo prolongado; o tempo de trabalho de cada instrumento no canal não ultrapassou 10s e a pressão apical exercida foi muito leve durante todo o preparo. Além disso, a formatação dos canais curvos foi realizada por um endodontista experiente com o sistema *ProFile*, seguindo as diretrizes técnicas anteriormente citadas. Por isto, nenhum instrumento foi descartado nas análises subsequentes aos ensaios *in vivo*.

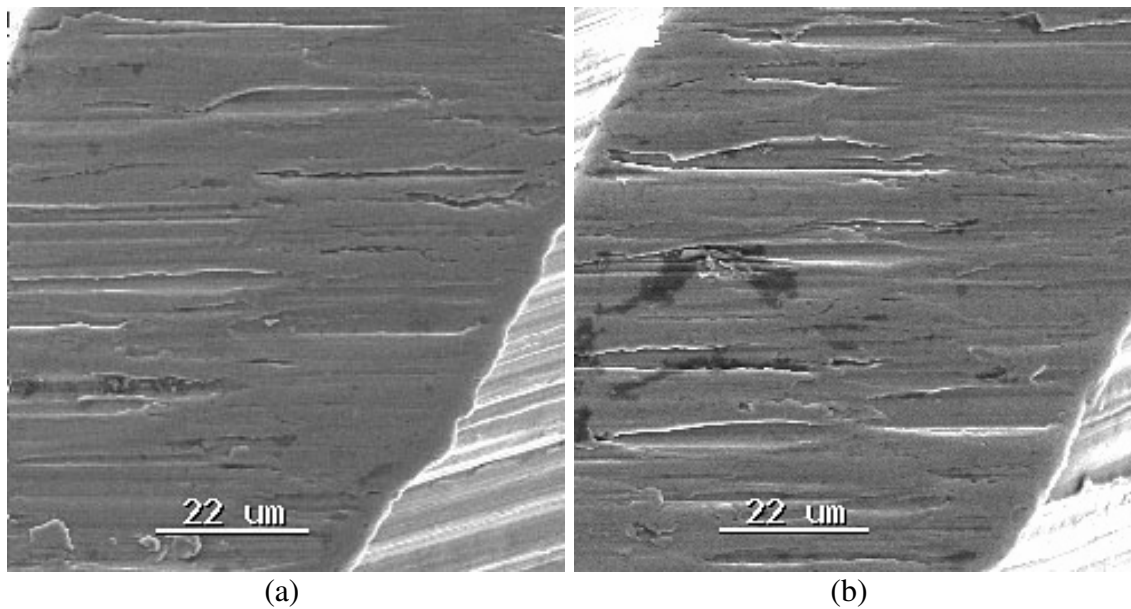
Os resultados da literatura (Barbakow e Lutz, 1997; Yared et al., 1999a,b; Yared et al., 2001, Yared et al., 2002) confirmam a necessidade de treinamento e experiência do operador com os sistemas rotatórios, no sentido de se reduzir a incidência de complicações como aprisionamento da ponta, deformação e/ou fratura dos instrumentos.

### 5.2.1. Análise da superfície dos instrumentos

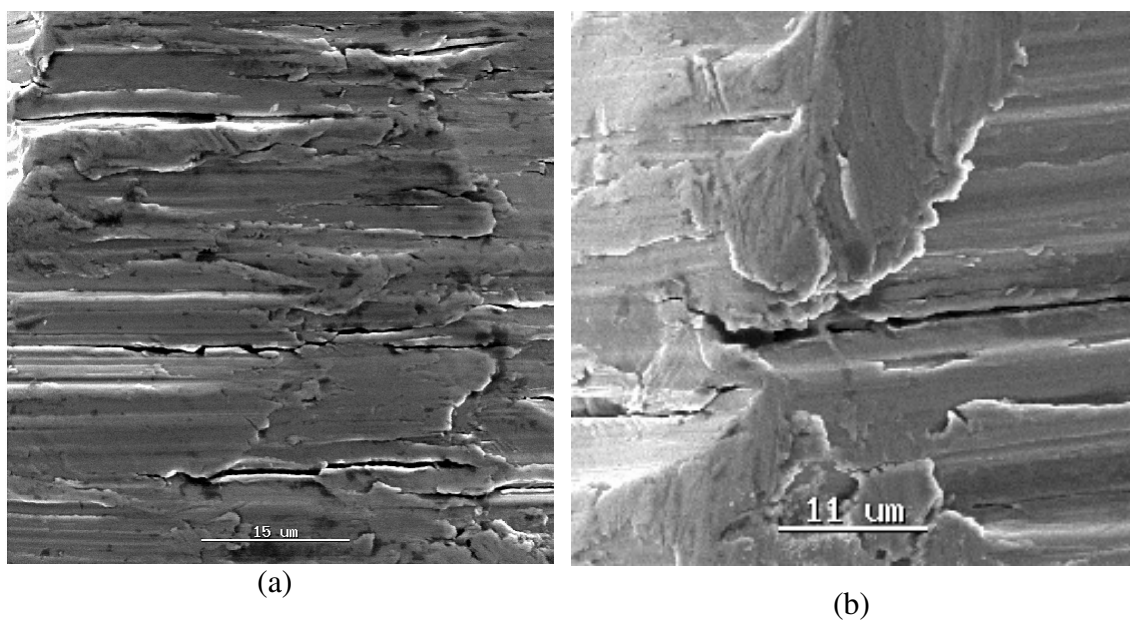
A superfície dos instrumentos sem uso e após seu emprego nos ensaios *in vivo* foi examinada por MEV, conforme descrito na seção 4.2. As características da superfície dos instrumentos sem uso observadas neste trabalho (Fig. 5.6) são bem conhecidas e estão registradas na literatura (Marending et al., 1998; Eggert et al., 1999; Melo, 1999; Buono et al., 2002; Martins et al., 2002; Martins, 2003).

Nos instrumentos utilizados na formatação de canais radiculares curvos, foram observadas as seguintes ocorrências: (1) sulcos de usinagem alargados e aprofundados,

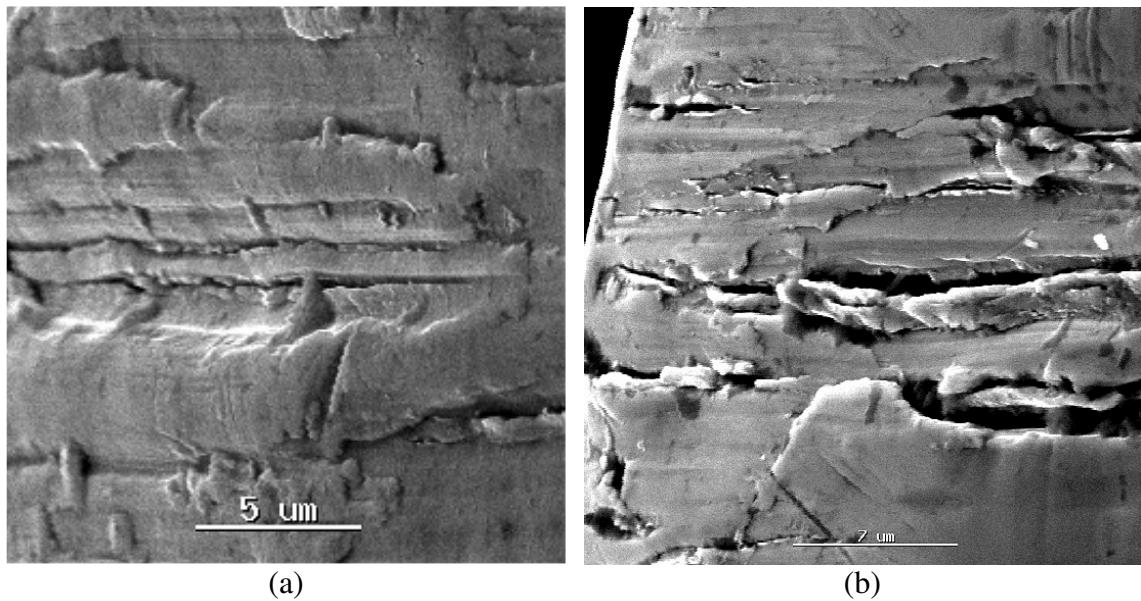
(2) escoamento superficial de material nos planos radiais, (3) presença de dobras de material e, principalmente, (4) presença de numerosas trincas, conforme ilustrado nas Figuras 5.7 a 5.9.



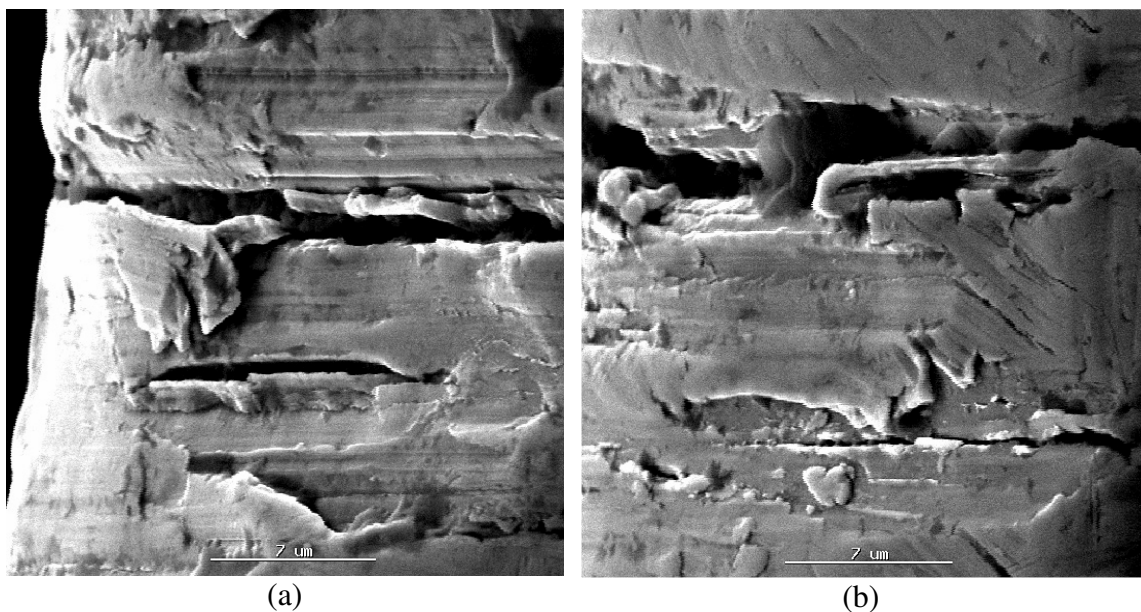
**Figura 5.6** - Sulcos de usinagem e manchas em instrumentos *ProFile* (a) 25/.06 e (b) 30/.06 sem uso.



**Figura 5.7** - Trincas em instrumentos *ProFile* (a) 25/.06 e (b) 30/.04, após a formação de 10 canais radiculares curvos.



**Figura 5.8** - Trincas em instrumentos *ProFile* (a) 30/.04 e (b) 25/.04, após a formação de 10 canais radiculares curvos.



**Figura 5.9** - Trincas em instrumento *ProFile* 25/.04, após a formação de 10 canais radiculares curvos, (a) e (b).

As imagens obtidas por MEV dos instrumentos ensaiados *in vivo* mostraram que a incidência de microtrincas na superfície destes instrumentos se deu no intervalo entre a 2<sup>a</sup> e 5<sup>a</sup> estrias, com maior prevalência entre as 2<sup>a</sup> e 3<sup>a</sup> estrias (Tabela V.3). A medida da

distância dessa região em relação à ponta das limas, realizada no projetor de perfis, revelou que a fadiga dos instrumentos durante o preparo de canais radiculares curvos ocorre, em média, entre 1,4 e 3,8mm da ponta dos mesmos. Esta medida coincide com o segmento do instrumento endodôntico operando na região de curvatura máxima dos canais radiculares curvos, conforme já mencionado. Este é um dado importante e foi utilizado na confecção do canal artificial empregado no dispositivo de bancada para testes de fadiga, com o objetivo de simular as condições geométricas apropriadas para avaliação da vida restante em fadiga dos instrumentos utilizados na prática clínica.

**Tabela V.3** - Ocorrência de trincas em instrumentos *ProFile* .04 e .06 usados em dez canais curvos de molares (%).

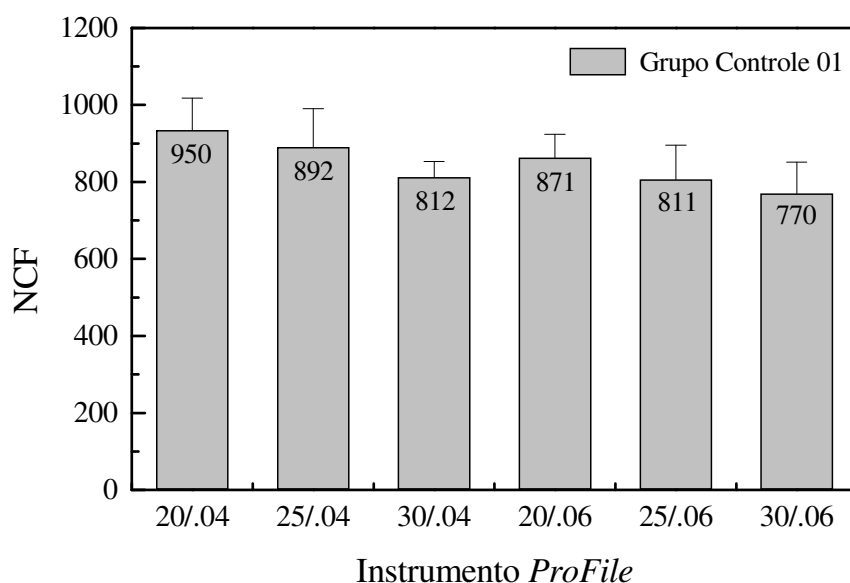
Instrumento	1ª Estria	2ª Estria	3ª Estria	4ª Estria	5ª Estria	6ª Estria
30/.06	17	100	100	83	60	80
25/.06	33	100	100	100	100	100
20/.06	67	100	100	100	100	80
30/.04	50	100	100	100	100	100
25/.04	60	100	100	100	100	83
20/.04	67	100	100	100	100	50

### 5.3. Ensaaios de Fadiga

#### 5.3.1. Grupo Controle 01

Os 60 instrumentos *ProFile* sem uso (10 de cada calibre e *taper* – 20/.04, 25/.04, 30/.04, 20/.06, 25/.06 e 30/.06), que compõem o Grupo Controle 01, quando ensaiados em dispositivo de bancada até a ruptura por fadiga, apresentaram os valores médios de número de ciclos até a fratura (NCF) e de posição da fratura em relação ao comprimento total do instrumento (25mm) mostrados na Figura 5.10 e na Tabela V.4, respectivamente. O Apêndice I apresenta todos os valores medidos para todos os instrumentos *ProFile* sem uso ensaiados em fadiga.





**Figura 5.10** – Valores médios do NCF para instrumentos *ProFile* sem uso – Grupo Controle 01.

**Tabela V.4** - Valores médios da posição da fratura em relação ao comprimento total (25mm) de instrumentos *ProFile* .04 e .06 sem uso – Grupo Controle 01.

Instrumento <i>ProFile</i>	Posição da Fratura (mm)	
	Grupo Controle 01	Desvio Padrão
20/.04	21,8	0,3
25/.04	21,9	0,3
30/.04	22,0	0,1
20/.06	21,9	0,2
25/.06	21,8	0,3
30/.06	22,0	0,3

Os resultados apresentados na Figura 5.10 indicam que os instrumentos de menor calibre de ponta são mais resistentes à fadiga, isto é, apresentam maiores valores médios de NCF, quando testados em bancada de fadiga até a ruptura. De um modo geral, o mesmo comportamento apontado acima foi observado por outros autores, tais como

Haikel et al. (1999), Yared et al. (1999), Yared et al. (2000), Gambarini (2001a) e Gambarini (2001b), quando estudaram o comportamento em fadiga de instrumentos *ProFile*.

A geometria do canal radicular é determinante no comportamento em fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi em seu emprego clínico, uma vez que os níveis de deformação atingidos dependem do raio de curvatura do canal e da posição do ponto de flexão máxima em relação à ponta do instrumento. Este último parâmetro determina, para cada calibre de ponta e *taper*, o diâmetro submetido à flexão máxima. Desta forma, a amplitude máxima de deformação na superfície do instrumento, na região de curvatura máxima do canal, é função dos parâmetros geométricos de ambos. Foi estabelecido que as condições mais severas de fadiga em instrumentos rotatórios de NiTi estão associadas a menores raios de curvatura do canal e a instrumentos mais calibrosos (Pruett et al., 1997; Haikel et al., 1999; Gambarini, 2001a, 2001b).

Com base na definição de *taper*,  $T$ , que é a variação relativa do diâmetro do instrumento em função do comprimento de sua parte ativa e de seu diâmetro de ponta (Seção 3.1),

$$D_L = D_o + TL \quad (5.1)$$

onde  $D_o$  é o diâmetro da ponta e  $D_L$  o diâmetro a uma distância  $L$  da ponta do instrumento, pode-se estimar o diâmetro de cada instrumento submetido à curvatura máxima do canal artificial, durante os ensaios de fadiga em bancada realizados neste trabalho.

O valor da amplitude de deformação em tração,  $\epsilon_a$ , na superfície de um instrumento de diâmetro  $D$ , inserido em um canal artificial de raio  $R$ , pode ser estimado através da expressão:

$$\epsilon_a = \left( \frac{2R}{D} - 1 \right)^{-1} \quad (5.2)$$

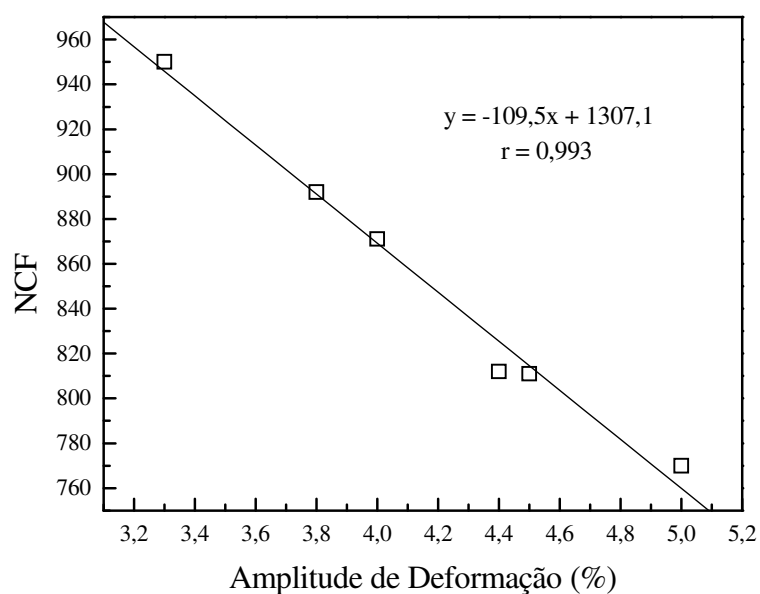
que é deduzida no Apêndice II, para uma barra cilíndrica de diâmetro  $D$ . Assim, aplicando as equações 5.1 e 5.2, obtêm-se os valores aproximados da amplitude máxima de deformação em cada um dos instrumentos testados. Os valores deste parâmetro, determinados considerando o raio de curvatura do canal artificial de 5mm e a posição média da fratura em relação à ponta dos instrumentos de 3mm, são apresentados na Tabela V.5.

**Tabela V.5** – Valores estimados da amplitude máxima de deformação a que cada instrumento *ProFile* .04 e .06 foi submetido no ponto de flexão máxima no interior do canal artificial.

Instrumento	$\epsilon_a$ (%)	Instrumento	$\epsilon_a$ (%)
20/.04	3,3	20/.06	4,0
25/.04	3,8	25/.06	4,5
30/.04	4,4	30/.06	5,0

A Figura 5.11 mostra a variação do número médio de ciclos até a fratura por fadiga para cada instrumento (Fig. 5.10) com a amplitude de deformação estimada (Tabela V.5). Observa-se uma variação linear, indicando que a resistência à fadiga dos instrumentos testados é inversamente proporcional à amplitude de deformação a que os mesmos foram submetidos.

Assim, no processo de fadiga de instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi, os instrumentos mais calibrosos não devem ser considerados mais seguros ou resistentes na prática clínica. De fato, deve ser esperado que os instrumentos com diâmetros maiores, devido às maiores amplitudes de deformação, fraturem em menor número de ciclos do que aqueles com diâmetros menores, o que sugere o descarte precoce dos primeiros para obtenção de maiores eficiência e segurança na clínica.



**Figura 5.11** – Variação do número de ciclos até a fratura, NCF, com a amplitude de deformação.

A comparação estatística entre o comportamento dos instrumentos *ProFile* do Grupo Controle 01 de mesmo calibre de ponta e *taper* diferente, agrupados dois a dois, com relação aos valores de NCF e à posição da fratura, é apresentada na Tabela V.6. A análise dos resultados mostra diferença significativa para valores de NCF entre os pares de instrumentos 20/.04 x 20/.06 e 25/.04 x 25/.06. Entretanto, os instrumentos 30/.04 e 30/.06 não apresentaram diferença estatisticamente significativa nos valores de NCF, embora a Figura 5.10 sugira esta diferença. Isto se deve provavelmente ao fato de que os valores estimados da amplitude de deformação na superfície destes instrumentos (Tabela V.5) sejam os maiores e que, portanto, os dois tipos de instrumento estejam operando em condições mais críticas do que os outros.

**Tabela V.6** - Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos *ProFile* .04 e .06 do Grupo Controle 01 em relação ao NCF e à posição da fratura – comparação entre instrumentos de mesmo calibre.

Grupo	NCF		Posição da Fratura	
	$t_o$	p	$t_o$	p
20/.04 x 20/.06	1,97	$\leq 0,05$	-0,73	$> 0,05$
25/.04 x 25/.06	2,80	$\leq 0,05$	0,75	$> 0,05$
30/.04 x 30/.06	1,77	$> 0,05$	0,00	$> 0,05$

Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

Os resultados relativos à posição da fratura apresentados na Tabela V.6 não apontam diferença significativa para nenhum dos instrumentos analisados. Este fato é uma indicação de que os instrumentos *ProFile* sem uso fraturaram sempre no ponto de flexão máxima do canal artificial, intencionalmente localizado, em média, a 3mm da ponta do instrumento.

Sob este aspecto, é importante mencionar que outros autores encontraram, em instrumentos semelhantes, valores maiores de NCF do que os apresentados na Figura 5.10 (Serene et al., 1995; Yared et al., 1999; Yared et al., 2000; Melo et al., 2002). Estes autores usaram tubos metálicos, com diâmetro interno variando de 1,5 a 2mm, ângulo de curvatura de  $90^\circ$  e raio de curvatura de 5mm, para simular a geometria do canal radicular. Os canais artificiais assim preparados, embora permitam a rotação livre do instrumento, não restringem suficientemente a sua haste. Nessas condições, a haste do instrumento, devido à sua tendência de voltar à posição retilínea, alinha-se em uma trajetória de maior raio dentro do tubo guia, particularmente nos tubos de maior diâmetro interno e menor ângulo de curvatura. Naturalmente, este efeito é mais pronunciado nos instrumentos de menor diâmetro. Assim, é possível que os maiores valores de NCF encontrados por estes autores em instrumentos de menor diâmetro sejam apenas o reflexo de particularidades associadas ao dispositivo de teste de fadiga empregado e não do comportamento real do instrumento.

Quando todos os valores de NCF, medidos nos ensaios de bancada dos instrumentos *ProFile* do Grupo Controle 01, são agrupados dois a dois e analisados estatisticamente, verifica-se uma diferença significativa apenas entre os pares 20/.04 x 30/.04, 25/.04 x 30/.04 e 20/.06 x 30/.06 (Tabela V.7). A significância estatística observada entre os instrumentos 20/.04 x 30/.04 e 20/.06 x 30/.06 se justifica devido à variação de 0,10mm no calibre de ponta do instrumento 20 para o 30. A diferença estatística entre os instrumentos 25/.04 x 30/.04, com uma variação de apenas 0,05mm no calibre de ponta, se justifica com base nos valores estimados da amplitude de deformação na superfície dos instrumentos (Tabela V.5), uma vez que este par de instrumentos apresenta a maior diferença na deformação, na condição citada. De uma maneira global, a significância estatística mostrou-se associada à diferença entre os valores de amplitude de deformação entre cada par de instrumento analisado, ( $\Delta\epsilon_a$ ). Para valores de  $\Delta\epsilon_a > 0,5\%$  a comparação foi estatisticamente significativa (Tabela V.7). Por razões distintas, já discutidas anteriormente, a análise estatística dos resultados relativos à localização da fratura nos instrumentos do Grupo Controle 01, não mostrou diferença significativa entre nenhum dos pares, independente da variação de calibre ou *taper*.

**Tabela V.7** - Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos *ProFile* .04 e .06 do Grupo Controle 01 em relação ao NCF e à posição da fratura – comparação ente instrumentos de mesmo *taper*.

Grupo Controle 01	$\Delta\epsilon_a$ (%)	NCF		Posição da Fratura	
		$t_o$	p	$t_o$	p
20/.04 x 25/.04	0,5	1,45	> 0,05	-0,75	> 0,05
20/.04 x 30/.04	1,1	3,69	$\leq$ 0,05	-1,63	> 0,05
25/.04 x 30/.04	0,6	2,90	$\leq$ 0,05	-0,29	> 0,05
20/.06 x 25/.06	0,5	2,12	> 0,05	0,73	> 0,05
20/.06 x 30/.06	1,0	3,73	$\leq$ 0,05	-0,63	> 0,05
25/.06 x 30/.06	0,5	1,66	> 0,05	-1,12	> 0,05

Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

De um modo geral, o comportamento em fadiga de um dispositivo pode ser controlado por deformação ou por tensão. Na fadiga controlada por tensão, o dispositivo é submetido ao carregamento cíclico em baixos valores de deformação, geralmente no regime elástico. Quando o dispositivo é submetido a grandes deformações, normalmente no regime plástico, seu comportamento em fadiga é definido pela amplitude de deformação. Duerig et al. (1999) relataram que as ligas NiTi apresentam boa resistência à fadiga em alta deformação, mas podem falhar mais rapidamente em situações de aplicação cíclica de carga controlada por tensão. Os mesmos autores afirmam que os instrumentos endodônticos de NiTi apresentam boa resistência à fadiga, quando a mesma é controlada por deformação, sendo capazes de tolerar condições severas de fadiga no sistema de canais radiculares curvos.

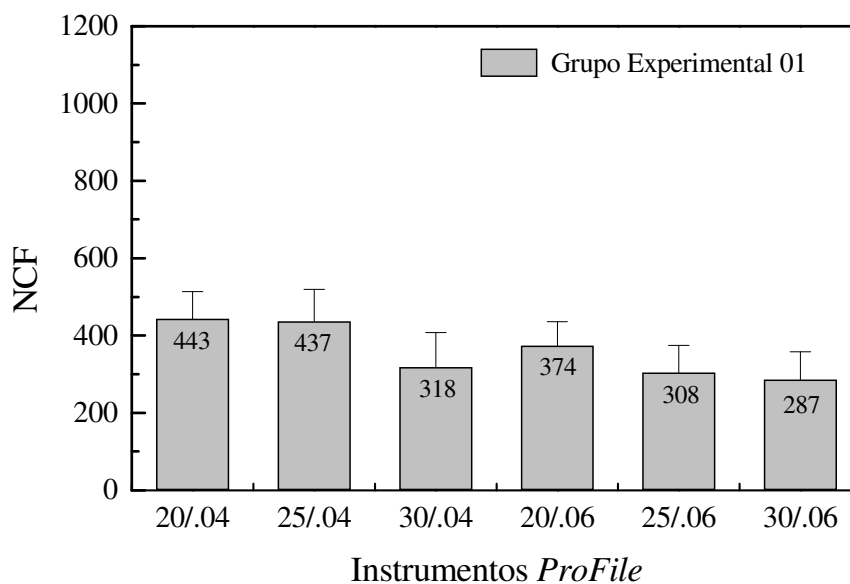
Com base na classificação geralmente adotada no estudo de fadiga, os valores médios de NCF obtidos nos ensaios de fadiga de instrumentos *ProFile* .04 e .06 (Fig. 5.10) indicam um comportamento característico de fadiga de baixo ciclo, com  $NCF < 10^3$  (Courtney, 1990). Na fadiga de alto ciclo, com  $NCF \gg 10^3$ , predomina a deformação elástica. Tobushi et al. (1995) analisaram a relação entre a amplitude de deformação e o número de ciclos até a fratura, através de testes de dobramento rotatório em fios de NiTi, e verificaram que quando a amplitude de deformação,  $\epsilon_a$ , é maior que 0,8-1,0%, o NCF é pequeno ( $< 10^4$ ). A região da curva  $\epsilon_a$ -NCF onde  $\epsilon_a$  é menor que 0,8 corresponde à transformação de fase R, onde a vida em fadiga se estende por mais de  $10^7$  ciclos. Semelhantemente, as curvas deformação-número de ciclos até a fratura ( $\epsilon$ -N) de uma liga NiTi equiatômica, sob condições isotérmicas, foram divididas por Yang (1997) em duas regiões: a região de alto ciclo com deformação elástica (transformação de fase R induzida por tensão) e a região de baixo ciclo com deformação superelástica típica (transformação martensítica induzida por tensão). Outros autores observaram também que a resistência à fadiga das ligas NiTi depende do tipo de transformação induzida por tensão, sendo as melhores propriedades obtidas quando apenas a transformação de fase R está envolvida na ciclagem mecânica (Suzuki e Tamura, 1990; Tobushi et al., 1997, 2003).

De qualquer modo, apesar da longa vida em fadiga relatada em condições de deformação cíclica que envolvem apenas a transformação de fase R, a amplitude de deformação alcançada nos instrumentos *ProFile* utilizados neste estudo, entre 3,3 e 5,0% (Tabela V.5), está muito acima de 0,8-1,0%, que limita a região correspondente à transformação de fase R. Portanto, nas aplicações endodônticas da liga NiTi, não é possível utilizar a excelente resistência à fadiga das ligas NiTi superelásticas em que a transformação de fase R predomina, pois os altos valores de deformação atingidos se localizam na região de baixo ciclo, com deformação superelástica.

### **5.3.2. Grupo Experimental 01**

Os 90 instrumentos *ProFile* (20/.04, 25/.04, 30/.04, 20/.06, 25/.06 e 30/.06), num total de 15 jogos, que foram utilizados, cada um, na formatação de 10 canais curvos de molares na prática clínica, e que compõem o Grupo Experimental 01, apresentaram os valores médios de NCF mostrados na Figura 5.12. Como no Grupo Controle 01, os instrumentos de menor diâmetro apresentaram valores médios de NCF maiores do que os de maior diâmetro. Os valores médios da posição da fratura em relação ao comprimento do instrumento, obtidos no Grupo Experimental 01, estão listados na Tabela V.8. O conjunto de valores de NCF e posição da fratura dos instrumentos do Grupo Experimental 01 são apresentados no Apêndice I. Constata-se, mais uma vez, a adequação da bancada de fadiga, no sentido de que os valores médios da localização da fratura, variando de 21,6 a 22,2mm, se mantiveram semelhantes aos apresentados pelos instrumentos do Grupo Controle 01.





**Figura 5.12** – Valores médios do NCF para instrumentos *ProFile* .04 e .06 do Grupo Experimental 01.

**Tabela V.8** - Valores médios da posição da fratura em relação ao comprimento total (25mm) dos instrumentos *ProFile* .04 e .06 do Grupo Experimental 01.

Instrumento <i>ProFile</i>	Posição da Fratura (mm)	
	Grupo Experimental 01	Desvio Padrão
20/.04	22,0	0,2
25/.04	21,9	0,4
30/.04	21,6	0,0
20/.06	21,9	0,5
25/.06	21,8	0,6
30/.06	22,2	0,3

Quando se avalia estatisticamente a variação do *taper* (.04 e .06) mantendo o mesmo calibre de ponta, sobre o NCF dos instrumentos do Grupo Experimental 01, constata-se uma diferença significativa entre os pares de instrumentos 20/.04 x 20/.06 e 25/.04 x 25/.06, confirmada pela Tabela V.9. Como no Grupo Controle 01, os instrumentos 30/.04 e 30/.06 do Grupo Experimental 01 não apresentaram diferença estatisticamente

significativa nos valores de NCF, provavelmente pelo mesmo motivo já exposto. Como esperado, na análise estatística dos resultados relativos à posição da fratura, nenhuma diferença significativa foi encontrada entre os instrumentos *taper* .04 e .06 (Tabela V.9).

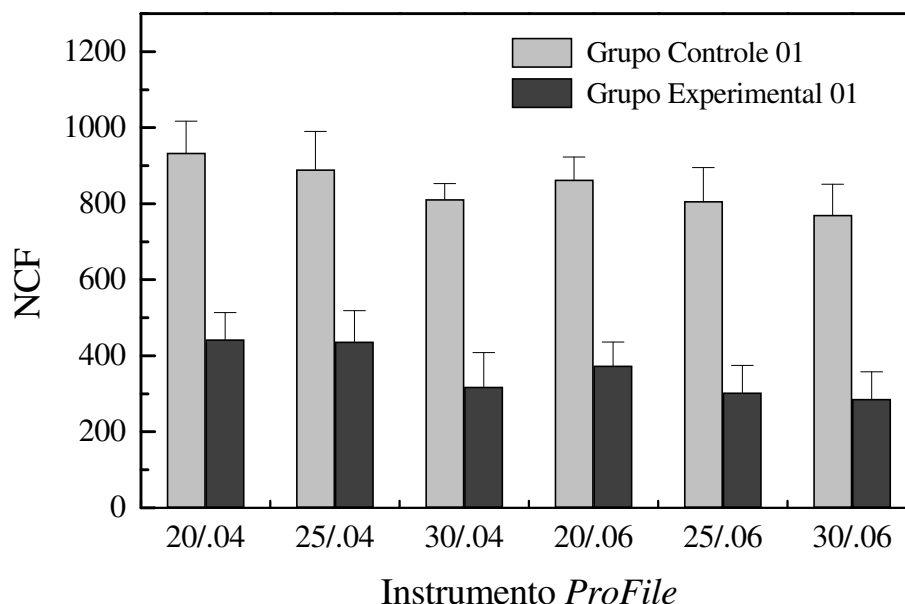
**Tabela V.9** - Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos *ProFile* .04 e .06 do Grupo Experimental 01 em relação ao NCF e à posição da fratura – comparação entre instrumentos de mesmo calibre.

Grupo	NCF		Posição da Fratura	
	$t_o$	p	$t_o$	p
20/.04 x 20/.06	3,32	$\leq 0,05$	0,46	$> 0,05$
25/.04 x 25/.06	7,49	$\leq 0,05$	0,58	$> 0,05$
30/.04 x 30/.06	1,72	$> 0,05$	-1,72	$> 0,05$

Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

O comportamento em fadiga dos instrumentos *ProFile* .04 e .06 dos Grupos Controle 01 e Experimental 01 pode ser comparado através dos valores médios de NCF agrupados na Figura 5.13 e analisados estatisticamente na Tabela V.10. Observa-se uma redução significativa no número de ciclos até a fratura apresentado pelos instrumentos usados na clínica (Grupo Experimental 01), em relação aos instrumentos novos (Grupo Controle 01), demonstrando que o uso de instrumentos *ProFile* em 10 canais radiculares curvos de molares reduziu significativamente a vida em fadiga dos mesmos. Este resultado, que tem relevância estatística na comparação instrumento a instrumento (Tabela V.10), comprova a expectativa de que durante o uso intra-canal, especialmente em canais radiculares de molares apresentando ângulo de curvatura médio de  $32,9^\circ$  e raio de curvatura médio de 4,4mm como os deste estudo, os instrumentos endodônticos são submetidos a elevadas deformações cíclicas, que consomem sua vida em fadiga. Este consumo variou de instrumento para instrumento e, considerando os valores médios de NCF nos Grupos Controle 01 e Experimental 01, pode-se estimar em 46,6; 49,0; 39,2; 42,9; 38,0 e 37,3% a vida restante em fadiga dos instrumentos 20/.04, 25/.04, 30/.04, 20/.06, 25/.06 e 30/.06, respectivamente. Mais uma vez fica evidenciada a maior

resistência à fadiga dos instrumentos de menor diâmetro, refletindo a possibilidade de descarte seletivo, com um período de uso mais longo dos mesmos.



**Figura 5.13** - Valores médios do NCF para instrumentos *ProFile* .04 e .06 dos Grupos Controle 01 e Experimental 01.

Da mesma forma que nos Grupos Controle 01 e Experimental 01 isoladamente, na comparação entre os dois grupos, nenhuma diferença significativa foi observada, considerando a posição da fratura em relação ao comprimento total dos instrumentos *ProFile* (Tabela V.10).

**Tabela V.10** - Análise estatística dos resultados obtidos em instrumentos *ProFile* .04 e .06 em relação ao NCF e à posição da fratura entre os Grupos Controle 01 e Experimental 01.

Grupo		NCF		Posição da Fratura	
Controle 01	Experimental 01	$t_o$	p	$t_o$	p
20/.04	20/.04	13,89	$\leq 0,05$	-1,69	$> 0,05$
25/.04	25/.04	17,34	$\leq 0,05$	-0,12	$> 0,05$
30/.04	30/.04	22,67	$\leq 0,05$	1,89	$> 0,05$
20/.06	20/.06	19,35	$\leq 0,05$	-0,35	$> 0,05$
25/.06	25/.06	24,41	$\leq 0,05$	-0,06	$> 0,05$
30/.06	30/.06	24,28	$\leq 0,05$	-1,34	$> 0,05$

Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

Estes resultados são consistentes com os relatos de Gambarini, 2001a e 2001b. Gambarini (2001a), empregando um dispositivo de bancada semelhante ao usado neste estudo, utilizou instrumentos *ProFile* (25/.06, 20/.06, 25/.04, 20/.04 e 15/.04) na formatação *crown-down* de 10 dentes (média de 26,7 canais curvos e retos) e comparou sua resistência à fadiga àquela de instrumentos novos. Os resultados foram semelhantes aos deste estudo, na medida que foi observada uma diferença significativa do tempo de rotação até a fratura para todos os calibres testados. Ele verificou ainda que o uso de motor endodôntico com baixos valores de torque aumentou significativamente a vida em fadiga de instrumentos rotatórios *ProFile* para todos os calibres em relação aos motores com altos valores de torque (Gambarini, 2001b). Entretanto, os resultados de Yared et al. (1999 e 2000) contradizem os obtidos neste estudo, quando avaliaram a resistência à fadiga de instrumentos *ProFile* (40-15 *taper* .06), e encontraram que o uso clínico simulado (até 10 canais) e o uso em pacientes (canais de 4 molares) não levaram à uma redução no NCF dos instrumentos.

É importante mencionar que, nos estudos sobre a resistência à fadiga de instrumentos rotatórios *ProFile* disponíveis na literatura (Yared et al., 1999 e 2000; Gambarini, 2001a

e 2001b; Li et al., 2002), a localização do ponto de flexão máxima em relação à ponta do instrumento não tem sido considerada. Ou seja, os instrumentos são usados na formatação de canais radiculares curvos e em seguida submetidos a ensaios de fadiga em bancada, nos quais a amplitude de deformação máxima localiza-se, em média de 5 a 7mm da ponta do instrumento, já que 2mm da ponta giram livres e para fora do canal artificial. Portanto, não há coincidência entre os pontos de flexão máxima nos canais radiculares e nos ensaios em bancada e, conseqüentemente, a fadiga no instrumento ocorre em áreas diferentes. Desta forma, o ensaio em bancada não reflete a medida da vida em fadiga restante ao uso clínico, mas a fadiga em outro ponto do instrumento. Esta parece ser uma questão relevante no estudo da resistência à fadiga dos instrumentos endodônticos de NiTi e, possivelmente, seja a causa da discrepância entre os resultados deste estudo e aqueles apresentados pelos autores mencionados.

A análise dos valores médios da posição de fratura do instrumento em relação ao seu comprimento total, a partir da Tabela V.4, evidencia a reprodutibilidade do ponto de flexão máxima encontrado nos dentes humanos e o determinado no canal artificial, em média a 3mm da ponta do instrumento. Apesar da média final da posição da fratura entre os 6 tipos de instrumentos *ProFile* testados ser igual (3,1mm da ponta), a variação dos valores médios foi maior no Grupo Experimental 01 que no Grupo Controle 01, possivelmente devido à variação anatômica do SCR, com curvaturas múltiplas, ângulos e raios de curvatura variáveis, levando à nucleação de trincas e ruptura final em pontos ligeiramente diferentes do instrumento. Outro fator que deve ser considerado é a condição dinâmica (movimento axial) do instrumento no canal radicular, distribuindo as tensões sobre uma área maior do mesmo, e a condição estática na bancada, com concentração das tensões sobre uma área fixa e mais restrita do instrumento. Entretanto, apesar destas variáveis, nenhuma diferença estatisticamente significativa foi encontrada entre os Grupos Controle 01 e Experimental 01, relativa aos valores médios da posição da fratura do instrumento em relação ao seu comprimento total (Tabela V.10).

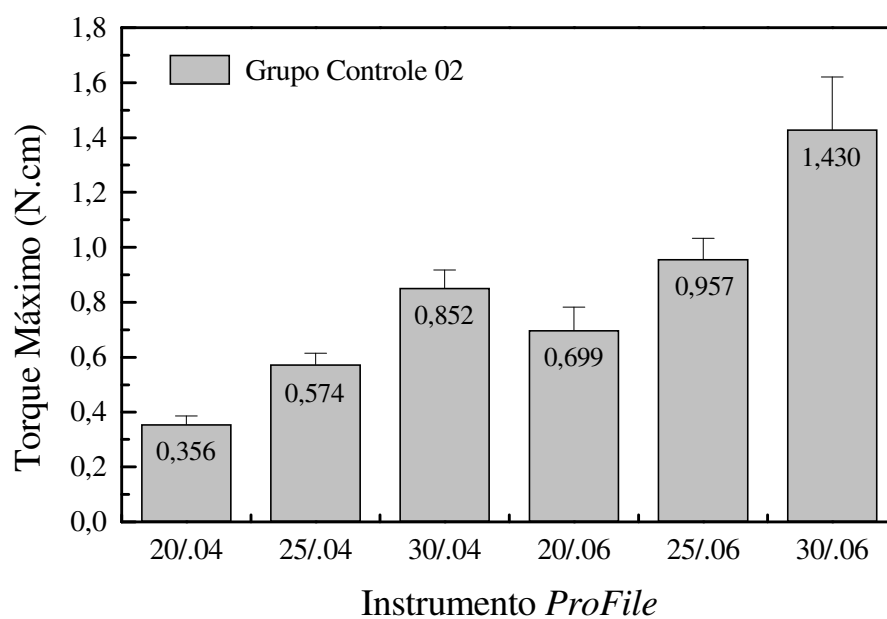
É importante ressaltar que os instrumentos *ProFile* empregados na formatação de canais radiculares curvos, Grupo Experimental 01, além das tensões de flexão e torção impostas pela geometria, da pressão apical aplicada e do diâmetro variado do SCR,

sofreram ainda a ação de agentes químicos (NaOCl 5,25% e Rprep), utilizados abundantemente durante toda a limpeza e formatação. Em função das características alcalinas ( $\text{pH} \cong 12$ ) do NaOCl e da liberação de cloro ( $\text{Cl}_2$ ) e oxigênio ( $\text{O}_2$ ), através da sua ação oxidante sobre as substâncias orgânicas do SCR, é sempre uma preocupação a possibilidade de ataque à superfície dos instrumentos, ocasionando corrosão localizada ou por pites, podendo assim, contribuir para a redução da resistência à fadiga dos mesmos. Contudo, os resultados do estudo de Martins (2003) evidenciaram que tanto a imersão dos instrumentos *ProFile* em solução de NaOCl 5,25% por um período de 24 horas, como a sua utilização na formatação de canais radiculares de dentes humanos extraídos, não produziram alterações na superfície dos instrumentos de NiTi, detectáveis ao exame por MEV, nem reduziram o NCF em comparação aos instrumentos *ProFile* sem uso. Cabe ressaltar, ainda, que não foram observados sinais de corrosão em nenhum dos instrumentos do Grupo Experimental 01 (ensaios *in vivo*) examinados por MEV.

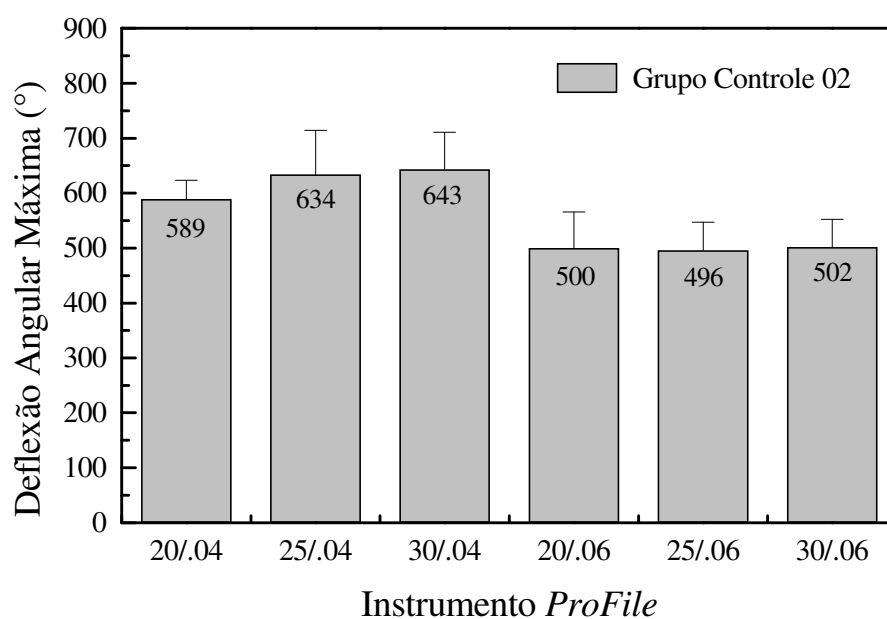
## **5.4 – Ensaio de Torção**

### **5.4.1. Grupo Controle 02**

Os 60 instrumentos *ProFile* sem uso (10 de cada calibre e *taper* – 20/.04, 25/.04, 30/.04, 20/.06, 25/.06 e 30/.06), que compõem o Grupo Controle 02, quando ensaiados até a ruptura em dispositivo de bancada para testes de torção, apresentaram os valores médios de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima mostrados nas Figuras 5.14a e b, respectivamente. O conjunto de valores obtidos para os dois parâmetros nos instrumentos do Grupo Controle 02 são apresentados no Apêndice III.



(a)



(b)

**Figura 5.14** - Valores médios de torque máximo até a fratura (a) e de deflexão angular máxima (b) de instrumentos *ProFile* .04 e .06 sem uso - Grupo Controle 02.

Da análise da Figura 5.14a, verifica-se a tendência dos valores médios do torque máximo até a fratura aumentarem com o aumento do diâmetro do instrumento (calibre e *taper*). Este resultado está em acordo com os relatos da literatura (Wolcott e Himel, 1997; Kobayashi et al., 1997; Svec e Powers, 1999; Gambarini, 1999; Sattapan et al., 2000a e Peters e Barbakow, 2002). Os valores de torque gerados no instrumento dependem do seu diâmetro e da geometria de sua seção transversal (Peters e Barbakow, 2002; Peters et al., 2003). Os instrumentos *ProFile*, por apresentarem seção transversal em U, gerando planos radiais, originam torques mais elevados, devido às amplas áreas de contato e menor eficiência de corte, o que pode não ocorrer em instrumentos com outros projetos de seção transversal.

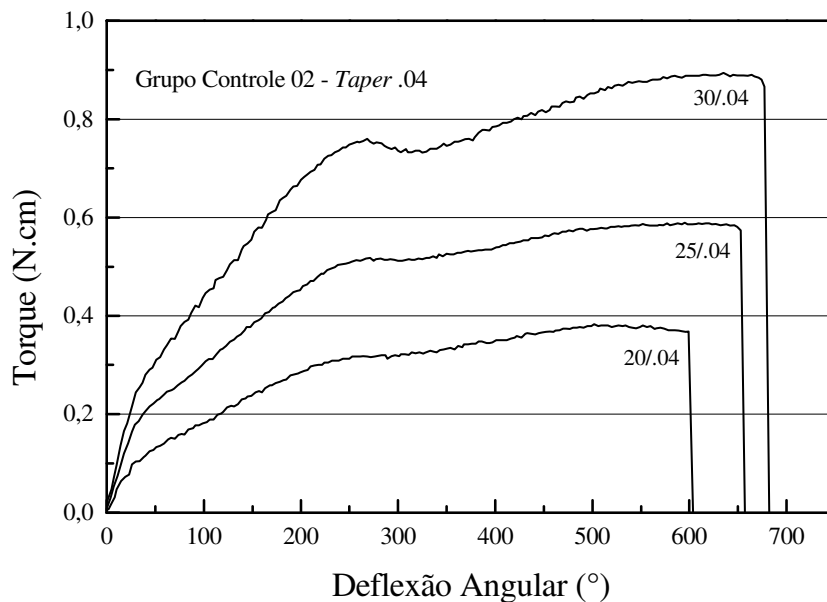
No que diz respeito à deflexão angular máxima, observa-se uma tendência de aumento no valor deste parâmetro com o calibre dos instrumentos de *taper* .04, enquanto que nos instrumentos de *taper* .06 o mesmo praticamente não varia (Fig. 5.14b). Resultados semelhantes foram encontrados por Gambarini (1999a), em ensaios de torção de instrumentos *ProFile* .04 e .06 sem uso, quando nenhuma correlação entre diâmetro dos instrumentos e valores de deflexão angular máxima pôde ser observada.

Curvas típicas torque-deflexão angular são mostradas nas Figuras 5.15a e b para os instrumentos *ProFile* sem uso, *taper* .04 e .06, respectivamente. A tendência, anteriormente mencionada, de aumento nos valores de torque com o aumento no calibre do instrumento pode ser observada nessas curvas.

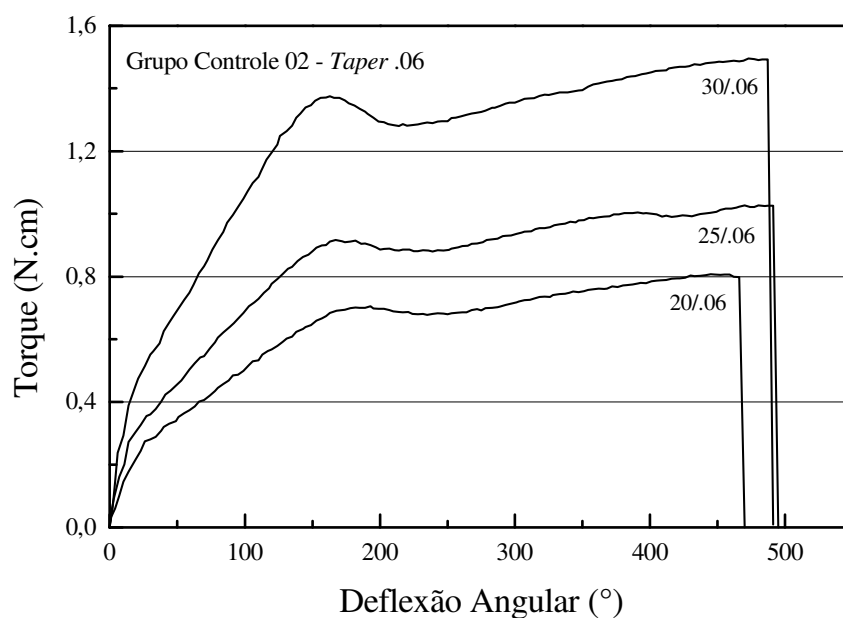
As curvas de torção apresentadas na Figura 5.15 permitem inferir que a transição entre a região de carregamento elástico e o patamar de transformação é menos nítida em torção do que sob carga de tração. Foi verificado em alguns estudos em tubos de paredes finas (Sun e Li, 2002; McNaney et al., 2003), que a transformação martensítica, sob carregamento em torção até 2% de deformação, é reversível com uma deformação de transformação muito menor (cerca de 0,7%) que aquela sob tração (aproximadamente 5%). Além disso, segundo McNaney et al. (2003), analisando curvas tensão equivalente-deformação equivalente, a tensão de transformação em torção é significativamente mais alta do que em tração. Deve ser mencionado, entretanto, que



Orgéas e Favier (1998) relataram resultados opostos, isto é, que a tensão de transformação é menor em torção do que em tração.



(a)



(b)

**Figura 5.15** – Curvas de torção típicas obtidas nos instrumentos *ProFile taper .04* (a) e *taper .06* (b) sem uso – Grupo Controle 02.

Assim, fica estabelecido, dos poucos relatos na literatura sobre o comportamento em torção das ligas NiTi (Orgéas e Favier, 1998; Sun e Li, 2002; McNaney et al., 2003), que as condições de carregamento têm influência significativa sobre o comportamento mecânico destas ligas, possivelmente com a geração de grupos diferentes de variantes de martensita, energeticamente preferenciais para cada um dos modos de carregamento. A geometria complexa dos instrumentos endodônticos ensaiados neste trabalho não permitiu a obtenção de curvas tensão-deformação em torção, a partir das curvas torque-deflexão angular, que possibilitassem observar estas características do comportamento em torção da liga.

A Tabela V.11 apresenta os resultados da análise estatística da influência do *taper* dos instrumentos *ProFile* sem uso sobre o torque máximo até a fratura e a deflexão angular máxima. Foram observadas diferenças significativas nos valores médios destes parâmetros para todos os calibres de ponta analisados (20, 25 e 30).

**Tabela V.11** - Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos *ProFile* .04 e .06 do Grupo Controle 02 em relação ao torque máximo até a fratura e à deflexão angular máxima – comparação entre instrumentos de mesmo calibre.

Grupo	Torque Máximo até a Fratura		Deflexão Angular Máxima	
	$t_0$	p	$t_0$	p
20/.04 x 20/.06	-12,16	$\leq 0,05$	3,77	$\leq 0,05$
25/.04 x 25/.06	-14,05	$\leq 0,05$	4,54	$\leq 0,05$
30/.04 x 30/.06	-9,08	$\leq 0,05$	5,27	$\leq 0,05$

Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

Quando todos os valores de torque máximo até a fratura dos instrumentos *ProFile* sem uso do Grupo Controle 02 são agrupados dois a dois e analisados estatisticamente, verifica-se uma diferença significativa para todos os pares analisados (Tabela V.12). Entretanto, quando a análise estatística é realizada considerando todos os valores de deflexão angular máxima dos instrumentos do mesmo grupo, nenhum deles apresenta

diferença significativa, com exceção do par 20/.04 x 30/.04 (Tabela V.12). Este resultado confirma a tendência mostrada na Fig. 5.14b, de pequeno aumento na deflexão angular máxima dos instrumentos *taper* .04, enquanto o valor deste parâmetro apresenta-se aproximadamente constante nos instrumentos *taper* .06.

**Tabela V.12** - Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos *ProFile* .04 e .06 do Grupo Controle 02 em relação ao torque máximo até a fratura e à deflexão angular máxima– comparação de instrumentos de mesmo *taper*.

Grupo Controle 02	Torque Máximo até a Fratura		Deflexão Angular Máxima	
	$t_o$	p	$t_o$	p
20/.04 x 25/.04	-13,49	$\leq 0,05$	-1,61	$> 0,05$
20/.04 x 30/.04	-21,56	$\leq 0,05$	-2,26	$\leq 0,05$
25/.04 x 30/.04	-11,41	$\leq 0,05$	-0,28	$> 0,05$
20/.06 x 25/.06	-7,23	$\leq 0,05$	0,13	$> 0,05$
20/.06 x 30/.06	-11,13	$\leq 0,05$	-0,08	$> 0,05$
25/.06 x 30/.06	-7,30	$\leq 0,05$	-0,26	$> 0,05$

Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

Como foi resumido por Sattapan et al. (2000b), dois tipos distintos de fratura em instrumentos endodônticos rotatórios podem ocorrer no sistema de canais radiculares, ou seja, torção e flexão. A fratura por torção, como já foi dito, ocorre quando a porção apical de um instrumento em rotação é forçada em canais atrésicos. O atrito aumenta neste ponto, alto torque é requerido para girar o instrumento e a ponta do mesmo é submetida a um torque excessivo (Blum et al., 1999). Esta tensão alta não é clinicamente importante em canais retos, onde a resistência da dentina à remoção é baixa, mas em canais curvos e/ou calcificados, a resistência é alta e o instrumento pode tornar-se preso próximo à ponta.

Durante a preparação do canal radicular todos os instrumentos são submetidos a diferentes níveis de torque. Se o nível de torque selecionado no motor é maior ou igual

ao valor de torque até a fratura, o instrumento irá se deformar e/ou fraturar. Ao contrário, os motores com controle de torque, operando em baixo torque (menor que 1N.cm), parariam de girar e aplicariam uma força na direção inversa de rotação quando o instrumento é submetido a níveis de torque iguais ao valor de torque selecionado, evitando assim a falha por sobrecarga de torção (Gambarini, 2000).

Embora o objetivo deste trabalho não seja apenas estabelecer os valores médios de torque até a fratura e de deflexão angular máxima, mas sim comparar os valores obtidos para cada instrumento sem uso àqueles obtidos pelos instrumentos após se submeterem a níveis diferentes de fadiga antes da ruptura por torção, fica clara a necessidade de se calcular e divulgar o valor de torque máximo até a fratura para cada instrumento, no sentido de otimizar a eficiência de corte e reduzir o risco de fratura do mesmo. Entretanto, mesmo considerando que os motores de baixo torque controlam com precisão os valores de torque, de modo a não excederem o torque máximo até a fratura e, conseqüentemente, evitem a deformação plástica e fratura intra-canal, variáveis como intensidade da força apical aplicada, velocidade de inserção e tempo consumido no preparo dos canais diferem grandemente entre os operadores, podendo alterar de maneira considerável o risco de fratura do instrumento (Peters et al., 2003).

Os valores médios de torque máximo até a fratura apresentados na Figura 5.14a foram obtidos em ensaios de torção segundo a Especificação N° 28 da Associação Americana de Odontologia - ADA. Esta norma estipula que a resistência à fratura de limas endodônticas, sob carga de torção, seja medida sob condições estáticas, que são apropriadas para estabelecer as exigências mínimas de resistência de instrumentos manuais submetidos à carga estática. Entretanto, este não parece ser um teste apropriado para as características dinâmicas de instrumentos acionados a motor. Todos os sistemas rotatórios de NiTi requerem que o instrumento seja ativado em uma rotação predeterminada antes da sua inserção no canal. É importante entender que o projeto, o *taper* e as condições de uso dos instrumentos de NiTi acionados a motor, os colocam claramente numa nova categoria de instrumentos endodônticos, completamente diferente das limas K e H convencionais. Uma nova especificação é, portanto, necessária no que diz respeito ao projeto, dimensões e propriedades mecânicas destes

instrumentos de NiTi, onde exigências mínimas de resistência sejam precisamente estabelecidas.

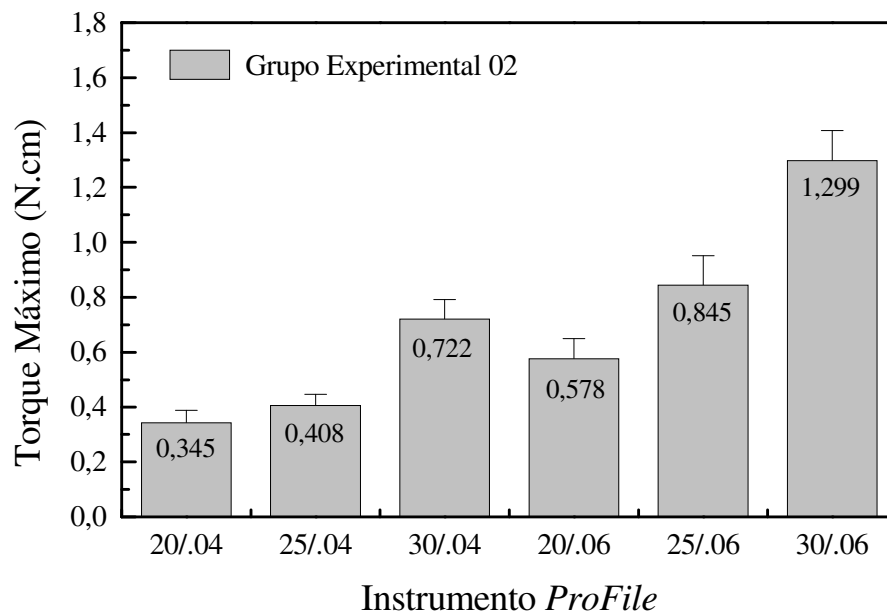
Até o estudo de Peters e Barbakow (2002), os poucos estudos sobre torque máximo até a fratura e forças exercidas durante a instrumentação endodôntica, foram realizados em canais retos de dentes anteriores (Blum et al., 1999; Sattapan et al., 2000a). Contudo, os instrumentos de NiTi são particularmente úteis na formatação de canais curvos. Peters e Barbakow (2002) usaram uma abordagem diferente para avaliar o torque e a força apical gerados pela rotação de instrumentos *ProFile* .04 em dentes unirradiculares com canais curvos. O principal critério da plataforma de teste foi colocar o sensor de torque dinâmico entre o instrumento endodôntico e o motor, de modo que os erros introduzidos pela incongruência dos eixos do sensor e das trajetórias do canal fossem evitados. Estes autores determinaram o torque até fratura para os instrumentos *ProFile* .04 nos calibres 20, 35 e 60 de acordo com a Especificação N° 28 da ADA e usaram uma seqüência de instrumentos *ProFile* .04 nos calibres 60-15, de maneira *crown-down*, em 10 incisivos e caninos inferiores extraídos, com curvatura média do canal de 13,2°. Quando se compara os valores de torque gerados pelos instrumentos *ProFile* .04 nos calibres 20, 35 e 60 durante o preparo de canais com pequena curvatura (13,2°) com aqueles obtidos pelos testes segundo a Especificação N° 28 da ADA, constata-se valores de torque até a fratura mais altos nos ensaios do que aqueles gerados durante o preparo de dentes extraídos. Estes resultados foram corroborados pelo estudo de Sattapan et al. (2000a) com instrumentos de NiTi *Quantec* em dentes humanos, com canais retos de diâmetros pequeno e médio. Apesar da Especificação N° 28 da ADA não ser inteiramente adequada para avaliar as exigências de segurança dos instrumentos rotatórios de NiTi, os resultados obtidos por Sattapan et al. (2000) e Peters e Barbakow, (2002), parecem refletir segurança no uso clínico dos instrumentos rotatórios de NiTi, em relação à fratura por torção, já que durante a instrumentação de canais radiculares com pequena curvatura, aqueles valores de torque máximo não foram atingidos. Todavia, está claro que outras variáveis como diâmetro e anatomia do sistema de canais radiculares apresentando curvaturas múltiplas e acentuadas, força apical aplicada, velocidade de inserção, tempo de instrumentação e a sensibilidade do controle de torque pelo motor interferem na ocorrência da fratura intra-canal do instrumento.

Por outro lado, não foi possível estabelecer, neste estudo, qualquer relação direta entre os valores de deflexão angular máxima e o diâmetro dos instrumentos. Resultado semelhante foi encontrado por Gambarini (1999a), em ensaios de torção de instrumentos *ProFile* .04 e .06, sem uso, e Svec e Powers (1999) em ensaios de torção de instrumentos *ProFile* .04 submetidos a condições clínicas simuladas. A medida da deflexão angular pode dar alguma informação sobre o risco de fratura de um instrumento com sua ponta presa às paredes do canal se rotação adicional é aplicada. Contudo, nas condições clínicas o operador tem o potencial de liberar, em parte, a carga sobre a ponta do instrumento, seja através da técnica de instrumentação *crown-down*, da pressão apical exercida sobre o instrumento ou ainda pelo uso de motores com baixos níveis de torque. Assim, este parâmetro não se correlaciona necessariamente com a experiência clínica e, portanto, não permite uma avaliação adequada dos instrumentos endodônticos numa perspectiva clínica.

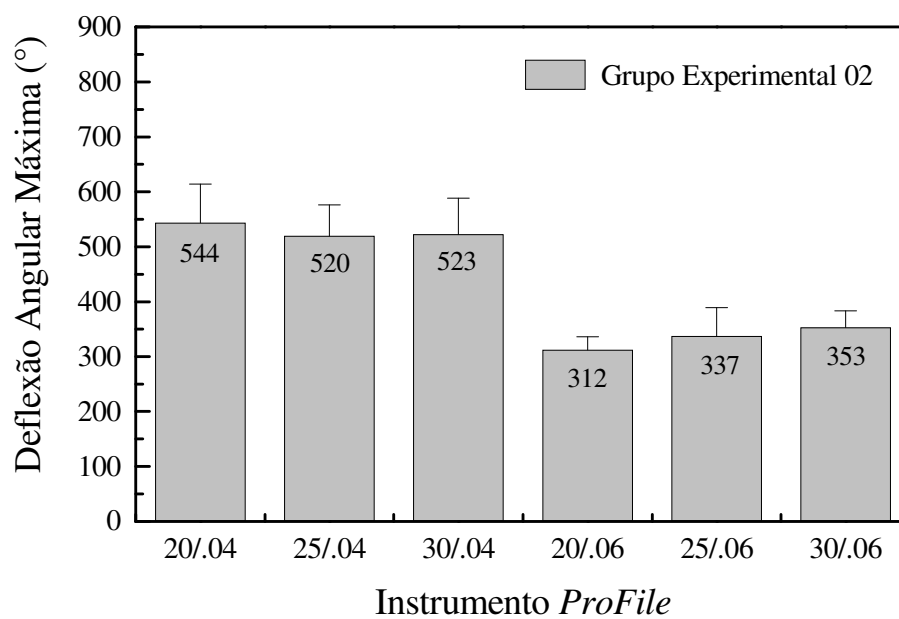
#### **5.4.2. Grupo Experimental 02**

Os valores médios de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima obtidos nos ensaios de torção até a ruptura dos instrumentos, previamente ensaiados em fadiga até 1/2 de sua vida em fadiga, são mostrados nas Figuras 5.16a e b, respectivamente.

Observa-se que o processo de fadiga em bancada até a metade da vida em fadiga produziu uma redução nos valores de torque máximo até a fratura (de até 29% dos valores médios) e de deflexão angular máxima em todos os instrumentos *ProFile* .04 e .06. Pode ser verificado ainda, que a redução dos valores de torque máximo até a fratura, obtidos após o processo de fadiga, manteve a tendência anteriormente observada no Grupo Controle 02, relacionando os maiores valores de torque até a fratura aos instrumentos de maior diâmetro.



(a)



(b)

**Figura 5.16 . -** Valores médios de torque máximo até a fratura (a) e de deflexão angular máxima (b) de instrumentos *ProFile* .04 e .06 ensaiados em 1/2 de vida em fadiga - Grupo Experimental 02.

A análise estatística comparativa dos valores de torque máximo até a fratura entre os Grupos Controle 02 e Experimental 02, mostrou diferença significativa para todos os instrumentos *ProFile* .04 e .06, com exceção dos instrumentos 20/.04 e 30/.06, conforme mostrado na Tabela V.13.

**Tabela V.13.** Análise estatística dos resultados obtidos em instrumentos *ProFile* .04 e .06 em relação ao torque máximo até a fratura e à deflexão angular máxima entre os Grupos Controle 02 e Experimental 02.

Instrumentos	Grupos			
	Controle 02 x Experimental 02			
	Torque Máximo até a Fratura		Deflexão Angular Máxima	
	$t_o$	p	$t_o$	p
20/.04	0,66	> 0,05	3,75	≤ 0,05
25/.04	9,27	≤ 0,05	3,66	≤ 0,05
30/.04	4,25	≤ 0,05	4,06	≤ 0,05
20/.06	3,46	≤ 0,05	8,45	≤ 0,05
25/.06	2,72	≤ 0,05	6,85	≤ 0,05
30/.06	1,89	> 0,05	7,99	≤ 0,05

Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

Este resultado pode ser entendido, considerando que os instrumentos 20/.04 são os menos solicitados em fadiga (3,3% de deformação – Tabela V.7) e, embora os instrumentos 30/.06 sejam muito solicitados (5,0% de deformação – Tabela V.7), são também os de maior diâmetro e, por isso, menos afetados na resistência à torção pela presença das trincas geradas nos ensaios de fadiga. Já os resultados relativos à deflexão angular máxima dos instrumentos *ProFile* .04 e .06, submetidos à fadiga até a metade da sua vida útil (Grupo Experimental 02), apresentaram diferença significativa para todos eles, em relação aos instrumentos sem uso (Grupo Controle 02) (Tabela V.13).



A comparação estatística entre o comportamento em torção dos instrumentos *ProFile* do Grupo Experimental 02 de mesmo calibre e *taper* diferente, agrupados dois a dois, é apresentada na Tabela V.14. A análise dos resultados aponta diferença significativa entre os valores médios de torque até a fratura e de deflexão angular máxima para todos os instrumentos de mesmo calibre de ponta e *taper* diferente, evidenciando a influência deste parâmetro na resistência à torção, já observada nos instrumentos sem uso (Grupo Controle 02).

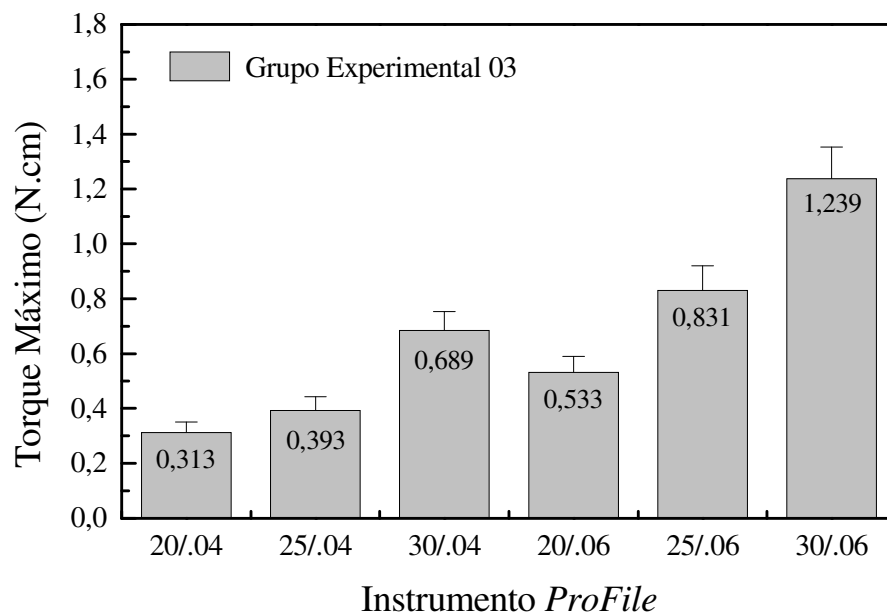
**Tabela V.14** - Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos *ProFile* .04 e .06 do Grupo Experimental 02 em relação ao torque máximo até a fratura e à deflexão angular máxima– comparação entre instrumentos de mesmo calibre.

Grupo Experimental 02	Torque Máximo até a Fratura		Deflexão Angular Máxima	
	$t_o$	p	$t_o$	p
20/.04 x 20/.06	-8,69	$\leq 0,05$	9,86	$\leq 0,05$
25/.04 x 25/.06	-12,22	$\leq 0,05$	7,49	$\leq 0,05$
30/.04 x 30/.06	-14,07	$\leq 0,05$	7,44	$\leq 0,05$

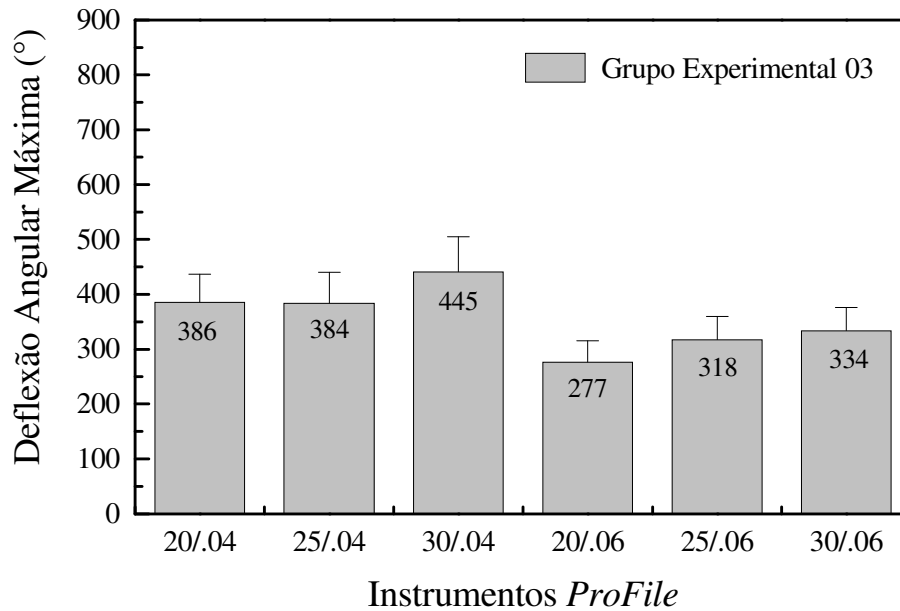
Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

### 5.4.3. Grupo Experimental 03

Os valores médios de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima relativos aos instrumentos *ProFile* .04 e .06, que foram ensaiados em bancada de fadiga até 3/4 de sua vida em fadiga e em seguida ensaiados em torção até a ruptura, são apresentados na Figura 5.17.



(a)



(b)

**Figura 5.17** - Valores médios de torque máximo até a fratura (a) e de deflexão angular máxima (b) dos instrumentos *ProFile* .04 e .06 ensaiados em 3/4 de vida em fadiga.

Os resultados de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima obtidos pelos instrumentos do Grupo Experimental 03, demonstram uma redução significativa (de até 31,5% dos valores médios de torque máximo até a fratura) para todos os instrumentos ensaiados em relação ao Grupo Controle 02, comprovando mais uma vez o papel da fadiga na resistência à torção dos instrumentos *ProFile*.

Diferente do Grupo Experimental 02 (1/2 vida em fadiga), onde os instrumentos 20/04 e 30/06 não apresentaram diferença significativa, os resultados relativos ao torque máximo até a fratura e à deflexão angular máxima dos instrumentos submetidos à fadiga até 3/4 da sua vida útil (Grupo Experimental 03), apontam diferença significativa para todos os instrumentos em relação aos do Grupo Controle 02 (instrumentos sem uso), conforme mostrado na Tabela V.15.

**Tabela V.15.** Análise estatística dos resultados obtidos em instrumentos *ProFile* .04 e .06 em relação ao torque máximo até a fratura e à deflexão angular máxima entre os Grupos Controle 02 e Experimental 03.

Instrumentos	Grupos			
	Controle 02 x Experimental 03			
	Torque Máximo até a Fratura		Deflexão Angular Máxima	
	$t_o$	p	$t_o$	p
20/04	2,83	$\leq 0,05$	10,46	$\leq 0,05$
25/04	8,96	$\leq 0,05$	8,04	$\leq 0,05$
30/04	5,62	$\leq 0,05$	6,85	$\leq 0,05$
20/06	5,17	$\leq 0,05$	8,45	$\leq 0,05$
25/06	3,41	$\leq 0,05$	6,85	$\leq 0,05$
30/06	2,73	$\leq 0,05$	7,99	$\leq 0,05$

Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

A análise estatística dos resultados obtidos com os instrumentos do Grupo Experimental 03 de mesmo calibre e *taper* diferente, agrupados dois a dois, em relação aos valores de

torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima, é apresentada na Tabela V.16. Observa-se uma diferença significativa para todos os pares de instrumentos comparados, mantendo a tendência apresentada pelos Grupos Controle 02 e Experimental 02, de que a variação do *taper* afeta significativamente os valores de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima dos instrumentos *ProFile* analisados neste estudo.

**Tabela V.16** - Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos *ProFile* .04 e .06 do Grupo Experimental 03 em relação ao torque máximo até a fratura e à deflexão angular máxima – comparação entre instrumentos de mesmo calibre.

Grupo	Torque Máximo até a Fratura		Deflexão Angular Máxima	
	$t_o$	p	$t_o$	p
Experimental 03				
20/.04 x 20/.06	-10,14	$\leq 0,05$	5,37	$\leq 0,05$
25/.04 x 25/.06	-1,63	$\leq 0,05$	3,00	$\leq 0,05$
30/.04 x 30/.06	-13,25	$\leq 0,05$	4,73	$\leq 0,05$

Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

Até o momento, somente os estudos de Svec e Powers (1999) e Yared e Kulkarni (2003) analisaram o uso clínico simulado de instrumentos *ProFile* .04 e o seu efeito sobre os valores de torque e deflexão angular dos mesmos. Svec e Powers (1999) utilizaram instrumentos *ProFile* .04, nos calibres 25, 30 e 35, que foram ensaiados em tubos de metal, realizando três ensaios de fadiga de 30 segundos cada um. Com o objetivo de simular as condições clínicas, os tubos foram submersos em solução salina ou de hipoclorito de sódio a 5,25% e os instrumentos esterilizados em autoclave após cada uso. Os resultados mostraram que a exposição das limas ao processo de fadiga, irrigantes e ciclos de esterilização não afetou, de forma significativa, seu comportamento em torção. Estes resultados contradizem os obtidos no presente estudo. Entretanto, é possível que a discrepância se deva às diferenças nos dispositivos de ensaio. No estudo de Svec e Powers (1999), a geometria do canal artificial possivelmente provocou nucleação de trincas numa região mais afastada da ponta do

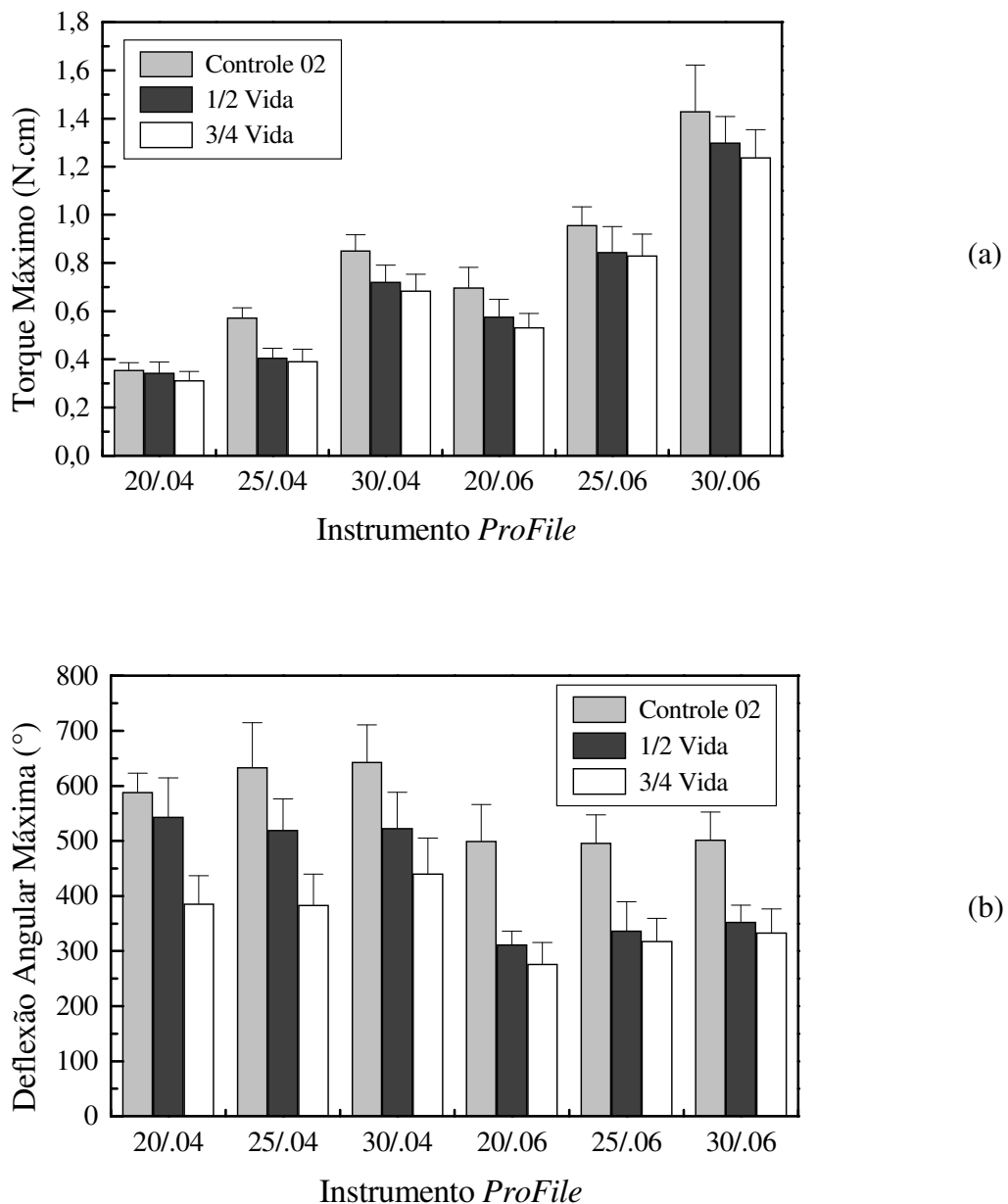
instrumento, já que 2mm da ponta ficavam livres na extremidade do tubo. O dispositivo para ensaio de torção recomendado pela ADA preconiza que o instrumento seja preso a 3mm da ponta. Assim, no estudo de Svec e Powers (1999), a região de ruptura por torção não coincide com aquela que sofreu fadiga prévia no tubo metálico.

Por outro lado, Yared e Kulkarni (2003) compararam o torque e a deflexão angular até a fratura de instrumentos *ProFile* .04, nos calibres 15 a 40, novos e usados em canais curvos de blocos endodônticos de resina. Foi verificado que o torque até a fratura dos instrumentos novos aumentou significativamente com o diâmetro dos mesmos. Os instrumentos usados em blocos de resina, nos calibres 25 a 40, apresentaram valores de torque até a fratura significativamente menores que os novos. Os resultados encontrados por estes autores estão de acordo com os deste trabalho, com exceção dos instrumentos menos calibrosos, a saber, 15 e 20. Como os instrumentos no estudo de Yared e Kulkarni (2003) foram utilizados na formatação de canais simulados em blocos de resina com diâmetro apical original de 0,20mm, os instrumentos de calibre de ponta 0,15 e 0,20mm não foram submetidos a altos níveis de tensão durante o preparo destes canais. Assim, o torque até a fratura dos instrumentos 15 e 20 usados não mudou significativamente. Outra questão a ser levantada é que os blocos de resina não simulam o uso dos instrumentos em dentina, tanto pela anatomia variada do SCR como pela diferença entre a dureza da dentina e a do acrílico. Foi demonstrado por Peters e Barbakow (2002) que níveis mais altos de torque são gerados nos canais em blocos de resina do que em canais de dentes extraídos. Logo, o uso destes blocos provavelmente submeteu os instrumentos a níveis mais altos de torque, contribuindo para uma maior incidência de nucleação e propagação de trincas e menores valores de torque até a fratura para os instrumentos usados em comparação aos novos.

Entretanto, nenhuma diferença significativa foi encontrada por Yared e Kulkarni (2003) entre os instrumentos novos e usados de mesmo calibre, em relação à deflexão angular até a fratura. Estes resultados contrariam os deste estudo, onde foi encontrada uma redução significativa dos valores de deflexão angular máxima para todos os instrumentos *ProFile* .04 e .06 analisados, após ensaios em canal artificial até 1/2 e 3/4

da vida em fadiga (Grupos Experimentais 02 e 03), em comparação aos instrumentos sem uso (Grupo Controle 02) (Tabelas V.13 e V.15).

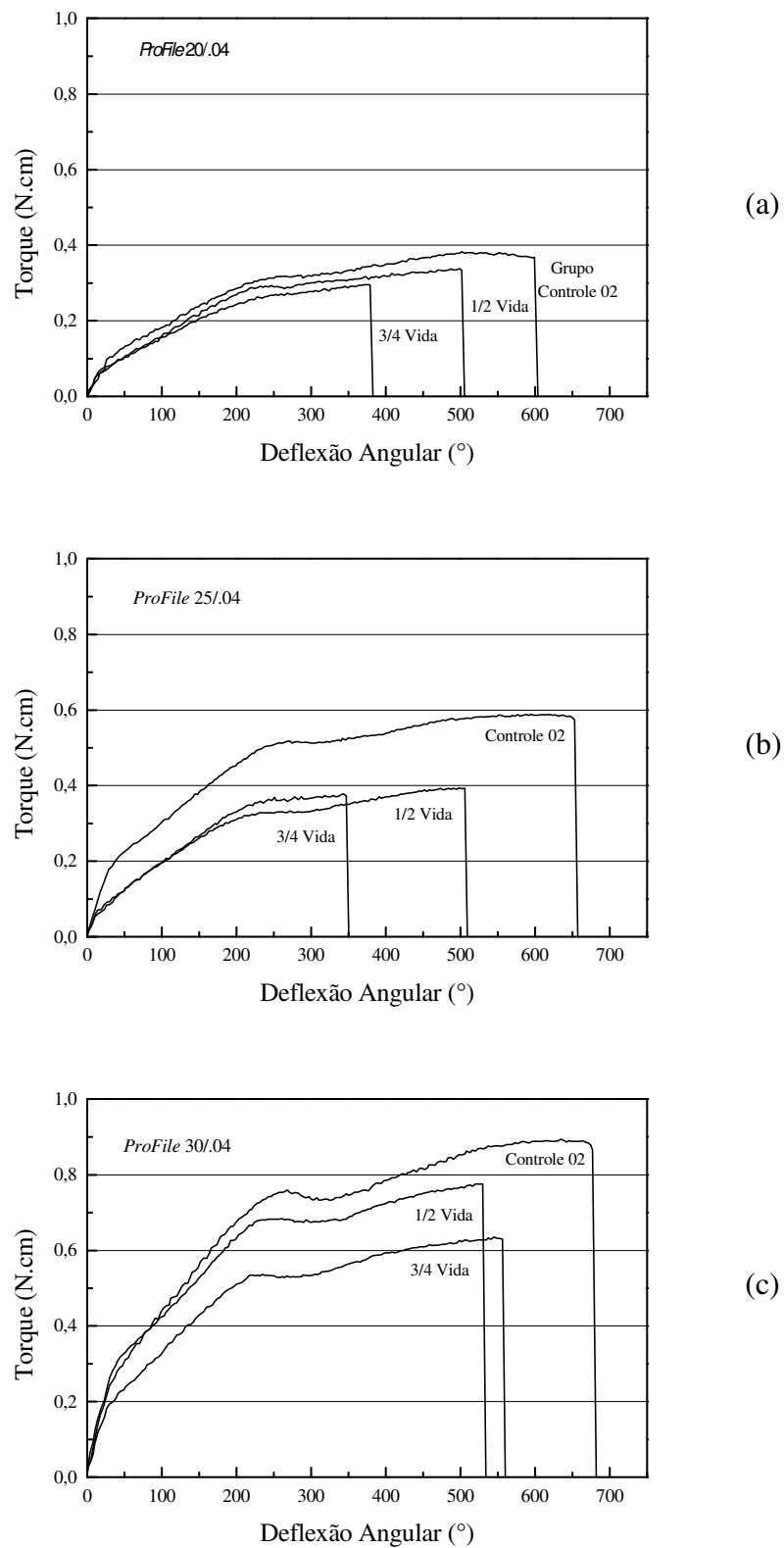
A Figura 5.18a e b permite a visualização e comparação dos valores médios de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima, respectivamente, obtidos por todos os instrumentos *ProFile taper .04* e *.06* estudados.



**Figura 5.18** – Valores médios de torque máximo até a fratura (a) e de deflexão angular máxima (b) dos instrumentos *ProFile .04* e *.06*.

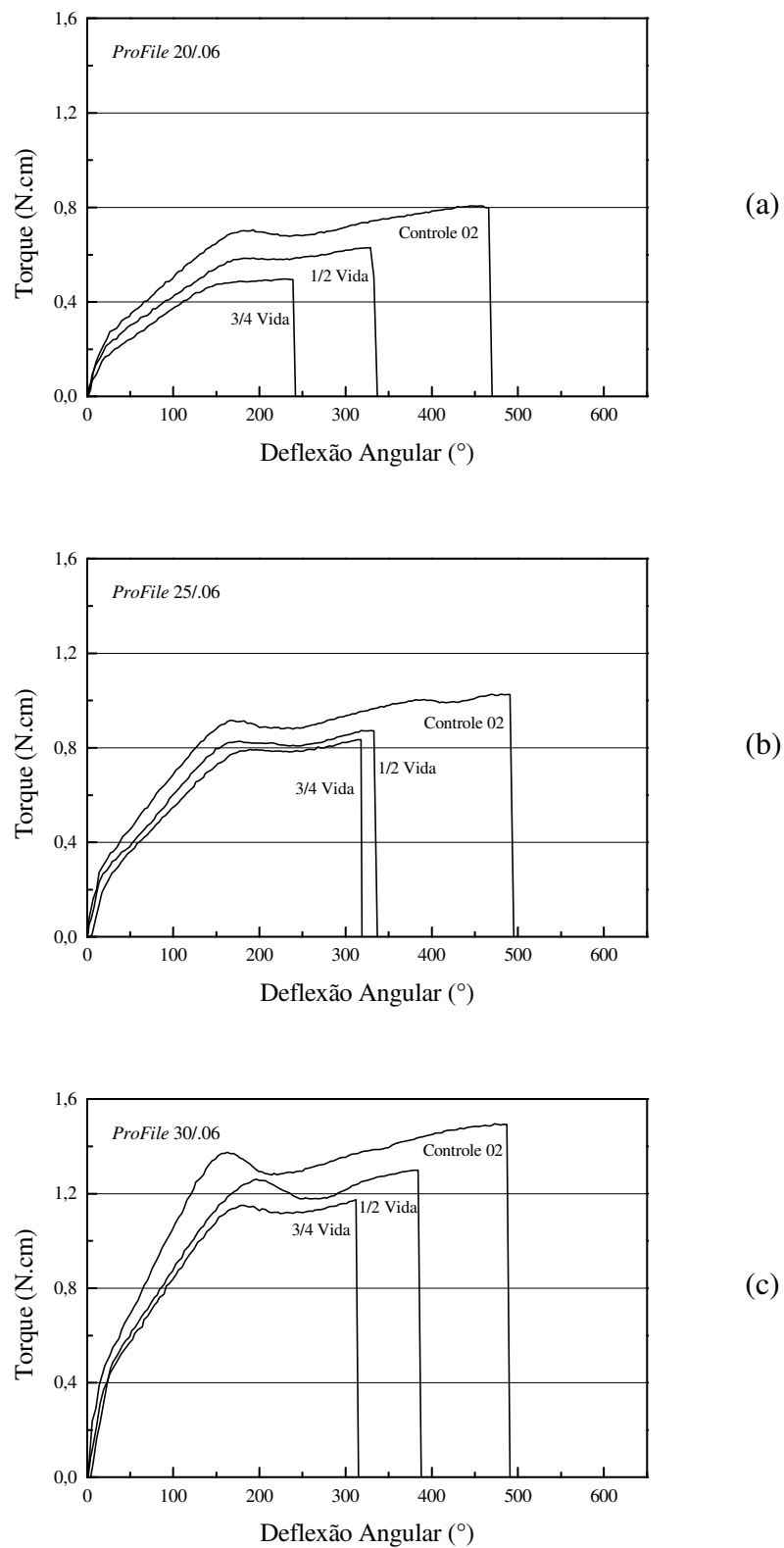
---

De um modo geral, todos os instrumentos ensaiados seguiram a mesma tendência nos dois grupos experimentais, de redução nos valores de torque máximo até a fratura e deflexão angular máxima com o processo de fadiga prévio. Esta observação fica evidente nas curvas de torção típicas, obtidas em instrumentos *ProFile* dos Grupos Controle 02 e Experimentais 02 e 03, *taper* .04 e .06, que são mostradas, respectivamente, nas Figuras 5.19 e 5.20.



**Figura 5.19** - Curvas de torção obtidas em instrumentos *ProFile* .04 dos Grupos Controle 02 e Experimentais 02 e 03. (a) 20/04, (b) 25/04 e (c) 30/04.





**Figura 5.20** - Curvas de torção obtidas em instrumentos *ProFile* .06 dos Grupos Controle 02 e Experimentais 02 e 03. (a) 20/.06, (b) 25/.06 e (c) 30/.06.

A comparação dos resultados relativos aos valores de torque máximo até a fratura dos instrumentos dos Grupos Experimentais 02 e 03 entre si é apresentada na Tabela V.17. Observa-se que não houve diferença estatística significativa para nenhum dos instrumentos analisados. Isto significa que os ensaios de fadiga em bancada até 1/2 e 3/4 da vida útil do instrumento não produziram valores médios de torque máximo até a fratura que possam ser considerados estatisticamente diferentes entre si, ou seja, que estes níveis de fadiga deram origem ao mesmo efeito no comportamento em torção dos instrumentos *ProFile*.

Por outro lado, a análise dos resultados referentes à deflexão angular máxima, apresentados na mesma tabela, indica diferença estatisticamente significativa para os três instrumentos *taper .04* e para o instrumento *20/.06*.

**Tabela V.17.** Análise estatística dos resultados obtidos em instrumentos *ProFile .04* e *.06* em relação ao torque máximo à deflexão angular máxima até a fratura entre os Grupos Experimentais 02 e 03.

Instrumentos	Grupos			
	Experimental 02 x Experimental 03		Deflexão Angular Máxima	
	Torque Máximo até a Fratura			
	$t_o$	p	$t_o$	p
20/.04	1,75	> 0,05	5,74	≤ 0,05
25/.04	0,74	> 0,05	5,39	≤ 0,05
30/.04	1,11	> 0,05	2,72	≤ 0,05
20/.06	1,54	> 0,05	2,43	≤ 0,05
25/.06	0,31	> 0,05	0,91	> 0,05
30/.06	1,21	> 0,05	1,18	> 0,05

Nota: a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para  $p \leq 0,05$ .

Ficou estabelecido que a fratura por torção ocorre principalmente em função da pressão apical excessiva e de altos valores de torque selecionados no motor, ultrapassando o

torque máximo até a fratura específico de cada instrumento. Assim, os resultados obtidos neste estudo têm grande significado clínico em dois sentidos: primeiro, é imperativo o cuidado com a força apical imposta sobre o instrumento após o preparo de 10 canais curvos, já que a sua resistência à torção é menor. Segundo, é preciso entender que os valores de torque máximo até a fratura obtidos para cada instrumento são referentes a instrumentos novos e que valores de torque significativamente menores provocariam a ruptura em torção do instrumento após determinado número de canais preparados. Logo, os motores com baixos valores de torque podem prevenir a fratura por torção somente se os valores selecionados forem aqueles referentes ao estado de uso do instrumento.

A relação entre a fadiga provocada pelo uso clínico dos instrumentos rotatórios de NiTi e a precipitação da fratura por torção ainda não foi discutida na literatura e este conhecimento representa um grande avanço no uso clínico dos instrumentos *ProFile*, no sentido de reduzir as indesejáveis fraturas intra-canal.

A observação destes resultados aponta para a possibilidade de que a nucleação das trincas de fadiga acontece precocemente nos instrumentos *ProFile*, devido às características superficiais irregulares resultantes da usinagem, que funcionam como concentradores de tensão. Uma vez nucleadas as trincas, o processo de crescimento destas se faz lentamente até a fratura final rápida. Confirmado o mecanismo de fadiga nos instrumentos endodônticos de NiTi como sendo uma fadiga controlada por deformação e de baixo ciclo (Pruett et al., 1997; Duerig et al., 1999), onde o Estágio II de propagação lenta da trinca ocupa a maior parte da vida em fadiga do dispositivo, tem-se aí a justificativa de se encontrar diferença significativa entre os instrumentos sem uso (Grupo Controle 02) e a maioria dos instrumentos ensaiados em bancada de fadiga até 1/2 e 3/4 da vida em fadiga (Grupos Experimentais 02 e 03) e nenhuma diferença significativa entre os resultados obtidos pelos instrumentos dos Grupos Experimental 02 e Experimental 03 entre si. Neste caso, poderia se pensar que estender o uso clínico na formatação de 10 canais curvos (um pouco mais da metade da vida útil em fadiga) não faria uma diferença significativa na fratura intra-canal. Entretanto, a presença de fatores como a variação na amplitude de tensão, o atrito com as paredes do canal, as tensões

torsionais e a pressão apical sobre o instrumento, impostos pela anatomia complexa e variável do sistema de canais radiculares, contraria tal pensamento. A comprovação dessa hipótese seria muito difícil, porque os testes de vida útil restante em laboratório, na verdade, não refletem todas as condições encontradas na prática clínica. Os resultados obtidos, portanto, devem ser entendidos apenas como uma aproximação da situação *in vivo*.

Entretanto, até o momento não há uma explicação consensual para os mecanismos que governam a propagação da trinca de fadiga em ligas NiTi. Grande parte dos autores (Melton e Mercier, 1979; Miyazaki et al., 1989; McKelvey e Ritchie, 2001) observou uma forte dependência da temperatura de teste sobre a taxa de propagação da trinca e a variação do fator de intensidade de tensão ( $\Delta K$ ). Os menores valores da taxa de propagação foram encontrados na faixa de temperatura  $T < M_s$ , na qual a martensita permanece na ponta da trinca. Nesta situação, a deformação acontece pelo movimento dos contornos de maclas e interfaces de variantes, logo a tensão crítica para deformação é muito baixa e pouco dependente da temperatura. Assim, a concentração de tensão na ponta da trinca seria relaxada mais efetivamente. Entretanto, esta faixa de temperatura não é, normalmente, encontrada nas aplicações clínicas dos instrumentos endodônticos de NiTi, onde prevalece a temperatura corporal de 37°C.

Na faixa de temperatura usual das abordagens endodônticas ( $M_s < T < M_d$ ), a tensão crítica para induzir a transformação martensítica aumenta com o aumento da temperatura, dificultando a relaxação da tensão na ponta da trinca, justificando o aumento na taxa de propagação da trinca com o aumento da temperatura mostrado por Miyazaki et al. (1989). Da mesma forma, McKelvey e Ritchie (2001) observaram limiares de fadiga mais altos e taxas de propagação de trinca mais baixas na martensita, em comparação à austenita estável ou superelástica. Apesar de ser a microestrutura mais utilizada para aplicações comerciais do NiTi, a austenita superelástica, segundo os mesmos autores, apresentou os piores resultados em relação ao crescimento da trinca de fadiga. Da mesma forma, Tabanlı et al. (1999) consideraram a vida em fadiga mais curta na região do patamar superelástico, consequência da coexistência de martensita e austenita, com interfaces de fase funcionando como concentradores de tensão. Estes e

outros resultados sugerem que a superelasticidade não aumenta a resistência ao crescimento das trincas de fadiga nas ligas NiTi (Dauskardt et al., 1989; Tabanlı et al., 1999; McKelvey e Ritchie, 2001).

As transformações de fase induzidas por tensão foram exploradas por Hornbogen (1978) em aços inoxidáveis austeníticos, como uma forma de aumentar a resistência à propagação da trinca de fadiga. O componente dilatacional decorrente da formação de martensita  $\alpha'$  nestes aços comprime o material elástico circundante, não transformado, dificultando a extensão da trinca para essa zona de compressão. Entretanto, a transformação de fase nas ligas NiTi resulta apenas em uma mudança pequena e negativa de volume (Dauskardt et al., 1989), sem chance de provocar o embotamento da trinca pelo mesmo mecanismo. Assim, o retardo na propagação das trincas de fadiga nas ligas NiTi deve acontecer por um mecanismo diferente, ainda desconhecido.

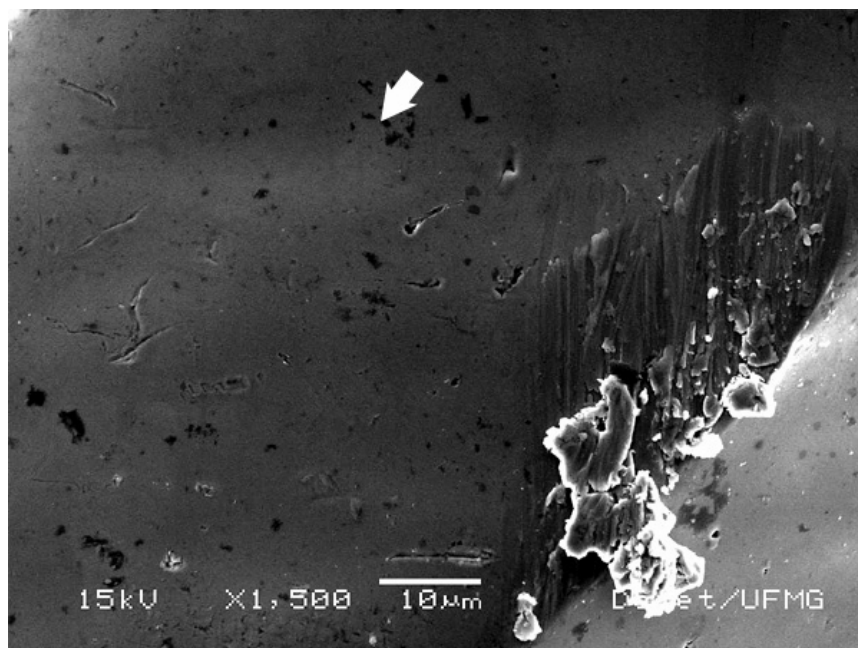
McKelvey e Ritchie (2001), através de análises por MET e DRX do material da zona plástica na ponta da trinca, constataram que a transformação martensítica induzida por tensão pode ser suprimida pelo estado de tensão hidrostática, desenvolvido pela triaxialidade de tensões na frente de uma trinca de fadiga se propagando em estado plano de deformação. A inibição da transformação martensítica seria, possivelmente, a responsável pelo comportamento semelhante entre austenita estável e superelástica, em relação à propagação da trinca de fadiga observado pelos autores. Por outro lado, a transformação martensítica induzida por tensão aconteceria em amostras austeníticas superelásticas muito finas, onde não foi desenvolvido um alto grau de tensões triaxiais devido à prevalência das condições planas de tensão.

A partir destas considerações, é possível supor que, durante as aplicações no SCR, especialmente pelas pequenas dimensões dos instrumentos endodônticos de NiTi, prevaleçam as condições planas de tensão, que permitem a formação da martensita, e que a reversibilidade desta transformação seja responsável pela propagação lenta das trincas de fadiga. Entretanto, continua sendo especulativo o real papel da transformação martensítica sobre a taxa de propagação das trincas na liga NiTi superelástica.

Outro parâmetro importante na análise da propagação da trinca de fadiga nas ligas NiTi é a nucleação múltipla de trincas nos contornos de variantes e de maclas na martensita observada por Hornbogen (1990) e Heckmann e Hornbogen (2002). Estes contornos adicionais na martensita podem funcionar como os contornos de grãos originais na austenita, mas formam um número muito maior de pequenas trincas. A liga se apresenta muito danificada pelas microtrincas, mas leva um grande número de ciclos até que se desenvolvam trincas macroscópicas, que possam iniciar o crescimento. A rápida formação de múltiplas trincas resulta em um crescimento lento das mesmas devido à dissipação de energia em um sistema de trincas altamente ramificado. Este pode ser um fator importante neste estudo, podendo justificar, pelo menos em parte, a diferença significativa entre os valores de torque máximo até a fratura obtidos nos instrumentos *ProFile* sem uso e após 1/2 e 3/4 de vida em fadiga, além da ausência de diferença estatística no comportamento em torção dos instrumentos que sofreram processo de fadiga (1/2 e 3/4 de vida) entre si.

### **5.5 – Caracterização da Superfície dos Instrumentos Ensaçados em Fadiga**

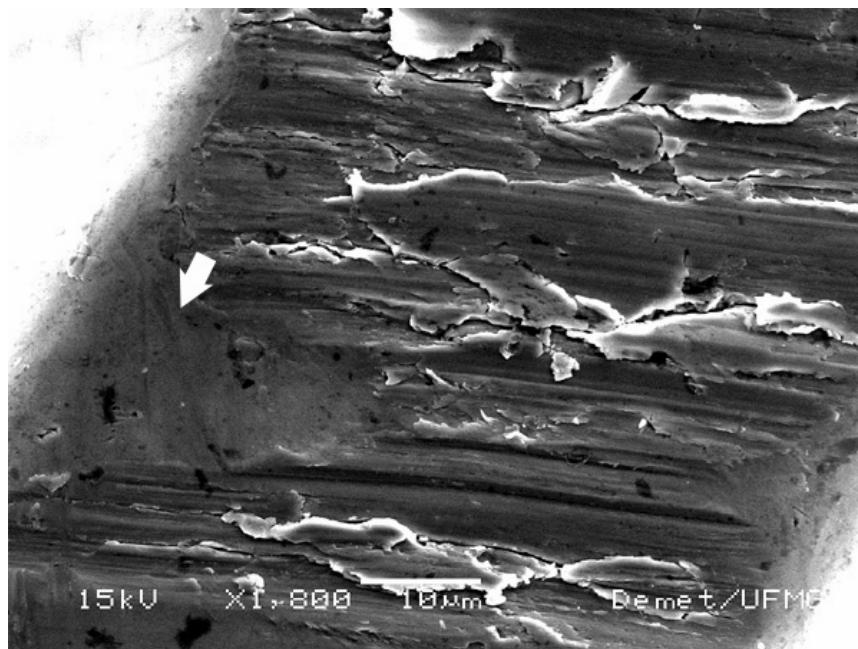
O aspecto geral da superfície dos instrumentos ensaiados em bancada para testes de fadiga, até 1/2 e 3/4 de sua vida em fadiga, analisados por MEV antes do ensaio em torção até a ruptura, demonstra características superficiais diferentes daquelas dos instrumentos usados em dentes humanos. Analisando as primeiras seis estrias a partir da ponta do instrumento, verificou-se a presença de áreas completamente alisadas identificadas pelas setas (Fig. 5.21), produzidas pelo atrito da lima com a superfície do canal artificial de aço ferramenta temperado, com perda das características anteriormente observadas nos instrumentos do Grupo Experimental 01, apresentadas nas Figuras 5.7 a 5.9. Esta aparência foi, em geral, dominante, mas observou-se também áreas apresentando riscos de usinagem, escoamento de material e microtrincas, intercaladas com as regiões completamente alisadas, como mostrado nas Figuras 5.22 a 5.25.



**Figura 5.21** – Alisamento superficial no plano radial de um instrumento *ProFile 30/06* ensaiado em bancada de fadiga até 3/4 de vida em fadiga.

Assim, as ocorrências que puderam ser visualizadas e qualitativamente avaliadas no exame por MEV dos instrumentos ensaiados em fadiga até 1/2 e 3/4 de sua vida útil são apresentadas nas Tabelas V.18 e V.19. As características superficiais usuais, como riscos de usinagem e escoamento de material, foram observadas no final da 2ª estria e na 1ª estria, possivelmente devido à menor solicitação nesta região do instrumento. A maior incidência de microtrincas entre as 4ª e 5ª estrias nos instrumentos do Grupo Experimental 02 (ensaiados em fadiga até 1/2 de vida em fadiga) e entre as 4ª e 6ª estrias nos instrumentos do Grupo Experimental 03 (ensaiados em fadiga até 3/4 de vida em fadiga) é um resultado diferente do encontrado no Grupo Experimental 01 (instrumentos usados em 10 canais humanos), onde a maior incidência de microtrincas aconteceu entre as 2ª e 5ª estrias. Esta diferença se deve, possivelmente, à complexidade anatômica do SCR, que apresenta curvaturas secundárias em 30% dos molares inferiores e curvaturas terciárias (Cunningham e Senia, 1992). De fato, a distância média entre o ponto de flexão máxima da curvatura secundária e o forame apical, de 2,2mm, encontrada por Cunningham e Senia (1992), justifica a maior ocorrência de

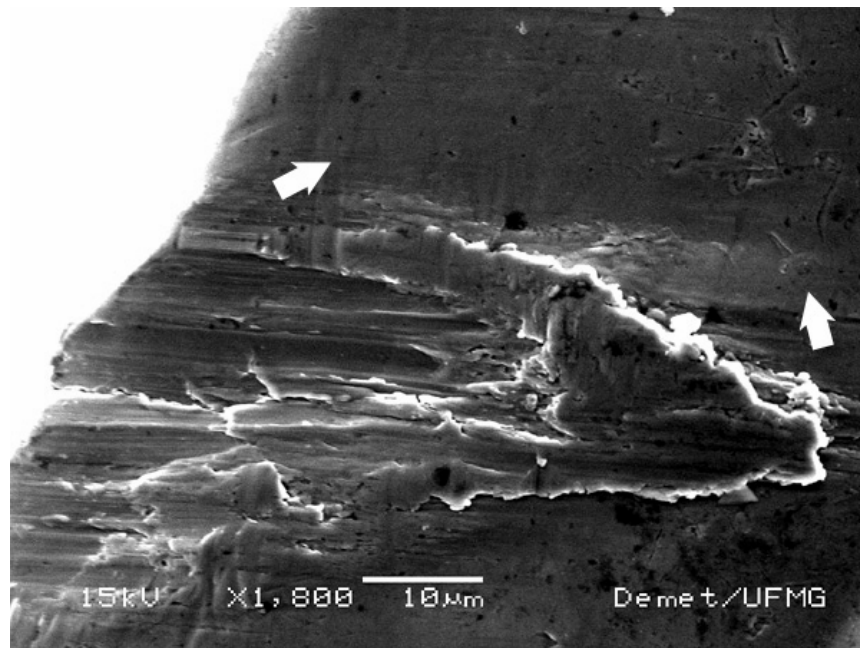
microtrincas entre as 2<sup>a</sup> e 5<sup>a</sup> estrias, que distam em média 1,4 a 3,8mm da ponta do instrumento (Martins, 2002).



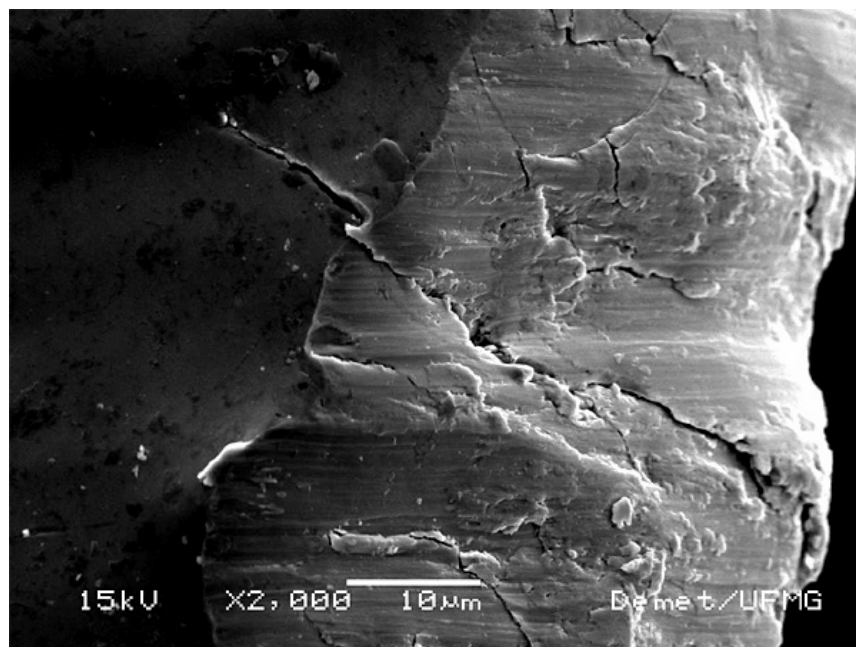
**Figura 5.22** – Áreas de alisamento superficial intercaladas com áreas com escoamento de material e trincas no plano radial de um instrumento *ProFile 25/06*, ensaiado em bancada de fadiga até 1/2 de vida em fadiga.

Além disso, é possível que a diferença na localização da incidência de microtrincas nos instrumentos se deva também ao movimento axial a que os mesmos são submetidos na prática clínica, que tem como reflexo a distribuição da tensão cíclica pela passagem repetida da ponta do instrumento no ponto de curvatura máxima. Na bancada de ensaios de fadiga, o instrumento é usado de maneira estática, de modo que a região submetida à amplitude máxima de tensão de tração-compressão no canal artificial, em média a 3mm da ponta, não varia e corresponde aproximadamente ao intervalo entre a 4<sup>a</sup> e 5<sup>a</sup> estrias (Martins, 2002).

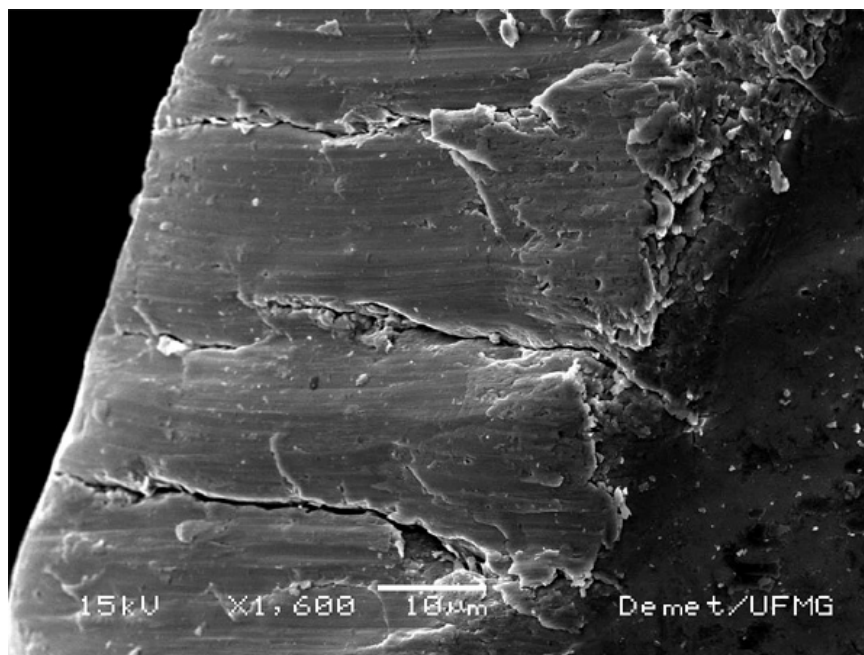




**Figura 5.23** – Áreas de alisamento superficial intercaladas com áreas com escoamento de material e trincas no plano radial de um instrumento *ProFile 25/06*, ensaiado em bancada de fadiga em até 1/2 de vida em fadiga.



**Figura 5.24** – Trinca abrangendo toda a extensão do plano radial e se estendendo para a concavidade em instrumento *ProFile 25/06* ensaiado em bancada de fadiga até 3/4 de vida em fadiga.



**Figura 5.25** – Área com trincas e escoamento no plano radial de um instrumento *ProFile 25/.06* ensaiado em bancada de fadiga até 3/4 de vida em fadiga.

**Tabela V.18** - Ocorrência de trincas em instrumentos *ProFile .04* e *.06* ensaiados em bancada para testes de fadiga até 1/2 de vida em fadiga.

Instrumento	1 <sup>a</sup> estria	2 <sup>a</sup> estria	3 <sup>a</sup> estria	4 <sup>a</sup> estria	5 <sup>a</sup> estria	6 <sup>a</sup> estria
30/.06	Não	Não	Não	Não	Sim	Sim
25/.06	Não	Não	Sim	Sim	Sim	Não
20/.06	Não	Não	Sim	Sim	Sim	Sim
30/.04	Não	Não	Não	Não	Não	Não
25/.04	Não	Não	Não	Sim	Sim	Não
20/.04	Não	Não	Sim	Sim	Sim	Não

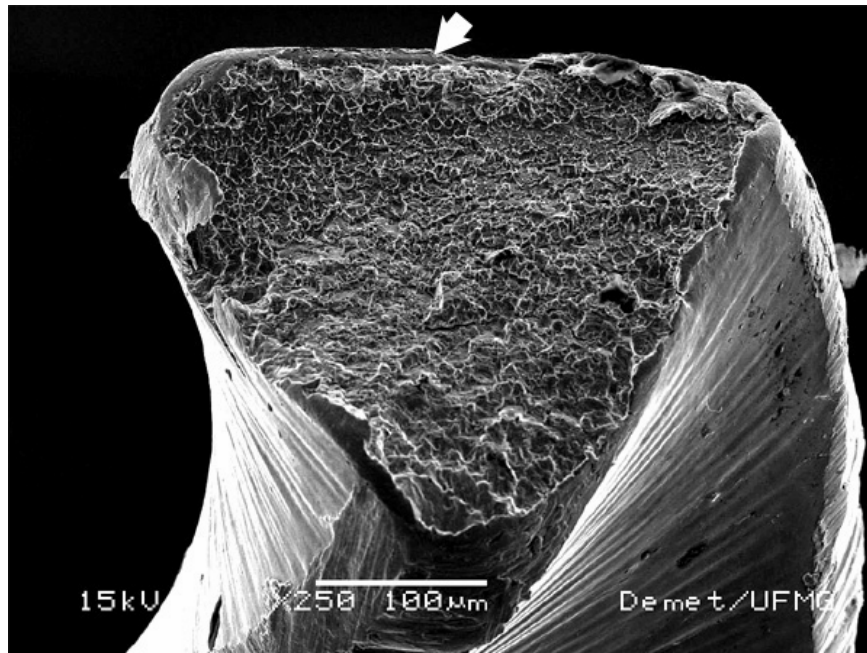
**Tabela V.19** - Ocorrência de trincas em instrumentos *ProFile* .04 e .06 ensaiados em bancada para testes de fadiga até 3/4 de vida em fadiga.

Instrumento	1 <sup>a</sup> estria	2 <sup>a</sup> estria	3 <sup>a</sup> estria	4 <sup>a</sup> estria	5 <sup>a</sup> estria	6 <sup>a</sup> estria
30/.06	Não	Não	Não	Não	Sim	Sim
25/.06	Não	Não	Não	Sim	Sim	Sim
20/.06	Não	Não	Sim	Sim	Sim	Sim
30/.04	Não	Não	Não	Não	Sim	Sim
25/.04	Não	Não	Sim	Sim	Sim	Sim
20/.04	Não	Não	Não	Sim	Sim	Sim

### 5.6. Análise da Superfície de Fratura dos Instrumentos

Os instrumentos fraturados nos ensaios de fadiga, selecionados de maneira aleatória, tiveram suas superfícies de fratura analisadas por microscopia eletrônica de varredura. As características observadas foram uma pequena área de nucleação e propagação lenta das trincas (superfície lisa), localizada na borda dos instrumentos, e uma grande área central correspondente à fratura dúctil final.

A figura 5.26 mostra a superfície de fratura de um instrumento *ProFile* 30/.06 sem uso, submetido a teste de fadiga em laboratório – Grupo Controle 01. Observa-se que a quase totalidade da superfície de fratura corresponde à região de fratura final, com aspecto de fratura dúctil. A presença de regiões lisas, características do estágio de propagação lenta da trinca, é pouco evidente.

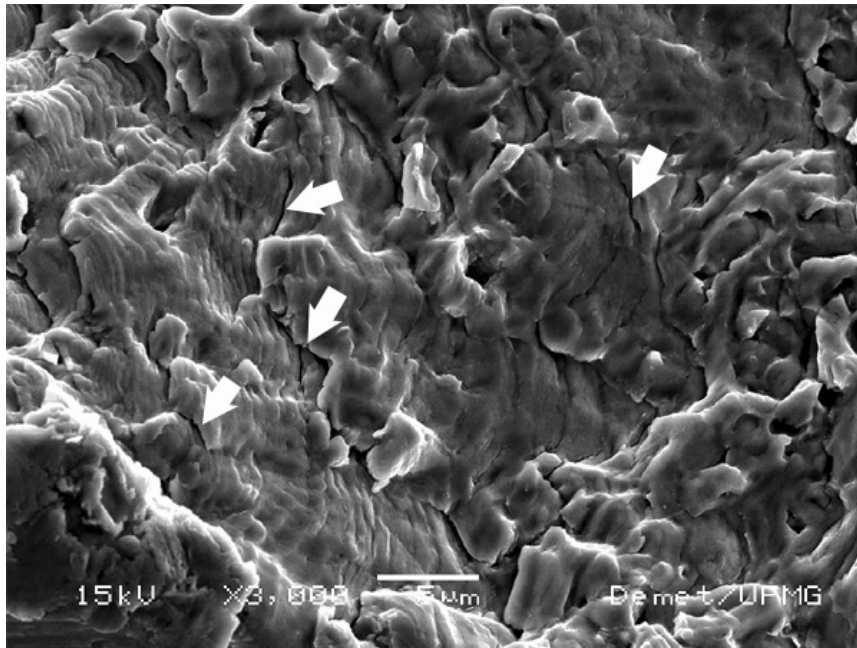


**Figura 5.26** – Superfície de fratura de um instrumento *ProFile 30/.06* ensaiado em fadiga até a ruptura – Grupo Controle 01.

No caso de fadiga em flexão rotatória, com grande concentração de tensões, como ocorre no emprego de instrumentos rotatórios de NiTi no preparo do SCR e nos ensaios de bancada, era esperado encontrar uma região lisa em torno de toda a periferia da superfície de fratura. Nas superfícies analisadas, as regiões lisas são muito pequenas e não são observadas ao redor de toda a superfície de fratura. De fato, a metodologia empregada, apesar do monitoramento da fratura com lupa estereomicroscópica, não permitiu que o movimento rotacional fosse interrompido instantaneamente na ocorrência da fratura e, como consequência, o instrumento fraturado realizou alguns ciclos de rotação no canal artificial após a ruptura, provocando o alisamento de algumas regiões periféricas da superfície de fratura. Nas regiões lisas que não foram afetadas, não foram detectadas marcas de praia, uma vez que nos testes de laboratório não ocorrem variações no ciclo de tensões (Dieter, 1986; Courtney, 1990; Reed-Hill, 1992).

A Figura 5.27 mostra os aspectos microfractográficos observados na região lisa da superfície de fratura, indicada pela seta na Figura 5.26. A presença de estrias de fadiga é evidente, indicando que a fratura por fadiga se iniciou na periferia do instrumento, onde

a concentração de tensões é muito alta, devido aos defeitos de superfície decorrentes da usinagem do instrumento. Esta alta concentração de tensões faz com que a extensão da região de propagação das trincas de fadiga seja muito pequena comparada à região de fratura final, como mencionado anteriormente (Reed-Hill, 1992).

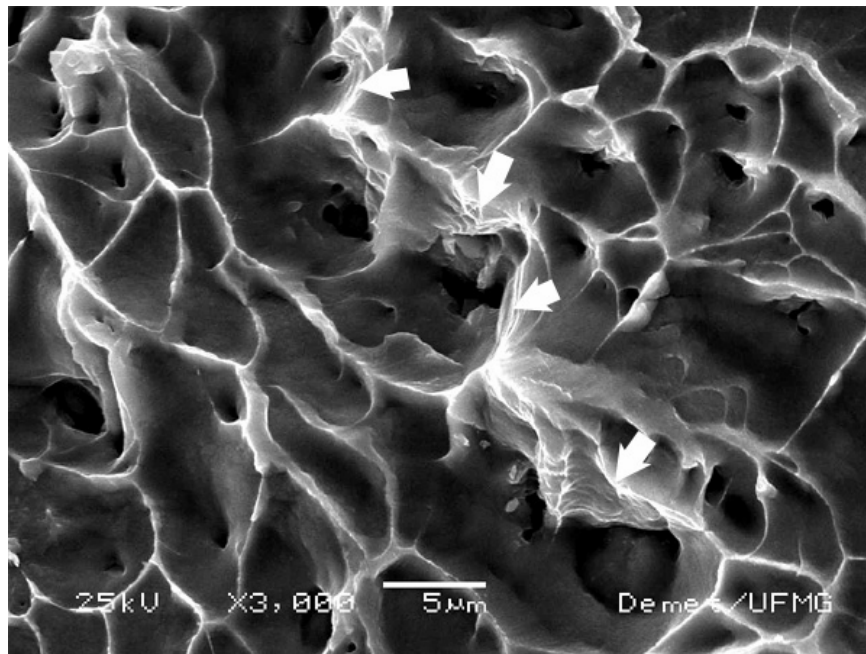


**Figura 5.27** – Detalhe da região lisa da superfície de fratura de um instrumento *ProFile* 30/06 ensaiado em fadiga até a ruptura – Grupo Controle 01, mostrada na Fig. 5.26.

Outro aspecto a ser destacado na Figura 5.27 é o elevado número de trincas secundárias (setas), sendo que cada trinca secundária cria uma nova rede de estrias de fadiga. Como observado por Hornbogen et al. (1990 e 2002), a presença de um grande número de contornos de variantes e de maclas na martensita pode dar origem à nucleação múltipla de pequenas trincas nas ligas NiTi. A rápida e múltipla nucleação de trincas secundárias resulta em um crescimento lento das mesmas, devido à dissipação de energia em um sistema de trincas altamente ramificado, e pode ser um dos mecanismos responsáveis pela lenta progressão de trincas de fadiga no sistema NiTi.

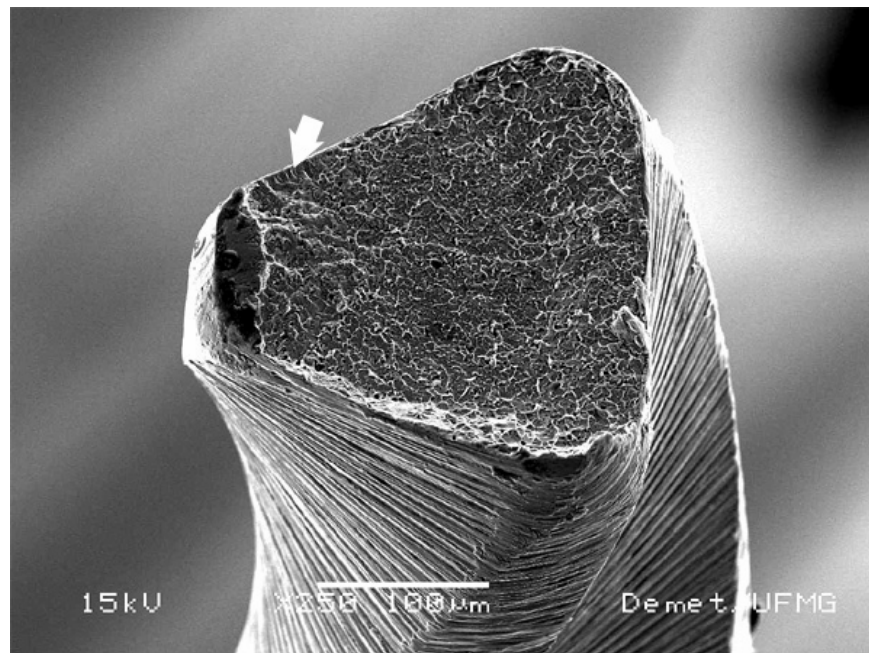
A Figura 5.28 mostra detalhes da região fibrosa da fratura final. Nesta região, são observadas as cavidades conhecidas como *dimples*, característica de fratura dúctil. Os *dimples* são iniciados nas interfaces entre a matriz e partículas, precipitados, inclusões e

imperfeições como microporosidades e microtrincas. Eles crescem sob as condições de tensão triaxial na frente da ponta da trinca e se expandem até coalescerem por fluxo plástico (Reed-Hill, 1992). Nota-se também na Figura 5.28, próximo aos *dimples*, a presença de linhas de escorregamento finas e onduladas (setas).

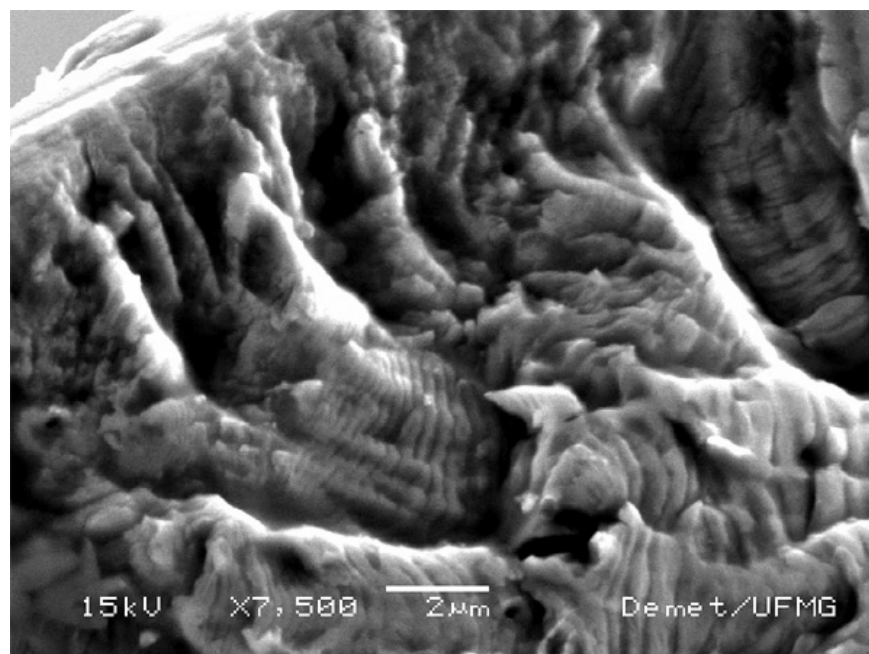


**Figura 5.28** – Detalhe da região central fibrosa da superfície de fratura mostrada na Figura 5.26.

Na Figura 5.29 é mostrada a superfície de fratura de um instrumento *ProFile 25/06* utilizado na preparação de 10 canais radiculares curvos e posteriormente testado em bancada de fadiga até a ruptura – Grupo Experimental 01. As características da fratura são semelhantes às da amostra pertencente ao Grupo Controle 01: as regiões correspondentes ao estágio de propagação lenta das trincas, que deveriam contornar a superfície de fratura, são muito pequenas, difíceis de identificar, e nas pequenas áreas associadas à estas regiões não foram observadas marcas de praia, embora este instrumento tenha sido ciclado parte de sua vida útil em condições de uso, ou seja, com alterações no ciclo de tensões. A região de fratura final corresponde à quase totalidade da superfície de fratura e apresenta aspecto dúctil.



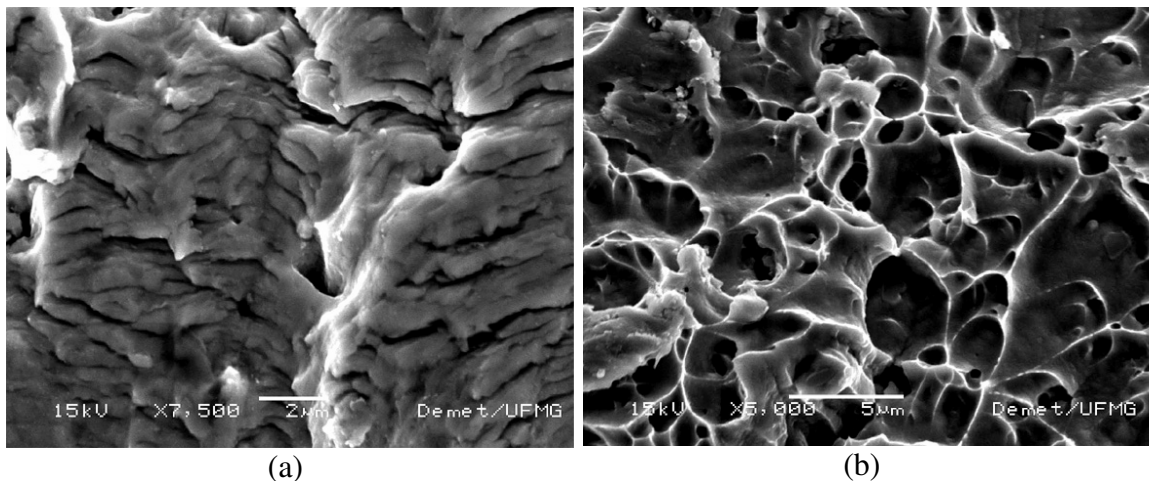
**Figura 5.29** – Superfície de fratura de um instrumento *ProFile 25/.06* usado no preparo de 10 canais radiculares curvos e ensaiado em bancada de fadiga até a ruptura – Grupo Experimental 01.



**Figura 5.30** – Detalhe da região próxima à borda da superfície de fratura do instrumento *ProFile 25/.06* mostrada na Figura 5.29.

A Figura 5.30 mostra a presença de estrias de fadiga e trincas secundárias em uma região da borda do instrumento fraturado, indicada pela seta na Figura 5.29. Os aspectos são idênticos àqueles mostrados em região equivalente no instrumento *ProFile* 30/.06 do Grupo Controle 01 (Fig. 5.26) e a mesma discussão se aplica no caso deste instrumento do Grupo Experimental 01.

A região lisa com estrias de fadiga perpendiculares à direção de propagação da trinca e trincas secundárias é apresentada em detalhe na Figura 5.31(a). A região fibrosa da fratura final desta amostra, apresentada na Figura 5.31(b), revela, mais uma vez, *dimples* característicos de fratura dúctil.

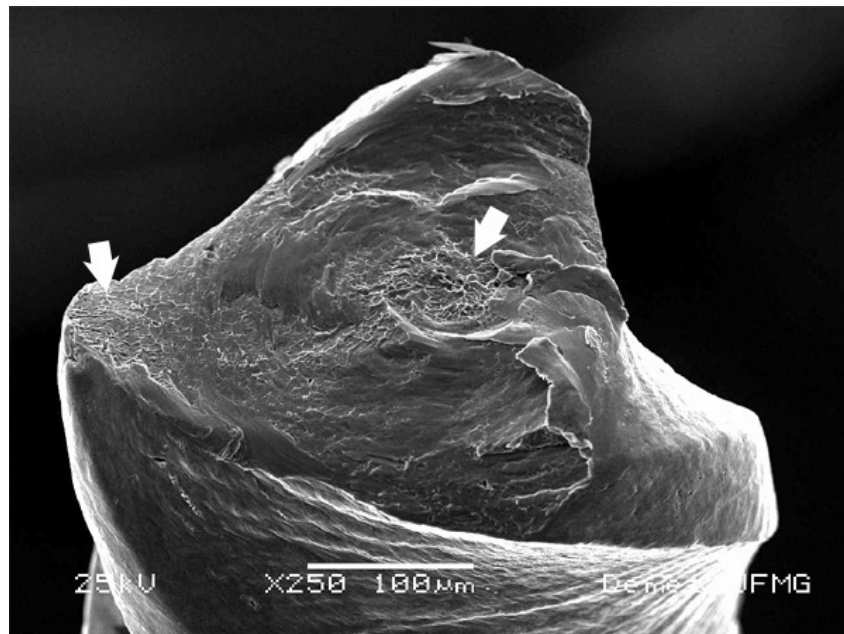


**Figura 5.31** – Detalhe da região lisa, com estrias de fadiga (a) e da região fibrosa, com *dimples* (b) da superfície de fratura de um instrumento *ProFile* 25/.06, apresentada na Figura 5.29.

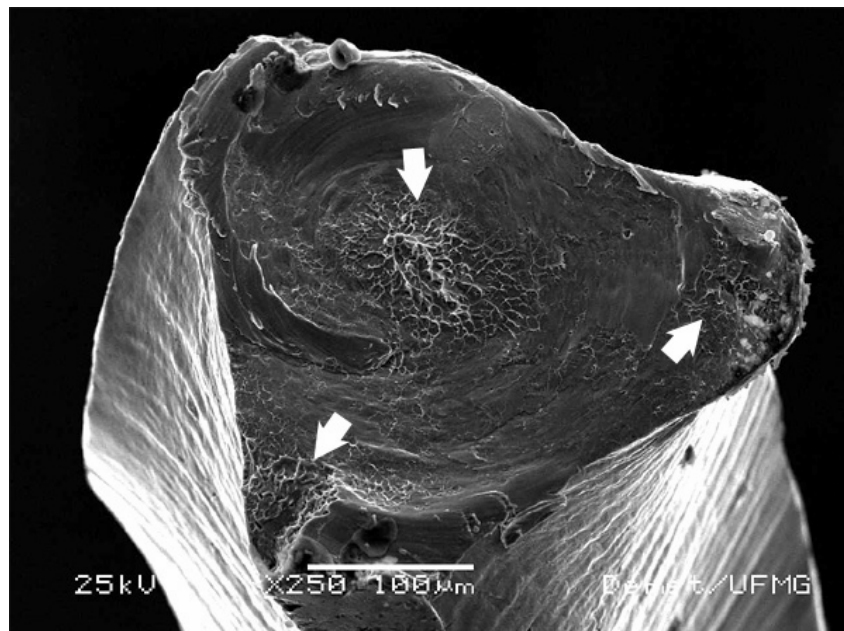
A Figura 5.32 mostra o aspecto da fratura de um instrumento *ProFile* 25/.06 ensaiado em torção até a ruptura. Os aspectos característicos de fratura dúctil por torção, isto é, superfície de fratura normal ao eixo de torção e fratura final no centro da peça, aparecem distorcidos em virtude das características geométricas do instrumento. A superfície não é completamente normal ao eixo de torção e nota-se a presença de mais de uma região de fratura final, indicadas pelas setas. Os mesmos comentários podem ser feitos a respeito dos aspectos das superfícies de fratura dos instrumentos testados em



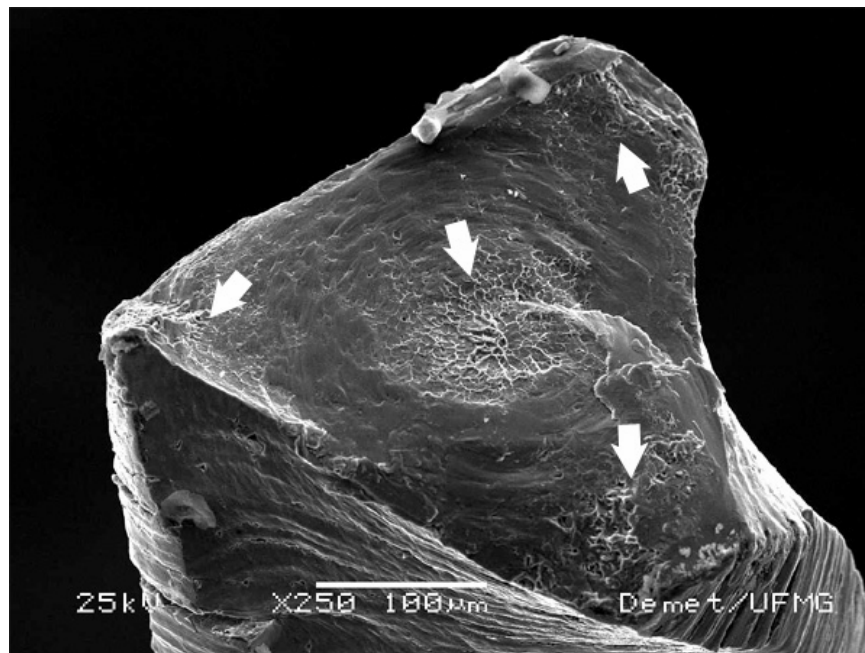
bancada de fadiga até 1/2 e 3/4 da vida útil, antes do ensaio de torção até a ruptura (Figs. 5.33 e 5.34).



**Figura 5.32** – Superfície de fratura de um instrumento *ProFile 25/.06* ensaiado até a ruptura em torção – Grupo Controle 02.



**Figura 5.33** – Superfície de fratura de um instrumento *ProFile 25/.06* ensaiado em torção até a ruptura, após ensaios interrompidos de fadiga até 1/2 de sua vida útil – Grupo Experimental 02.

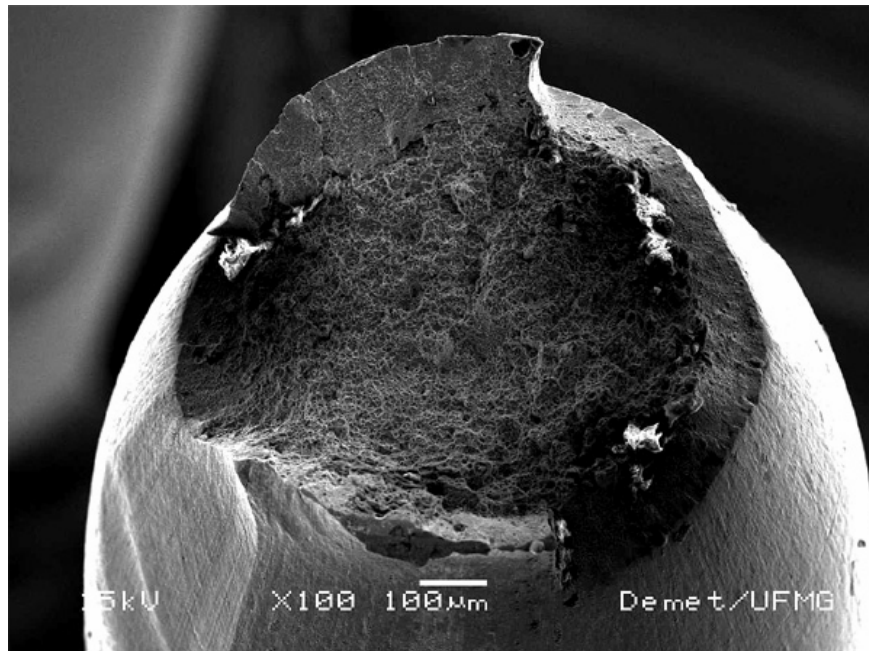


**Figura 5.34** – Superfície de fratura de um instrumento *ProFile 25/.06* ensaiado em torção até a ruptura, após ensaios interrompidos de fadiga até 3/4 de sua vida útil – Grupo Experimental 03.

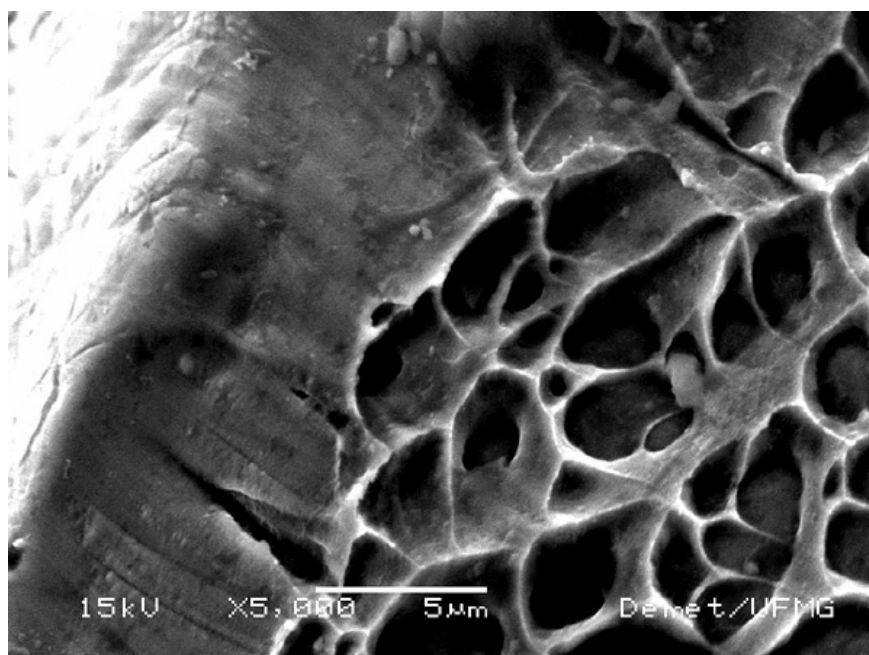
A superfície de fratura do fio de NiTi testado em tração é mostrada na Figura 5.35. O aspecto é típico de uma fratura dúctil em tração, tipo cone-cálice, com zona fibrosa no centro e de cisalhamento na borda.

Quando se analisa por MEV a superfície de fratura em um aumento maior, verifica-se a presença de *dimples* em quase toda a superfície de fratura, que é circundada por uma pequena região lisa, sem as estrias características encontradas nas amostras submetidas à fadiga, como pode ser visualizado na Figura 5.36.

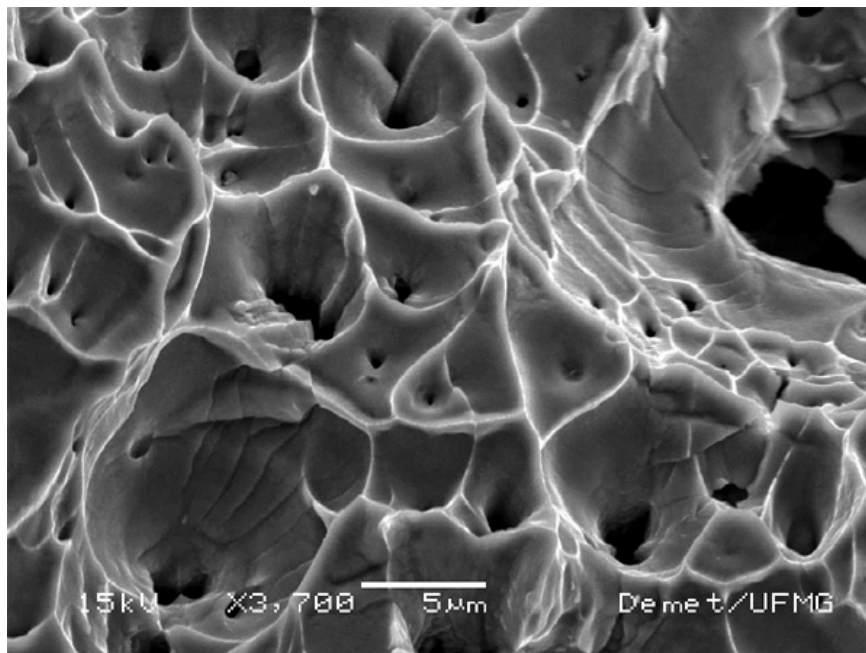
A Figura 5.37 mostra os aspectos microscópicos da região fibrosa do fio de NiTi testado em tração até a ruptura (Fig. 5.35). Observa-se a presença de *dimples* e, próximo a estes, linhas de escorregamento, indicativas de que os *dimples* cresceram pelo escorregamento em muitos sistemas (Metals Handbook, 1975). Estas características foram observadas também na Figura 5.28, relativa à fratura dúctil do instrumento *ProFile 30/.06* rompido em bancada de fadiga.



**Figura 5.35** – Superfície de fratura de fio de NiTi ensaiado em tração até a ruptura.



**Figura 5.36** – Região lisa na periferia da superfície de fratura de fio de NiTi ensaiado em tração até a ruptura, mostrada na Figura 5.35.

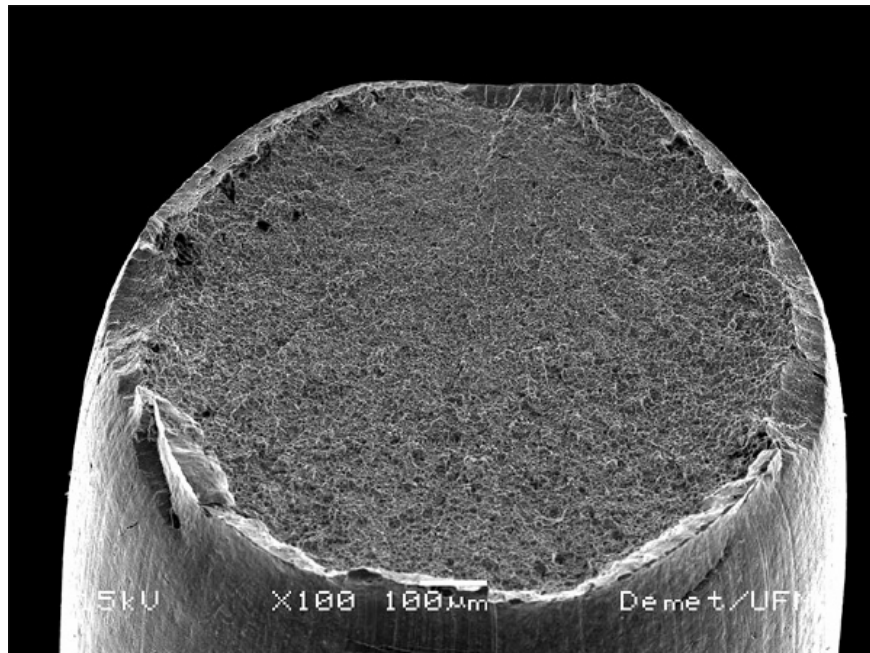


**Figura 5.37** – Detalhe da região central da superfície de fratura de fio de NiTi ensaiado em tração até a ruptura, mostrada na Figura 5.35.

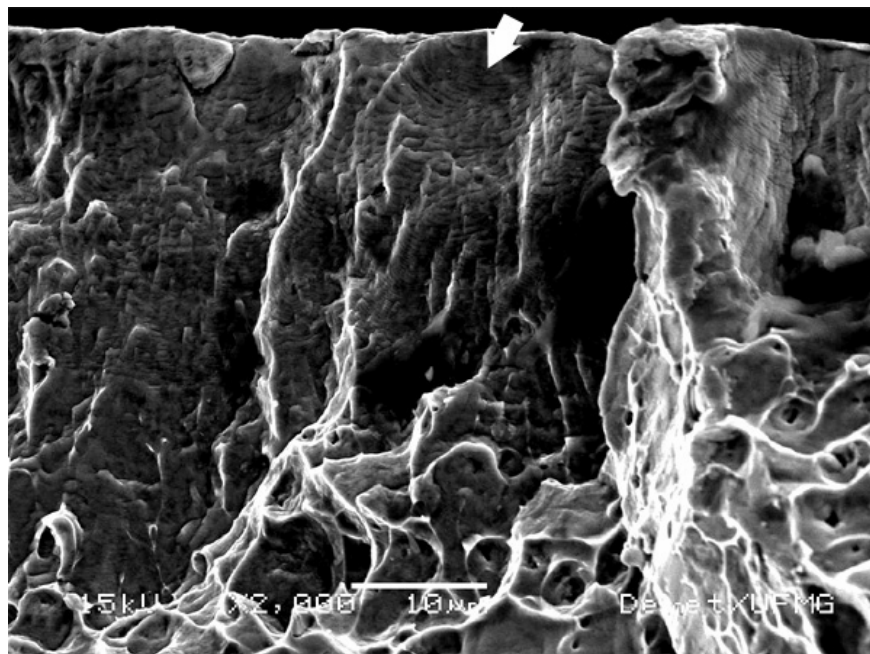
Quando submetidos a 100 ciclos de carga e descarga até 4% de deformação, os fios de NiTi apresentam, após ruptura em tração, superfícies de fratura com as mesmas características mostradas na Figura 5.35. Trata-se de uma fratura dúctil, porém com menor redução de área do que o fio não ciclado, e com região de cisalhamento bem menos extensa, conforme pode ser visto na Figura 5.38.

Alguns pontos na borda do fio de NiTi ciclado e rompido em tração foram examinados. A Figura 5.39 mostra a presença de estrias na borda do fio de NiTi ciclado e rompido em tração (seta). A região indicada pela seta é mostrada com maior aumento na Figura 5.40. Observa-se uma grande quantidade de trincas secundárias formadas na raiz de várias estrias de fadiga.

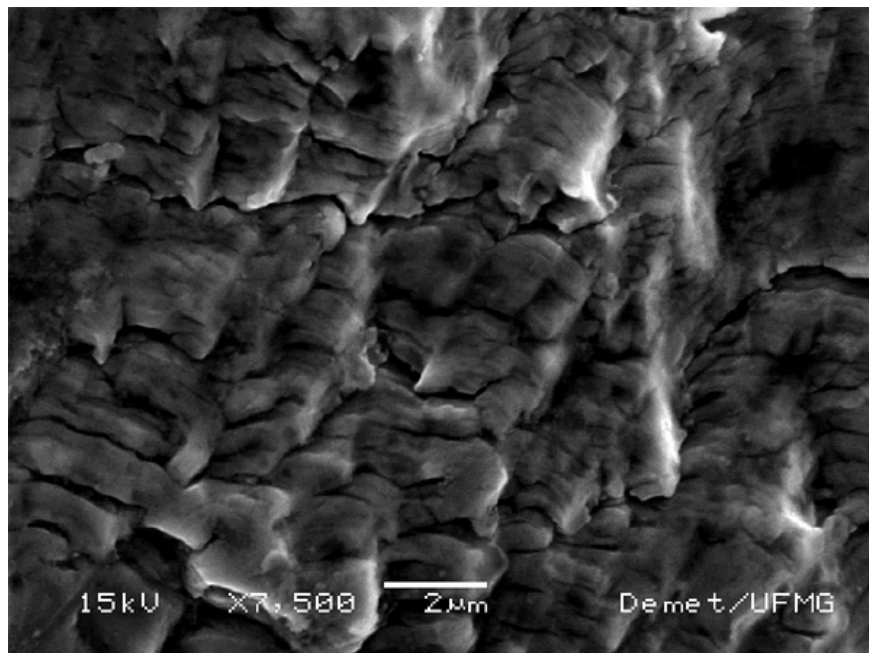
A região fibrosa central, que ocupa a maior parte da superfície de fratura na Figura 5.38, com os *dimples* característicos de fratura dúctil, pode ser visualizada em detalhe na Figura 5.41.



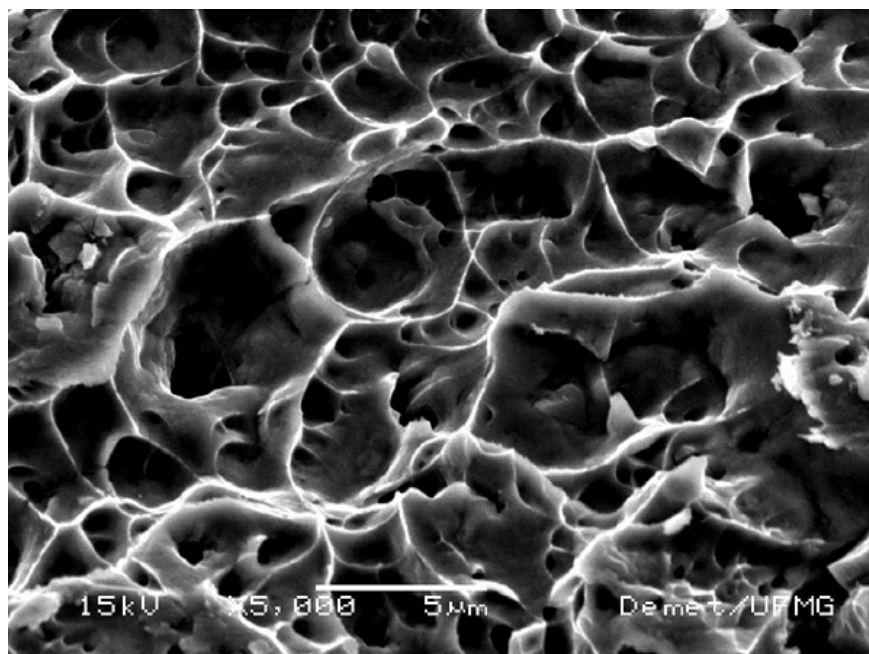
**Figura 5.38** – Superfície de fratura de fio de NiTi ensaiado até a ruptura em tração, após 100 ciclos de carga e descarga até 4% de deformação.



**Figura 5.39** – Detalhe da região próxima à borda da superfície de fratura de fio de NiTi ensaiado até a ruptura em tração, mostrada na Figura 5.38.



**Figura 5.40** – Detalhe da região lisa da superfície de fratura de fio de NiTi, rompido em tração após 100 ciclos de carga e descarga, apresentada na Figura 5.39.



**Figura 5.41** – *Dimples* da área central da superfície de fratura de fio de NiTi rompido em tração após 100 ciclos de carga e descarga.

Dois aspectos merecem destaque no conjunto de resultados apresentados e discutidos sobre as superfícies de fratura. Em primeiro lugar, é necessário retomar a discussão relativa ao comportamento em tração dos fios de NiTi superelásticos utilizados na confecção dos instrumentos *ProFile*. As Figuras 5.35 e 5.38 mostram, qualitativamente, que a redução de área na estrição, após ruptura em tração, é maior nos fios no estado como recebido do que nos fios ciclados 100 vezes. Entretanto, na discussão sobre o comportamento em tração dos dois tipos de fios, seção 5.1.3, foi observado que os fios ciclados apresentavam uma deformação até a fratura da mesma ordem de grandeza dos fios no estado como recebido. Este comportamento se justifica em termos das particularidades da transformação martensítica induzida por tensão nas ligas NiTi superelásticas: as regiões em que ocorre o acúmulo de deslocamentos residuais associadas à ciclagem mecânica, que são herdadas pela austenita na transformação reversa, transformam-se em sítios preferenciais para nucleação de variantes de martensita convenientemente orientadas, fazendo com que a tensão de transformação seja mais baixa e que a deformação de transformação seja maior (Tobushi et al., 1992, 1996; McKelvey e Ritchie, 1999). Como consequência, a deformação até a estrição nos fios ciclados é maior. Entretanto, quando a estrição ocorre, a densidade de deslocamentos na martensita é elevada e sua ductilidade é diminuída.

Outro aspecto a destacar é a presença de grande concentração de trincas secundárias nas superfícies de fratura dos instrumentos e fios submetidos à deformação cíclica. Conforme discutido por Hornbogen et al. (1990 e 2002), a rápida e múltipla nucleação de trincas secundárias pode resultar no crescimento lento das mesmas, devido à dissipação de energia em um sistema de trincas altamente ramificado. Este pode ser o principal mecanismo responsável pela lenta propagação das trincas de fadiga nas ligas NiTi superelásticas.

## 6. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho dão suporte às seguintes conclusões sobre a influência da deformação cíclica na resistência à fadiga e à torção de instrumentos endodônticos de NiTi *ProFile* .04 e .06:

- A liga NiTi utilizada na fabricação dos instrumentos endodônticos de NiTi *ProFile* possui a composição química média 49%atTi-51%atNi (44%Ti-56%Ni em peso). De acordo com as análises por DRX, apenas a austenita, fase  $\beta$ , de estrutura cristalina B2 está presente na liga à temperatura ambiente. A temperatura média de final da transformação reversa,  $A_f \cong 22^\circ\text{C}$ , determinada por DSC, confirmou estas observações.
- A deformação cíclica dos fios de NiTi utilizados na confecção dos instrumentos endodônticos *ProFile* mostrou que os parâmetros de resistência mecânica e de ductilidade desses fios foram apenas levemente influenciados por 100 ciclos de carga e descarga até 4% de deformação em tração.
- A resistência à fadiga dos instrumentos *ProFile* .04 e .06 sem uso, avaliada pelo número de ciclos até a fratura em ensaios de laboratório, apresentou a tendência de aumento com a diminuição do calibre de ponta do instrumento, isto é, os instrumentos de menor calibre mostraram-se mais resistentes à fadiga. Esta tendência foi confirmada estatisticamente para os instrumentos 20/.04 e 30/.04, 25/.04 e 30/.04, 20/.06 e 30/.06.
- Nos instrumentos *ProFile* .04 e .06 sem uso, a resistência à fadiga apresentou também a tendência de aumentar quando o *taper* diminui, isto é, os instrumentos *taper* .04 de mesmo calibre de ponta são mais resistentes à fadiga do que os instrumentos *taper* .06. Esta tendência foi confirmada estatisticamente para os instrumentos calibre 20 e 25.



- A resistência à fadiga dos instrumentos *ProFile* .04 e .06 sem uso, avaliada pelo número de ciclos até a fratura em ensaios de laboratório, é definida pela amplitude de deformação máxima a que cada instrumento é submetido. Logo, os instrumentos de menor diâmetro mostraram-se mais resistentes à fadiga, já que foram submetidos às menores amplitudes de deformação máxima.
- A vida restante em fadiga dos instrumentos *ProFile* .04 e .06, utilizados na formatação de 10 canais radiculares curvos de molares em condições clínicas, foi reduzida em mais de 50% em comparação com a vida em fadiga de instrumentos sem uso. Esta redução foi significativamente maior nos instrumentos de maior calibre, atingindo 63% nos instrumentos 30/.06.
- O torque máximo até a fratura dos instrumentos *ProFile* .04 e .06 sem uso, determinado em ensaios de torção segundo a Especificação N<sup>o</sup> 28 da ADA, apresentou uma tendência, confirmada estatisticamente para todos os calibres e *taper* considerados, de aumento com o diâmetro do instrumento. Essa tendência, quando se consideraram os valores de deflexão angular máxima, foi também observada para os instrumentos *taper* .04, mas não para os *taper* .06.
- A deformação cíclica, no canal artificial do dispositivo de bancada, dos instrumentos *ProFile* .04 e .06 sem uso até a metade e três quartos da vida em fadiga produziu uma redução estatisticamente significativa nos valores de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima em todos os instrumentos ensaiados em torção, mantendo-se a tendência de maiores valores de torque para os instrumentos de maior diâmetro.
- Os instrumentos *ProFile* de mesmo calibre de ponta e *taper* diferente, .04 e .06, apresentaram diferença estatisticamente significativa entre os valores de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima em todos os grupos ensaiados em torção, evidenciando-se a influência desse parâmetro na resistência à fratura por torção.

- 
- Os valores de torque máximo até a fratura determinados nos instrumentos *ProFile* .04 e .06, previamente ensaiados em bancada até a metade e três quartos da vida em fadiga, não apresentaram diferença estatística entre si para nenhum dos instrumentos analisados. Este achado sugere a ocorrência de fadiga de baixo ciclo, na qual as trincas são nucleadas rápida e precocemente, e o estágio de propagação lenta das trincas ocupa a maior parte da vida útil do dispositivo.
  - As superfícies de fratura dos instrumentos, submetidos à deformação cíclica, apresentaram estrias de fadiga nas regiões lisas e elevado número de trincas secundárias, criando uma nova rede de estrias de fadiga. Esta observação é um forte indício de que a nucleação de múltiplas trincas secundárias, associada à alta densidade de interfaces e de imperfeições estruturais na martensita, proporciona um modo eficiente de dissipação de energia, constituindo o principal mecanismo responsável pela lenta propagação de trincas de fadiga nas ligas NiTi.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALLAFI, J.K.; REN, X.; EGGELER, G. The mechanism of multistage martensitic transformations in aged Ni-rich NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*, v.50, p.793-803, 2002.

ALLAFI, J.K.; DLOUHY, A.; EGGELER, G. Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>-precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence on martensitic phase transformations. *Acta Materialia*, v.50, p.4255-4274, 2002.

ANDREASEN, G.F.; MORROW, R.E. Laboratory and clinical analyses of Nitinol wire. *American Journal of Orthodontics*, v.73, p142-151, 1978.

ASTM. *Metals Handbook*, v.10, 8<sup>a</sup> ed., Metals Park, 1975.

BATAILLARD, L.; BIDAUX, J.E.; Gotthardt R. Phil Mag p.78-327, 1998 apud ALLAFI, J. K.; DLOUHY, A.; EGGELER, G. Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>-precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence on martensitic phase transformations. *Acta Materialia*, v.50, p.4255-4274, 2002.

BLUM, J.Y.; MACHTOU, P.; MICALLEF, J.P. Location of contact areas on rotary ProFile instruments in relationship to the forces developed during mechanical preparation on extracted teeth. *International Endodontic Journal*, v.32, p.108-114, 1999.

BRANTLEY, W. A.; SVEC, T. A.; IJIMA, M.; POWERS, J. M.; GRENTZER, T. H. Differential scanning calorimetric studies of nickel-titanium rotary endodontic instruments after simulated clinical use. *Journal of Endodontics*, v.28, n.11, p.774-778, 2002.

BUEHLER, W.J.; GILFRICH, J.V.; WILEY, R.C. Effect of low temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. *Journal of Applied Physics*, v.34, p.1475-1477, 1963.

BUEHLER, W.J.; WANG, F. W. *Ocean Engineering*, v.1, p.105-120, 1968.

BUONO, V.T.L. On the application of the theory of phase transitions to the martensitic transformation. Leuven, Bélgica: Katholieke Universiteit Leuven 1982. 121p (Dissertação de mestrado, área de concentração: física).

BUONO, V.T.L.; MELO, M.C.C., BAHIA, M.G.A. Influência do acabamento superficial na resistência à fadiga de instrumentos endodônticos de NiTi acionados a motor. *Anais do 56º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais Internacional, ABM*, Belo Horizonte-MG, 16-19 de julho de 2001, p.1802-1811, São Paulo-SP, 2001.

CHANG, L.C.; READ, T.A. *Transactions AIME*, v.191, p.47-52, 1951.

COTONE, J.A. Practical infection control in dentistry. 1 ed. Ed Lea & Febiger, Philadelphia – London, 1993.

COUNCIL ON DENTAL MATERIALS, INSTRUMENTS AND EQUIPMENT. *Revised American National Standards Institute/American Dental Association Specification*, n.28 for root canal files and reamers, type K (revised), 1988.

COURTNEY, T.H. *Mechanical behavior of materials*. USA: McGraw Hill, 620p, 1990.

CUNNINGHAM, C.J.; SENIA, E.S. A three-dimensional study of canal curvatures in the mesial roots of mandibular molars. *Journal of Endodontics*, v.18, n.6, p.294-300, 1992.

DAUGHERTY, D.W.; GOUND, T.G.; COMER, T.L. Comparison of fracture rate, deformation rate, and efficiency between rotary endodontic instruments driven at 150 rpm and 350 rpm. *Journal of Endodontics*, v.27, n.2, p.93-95, 2001.

DAUSKARDT, R.H.; DUERIG, T.W.; RITCHIE, R.O. Effects of *in situ* phase transformation on fatigue-crack propagation in Titanium-Nickel shape-memory alloys. In: OTSUKA, K.; SHIMIZU, K., editors. *Proc MRS International Meeting on Advanced Materials*. V.9. Pittsburgh: Materials Research Society; p.243-249, 1989.

DEDERICH, D.N.; ZAKARIASEN, K.L. The effects of cyclical axial motion on rotary endodontic instrument fatigue. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v.61, p.192-196, 1986.

DELAY, L.; KRISHNAN, R.V.; TAS, H.; WARLIMONT, H. Thermoelasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations. Part 1 – Structural and microstructural changes associated with the transformations. *Journal of Materials Science*. v.9, p.1521-1535, 1974.

DIETER, G.E. *Mechanical Metallurgy*. 3.ed. New York: Mc Graw-Hill, 1986.

DIETZ, D.B.; DI FIORE, P.M.; BAHCALL, J.K.; LAUTENSCHLAGER, E.P. Effect of rotational speed on the breakage of nickel-titanium rotary files. *Journal of Endodontics*, v.26, n.2, p.68-71, 2000.

DUERIG, T.; ZADNO, G.R. An engineers perspective of pseudoelasticity. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, eds. T. W. Duerig et al., London: Butterworth-Heinemann p.369-393, 1990.

DUERIG, T.; PELTON, A.; STÖCKEL, D. An overview of nitinol medical applications. *Materials Science and Engineering A273-275*, p.149-160, 1999.

DUERIG, T.W.; TOLOMEO, D. Na overview of superelastic sten design. SMST-: Proceedings of the Second International Conference on Shape Memory and Sperelastic Technologies.p.585-604, 2000.

EGGERT, C. PETERS, O; BARBAKOW, F. Wear of Nickel-Titanium Lightspeed instruments evaluated by scanning electron microscopy. *Journal of Endodontics*, v.25, p.494-497, 1999.

FURUICHI, Y. TOBUSHI, H.; IKAWA, T.; MATSUI, R. Fatigue properties of a TiNi shape-memory alloy wire subjected to bending with various strain ratios. *Journal of Materials Design and Applications*, v.217, Part I, p.93-99, 2003.

GABEL, W.P.; HOEN, M.; STEIMAN, H.R.; PINK, F.E.; DIETZ, R. Effect of rotational speed on nickel-titanium file distortion. *Journal of Endodontics*, v.25, n.6, p.752-754, 1999.

GALL, K.; YANG, N.; SEHITOGLU, H.; CHUMLYAKOV, Y.I. Fracture of precipitated NiTi shape memory alloys. *International Journal of Fracture*, v.109, p.189-207, 2001.

GALL, K.; MAIER, H.J. Cyclic deformation mechanism in precipitated NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*, v.50, p.4643-4657, 2002.

GAMBARINI, G. Torsional and cyclic fatigue testing of ProFile NiTi rotary instruments. *Smile Journal of Evolutionary Dentistry*, v.2, n.1, p.4-14, 1999.

GAMBARINI, G. Rationale for the use of low-torque endodontic motors in root canal instrumentation. *Endodontics Dental Traumatology*, v.16, p.95-100, 2000.

GAMBARINI, G. Cyclic fatigue of nickel-titanium rotatory instruments after clinical use with low- and high-torque endodontic motors. *Journal of Endodontics*, v.27, n.12, p.772-774, 2001a.

GAMBARINI, G. Cyclic fatigue of ProFile rotatory instruments after prolonged clinical use. *International Endodontics Journal*, v.34, p.386-389, 2001b.

GLOSSON, C.R.; HALLER, R.H.; DOVE, S.B.; DEL RIO, C. A comparison of root canal preparations using NiTi hand, NiTi engine driven and K-Flex endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, v.21, p.146-151, 1995.

HAIKEL, Y.; SERFATY, R.; BATEMAN, G.; SENGER, B.; ALLEMANN, C. Dynamic and cyclic fatigue of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, v.25, n.6, p.434-440, 1999.

HECKMANN, A; HORNBOGEN, E. Effects of thermo-mechanical pre-treatments on pseudo-elastic fatigue of a NiTi alloy. ICOMAT, 2002, (personal communication).

- HECKMANN, A; HORNBOGEN, E. Microstructure and pseudo-elastic low-cycle high amplitude fatigue of NiTi. *Journal of Physique IV*, v.112, p.831-834, 2003.
- HESS, W. Anatomy of the root canal of teeth in permanent dentition. London: John Bale Sons and Damnielson Ltda, 1925.
- HILT, B.R.; CUNNINGHAM, C.J.; SHEN, C.; RICHARDS, N. Torsional properties of stainless-steel and nickel-titanium files after multiple autoclave sterilizations. *Journal of Endodontics*, v.26, n.2, p.76-80, 2000.
- HOLTZ, R.L.; SADANANDA, M.A; IMAM, M. A. Fatigue thresholds of NiTi alloy near the shape memory transition temperature. *International Journal of Fatigue*, v.21, p.S137-S145, 1999.
- HORNBOGEN, H. Martensitic transformation at a propagating crack. *Acta Metallurgica*, v.26, p.147-152, 1978.
- HORNBOGEN, H. Fatigue of copper-based shape memory alloys. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, eds. T. W. Duerig et al., London: Butterworth-Heinemann p.267-282, 1990.
- HORNBOGEN, H. Some effects of martensitic transformation on fatigue resistance. *Fatigue Fracture of Engineering Materials and Structures* v.25, p.785-790, 2002.
- HUANG, X.; LIU, Y. Effect of annealing on the transformation behavior and superelasticity of NiTi shape memory alloy. *Scripta Materialia*, v.45, p.153-160, 2001.
- KENNON, N.F.; DUNNE, D.P. Shape memory behaviour. *Metals Forum*, v.4, n.3, p.130-134, 1981.
- KIM, Y.S.; MIYAZAKI, S. Fatigue properties of Ti-50,9at%Ni shape memory wires. SMST: *Proceedings of the Second International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, p.473-477, 1997.

KOBAYASHI, C.; YOSHIOKA, T.; SUDA, H. A new engine-driven canal preparation system with electronic canal; measuring capability. *Journal of Endodontics*, v.23, n.12, p.751-754, 1997.

KRISHNAN, R.V.; DELAY, L.; TAS, H.; WARLIMONT, H. Thermoelasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations. Part 2 – The macroscopic mechanical behaviour. *Journal of Materials Science*, v.9, p.1536-1544, 1974.

KUHN, G.; TAVERNIER, B.; JORDAN, L. Influence of structure on nickel-titanium endodontic instruments failure. *Journal of Endodontics*, v.27, n.8, p.516-520, 2001.

KUHN, G.; JORDAN, L. Fatigue and mechanical properties of nickel-titanium endodontics instruments. *Journal of Endodontics*, v.28, n.10, p.716-720, 2002.

LASZKIEWICZ, J.; GAMBARINI, G. The effect of rotational speed on cyclic failure of ProFile .04 taper, nickel-titanium rotatory instruments. *Smile Journal of Evolutionary Dentistry*, v.1, n.2, p.52-58, 1998.

LI, U.M.; LEE, B.S.; SHIH, C.T.; LAN, W.H.; LIN, C.P. Cyclic fatigue of endodontic nickel-titanium rotary instruments: static and dynamic tests. *Journal of Endodontics*, v.28 n.6, p.448-451, 2002.

LIM, T.J.; MCDOWELL, D.L. Mechanical behavior of an NiTi shape memory alloy under axial-torsional proportional and nonproportional loading. *Journal of Engineering Materials and Technology*, v.121, p.9-18, 1999.

LIM, T.J.; MCDOWELL, D.L. Path dependence of shape memory alloys during cyclic loading. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v.6, p.817-830, 1995.

LIN, P.; TOBUSHI, H.; TANAKA, T.; HATTORI, T.; IKAI, A. Influence of strain rate on deformation properties of NiTi shape memory alloy. *JSME International Journal, Series A*, v.39, n.1, 1996.



LIU, Y.; VAN HUMBEECK, J. 1997, apud: XIE, Z.; LIU, Y.; VAN HUMBEECK, J. Microstructure of NiTi shape memory alloy due to tension-compression cyclic deformation. *Acta Metallurgica*, v.46, n.6, p.1989-2000, 1998.

LIU, Y.; XIE, Z.; VAN HUMBEECK, J.; DELAY, L. Asymmetry of stress-strain curves under tension and compression for NiTi shape memory alloys. *Acta Metallurgica*, v.46, n.12, p.4325-4338, 1998.

LIU, Y. Mechanical stabilisation of martensite due to cold deformation. *Materials Science and Engineering*, A273-275, p.668-672, 1999.

LIU, Y.; XIE, Z.L.; VAN HUMBEECK, J.; DELAY, L. Effect of texture orientation on the martensite deformation of niti shape memory alloy sheet. *Acta Materialia*, v.47, n.2, p.645-660, 1999.

LIU, Y.; XIE, Z.L.; VAN HUMBEECK, J. Cyclic deformation of NiTi shape memory alloys. *Materials Science and Engineering*, A273-275, p.673-678, 1999.

LIU, Y.; XIE, Z.; VAN HUMBEECK, J.; DELAY, L. Deformation of shape memory alloys associated with twinned domain re-configurations. *Materials Science and Engineering*, A273-275, p.679-684, 1999.

MACHTOU, P.; RUDDLE, C.J. Canal body shaping using the balanced force motion. In: Castelluci A. Ed. *Endodontics*. Prato, Il Tridente Edizioni Odontoiatriche. 1998.

MARENDING, M.; BARBAKOW, F.; LUTZ, F. SEM appearances of clinically used Lightspeed instruments. A pilot study. *International Endodontic Journal*, v.31, p.57-62, 1998.

MARSICOVETERE, E.S.; CLEMENT, D.J.; DEL RIO, C.E. Torsional testing of the Lightspeed instrument system. *Journal of Endodontics*, v.22, p.681-694, 1996.

MARTINS, R.C.; BAHIA, M.G.A.; BUONO, V.T.L. Surface analysis of ProFile instruments by scanning electron microscopy and X-ray energy-dispersive spectroscopy: a preliminary study. *International Endodontic Journal*, v.35, n.10, p.848-853, 2002.

MARTINS, R.C. Influência do hipoclorito de sódio e da ação de corte na resistência à fadiga de instrumentos endodônticos de níquel-titânio acionados a motor. Belo Horizonte, Brasil: Universidade Federal de Minas Gerais, 2003, 152 p. (Dissertação de Mestrado, área de concentração: endodontia).

MCKELVEY, A.L.; RITCHIE, R.O. Fatigue-crack propagation in Nitinol, a shape-memory and superelastic endovascular stent material. *J Biomed Mater Res*, v.47, p.301-308, 1999.

MCKELVEY, A.L.; RITCHIE, R.O. Fatigue-crack growth behavior in the superelastic and shape-memory alloy Nitinol. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.32A, p.731-743, 2001.

MCNANEY, J.M.; IMBENI, V.; JUNG, Y.; PAPADOPOULOS, P.; RITCHIE, R.O. Na experimental study of the superelastic effect in a shape-memory Nitinol alloy under biaxial loading. *Mechanics of Materials*, v.35, p.969-986, 2003.

MCSPADDEN, J.T. Rationales for rotary nickel-titanium instrument. Chattanooga, TN: NT Company, 1995.

MELO, M.C.C. Avaliação da resistência à fadiga de instrumentos de Níquel-Titânio acionados a motor. Belo Horizonte, Brasil: Universidade Federal de Minas Gerais, 1999, 153 p. (Dissertação de Mestrado, área de concentração: endodontia).

MELO, M.C.C.; BAHIA, M.G.A.; BUONO, V.T.L. Fatigue resistance of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, v.28, n.11, p.765-769, 2002 .

MELTON, K.N.; MERCIER, O. Fatigue of NiTi thermoelastic martensites. *Acta Metallurgica*, v.27, p.137-144, 1979.

MELTON, K.N. Ni-Ti based shape memory alloys. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, eds. T. W. Duerig et al., London: Butterworth-Heinemann p.21-35, 1990.

MERCIER; O.; TÖRÖK, E. Mechanical properties of the cold-worked martensitic NiTi type alloys. *Journal of Physique*, Supplement 12, v.43, p.267-272, 1982.

MEYER, P. L. *Probabilidade-Aplicações à estatística*. 1ª ed. Rio de Janeiro: ao Livro Técnico S. A., 1970, 391p.

MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K.; SUZUKI, Y. Transformation pseudoelasticity and behavior in a Ti-50.6at%Ni alloy. *Scripta Metallurgica*, v.15, p.287-292, 1981.

MIYAZAKI, S.; OHMI, Y.; OTSUKA, K.; SUZUKI, Y. Characteristics of deformation and transformation pseudoelasticity in Ti-Ni alloys. *Journal of Physique*, Supplement 12, v.43, p.255-260, 1982.

MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K. Deformation and transition behaviour associated with the R-Phase in Ti-Ni alloys. *Metallurgical Transactions A*, v.17A, p.53-63, 1986.

MIYAZAKI, S.; IMAI, T.; IGO, Y.; OTSUKA, K. Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of Ti-Ni alloys. *Metallurgical Transactions A*, v.17A, p.115-120, 1986.

MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. *Acta Metallurgica*, v.37, p.1873, 1989.

MIYAZAKI, S.; SUIZU, M.; OTSUKA, K.; TAKASHIMA, T. Effect of various factors on fatigue crack propagation rate in Ti-Ni alloys. In: OTSUKA, K.; SHIMIZU, K., editors. *Proc MRS International Meeting on Advanced Materials*. v.9. Pittsburgh: Materials Research Society; p.263-268, 1989.

MIYAZAKI, S.; SUIZU, M.; OTSUKA, K.; TAKASHIMA, T. Effect of various factors on fatigue crack propagation rate in Ti-Ni alloys. *MRS International Meeting on Advanced Materials*, v.9, p.263-268, 1989.

MIYAZAKI, S.; MIZUKOSHI, K.; UEKI, T.; SAKUMA, T.; LIU, Y. Fatigue life of Ti-50 at.% Ni and Ti-40Ni-10Cu (at.%) shape memory alloy wires. *Materials Science and Engineering*, p.658-663, 1999.

MONTGOMERY, D. C. *Design and analysis of experiments*. 3rd ed.: John Wiley & Sons, 1991. 649 p.

MURGEL, C.A.; WALTON, R.E.; RITTMAN, B.; PÉCORRA, J.D. A comparison of techniques for cleaning endodontic files after usage: a quantitative scanning electron microscopy study. *Journal of Endodontics*, v.16, p.214-217, 1990.

NISHIDA, M.; WAYMAN, C.M.; HONMA, T. *Metallurgical Transactions*, 17A, p.1505, 1986.

ORGÉAS, L.; FAVIER, D. Non-symmetric tension-compression behaviour of NiTi alloy. *Journal de Physique IV*, v.5, p.C8-605-610, 1995.

ORGÉAS, L.; FAVIER, D. Stress-induced martensitic transformation of a NiTi alloy in isothermal shear, tension and compression. *Acta Metallurgica*, v.46, n.15, p.5579-5591, 1998.

OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*. 1ed. United Kingdom: Cambridge University Press, p.284, 1998

OTSUKA, K.; REN, X. Martensitic transformations in nonferrous shape memory alloys. *Materials Science and Engineering*, A273-275, p.89-105, 1999.

PELTON, A.R.; DICELLO, J.; MIYAZAKI, S. Optimisation of processing and properties of medical grade Nitinol wire. *Min Invas Ther & Allied Technol*, v.9, p.107-118, 2000.

PETERS, O.A.; BARBAKOW, F. Dynamic torque and apical forces of ProFile .04 rotary instruments during preparation of curved canals. *International Endodontic Journal*, v.35, p.379-389, 2002.

PETERS, O.A.; PETERS, C.I.; SCHÖNENBERGER, K.; BARBAKOW, F. Protaper rotary root canal preparation: assessment of torque and force in relation to canal anatomy. *International Endodontic Journal*, v.36, p.93-99, 2003.

PETTIETTE, M.T.; OLUTAYO, D.E.; TROPE, M. Evaluation of success rate of endodontic treatment performed by students with stainless-steel K-files and Nickel-Titanium hand files. *Journal of Endodontics*, v.27, p.124-127, 2001.

PROKOSHKIN, S.D.; KAPUTKINA, L.M.; KHMELEVSKAYA, I. Y.; MOROZOVA, T. V. Martensitic transformations and shape memory effect in thermomechanically treated Ti-Ni alloys. *Journal de Physique IV*, v.5, p.C8-563-568, 1995.

PRUETT, J.; CLEMENT, D.; CARNES, D.J. Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, v.23, n.2, p.77-85, 1997.

RACHINGER, W. A. , *Brit. J. of Appl Phys.*, v.9, p.250-252, 1957.

REED-HILL, R.E. *Physical Metallurgy Principles*, 3<sup>rd</sup> ed., Van Nostrand, New York, p.672, 1992.

ROANE, J.B.; SABALA, C.L.; DUNCANSON, M.G. The “balanced force” concept for instrumentation of curved canals. *Journal of Endodontics*, v.11, n.5, p.203-211, 1985.

RUSSEL, S.M. Nitinol melting and fabrication. *SMST-Conference Proceedings*, p.1-9, 2000.

SABURI, T.; TATSUMI, T.; NENNO, S. Effects of heat treatment on mechanical behavior of Ti-Ni alloys. *Journal of Physique*, Supplement 12, v.43, p.261-266, 1982.

SATTAPAN, B.; PALAMARA, J.E.A.; MESSER, H.H. Torque during canal instrumentation using rotary nickel-titanium files. *Journal of Endodontics*, v.25, n.3, p.156-160, 2000a.

SATTAPAN, B.; NERVO, G.J.; PALAMARA, J.E.A.; MESSER, H.H. Defects in rotary nickel-titanium files after clinical use. *Journal of Endodontics*, v.26, n3, p.161-165, 2000b.

SCHILDER, H. Cleaning and shaping the root canal. *Dental Clinic of North America*, v.18, p.5-14, 1974.

SERENE, T.P.; ADAMS, J.D.; SAXENA, A. *Nickel-Titanium instruments: Applications in Endodontics*. St. Louis, MO, USA:Ishiaku EuroAmerica, Inc., 1995.

SHAW, J.A.; KYRIAKIDES, S. Thermomechanical aspects of NiTi. *J. Mech. Phys. Solid.*, v.43, n.8, p.1243-1281, 1995.

SHAW, J.A.; KYRIAKIDES, S. On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy. *Acta Materialia*, v.45, n.2, p.683-700, 1997.

SOARES, J. F.; SIQUEIRA, A L. *Introdução à estatística médica*.1<sup>a</sup> ed.- Belo Horizonte: Departamento de Estatística – UFMG, 1999, 300p.

SOMSEN, C.; ZÄHRES, H.; KÄSTNER, J.; WASSERMANN, E.F.; KAKESHITA, T.; SABURI, T. Influence os thermal annealing on the martensitic transitions in Ni-Ti shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A273-275*, p.310-314, 1999.

SOTOKAWA, T. Na analysis of clinical breakage of root canal instruments. *Journal of Endodontics*, v.14, n.2, p.75-82, 1988.

SOUZA, S.A , *Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos*, 5<sup>a</sup> edição, Editora Edgard Blücher Ltda., São Paulo-SP, 1995.

STRNADEL, B.; OHASHI, S.; OHTSUKA, H.; ISHIHARA, T.; MIYAZAKI, S. Cyclic stress-strain characteristics of TiNi and Ti-Ni-Cu shape memory alloys. *Materials Science and Engeneeing* , A202, p.148-156, 1995.

SUN, Q.P.; LI, Z.Q. Phase transformation in superelastic NiTi polycrystalline micro-tubes under tension and torsion-from localization to homogeneous deformation. *International Journal of Solids and Structures*, v.39, p.3797-3809, 2002.

SUZUKI, Y.; TAMURA, H. Fatigue properties of NiTi shape memory alloys. *Engineering aspects of shape memory alloys*. London: Butterworth-Heinemann. p. 256-266, 1990.

SVEC, T.A.; POWERS, J.M.. Effects of simulated clinical conditions on nickel-titanium rotatory files. *Journal of Endodontics*, v.25, p.759-760, 1999.

TABANLI, R.M.; SIMHA, N.K.; BERG, B.T. Mean stress effects on fatigue of Niti, *Materials Science and Engineering*, p.644-648, 1999.

TEPEL, J.; SCHÄFER, E. Endodontic hand instruments: cutting efficiency, instrumentation of curved canals, bending and torsional properties. *Endodontic Dental Traumatology*, v.13, n.5, p.201-210, 1997.

THOMA, P.E.; ANGST, D.R.; SCHACHNER, K.D. The effect of cold work, heat treatment, and composition on the austenite to R-phase transformation temperature of Ni-Ti shape memory alloys. *Journal de Physique IV*, v.5, p. C8-557-562, 1995.

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

TOBUSHI, H.; IWANAGA, H.; TANAKA, K.; HORI, T.; SAWADA, T. Stress-strain-temperature relationship of TiNi shape memory alloy suitable for thermomechanical cycling. *JSME International Journal Series I*, v.35, n.3, p.271-277, 1992.

TOBUSHI, H.; IKAI, A.; YAMADA, S.; TANAKA, K.; LEXCELLENT, C. Thermomechanical properties of TiNi shape memory alloy. *Journal de Physique IV*, v.6, p.385-393, 1996.

TOBUSHI, H.; HACHISUKA, T.; YAMADA, S.; LIN, P. Rotating-bending fatigue of a TiNi shape-memory alloy wire. *Mechanics of Materials*, v.26, p.35-42, 1997.

TOBUSHI, H.; NAKAHARA, T.; SHIMENO, Y.; HASHIMOTO, T. Low-cycle fatigue of NiTi shape memory alloy and formulation of fatigue life. *Trans ASME, J. Eng. Mater. Tech.*, v.122, p.186-191, 2000.

TOLOMEO, D.; DAVIDSON, S.; SANTINORANONT, M. Cyclic properties of superelastic Nitinol: design implications. *SMST Conference Proceedings*, p.471-476, 2000.

WALIA, H.; BRANTLEY, W.A.; GERSTEIN, H.N. A initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files. *Journal of Endodontics*, v.14, n.7, p.346-351, 1988.

WAYMAN, C.M. Some applications of shape-memory alloys. *Journal of Metals*. p.129-137, 1980.

WAYMAN, C.M. The shape memory effect. *Metals Forum*, v.4, n.3, p.135-141, 1981.

WAYMAN, C.M.; BHADSHIA, H.K.D.H. Phase transformations, nondiffusive. In: CAHN, R.W.; HAASEN, P. *Physical Metallurgy*. 4<sup>a</sup> ed. Elsevier Science Publishers BV, 1996.

WAYMAN, C.M.; Duerig, T.W. An introduction to martensite and shape memory. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, eds. T. W. Duerig et al., p.3-20, 1990.

WEST, J.D.; ROANE, J.B. Cleaning and shaping the root canal system. In: COHEN, S.; BURNS, R.C. *Pathways of the Pulp*. 7 ed; St. Louis: Mosby, C.8, p.203-257, 1998.

WILDEY, W.; SENIA, S.; MONTGOMERY, S. Another look at root canal instrumentation. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology*, v.74, n.4, p.499-507, 1992.

WILKES, K.E.; LIAW, P.K. The fatigue behavior of shape-memory alloys. *JOM*, v.52, n.10, p.45-51, 2000.

XIE, Z.; LIU, Y.; VAN HUMBEECK, J. Microstructure of NiTi shape memory alloy due to tension-compression cyclic deformation. *Acta Metallurgica*, v.46, n.6, p.1989-2000, 1998.

YANG, J. Fatigue characterization of superelastic Nitinol. SMST: *Proceedings of the Second International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, p.479-484, 1997.

YARED, G.M.; BOU DAGHER, F.E.; MACHTOU, P. Cyclic fatigue of Profile rotary instruments after clinical use. *International Endodontic Journal*, v.33, p.204-207, 2000.

YARED, G.M.; BOU DAGHER, F.E.; MACHTOU, P. Failure of Profile instruments used with high and low torque motors. *International Endodontic Journal*, v.34, p.471-475, 2001.



YARED, G.M.; BOU DAGHER, F.E.; MACHTOU, P. Influence of rotational speed, torque and operator,s proficiency on ProFile failures. *International Endodontics Journal*, v.34, p.47-53, 2001.

YARED, G.; SLEIMAN, P. Failure of Profile instruments used with air, high torque control, and low torque control motors. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v.93, p.92-96, 2002.

YARED, G.; KULKARNI, G.K. Na in vitro study of the torsional properties of new and used rotary nickel-titanium files in plastic blocks. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v.96, p.466-471, 2003.

## APÊNDICE I - Resultados dos Ensaios de Fadiga

### *Grupo Controle 01 – Ensaios de Fadiga*

20/04		Grupo Controle 01 - Fadiga		
Ord.	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)	
1	212	883	21,5	
2	225	938	22,0	
3	286	1192	21,0	
4	241	1004	22,0	
5	220	917	21,5	
6	225	938	22,0	
7	209	871	21,5	
8	223	929	22,0	
9	193	804	22,0	
10	245	1021	22,0	
<b>Médias</b>	<b>228</b>	<b>950</b>	<b>21,8</b>	

25/04		Grupo Controle 01 - Fadiga		
Ord.	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)	
1	233	971	22,0	
2	202	842	21,5	
3	192	800	22,0	
4	194	808	22,0	
5	212	883	23,0	
6	209	871	22,0	
7	220	917	22,0	
8	235	979	22,0	
9	206	858	21,5	
10	237	988	21,0	
<b>Médias</b>	<b>214</b>	<b>892</b>	<b>21,9</b>	

30/04		Grupo Controle 01 - Fadiga		
Ord.	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)	
1	197	821	22,0	
2	183	763	22,0	
3	198	825	22,0	
4	222	925	22,0	
5	184	767	22,0	
6	191	796	22,0	
7	201	838	22,0	
8	184	767	22,0	
9	183	763	22,0	
10	205	854	21,5	
<b>Médias</b>	<b>195</b>	<b>812</b>	<b>22,0</b>	

**Grupo Controle 01 – Continuação**

<b>20/06</b>		<b>Grupo Controle 01 - Fadiga</b>		
<b>Ord.</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>NCF</b>	<b>Posição (mm)</b>	
1	199	829	22,0	
2	207	863	22,0	
3	209	871	21,5	
4	192	800	21,5	
5	207	863	21,5	
6	223	929	22,0	
7	236	983	22,0	
8	218	808	22,0	
9	192	800	22,0	
10	232	967	22,0	
<b>Médias</b>	<b>212</b>	<b>871</b>	<b>21,9</b>	

<b>25/06</b>		<b>Grupo Controle 01 - Fadiga</b>		
<b>Ord.</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>NCF</b>	<b>Posição (mm)</b>	
1	198	825	22,0	
2	218	908	21,5	
3	207	863	22,0	
4	208	867	22,0	
5	189	788	22,0	
6	171	713	22,0	
7	190	792	22,0	
8	197	821	21,5	
9	189	788	21,5	
10	180	750	21,0	
<b>Médias</b>	<b>195</b>	<b>811</b>	<b>21,8</b>	

<b>30/06</b>		<b>Grupo Controle 01 - Fadiga</b>		
<b>Ord.</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>NCF</b>	<b>Posição (mm)</b>	
1	199	829	22,0	
2	173	721	22,5	
3	201	838	22,0	
4	178	742	22,0	
5	194	808	22,0	
6	187	779	22,0	
7	162	675	22,0	
8	189	788	22,5	
9	175	729	21,5	
10	191	796	21,0	
<b>Médias</b>	<b>185</b>	<b>770</b>	<b>22,0</b>	

**Grupo Experimental 01 - Ensaios de Fadiga**

20/04		Grupo Experimental 01 - Fadiga		
Ord.	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)	
1	97	404	22,0	
2	94	392	23,0	
3	137	571	22,0	
4	141	588	22,0	
5	86	358	22,0	
6	89	371	22,0	
7	99	413	21,5	
8	119	496	22,0	
9	95	396	23,0	
10	99	413	21,5	
11	87	363	22,0	
12	96	400	22,0	
13	94	392	22,0	
14	123	513	22,0	
15	140	583	21,5	
<b>Médias</b>	<b>106</b>	<b>443</b>	<b>22,0</b>	

25/04		Grupo Experimental 01 - Fadiga		
Ord.	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)	
1	103	429	22,0	
2	93	388	22,0	
3	141	588	22,0	
4	90	375	22,0	
5	112	467	22,0	
6	83	346	22,0	
7	71	296	22,0	
8	123	513	22,0	
9	125	521	22,5	
10	127	529	22,0	
11	133	554	22,0	
12	119	496	22,0	
13	63	263	19,5	
14	107	446	23,0	
15	84	350	22,0	
<b>Médias</b>	<b>105</b>	<b>437</b>	<b>21,9</b>	

**Grupo Experimental 01 - Continuação**

<b>30/04</b>		<b>Grupo Experimental 01 - Fadiga</b>		
<b>Ord.</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>NCF</b>	<b>Posição (mm)</b>	
1	87	363	22,0	
2	45	188	22,0	
3	89	371	22,5	
4	48	200	22,0	
5	42	175	21,5	
6	60	250	21,0	
7	62	258	22,0	
8	108	450	21,5	
9	81	338	22,0	
10	125	521	22,0	
11	50	208	20,0	
12	97	404	21,0	
13	82	342	21,0	
14	65	271	21,5	
15	105	438	21,5	
<b>Médias</b>	<b>76</b>	<b>318</b>	<b>21,6</b>	

<b>20/06</b>		<b>Grupo Experimental 01 - Fadiga</b>		
<b>Ord.</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>NCF</b>	<b>Posição (mm)</b>	
1	89	371	22,0	
2	87	363	22,5	
3	94	392	22,5	
4	77	321	22,0	
5	88	367	22,0	
6	115	479	22,5	
7	84	350	22,0	
8	44	183	23,0	
9	84	350	22,0	
10	121	504	22,0	
11	91	379	21,5	
12	115	479	22,0	
13	83	346	20,0	
14	60	250	22,0	
15	113	471	21,0	
<b>Médias</b>	<b>90</b>	<b>374</b>	<b>21,9</b>	

**Grupo Experimental 01 - Continuação**

<b>25/06</b>		<b>Grupo Experimental 01 - Fadiga</b>		
<b>Ord.</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>NCF</b>	<b>Posição (mm)</b>	
1	74	308	21,5	
2	83	346	21,0	
3	70	292	20,0	
4	75	313	23,0	
5	76	317	21,0	
6	82	342	22,5	
7	58	242	23,0	
8	84	350	21,0	
9	69	288	22,0	
10	74	308	21,5	
11	72	300	22,5	
12	60	250	22,0	
13	87	363	22,0	
14	81	338	22,0	
15	64	267	21,5	
<b>Médias</b>	<b>74</b>	<b>308</b>	<b>21,8</b>	

<b>30/06</b>		<b>Grupo Experimental 01 - Fadiga</b>		
<b>Ord.</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>NCF</b>	<b>Posição (mm)</b>	
1	80	333	22,0	
2	54	225	22,0	
3	65	271	23,0	
4	70	292	22,5	
5	79	329	22,5	
6	69	288	22,0	
7	86	358	22,0	
8	72	300	22,0	
9	82	342	22,0	
10	70	292	22,0	
11	57	238	22,0	
12	61	254	21,5	
13	63	263	22,0	
14	73	304	22,5	
15	51	213	22,5	
<b>Médias</b>	<b>69</b>	<b>287</b>	<b>22,2</b>	

## APÊNDICE II - Dedução da Equação 5.2

O componente da deformação em tração na superfície de uma barra cilíndrica de diâmetro  $D$ , flexionada contra um batente de raio de curvatura  $R - D$ , pode ser avaliado considerando as seguintes relações geométricas (Figura A1):

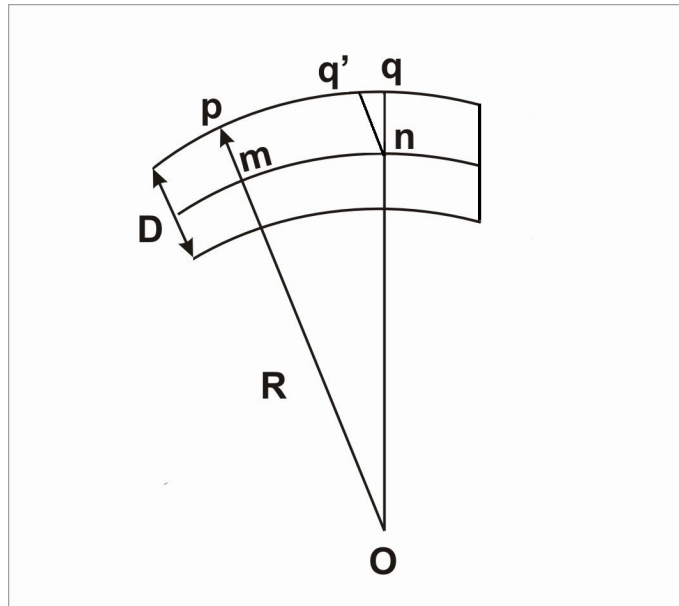


Figura A1

O comprimento inicial,  $l_0$ , é o segmento da linha neutra  $mn$ , localizado em  $D/2$ . A variação do comprimento,  $\Delta l$ , é representada pelo segmento  $q'q$ . A deformação em tração na fibra externa é dada por:

$$\varepsilon_a = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{q'q}{mn}$$

Considerando que os triângulos  $pqq$  e  $q'nq$  são semelhantes, a seguinte relação é válida:

$$\frac{q'q}{\frac{D}{2}} = \frac{mn}{R - \frac{D}{2}}, \text{ ou seja, } \varepsilon_a = \frac{q'q}{mn} = \frac{\frac{D}{2}}{R - \frac{D}{2}} = \frac{D}{2R - D}$$

Assim,

$$\varepsilon_a = \left( \frac{2R}{D} - 1 \right)^{-1}$$

### APÊNDICE III - Resultados dos Ensaios de Torção

#### *Grupo Controle 02 – Ensaios de Torção*

20/04 Ord.	Grupo Controle 02 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,400	590
2	0,377	607
3	0,363	530
4	0,383	599
5	0,316	551
6	0,322	574
7	0,356	650
8	0,388	595
9	0,316	574
10	0,342	620
<b>Médias</b>	<b>0,356</b>	<b>589</b>

25/04 Ord.	Grupo Controle 02 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,581	578
2	0,585	505
3	0,587	653
4	0,498	679
5	0,587	583
6	0,618	583
7	0,638	693
8	0,536	678
9	0,548	595
10	0,560	789
<b>Médias</b>	<b>0,574</b>	<b>634</b>

30/04 Ord.	Grupo Controle 02 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,895	516
2	0,750	614
3	0,894	677
4	0,858	610
5	0,928	693
6	0,946	696
7	0,812	596
8	0,771	613
9	0,857	758
10	0,808	659
<b>Médias</b>	<b>0,852</b>	<b>643</b>



**Grupo Controle 02 - Continuação**

20/06 Ord.	Grupo Controle 02 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,626	382
2	0,688	444
3	0,687	596
4	0,807	466
5	0,534	577
6	0,809	448
7	0,765	523
8	0,664	547
9	0,690	523
10	0,716	495
<b>Médias</b>	<b>0,699</b>	<b>500</b>

25/06 Ord.	Grupo Controle 02 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,943	520
2	1,000	547
3	0,970	577
4	0,871	439
5	0,838	433
6	0,892	441
7	0,924	501
8	1,053	466
9	1,027	491
10	1,052	549
<b>Médias</b>	<b>0,957</b>	<b>496</b>

30/06 Ord.	Grupo Controle 02 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	1,379	455
2	1,764	491
3	1,273	530
4	1,570	414
5	1,495	487
6	1,668	569
7	1,323	485
8	1,401	578
9	1,179	481
10	1,252	534
<b>Médias</b>	<b>1,430</b>	<b>502</b>

**Grupo Experimental 02 – Ensaio de Torção**

<b>20/04</b>	<b>Grupo Experimental 02 - Torção</b>	
<b>Ord.</b>	<b>Torque Máximo</b>	<b>Deflexão Angular</b>
	<b>(N.cm)</b>	<b>Máxima (°)</b>
1	0,422	514
2	0,325	397
3	0,413	573
4	0,377	570
5	0,331	555
6	0,333	566
7	0,338	502
8	0,304	667
9	0,300	585
10	0,306	508
<b>Médias</b>	<b>0,345</b>	<b>544</b>

<b>25/04</b>	<b>Grupo Experimental 02 - Torção</b>	
<b>Ord.</b>	<b>Torque Máximo</b>	<b>Deflexão Angular</b>
	<b>(N.cm)</b>	<b>Máxima (°)</b>
1	0,417	589
2	0,325	477
3	0,405	441
4	0,415	495
5	0,440	506
6	0,394	506
7	0,388	531
8	0,385	462
9	0,443	599
10	0,469	591
<b>Médias</b>	<b>0,408</b>	<b>520</b>

<b>30/04</b>	<b>Grupo Experimental 02 - Torção</b>	
<b>Ord.</b>	<b>Torque Máximo</b>	<b>Deflexão Angular</b>
	<b>(N.cm)</b>	<b>Máxima (°)</b>
1	0,722	516
2	0,646	404
3	0,781	491
4	0,631	537
5	0,688	458
6	0,825	612
7	0,644	534
8	0,776	530
9	0,710	626
10	0,800	517
<b>Médias</b>	<b>0,722</b>	<b>523</b>

**Grupo Experimental 02 - Continuação**

20/06 Ord.	Grupo Experimental 02 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,531	308
2	0,580	286
3	0,522	276
4	0,448	293
5	0,555	325
6	0,675	327
7	0,616	353
8	0,630	329
9	0,546	300
10	0,676	326
<b>Médias</b>	<b>0,578</b>	<b>312</b>

25/06 Ord.	Grupo Experimental 02 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,873	333
2	0,884	360
3	0,966	362
4	0,715	314
5	0,822	301
6	0,662	266
7	1,023	463
8	0,822	339
9	0,855	310
10	0,825	322
<b>Médias</b>	<b>0,845</b>	<b>337</b>

30/06 Ord.	Grupo Experimental 02 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	1,141	401
2	1,188	320
3	1,305	340
4	1,287	365
5	1,255	332
6	1,452	370
7	1,502	380
8	1,309	322
9	1,299	383
10	1,251	317
<b>Médias</b>	<b>1,299</b>	<b>353</b>

**Grupo Experimental 03 – Ensaio de Torção**

20/04 Ord.	Grupo Experimental 03 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,277	332
2	0,268	350
3	0,274	447
4	0,345	361
5	0,365	437
6	0,345	450
7	0,326	307
8	0,284	372
9	0,350	426
10	0,296	379
<b>Médias</b>	<b>0,313</b>	<b>386</b>

25/04 Ord.	Grupo Experimental 03 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,442	380
2	0,378	347
3	0,433	470
4	0,376	369
5	0,300	303
6	0,452	389
7	0,373	456
8	0,434	322
9	0,406	441
10	0,338	363
<b>Médias</b>	<b>0,393</b>	<b>384</b>

30/04 Ord.	Grupo Experimental 03 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,709	479
2	0,731	487
3	0,659	483
4	0,605	419
5	0,759	367
6	0,764	358
7	0,582	419
8	0,635	556
9	0,727	476
10	0,715	408
<b>Médias</b>	<b>0,689</b>	<b>445</b>

**Grupo Experimental 03 - Continuação**

20/06 Ord.	Grupo Experimental 03 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,462	287
2	0,497	239
3	0,588	343
4	0,447	217
5	0,551	284
6	0,533	265
7	0,484	283
8	0,609	296
9	0,561	321
10	0,596	239
<b>Médias</b>	<b>0,533</b>	<b>277</b>

25/06 Ord.	Grupo Experimental 03 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,829	299
2	0,911	325
3	0,932	278
4	0,791	304
5	0,855	344
6	0,678	293
7	0,883	413
8	0,869	347
9	0,682	298
10	0,878	274
<b>Médias</b>	<b>0,831</b>	<b>318</b>

30/06 Ord.	Grupo Experimental 03 - Torção	
	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	1,347	288
2	1,280	268
3	1,307	414
4	1,015	365
5	1,310	304
6	1,114	340
7	1,318	364
8	1,166	340
9	1,174	315
10	1,354	337
<b>Médias</b>	<b>1,239</b>	<b>334</b>