

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

Dissertação de Mestrado

**ANÁLISE DA RESISTÊNCIA À FADIGA
FLEXURAL DE INSTRUMENTOS
FABRICADOS COM A TECNOLOGIA
CM APÓS ENSAIOS DE FLEXÃO E
CICLOS DE ESTERILIZAÇÃO**

LUIZA CRUZ GUIMARÃES

Belo Horizonte

2016

LUIZA CRUZ GUIMARÃES

**ANÁLISE DA RESISTÊNCIA À FADIGA
FLEXURAL DE INSTRUMENTOS
FABRICADOS COM A TECNOLOGIA
CM APÓS ENSAIOS DE FLEXÃO E
CICLOS DE ESTERILIZAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre em Odontologia.

Área de concentração: Endodontia - Propriedades físicas, químicas e biológicas dos materiais odontológicos.

Orientadora: Profa. Dra. Ana Cecília Diniz Viana

Co-orientador: Prof. Dr. Vicente Tadeu Lopes Buono.

Faculdade de Odontologia
Universidade Federal de Minas Gerais
Belo Horizonte

2016

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha família, em especial aos meus pais, **Sônia e Geraldo**, aos meus irmãos, **Fernando e Felipe**, aos meus avós, **Dona Dulce e Doutor Roberto**, à **Larissa**, ao **Tito** e à **Renata**. Agradeço o enorme carinho, apoio e compressão em mais essa etapa. Sem vocês eu nada seria.

Ao **Conrado**, pelo aconchego do seu abraço que me reconfortou e acalmou em tantos momentos. E à sua família, pelo incentivo, amizade e torcida.

E a **todos os meus amigos** pelo apoio, amizade, risos, choros, por viverem a vida comigo.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha orientadora, **Prof^a. Dr^a. Ana Cecília Diniz Viana**. Pessoa única, que admiro pela competência profissional e pelo dom de engrandecer tudo o que toca. Cíça, desde o aperfeiçoamento, você é, pra mim, um exemplo, e agora, é também uma amiga. Palavras me faltam para agradecer todos os ensinamentos, toda a confiança em mim depositada e a disponibilidade infinita dedicada a mim durante essa orientação.

Ao meu co-orientador, **Prof. Dr. Vicente Tadeu Lopes Buono**, pela oportunidade de poder conviver com pessoa tão inteligente e brilhante. Agradeço sua atenção ao meu trabalho, desde as correções, discussões, e gentileza em me receber no seu laboratório. À você, minha gratidão e admiração.

AGRADECIMENTOS

Registro meus sinceros agradecimentos à todos que contribuíram para a realização desse trabalho e me apoiaram durante toda a trajetória, em especial:

Aos meus colegas do Mestrado em Endodontia da UFMG, **Gustavo, Túlio, Eufemia e Daniela**. Pela amizade construída e fortalecida nesse período. Agradeço pelo companheirismo e cumplicidade que foram essenciais para nosso crescimento e maturidade. Nesse período dividimos preocupações, mas também muitas alegrias.

Aos colegas da Pós-graduação da UFMG, em especial à **Natália, Leonardo, Amanda, Suellen, Elisa, Otaviano, Paula e Lucas**. Pelos bons momentos de convivência e descontração.

Aos amigos do laboratório da Engenharia, Pedro, Laís, Diego, Leandro, Dalila, Nelson e em especial à **Bebel** pela imensurável colaboração nesse trabalho. Agradeço pelo acolhimento, pelas valiosas discussões, pelos cafés com chocolate, pela amizade e ajuda.

À **Prof^a. Dr^a. Maria Guiomar de Azevedo Bahia** e ao **Prof. Dr. Antônio Paulino Ribeiro Sobrinho** pelos ensinamentos durante todo o mestrado. Agradeço a imensa contribuição pelo meu crescimento pessoal e intelectual.

Aos Professores **Dr. Luiz Carlos Henriques Feitosa, Dr. Warley Luciano Fonseca Tavares, Dr. Fabiano Pereira Cardoso**, queridos mestres por terem acreditado no meu potencial. Serei eternamente grata pelas oportunidades, incentivo e confiança que contribuíram para a descoberta de um novo caminho a seguir: a vida acadêmica. Nesse caminho, vocês são minha inspiração e exemplos a seguir.

Aos colegas **Túlio e Fabrícia** pela amizade e à toda equipe do IES Pós-Graduação, pela agradável convivência.

Ao colegiado do Programa de Pós Graduação em Odontologia da UFMG na pessoa da Prof^a. Dr^a. Isabela PorDeus, pelo compromisso e dedicação com a excelência do curso e à todos os professores do mestrado, pela excelente transmissão de conhecimentos.

Aos alunos da graduação com quem tive contato no Estágio Docente, em especial aos alunos do Projeto de Extensão de Retratamento, pelo aprendizado constante e pela agradável convivência.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE ABREVIACÕES

RESUMO

ABSTRACT

1. INTRODUÇÃO	12
2. OBJETIVOS	22
2.2 Objetivo Geral	22
2.3 Objetivos Específicos	22
3. ARTIGO CIENTÍFICO	24
4. CONSIDERAÇÕES FINAIS	44
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	47
6. ANEXOS	50

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1:** Teorema da TM onde: M_s é a temperatura de início da transformação da austenita em martensita; M_f é a temperatura final da transformação, onde toda a liga se encontra martensítica; A_s é a temperatura de inicia da TR; A_f é a temperatura final da TR, onde toda a liga encontra-se austenítica. **13**
- Figura 2:** Curva tensão/deformação para uma liga NiTi convencional **14**
- Figura 3:** Transformação Martensítica: (a) estrutura totalmente austenítica; (b) formação de uma variável de martensita; (c) crescimento das variantes de martensita; (d) estrutura totalmente martensítica. **15**
- Figura 4:** Curva tensão/deformação para uma liga com estrutura martensítica. **16**

LISTA DE ABREVIACOES

- (NiTi) Niquel-Titanio
- (SE) Superelasticidade
- (EMF) Efeito Memria de Forma
- (TM) Transformao Martenstica
- (TR) Transformao Reversa
- (MIT) Martensita Induzida por Tenso
- (Ms) *Martensite Start*
- (Mf) *Martensite Finish*
- (As) *Austenite Start*
- (Af) *Austenite Finish*
- (Td) Temperatura de Deformao
- (CM) Memria Controlada
- (M_{d45}) Momento de Dobramento  45°
- (Nf) Nmero de Ciclos at  Fratura

RESUMO

A tecnologia “Controlled Memory (CM)”, que envolve o emprego de tratamentos térmicos em instrumentos já usinados, é uma das novas estratégias propostas pelos fabricantes de instrumentos endodônticos de NiTi para aumentar sua flexibilidade e resistência à fadiga. O objetivo desse trabalho foi avaliar a capacidade de recuperação de forma e a manutenção das propriedades mecânicas dos instrumentos Hyflex CM (HF; Coltene/Whaledent, USA) e Typhoon CM (TYP; Clinician’s Choice Dental Products, USA), de diâmetro e conicidade 30/.06, após serem submetidos a ciclos de flexão até 45° (especificação ISO 3630-1) e esterilização em autoclave. Dez instrumentos de cada sistema foram submetidos a dobramento a 45°, esterilizados em autoclave a 134° por 20 minutos e fotografados com uma câmera de alta resolução em lupa estereoscópica, para mensuração da deformação residual. Foram realizados cinco ciclos de flexão, alternados com ciclos de esterilização. As imagens foram analisadas no software Image J 1.48V. O número médio de ciclos até a fratura por fadiga (Nf) de instrumentos novos e de instrumentos submetidos à flexão e esterilização foi obtido em um dispositivo de bancada que simula um canal curvo. Ambos os instrumentos apresentaram valores semelhantes de momento de dobramento a 45° (M_{b45}) ($p=0,239$) e verificou-se uma redução nestes valores após os ciclos de flexão e esterilização, porém com resultado estatístico apenas para HF ($p=0,005$). Quando submetidos à esterilização, os instrumentos HF recuperaram totalmente sua forma inicial reta, ao contrário dos instrumentos TYP ($p=0,000$), que apresentaram deformação residual média em torno de 2,7°. Instrumentos TYP submetidos a cinco ciclos de flexão e esterilização apresentaram queda na sua resistência à fadiga ($p=0,006$), o que não ocorreu com HF ($p=0,825$). Os instrumentos avaliados no presente trabalho, embora produzidos empregando tratamentos térmicos referenciados como tecnologia CM, apresentaram capacidade de recuperação de forma e resistência à fadiga distintas.

Palavras-chave: Flexibilidade, Fadiga, Esterilização, Ligas, Instrumentação.

ABSTRACT

Effect of Bending and Sterilization on the Fatigue Resistance of Thermally Treated Nickel-Titanium Instruments

The use of Controlled Memory technology involving the heat treatment of machined NiTi instruments is among the new strategies manufacturers have developed to improve files' fatigue resistance and flexibility. The aim of this study was to evaluate the shape recovery capacity and maintenance of mechanical properties of Hyflex CM (HF; Coltene/Whaledent, USA) and Typhoon CM (TYP; Clinician's Choice Dental Products, USA) after being submitted to bending at 45°, sterilization and fatigue stresses. Ten instruments from each brand were submitted to the 45° bending test, according specification ISO 3630-1, autoclaved at 134°C for 20 minutes and photographed with a high resolution camera and with magnification to check whether all files have returned to their original shape. The images were analyzed in the software Image J 1.48V. In order to reproduce the clinical practice, five bending cycles were alternated with sterilization cycles. The average number of cycles until failure (Nf) were obtained for new instruments and instruments submitted to bend and sterilization in a bench device that simulates a curved canal. Both brands presented similar values of bending moments at 45° (M_{b45}) ($p=0,239$). A decrease in this values were verified after the five cycles of bending and sterilization, however only statistically relevant for HF instruments ($p= 0,005$). When submitted to sterilization, all HF instruments recovered their original shape. On the other hand, a significant number of TYP instruments were shown to be plastically deformed ($p= 0,000$) with an average residual deformation of 2,7°. TYP instruments submitted to five cycles of bending and sterilization presented a statistically significant decrease in their Nf ($p=0,006$), which did not occur to HF instruments ($p=0,825$). The two types of instruments tested in this study, although referenced as CM instruments, responded differently to thermal treatments applied during the manufacturing process and presents distinct shape recovery capacity and fatigue resistance.

Key Words: Flexibility, Fatigue, Sterilization, Alloy, Instrumentation.

INTRODUÇÃO

1. INTRODUÇÃO

A fabricação de instrumentos endodônticos rotatórios com ligas Níquel-Titânio (NiTi) constituiu um grande avanço na terapia endodôntica devido às suas propriedades únicas de superelasticidade (SE) e efeito memória de forma (EMF) (WALIA *et al.*, 1988; THOMPSON, 2000).

O EMF é a capacidade de se recuperar grandes deformações não lineares através de um aquecimento moderado, apesar de o material ter sofrido uma deformação aparentemente permanente. A SE é um caso particular do EMF em que a recuperação de forma se dá apenas com a retirada da tensão, sem necessidade de aquecimento. Tanto a SE quanto o EMF estão associados à ocorrência de uma mudança de fase no estado sólido: a transformação martensítica (TM), que pode ser induzida pela aplicação de tensão ou pela redução da temperatura (OTSUKA & WAYMAN, 1998; THOMPSON, 2000).

A TM é uma transformação entre uma fase de estrutura cristalina cúbica de corpo centrado do tipo B2, chamada austenita, fase β ou fase parente, e uma fase de baixa simetria, de estrutura cristalina monoclinica, chamada martensita, ou B19'. A Fase R, de estrutura cristalina trigonal, é uma fase martensítica intermediária, que está presente em ligas NiTi ricas em níquel ou que foram submetidas à tratamentos térmicos. Nesses casos, a TM ocorre de B2 \rightarrow Fase R e Fase R \rightarrow B19' (SABURI, 1998). A transformação tem início por um mecanismo de cisalhamento onde os átomos se movem cooperativamente, sem alterar a composição química da matriz, e são rearranjados em uma nova estrutura cristalina mais estável. A transformação reversa (TR) de martensita para austenita se dá com a remoção da tensão aplicada ou com o aumento da temperatura (OTSUKA & WAYMAN, 1998; THOMPSON, 2000).

A TM não ocorre em uma temperatura única, mas em um intervalo de temperaturas. Na figura 1, são mostradas as temperaturas de início e fim da TM, chamadas *martensite start* (Ms) e *martensite finish* (Mf), e as temperaturas de início e fim da TR, *austenite start* (As) e *austenite finish* (Af) (WAYMAN &

DUERING, 1990; KUHN *et al.*, 2001). Nas ligas NiTi convencionais, a Af gira em torno de 23°C, sendo assim, próximo à temperatura ambiente, a liga é totalmente austenítica (PEREIRA *et al.*, 2012).

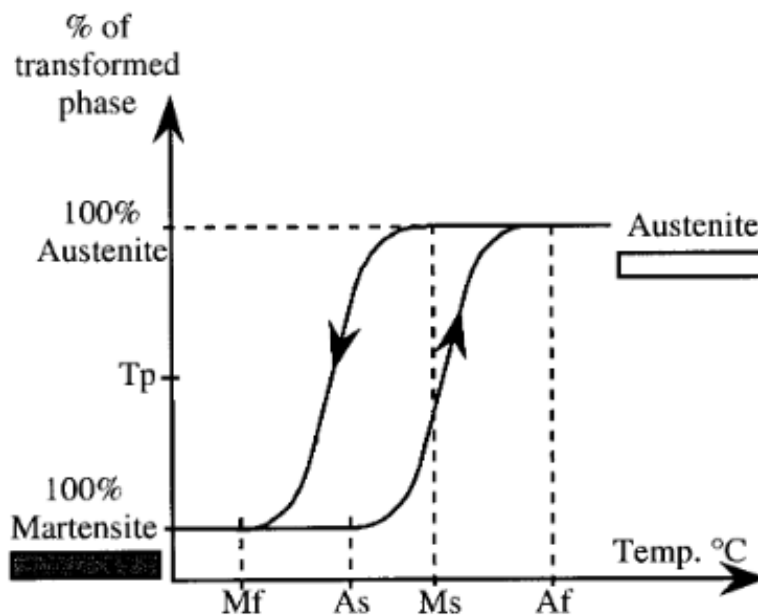


Figura 1: Temperaturas da TM e TR (Fonte: Adaptado de KUHN *et al.*, 2001).

A transformação martensítica ocorre em temperaturas acima de Af, se uma tensão for aplicada, caracterizando a SE (OTSUKA & WAYMAN, 1998; OTSUKA & REN, 2005). É o que acontece no caso específico das limas endodônticas rotatórias fabricadas com fios NiTi convencionais, onde a TM é decorrente não de estímulos térmicos mas sim de estímulos mecânicos, gerados pela tensão imposta à lima no interior de um canal radicular curvo. A martensita assim formada é chamada martensita induzida por tensão (MIT). O movimento rotatório resulta na aplicação de cargas e descargas sobre os instrumentos, gerando ciclos de TM e TR. Quando ao término do preparo do canal radicular, com a remoção definitiva da tensão, a MIT se torna instável, ocorrendo então a conseqüente TR final para estrutura austenítica original (THOMPSON, 2000; BRANTLEY *et al.*, 2002; BAHIA & BUONO, 2005).

O comportamento das ligas NiTi frente a aplicação de uma tensão, está diretamente relacionado à temperatura em que ocorrer a deformação (Td) (MIYAZAKI *et al.*, 1981). Na prática endodôntica, para os instrumentos fabricados com ligas NiTi convencionais, a deformação ocorre na temperatura

aproximada de 23°C, nesses casos o material apresenta-se totalmente austenítico, havendo a indução de formação de MIT. A Figura 2 ilustra, através de uma curva tensão/deformação, o comportamento da liga nessa situação. Inicialmente, a tensão causa uma deformação elástica da austenita (o-a), o ponto a, marca o momento onde se inicia a formação de MIT. No patamar a-b, caracterizado por grande deformação e pouco acréscimo de tensão é onde ocorre a MIT. Com o aumento da tensão aplicada, do ponto b-c ocorre a deformação elástica da martensita e após o ponto c, a deformação será plástica. Com a retirada da tensão, entre qualquer ponto de a-c, irá ocorrer a TR, representada pela linha tracejada b-a' (MIYAZAKI *et al.*, 1982; OTSUKA & WAYMAN, 1998; SANTOS, 2013).

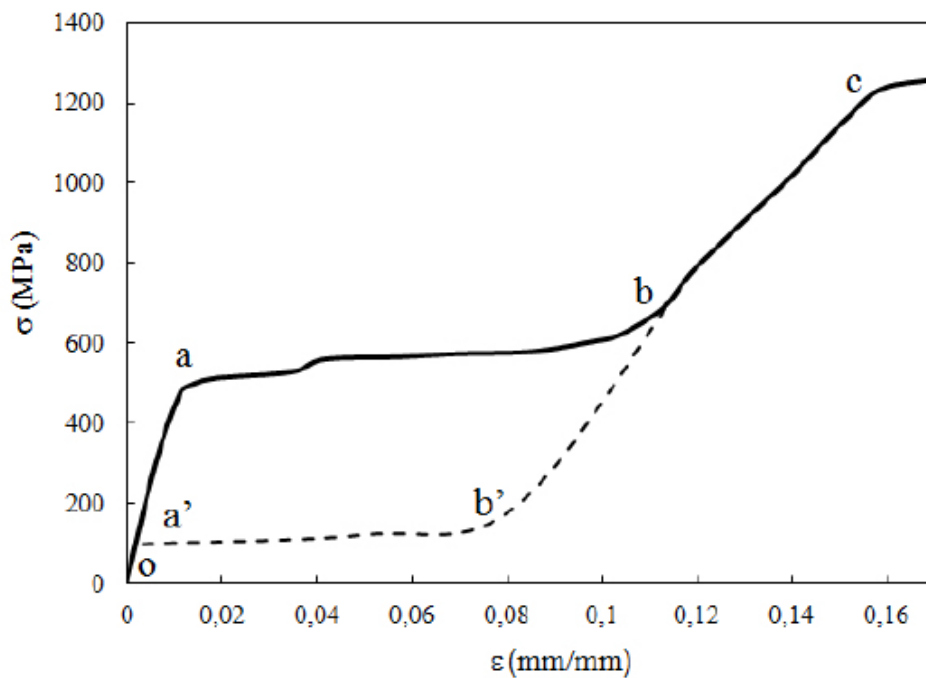


Figura 2: Curva tensão/deformação para uma liga NiTi convencional (FONTE: Adaptado de SANTOS, 2013).

É possível se obter fios NiTi com características diferentes de EMF e SE. Nas ligas em que se verifica o EMF, a TM será induzida pela redução da temperatura, abaixo de A_f , e ocorre por nucleação e crescimento de regiões denominadas variantes de martensita (Figura 3), que vão sendo acomodadas por um mecanismo denominado maclação. Este é um mecanismo reversível,

que não envolve quebra de ligações entre os átomos. Assim, são formadas dentro da mesma estrutura, com forma macroscópica idêntica à original com estrutura austenítica, várias regiões de martensita em diferentes orientações, que são imagens especulares umas das outras. Este processo se dá como um mecanismo de alívio e acomodação de toda a deformação gerada pela transformação (OTSUKA & WAYMAN, 1998; OTSUKA & REN, 1999).

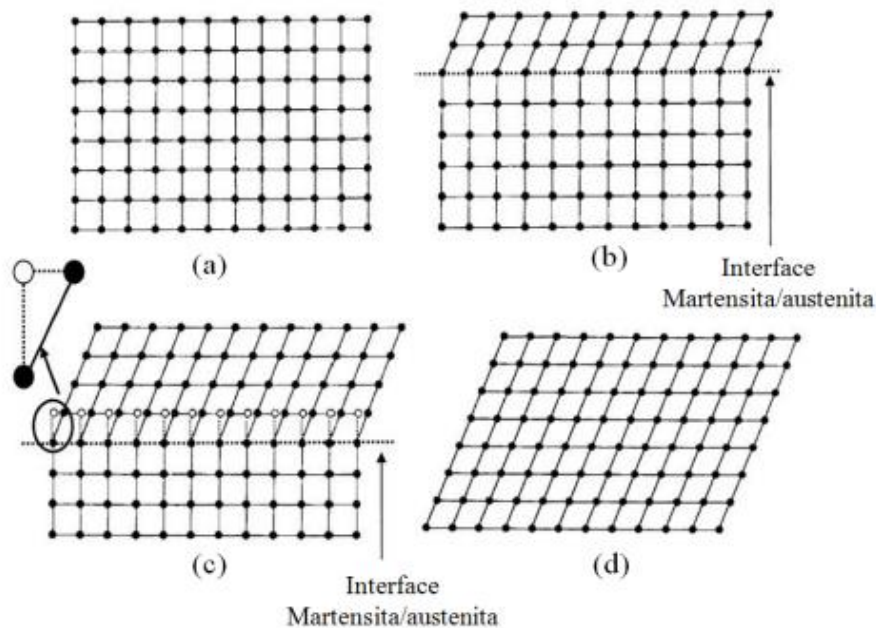


Figura 3: Transformação Martensítica: (a) estrutura totalmente austenítica; (b) formação de uma variável de martensita; (c) crescimento das variantes de martensita; (d) estrutura totalmente martensítica. FONTE: Wayman & Duering, 1990).

Quando o material encontra-se inicialmente com a estrutura de martensita maclada, composta por inúmeras variantes com diferentes orientações, uma deformação aplicada levará ao movimento das variantes (demaclação/reorientação). A figura 4 mostra uma curva tensão/deformação para uma liga NiTi com martensita estável à temperatura ambiente.

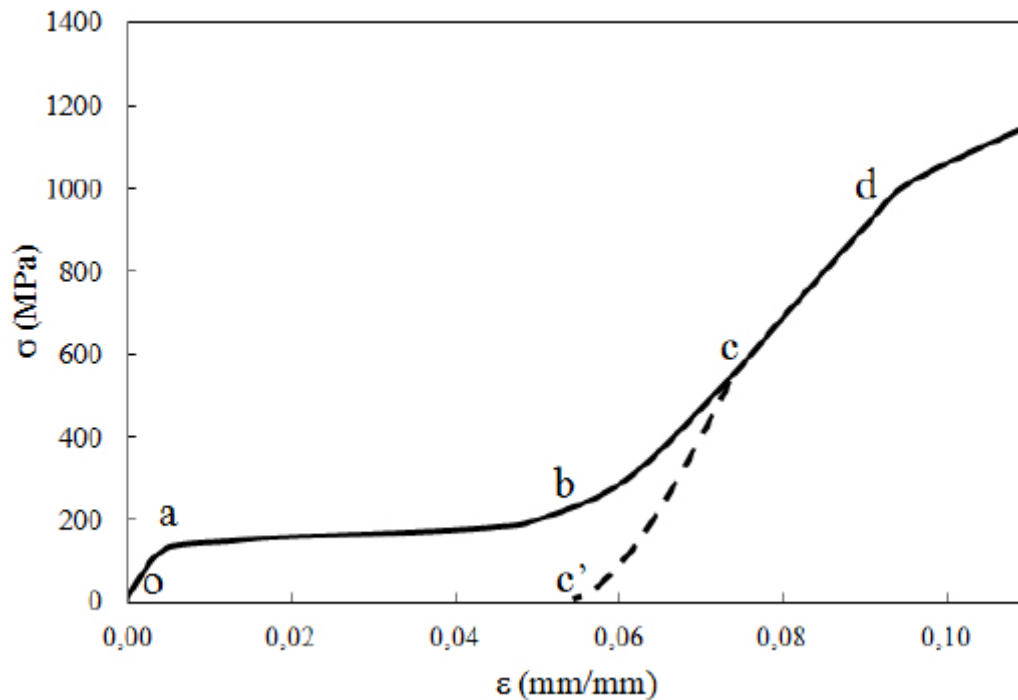


Figura 4: Curva tensão/deformação para uma liga com estrutura martensítica (FONTE: adaptado de SANTOS *et al.*, 2013)

Com a aplicação de tensão sobre a martensita maclada, inicialmente o material experimentará um regime de deformação elástica (o-a) até o início do patamar (a-b) de reorientação da martensita. É nesse patamar onde ocorre a demaclação e o crescimento da variante melhor orientada em relação à aplicação da tensão. Com o aumento da tensão, ocorre a reorientação da martensita maclada retida acompanhada de deformação elástica (b-d). Caso a carga seja removida nesse intervalo, como no caso do ponto c, o material apresentará uma deformação residual igual a o-c'. Porém com o aumento da temperatura acima de A_f , a deformação é recuperada através da TR, ou seja, o EMF acontece. Com o aumento da tensão a níveis além do ponto d, a martensita será deformada plasticamente, sendo toda a deformação imposta a partir desse ponto não reversível (MIYAZAKI *et al.*, 1982; SANTOS, 2013).

A variação da composição química e os tratamentos térmicos podem promover melhorias nas propriedades estruturais e funcionais das ligas NiTi (THOMPSON, 2000; BRAGA, 2010). Nas ligas com excesso de níquel, de acordo com temperatura e tempo específicos de recozimento, haverá a

tendência da formação de compostos de $TiNi_3$, Ti_3Ni_4 e Ti_2Ni_3 . Os compostos de Ti_3Ni_4 aparecem nos estágios iniciais de recozimento à baixas temperaturas, na forma de partículas submicrométricas, provocando aumento das temperaturas de Af e um efeito conhecido como endurecimento da matriz por precipitação de material, melhorando sua capacidade de recuperação do EMF e SE (MIYAZAKI *et al.*, 1982; SABURI *et al.*, 1982). Quanto maior a fração de partículas e menor o seu raio maior será o endurecimento que elas causarão (BUONO *et al.*, 2002).

A presença dos precipitados de Ti_3Ni_4 afetam também as características da TM, atuando como centros de nucleação para a formação de Fase R. A introdução de finos precipitados de Ti_3Ni_4 pelo recozimento ou através de ciclos de deformação são capazes de mudar a TM de $B2 \rightarrow B19'$ para $B2 \rightarrow \text{Fase R} \rightarrow B19'$. Tal comportamento se dá pelo fato de os precipitados induzirem campos de tensão na matriz circundante (ZHANG & SEHITOGLU, 2004; OTSUKA & REN, 2005). Esses campos de tensão geram forte resistência à grandes transformações associadas com a formação de $B19'$, levando a formação intermediária da Fase R que produz uma deformação da rede cristalina significativamente menor (SOMSEN *et al.*, 1999; ALLAFI *et al.*, 2002).

Embora os instrumentos rotatórios de NiTi apresentem resultados desejáveis e previsíveis durante sua utilização em canais curvos (THOMPSON & DUMMER, 1997; SCHÄFER *et al.*, 2003), os mesmos podem se romper durante a instrumentação desses canais. A fratura dos instrumentos de NiTi pode se dar por fadiga flexural ou por sobrecarga torcional (PRUETT *et al.*, 1997; SATTAPAN *et al.*, 2000; CHEUNG *et al.*, 2005; PARASHOS & MESSER, 2006; SHEN *et al.*, 2009). A fratura por sobrecarga torcional ocorre quando parte do instrumento se prende no interior do canal, enquanto sua haste continua a girar. Se o limite elástico do instrumento é excedido, ele sofre deformação plástica e em seguida a fratura (SATTAPAN *et al.*, 2000; PETERS *et al.*, 2003; BAHIA & BUONO, 2005; CÂMARA *et al.*, 2009; SHEN *et al.*, 2013; CAMPBELL *et al.*, 2014).

A fratura por fadiga nos metais envolve três estágios: a nucleação de trincas, seu crescimento lento e a fratura final rápida. As imperfeições superficiais agem como concentradores de tensões levando ao início de trincas na região submetida à maior amplitude de deformação. Como consequência da propagação de trincas transversais, ocorre a diminuição da área da seção transversal que se torna incapaz de suportar a força aplicada (COURTNEY, 1990). Quando um instrumento gira no interior de canais curvos, ele sofre tensões de tração e compressão alternadas e repetitivas, levando à nucleação de trincas, que crescem coalescem e se propagam até a fratura final do instrumento (SERENE *et al*, 1995; PRUETT *et al*, 1997; SATTAPAN *et al*, 2000; BAHIA & BUONO, 2005; PLOTINO *et al.*, 2012).

Quando submetidas a carregamentos cíclicos, a liga NiTi pode apresentar deformações residuais persistentes em sua microestrutura, causadas por aumento de deslocamentos e pela formação de variantes de martensita estabilizadas, que não sofrem TR após a descarga, o que pode gerar uma redução das suas propriedades mecânicas associadas à alterações nas suas temperaturas de transformação (EGGELER *et al.*, 2004).

A resistência à fratura dos instrumentos endodônticos tem sido uma preocupação constante de pesquisadores, fabricantes e profissionais que atuam na área. Durante a última década, várias melhorias foram implementadas no que diz respeito à microestrutura, às propriedades dos materiais e ao processo de fabricação dos instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi (THOMPSON, 2000; ALAPATI *et al.*, 2009; JOHNSON *et al.*, 2008, SHEN *et al.*, 2013).

O fio M-Wire (Sportsmire LLC, Langley, OK, USA) foi desenvolvido através de um processo termomecânico que resulta num material de estrutura mista, caracterizado pela presença simultânea de austenita e martensita à temperatura ambiente (BERENDT, 2007; JOHNSON *et al.*, 2008; ALAPATI *et al.*, 2009). O M-Wire é composto de Nitinol 508 submetido a um tratamento termomecânico próprio, sob tensões específicas e tratamentos térmicos de no mínimo cinco ciclos de banhos frios (de aproximadamente 0°C a 10°C) e

banhos quentes (de aproximadamente 100°C a 180°C) (BERENDT, 2007). Tal processamento resultou um material contendo porções de martensita e Fase R em temperatura ambiente, mantendo, porém, a sua SE. Foi constatado que instrumentos fabricados com o fio M-Wire apresentam maior flexibilidade e resistência à fadiga (ALAPATI *et al.*, 2009; PEIXOTO *et al.*, 2010; PEREIRA *et al.*, 2012; BRAGA *et al.*, 2014; PEREIRA *et al.*, 2015).

O tratamento térmico das ligas NiTi também deu origem a uma outra tecnologia para fabricação de limas endodônticas, os instrumentos com Memória Controlada (CM). Estes, depois de usinados, são submetidos a um tratamento térmico específico, capaz de alterar suas características e propriedades mecânicas. Instrumentos CM possuem em sua composição química diferentes teores de níquel e suas temperaturas de Af são significativamente mais altas. Assim, esses instrumentos que possuem em sua estrutura uma maior quantidade de martensita estável à temperatura ambiente, não manifestam a SE e perdem a tendência de voltar à sua forma original após a remoção da tensão aplicada durante a formatação dos canais. Além disso, apresentam-se ainda mais flexíveis, o que minimiza riscos de transporte apical mesmo em canais radiculares com anatomia mais complexa (CASPER *et al.*, 2011; SHEN *et al.*, 2011a; SHEN *et al.*, 2011b; ZHOU *et al.*, 2012; SANTOS *et al.*, 2013).

Verifica-se que uma microestrutura híbrida (contendo austenita e martensita) propicia maior resistência à fadiga em comparação com uma microestrutura completamente austenítica, devido a um número significativamente maior de interfaces presentes. Essas interfaces propiciam a formação de uma complexa matriz de trincas secundárias, capazes de dissipar a energia necessária para a propagação rápida de uma trinca principal (HORNBOGEN, 1990; BRAGA *et al.*, 2014). Instrumentos fabricados com a tecnologia CM mostram-se 150% a 800% mais resistentes à fadiga se comparados com aqueles fabricados com ligas convencionais (SHEN *et al.*, 2011a; SHEN *et al.*, 2011b; SHEN *et al.*, 2012; PETERS *et al.*, 2012).

O sistema Hyflex (HF; Coltene/Whaledent Inc, Cuyahoga Falls, OH, EUA) e o sistema Typhoon (TYP; Clinician's Choice Dental Products, New Milford, CT,

EUA) são exemplos de instrumentos fabricados com a tecnologia CM. Os fabricantes alegam que estes instrumentos podem ser reutilizados na prática clínica, desde que submetidos à ciclos de esterilização. O aquecimento dos mesmos durante estes ciclos serão capazes de produzir alterações na microestrutura através da recuperação das deformações residuais e do rearranjo dos defeitos cristalinos (HILFER *et al.*, 2011; PLOTINO *et al.*, 2012; ALAZEMI *et al.*, 2014; SEAGO *et al.*, 2015; ZHAO *et al.*, 2015).

O entendimento dos tratamentos térmicos aplicados nas ligas NiTi e seu impacto no desempenho clínico dos instrumentos endodônticos, é importante no que diz respeito à melhor escolha entre os diversos sistemas disponíveis no mercado e à compreensão do comportamento do mesmos. Desta forma, esse estudo objetiva avaliar a capacidade de recuperação de forma e de manutenção das propriedades mecânicas dos instrumentos fabricados com a tecnologia CM após serem submetidos à flexão e esterilização, simulando as condições encontradas na prática clínica.

OBJETIVOS

1. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Avaliar e comparar os instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi dos sistemas Hyflex CM e Typhoon CM, que possuem memória de forma controlada, investigando o impacto das tensões flexurais geradas após cinco ciclos de flexão à 45 °, intercalados com esterilização, na sua resistência à fadiga flexural.

2.2 Objetivos Específicos

- Avaliar as características geométricas e dimensionais dos instrumentos de NiTi Hyflex CM e Typhoon CM através do comprimento da parte ativa, do diâmetro a cada milímetro da parte ativa, e da área da seção transversal a 3 mm da ponta;
- Avaliar as características físicas dos instrumentos no que diz respeito às temperaturas de transformação de fase;
- Avaliar a flexibilidade dos instrumentos em ensaios de flexão à 45°, realizados em bancada confeccionada de acordo com a norma ISO 3630-1, através dos valores de momento de dobramento (M_{b45});
- Avaliar a resistência à fadiga dos instrumentos através do número de ciclos até a fratura (N_f) em ensaios de fadiga flexural;
- Avaliar a deformação não recuperada visível dos instrumentos, gerada pelas tensões flexurais após cinco ciclos de flexão à 45°, intercalados com esterilização em autoclave;

ARTIGO CIENTÍFICO

2. ARTIGO CIENTÍFICO

Effect of Bending and Sterilization on the Fatigue Resistance of Thermally Treated Nickel-Titanium Instruments

Luiza Cruz Guimarães, DDS¹; Eufemia Carolina Pelaez Acosta, DDS¹; Pedro Resende Damas²; Isabella Faria da Cunha Peixoto, DDS, MS, PhD²; Maria Guiomar de Azevedo Bahia, DDS, MS, PhD¹; Vicente Tadeu Lopes Buono, BS, MS, PhD²; and Ana Cecília Diniz Viana, DDS, MS, PhD¹.

¹Departament of Restorative Dentistry, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG, Brazil.

²Department of Metallurgical and Materials Engineering, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG, Brazil.

Correspondence:

Professor Vicente T.L. Buono

Department of Metallurgical and Materials Engineering

Universidade Federal de Minas Gerais

Av. Antônio Carlos 6627 – Campus Pampulha

Belo Horizonte, MG, 31270-901, Brazil

Tel: +55 31 3409-1859, Fax: +55 31 3409-1815

E-mail: vbuono@demet.ufmg.br

Acknowledgements:

This work was partially supported by Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG), Belo Horizonte, MG, Brazil; Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (CAPES), Brasília, DF, Brazil; Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Brasília, DF, Brazil; and Pró-Reitoria de Pesquisa da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brazil. The authors deny any conflicts of interest related to this study.

Abstract

NiTi instruments manufactured with the Controlled Memory Technology undergo a heat treatment that is said to improve their flexibility and fatigue resistance. **Aim:** The aim of this study was to evaluate the shape recovery and maintenance of mechanical properties of Hyflex CM (HF; Coltene/Whaledent, USA) and Typhoon CM (TYP; Clinician's Choice Dental Products, USA) bent until 45 degrees and autoclave sterilized. **Methodology:** Ten instruments from each system with similar size and taper (30.06) were submitted to five bending tests until 45°, applied perpendicularly to the instrument axis at 3 mm from the tip, alternated with autoclave sterilization cycles. Photographs were taken after bending and then after sterilization, and analyzed to measure shape recovery. Instruments were then tested in fatigue to determine the average number of cycles until failure, in comparison with new instruments. **Results:** After the five cycles of bending/sterilization, both instruments presented a tendency of decreasing bending moments at 45°, but only in HF instruments this tendency was statistically significant ($p= 0.005$). A significant number of TYP instruments ($p = 0.000$) did not fully recovered their shape. TYP instruments presented a statistically significant decrease in fatigue resistance after the bending/sterilization cycles ($p = 0.006$). **Conclusions:** The heat treatments applied, although referenced as CM technology, produced different results in terms of properties in Hyflex CM and Typhoon CM endodontic instruments.

Key Words: Hyflex CM, Typhoon CM, autoclave sterilization, shape recovery, mechanical properties, fatigue resistance.

Introduction

The use of Nickel-Titanium (NiTi) alloy for the manufacturing of endodontic instruments provided great advantages to endodontic procedures due to its unique mechanical properties such as superelasticity and shape memory (Walia *et al.* 1988; Thompson *et al.* 2000). The shape memory effect takes place when the alloy recovers its original shape upon heating even though it appears to be permanently deformed. The superelasticity is a particular case of the shape memory, where the recovery happens after stress is released (Otsuka & Wayman 1998; Thompson 2000). Both properties are closely related to the occurrence of a diffusionless phase transformation in solids called martensitic transformation (MT), induced by cooling or by the application of stress to a highly symmetric crystalline structure called austenite, which transforms to a lower symmetry phase called martensite. The transformation is reversible in NiTi alloys and takes place by the cooperative motion of atoms (Otsuka & Wayman 1998; Thompson 2000; Shen *et al.* 2013).

Despite numerous advantages, the clinical use of NiTi instruments can result in separation caused by flexural fatigue or torsional failure (Sattapan *et al.* 2000; Bahia & Buono 2005; Parashos & Messer 2006; Shen *et al.* 2009). Flexural fatigue fracture is triggered by alternated tensile and compressive stress cycles developed at the point of maximum tensile strain amplitude during the instrumentation of curved canals. This process leads to crack initiation at the instrument's surface, slow propagation towards the center of the cross section and final ductile fracture by overload (Pruett *et al.* 1997; Bahia & Buono 2005). Torsional failure, in turn, occurs when the instrument is locked within the canal walls and the shank continues to rotate driven by the motor, generating high torsional loads, which produce plastic deformation and fracture (Sattapan *et al.* 2000; Peters *et al.* 2003; Bahia & Buono 2005; Shen *et al.* 2013; Campbell *et al.* 2014).

Several strategies have been adopted by the manufactures of NiTi endodontic instruments in order to increase their resistance to these two types of fracture (Johnson *et al.* 2008; Alapati *et al.* 2009; Gutmann & Gao 2012; Shen *et al.*

2013). Recently, certain proprietary thermomechanical processing procedures have been used to manufacture new NiTi instruments with improved mechanical properties. One of these is said to produce a microstructure containing the R-phase intermediate martensite and some amount of stable B19' martensite. It is applied either to the wire before machining (M-Wire) (Sportsmire LLC, Langley, OK, USA) (Berendt 2007; Gambarini *et al.* 2008; Alapati *et al.* 2009; Peixoto *et al.* 2010; Pereira *et al.* 2012) or to the twisted instrument before commercialization (Twisted file) (Shen *et al.* 2011b; Zhao *et al.* 2015).

Controlled Memory (CM) technology is another example of the new manufacturing processes. Although not much has been disclosed about the specifics of this method, endodontic instruments are supposed to receive a special thermal processing after being machined out of a conventional NiTi wire (Shen *et al.* 2011a; Shen *et al.* 2011b). Studies indicate that this CM instruments are ever more flexible and approximately 800% and 150% more resistant to fatigue when compared with conventional NiTi and M-Wire instruments, respectively (Shen *et al.* 2011a; Shen *et al.* 2011b; Shen *et al.* 2012; Peters *et al.* 2012; Braga *et al.* 2014).

Both the Hyflex CM (Coltene/Whaledent, Inc, Cuyahoga Falls, OH) and Typhoon CM (Clinician's Choice Dental Products, New Milford, CT) files were developed using CM technology. Manufacturers claim that these files can be reused based on the fact that deformed instruments can recover their original shape after heat sterilization (Hilfer *et al.* 2011; Alazemi *et al.* 2014).

However, few studies (Hilfer *et al.* 2011; Plotino *et al.* 2012; Shen *et al.* 2013; Alazemi *et al.* 2014; Seago *et al.* 2015; Zhao *et al.* 2015) have been published exploring the effect of repeated clinical use and sterilization on mechanical properties of CM NiTi files. The aim of this study was to evaluate the shape recovery capacity and fatigue resistance of thermally treated instruments after being submitted to bending and sterilization cycles, under simulated clinical conditions. Understanding these new technologies that affect the physical

properties and clinical behavior of NiTi instruments is vital for clinicians to make a better informed decision-making choice of instrumentation technique.

Materials and Methods

Forty five new NiTi endodontic rotary instruments manufactured with the CM technology were evaluated: Hyflex CM (HF) and Typhoon CM (TYP), with the same size and taper, 30/.06.

Ten instruments of each system were photographed using a high-resolution digital camera (20D; Canon, Tokyo, Japan) to assess their dimensional characteristics. The outermost diameters were measured using the Image J 1.48V software (Wayne Rasband, USA) through two lines drawn on either side of the files images and another perpendicular line crossing at every millimeter from the tip to the end of the active section. To measure the cross-sectional area, a metallographic saw was used to cut 3 mm from the tip of one instrument from each system. The cross-sectional surfaces were imaged under a scanning electron microscope with a 150x magnification. The cross-sectional areas were determined using the same software described above.

X-ray energy-dispersive spectrometry (EDS; Noran TN-M3055, Middleton, WI) was used to determine, qualitatively, the chemical composition of the alloys employed in the manufacture of the files. Five small areas were analyzed within each type of system. Transformation temperatures were determined according to the initial and final exothermic/endothermic peaks on the heating and cooling curves recorded by Differential Scanning Calorimetry (DSC; Shimadzu DSC 60, Kyoto, Japan). Three tests were performed using different samples of each system weighing approximately 20mg. In each test the sample was heated to 100°C and then cooled to -100°C at a rate of 10°C/min.

Bending tests were carried out in a bending unit built under ISO 3630-1 standards (International Organization for Standardization) as described by Viana *et al.* 2010 The instrument was held at a 3 mm from the tip and bent 45°

perpendicular to its long axis. A load cell automatically recorded the bending moment (M_{b45}). Photographs of the instruments were taken after bending tests in order to measure files deformation. Pictures were analyzed using the Image J software and the deformation was measured based on the angle formed between a straight line (long axis) and an oblique line (from the tip up to 3mm along the working section).

To evaluate if the microstructural defects generated by the deformation were cumulative or completely recovered by heat sterilization, the instruments were autoclaved (Cristófoli, Campo Mourão, PR, Brasil) under specific parameters such as temperature of 134° and duration of 64 minutes (including 10 minutes for heating, 21 minutes for sterilization and 33 minutes for drying). After each sterilization cycle, new photographs were taken and the images analyzed to verify the shape recovery. In order to reproduce the clinical reutilization, five bending cycles were alternated with sterilization cycles.

The cycled instruments were then fatigue tested using a bench device (Bahia *et al.* 2005) with an artificial canal made out of quenched tool steel, 5mm radius and 45°curvature angle, placing the maximum canal curvature at 3 mm from the tip of the instruments. Files were allowed to rotate freely until breakage inside the artificial canal, and the number of cycles to failure (Nf) was obtained by multiplying the rotation speed (300 rpm) by the time to failure registered using a digital chronometer. The point of fracture was determined by the measurement of the fractured file using an endodontic ruler. The fracture surfaces of 3 randomly selected cycled instruments of each system were analyzed using a scanning electron microscope (FEI Inspect F50; JEOL, Tokyo, Japan) to evaluate the features associated with the failure process.

Means and standard deviations were calculated for each parameter. The statistical significance of the differences detected was assessed by using one-way analysis of variance at 95% confidence level.

Results

The mean values and standard deviations measured for the diameter (D3) and the area (A3) at 3 mm from the tip of the instruments analyzed are shown in table 1. Hyflex instruments presented a triangular cross-section, TYP instruments a convex triangular section, but both instruments had a similar average diameter at 3 mm from the tip (D3) ($P=0.552$), Hence, HF instruments presented smaller values of cross-sectional area at 3 mm from the tip (A3) than TYP ($P=0.000$).

Table 1: Mean values and standard deviations of Diameter (D3) and Area (A3)

Instrument	D3 (mm)	A3 (mm ²)
HF	0.480 (0.01)	0.089 (0.00)
TYP	0.483 (0.01)	0.104 (0.00)

The EDS analysis indicated that both CM instruments presented similar chemical composition, 51% Ni - 49% Ti in weight.

Transformation temperatures determined by DSC are shown in table 2. The M_s and M_f temperatures correspond to the start and finishing of martensite formation, whereas A_s and A_f represent the corresponding temperatures for the reverse transformation. Both instruments exhibit values of A_f higher than room temperature, indicating that a reasonable amount of martensite B19' and R-phase should be present in these instruments. Moreover, TYP instruments presented statistically significant higher values of A_f compared to HF instruments ($p=0.000$). For TYP instruments the temperatures R_f and M_s could not be established because of peak overlapping on DSC graphs.

Table 2: Mean values and standard deviations of martensitic and reverse transformations temperatures

Instrument	Transformation temperatures (°C)					
	As	Af	Rs	Rf	Ms	Mf
HF	26.4	40.4	22.3	13.9	-11.8	-33.0
TYP	49.7	69.7	43.7	-	-	-19.9

Bending tests revealed that new TYP and HF instruments are equally flexible as there were no statistical differences between their mean values of M_{b45} ($P=0,128$). Figure 1 demonstrate that after five cycles of bending and sterilization, both instruments, TYP and HF, presented a decrease in their M_{b45} values, although, it was only statistical for HF instruments ($p= 0, 005$).

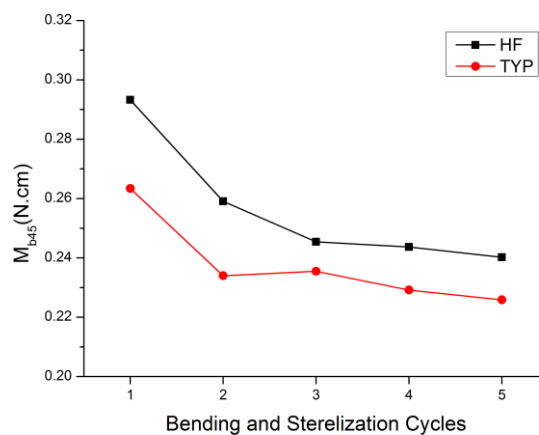


Figure 1: Variation on the M_{b45} mean values at 45° with the cycles of bend and sterilization

After bending tests, HF instruments showed an average deformation in relation to its long axis of 33.5 % (± 2.3). For TYP instruments this deformation was 35.5 % (± 3.4). During the process, most of all HF instruments ($p=0.331$) tested regain their original shape after the five cycles of bending tests alternated with sterilization. However, there were a significant number of TYP instruments that

were plastically deformed ($p= 0.000$) presenting an average of 2.7° of residual deformation (Figure 2 and Figure 3).

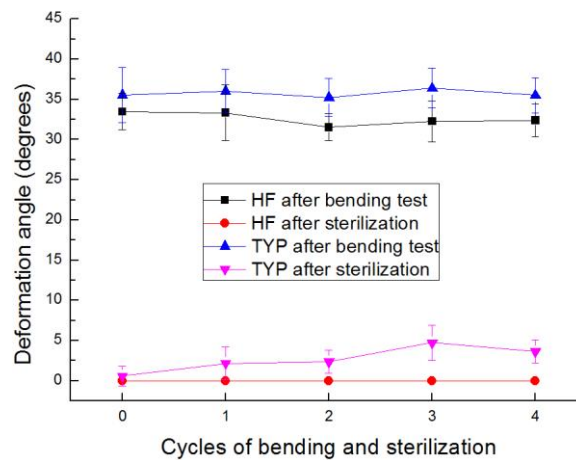


Figure 2: Instruments' mean angles after bend and sterilization cycles

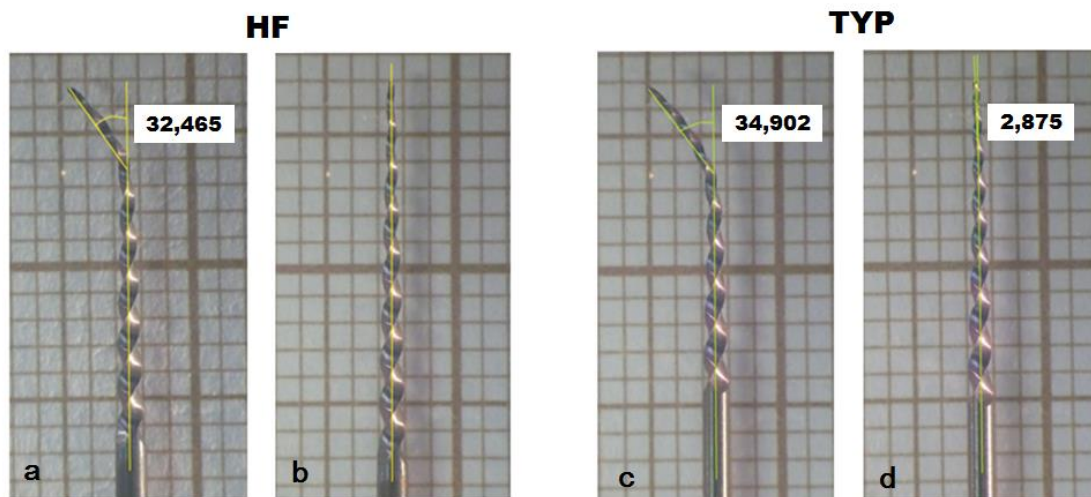


Figure 3: Deformed instruments and total and partial recuperation of HF and TYP, respectively. a) HF instrument after bending at 45° ; b) Total shape recovery after sterilization; c) TYP instrument after bending at 45° ; d) Residual deformation after sterilization.

The results of the flexural fatigue tests are summarized in figure 4. New HF instruments exhibited statistically higher values of N_f compared with new TYP instruments ($p=0.000$). The average point of fracture was at 3 mm ($SD=0.2mm$) from the tip. The repeated bend and sterilization cycles lead to a statistically significant decrease in the N_f of TYP instruments ($p=0.006$) whereas this difference was not observed for HF instruments ($p=0.825$).

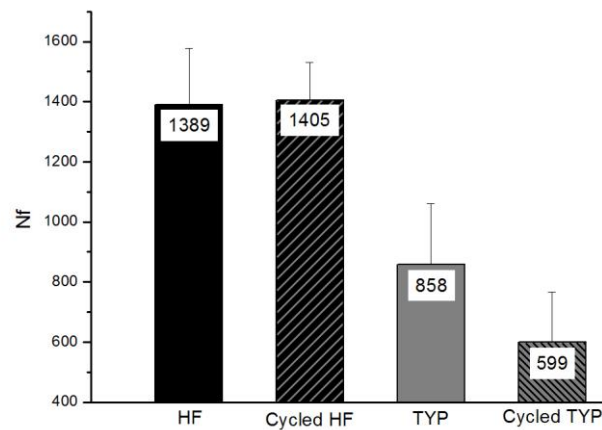


Figure 4: Mean values of Nf for the instruments studied in fatigue tests

The fracture surfaces of cycled instruments observed by scanning electron microscopy are exhibited in Figure 5. Typical features of flexural fatigue mode can be seen at the fracture surface as cracks and smooth regions. Larger areas of nucleation and slow crack propagation were found in the HF instruments when compared with the TYP ones.

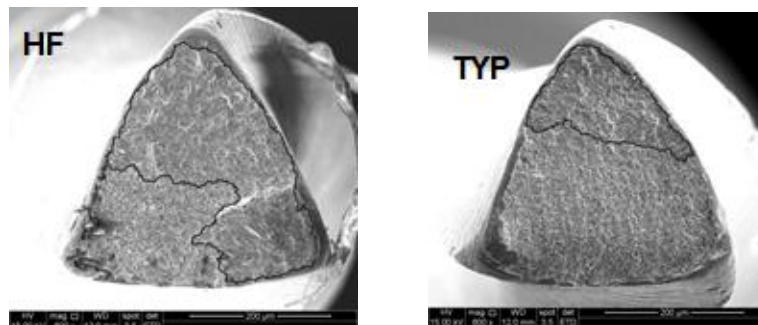


Figure 5. Secondary electron images of typical fracture surfaces of HF and TYP instruments. Outlined areas correspond to the region of fatigue crack nucleation and propagation (smooth areas).

Discussion

According to manufacturers, CM instruments are apparently deformed after canal preparation, but regain their original shape after sterilization, allowing for multiple uses. The shape recovery capacity and fatigue resistance of CM instruments were examined in the current study.

Thermal treatment of NiTi is known to increase the austenite transformation temperature to above 37°C and aim at producing alloys that contain stable martensitic phases at room temperature. That leads to improved flexibility and mechanical properties and results in a NiTi instrument which presents simultaneously superelasticity and the shape memory effect, decreasing the tendency for the file to straighten during use (Shen *et al.* 2011a; Shen *et al.* 2011b; Plotino *et al.* 2012).

A hybrid (austenite + martensite) microstructure is more likely to exhibit a favorable fatigue resistance when compared to a fully austenitic microstructure, given the presence of a significant number of interfaces. The latter favor the formation of a complex array of secondary cracks that dissipate the energy required to rapidly propagate cracks (Hornbogen 1990; Figueiredo *et al.* 2009; Braga *et al.* 2014). A good example of that can be seen with the increased fatigue resistance of M-wire and CM instruments if compared to conventional NiTi ones (Johnson *et al.* 2008; Shen *et al.* 2011a; Peixoto *et al.* 2013; Braga *et al.* 2014)

Nickel-rich alloys, as widely known, are sensitive to low temperature thermal treatments and may contain submicroscopic Ti_3Ni_4 . The presence of such particles increases mechanical resistance and decreases the amount of Ni atoms in solid solution, what in turn increases the transformation temperatures, which are strongly dependent on Ni content (Miyasaki *et al.* 1982).

The DSC results may explain the unusual behavior of CM files. Both systems undergo double martensitic transformation, initially into R phase and then to monoclinic B19' martensite. The higher A_s and A_f temperatures presented by

TYP instruments indicate a predominantly temperature induced martensite microstructure, while on HF instruments austenite and R-phase probably coexist at room temperature. In other words, DSC data indicate that the thermally processed NiTi files would be essentially in the martensitic condition at body temperature (Alapati *et al.* 2009, Zinelis *et al.* 2010).

CM files show high flexibility when compared to conventional NiTi files (Santos *et al.*, 2013). The geometrical characteristics, such as the cross-sectional configuration, are important parameters affecting the flexibility of endodontic files, as recognized by other authors (Xu & Zheng 2006; Schäfer & Tepel 2006; Viana *et al.* 2010). According to this reasoning, TYP instruments should be less flexible than HF, because of the difference in A3, the cross-sectional areas at 3 mm from the tip, between the two types of instruments. However, this difference in A3 did not influence the mean values of M_{b45} , which showed no significant difference for the two files. This is a further indication that different alloy microstructures were produced by the thermal treatment in HF and TYP instruments.

It is worth noticing that analyzed instruments showed a tendency to become more flexible after cycling. It is known that NiTi martensite becomes stabilized after repeated straining (Otsuka & Ren, 2005) and its presence facilitates subsequent transformation of austenite into martensite, which can occur with significant lower applied stress (Bahia *et al.* 2005). The decrease on the M_{b45} values was higher after the first bend/sterilization cycle, with the stabilization of this parameter in the subsequent cycles for both systems.

Some authors evaluate the deformation of Hyflex CM files after instrumentation and their shape recovery after heat sterilization (Peters *et al.* 2012; Shen *et al.*, 2013; Alazemi *et al.* 2014). Their results showed that almost all instruments presented some deformation after canal preparation, but most of them recovered their original shape during autoclaving. In the present study, some visible deformation was noticed after every bending test for both systems. After sterilization, all HF instruments recovered their original shape, but this was not the case for TYP instruments. As the temperature attained during sterilization

was not able to recover all the deformation present in TYP, one can state that the bending cycles caused some residual plastic deformation in these instruments. This inability to shape recover can be attributed to alterations in the metallurgical properties resulting from the thermal treatments applied during the manufacturing of TYP files.

Previous studies focused on evaluating the effect of multiple autoclave cycles on conventional superelastic NiTi wire endodontic instruments (Mize *et al.* 1998; Gambarini 2001; Viana *et al.* 2006). For thermally treated NiTi instruments, the impact of clinical use and sterilization also appears contradictory, decreasing (Hilfer *et al.* 2011) or increasing (Plotino *et al.* 2012; Zhao *et al.* 2015) their mechanical properties. Under the conditions of this study, new HF instruments proved to be more flexural fatigue resistant than TYP, just as found by Braga *et al.* (2014). The direct correlation between fatigue resistance and the area of nucleation and slow crack propagation in the fracture surface (Fig. 5) pointed out here has also been observed by other authors (Shen *et al.* 2011a; Braga *et al.* 2014; Campbell *et al.* 2014).

The decrease in the fatigue resistance of TYP instruments can be associated with the same mechanisms that prevented these instruments from completely recovering their original shapes after sterilization. Assuming that raw material properties have a strong influence on the fatigue behavior (Shen *et al.* 2011a), and that both instruments are basically made out of the same alloy, it can be suggested that some microstructural defects created during the bending tests are bearing some influence on the crack propagation behavior of these instruments.

One should bear in mind that under the conditions of this study, instruments were submitted to simulated bending and fatigue testing at room temperature, approximately 22°C. However, under real clinical situations, instruments may be challenged by repeated simultaneous loads and stresses inside the canal at body temperature, which ranges from 31°C to 35°C (Zeltner *et al.* 2009; de Vasconcelos *et al.* 2016). Since even slight temperature changes can

potentially alter NiTi properties, attention should be paid to this operational detail.

Conclusions

The results suggest that the two types of instruments tested in this study, although referenced as CM instruments, responded differently to thermal treatments applied during the manufacturing process and presented distinct shape recovery capacities and fatigue resistances. HF instruments exhibited properties that were somewhat expected for this type of instrument, while TYP instruments failed to completely recover their original shape after sterilization and underwent considerable degradation in fatigue resistance after bending/sterilization cycles. This piece of evidence provides clinicians with an important understanding of the physical properties and clinical behavior of instruments manufactured under such new technologies, allowing them to generate more clinical benefit after their decisions.

References

Alapati SB, Brantley WA, Iijima M, *et al.* (2009) Metallurgical characterization of a new nickel-titanium wire for rotary endodontic instruments. *Journal of Endodontics* 35, 01589–93.

Alazemi MA, Bryant ST, Dummer MH (2014) Deformation of Hyflex CM instruments and their shape recovery following heat sterilization. *International Endodontic Journal* doi: 10.1111/iej.12353.

Berendt C (2007) Method of preparing nitinol for use in manufacturing instruments with improved fatigue resistance. US Patent Application 20070072147.

Bahia MGA, Buono VTL (2005) Decrease in the fatigue resistance of nickel–titanium rotary instruments after clinical use in curved root canals. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology* 100, 249–55.

Bahia MGA, Martins RC, Gonzalez BM, Buono VTL (2005) Physical and mechanical characterization and the influence of cyclic loading on the behavior of nickel-titanium wires employed in the manufacture of rotary endodontic instruments. *International Endodontic Journal* 38, 795-801.

Braga LCM, Silva ACS, Buono VTL, Bahia MGA (2014) Impact of Heat Treatment on the Fatigue Resistance of Different Rotary Nickel-Titanium Instruments. *Journal of Endodontics* 40, 1494-1497.

Campbell L, Shen Y, Zhou H, Haapasalo M (2014) Effect of fatigue on torsional failure of nickel-titanium controlled memory instruments. *Journal of Endodontics* 40, 562-65.

Figueiredo AM, Modenesi P, Buono VT (2009) Low-cycle fatigue life of superelastic NiTi wires. *International Journal of Fatigue* 31, 752-58.

Gambarini G (2011) Cyclic fatigue of nickel-titanium rotary instruments after clinical use with low and high-torque endodontic motors. *Journal of Endodontics* 27, 772-774.

Gambarini G, Gerosa R, De Luca M, Garala M, Testarelli L (2008) Mechanical properties of a new and improved nickel-titanium alloy for endodontic use: an evaluation of file flexibility. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology* 105, 798-800.

Gutmann JL, Gao Y (2012) Alteration in the inherent metallic and surface properties of nickel-titanium root canal instruments to enhance performance, durability and safety: a focused review. *International Endodontic Journal* 45, 113-28.

Hilfer PB, Bergeron BE, Mayerchak MJ, Roberts HW, Jeansonne BG (2011) Multiple autoclave cycle effects on cyclic fatigue of nickel-titanium rotary files produced by new manufacturing methods. *Journal of Endodontics* 37, 72-74.

Hornbogen H (1990) Fatigue of copper-based shape memory alloys. In: Duerig TW, Melton KN, Stockel D, Waymann CM, eds *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. London: Butterworth-Heinemann, 267-82.

Johnson E, Lloyd A, Kuttler S (2008) Comparison between a novel nickel-titanium alloy and 508 nitinol on the cyclic fatigue life of *ProFile 25/.04* rotary instruments. *Journal of Endodontics* 34, 406-1409.

Miyazaki S, Ohmi Y, Oysuka K, Suzuki Y (1982) Characteristics of deformation and pseudoelasticity in Ti-Ni alloys. *Journal of Physics* 43, 255–60.

Mize SB, Clement DJ, Pruett JP et al. (1998) Effect of sterilization on cyclic fatigue of rotary nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics* 24, 843-7.

Otsuka K, Wayman CM (1998) *Shape memory materials*. 1st ed. Cambridge, U.K.: Cambridge University Press.

Otsuka K, Ren X (2005) Physical metallurgy of Ni-Ti-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science* 50, 511-678.

Parashos P, Messer HH (2006) Rotary NiTi instrument fracture and its consequences *Journal of Endodontics* 32, 1031-1042.

Peixoto IFC, Pereira ESJ, Silva JG, et al. (2010) Flexural fatigue and torsional resistance of ProFile GT and ProFile GT series X instruments. *Journal of Endodontics* 36, 741–4.

Pereira ESJ, Peixoto IFC, Viana ACD, *et al.* (2012) Physical and mechanical properties of a thermomechanically treated NiTi wire used in the manufacture of rotary endodontic instruments. *International Endodontic Journal* 45, 469–74.

Pereira ESJ, Viana ACD, Buono VTL, *et al.* (2015) Behavior of nickel-titanium instruments manufactured with different thermal treatments. *Journal of Endodontics* 41, 67-71.

Peters OA, Peters CI, Schonenberger K, Barbakow F (2003) Protaper rotary root canal preparation: assessment of torque and force in relation to canal anatomy. *International Endodontic Journal* 36, 93-99.

Peters OA, Gluskin AK, Weiss RA, Han JT (2012) An in vitro assessment of the physical properties of novel Hyflex nickel-titanium rotary instruments. *International Endodontic Journal* 45, 1027–34.

Plotino G, Grande N, Testarelli L, Gambarini G (2012) Cyclic fatigue of Reciproc and WaveOne reciprocating instruments. *International Endodontic Journal* 45, 614–8.

Pruett J, Clement D, Carnes DJ (1997) Cyclic fatigue testing of titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics* 97, 77–85.

Santos LA, Bahia MGA, Las Casas EB, Buono VTL (2013) Comparison of the mechanical behavior between controlled memory and superelastic nickel-titanium files via finite element analysis. *Journal of Endodontics* 39, 1444-47.

Sattapan B, Nervo GJ, Palamara JE, Messer HH (2000) Defects in rotary nickel-titanium files after clinical use. *Journal of Endodontics* 26, 161-165.

Schafer E, Tepel J (2011) Relationship between design features of endodontic instruments and their properties. Part 3. Resistance to bending and fracture. *Journal of Endodontics* 27, 299-303.

Seago ST, Bergeron BE, Krikpatrick TC, *et al.* (2015) Effect of repeated simulated clinical use and sterilization on the cutting efficiency and flexibility of Hyflex CM nickel-titanium rotary files. *Journal of Endodontics* 41, 725-8.

Shen Y, Zhou HM, Zheng YF, *et al.* (2011a) Metallurgical characterization of controlled memory wire nickel–titanium rotary instruments. *Journal of Endodontics* 37, 1566–71.

Shen Y, Qian W, Abtin H, *et al.* (2011b) Fatigue testing of controlled memory wire nickel–titanium rotary instruments. *Journal of Endodontics* 37, 997–1001.

Shen Y, Qian W, Abtin H, *et al.* (2012) Effect of environment on fatigue failure of controlled memory wire nickel-titanium rotary instruments. *Journal of Endodontics* 38, 376–80.

Shen Y, Zhou H, Zheng Y, *et al.* (2013) Current challenges and concepts of the thermomechanical treatment of nickel-titanium instruments. *Journal of Endodontics* 39, 163–72.

Thompson SA (2000) Overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. *International Endodontic Journal* 33, 297-310.

Vasconcelos RA, Murphy S, Carvalho CAT *et al.* (2016) Evidence for reduced fatigue resistance of contemporary rotary instruments exposed to body temperature. *Journal of Endodontics* 42, 782-87.

Viana ACD, Melo MCC, Bahia MGA, Buono VTL (2010) Relationship between flexibility and physical, chemical, and geometrical characteristics of rotary nickel-titanium instruments. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology* 110, 527-33.

Xu X, Zheng Y (2006) Comparative study of torsional and bending properties for six models of nickel-titanium root canal instruments with different cross-sections. *Journal of Endodontics* 32, 372-375.

Walia HM, Brantley WA, Gerstein H (1988) An initial investigation of the bending and torsional properties of Nitinol root canal files. *Journal of Endodontics* 14, 346-51.

Zeltner M, Peters OA, Paquet F (2009) Temperature changes during ultrasonic irrigation with different inserts and modes of activation. *Journal of Endodontics* 35, 573-77.

Zhao D, Shen Y, Peng B, Haapasalo M (2015) Effect of autoclave sterilization on the cyclic fatigue resistance of thermally treated nickel-titanium instruments. *International Endodontic Journal*, doi: 10.1111/iej. 12550.

Zinelis S, Darabara M, Takase T, *et al.* (2007) The effect of thermal treatment on the resistance of nickel-titanium Rotary files in cyclic fatigue. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology* 103, 843-847.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

3. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados obtidos nesse trabalho dão suporte às seguintes considerações:

Os instrumentos Hyflex CM e Typhoon CM apresentaram composições químicas similares, como visto através da análise por EDS. Ambos possuem a composição estequiométrica com um pequeno excesso de Ni, o que os torna sensíveis a tratamentos térmicos e termomecânicos.

O conhecimento das temperaturas de transformação da liga NiTi é importante, pois define quais fases cristalográficas estão presentes nas condições clínicas. Os instrumentos avaliados nesse estudo apresentaram temperaturas de final de formação da austenita, Af, bem acima da temperatura ambiente, como demonstrado pelos resultados de DSC, indicando que além da austenita, uma quantidade apreciável de fase R e/ou martensita B19' devem estar presentes à temperatura ambiente. Assim, esses instrumentos, apresentam simultaneamente SE e o EMF e com isso não tendem a voltar à sua forma original após a remoção da tensão aplicada durante a formatação dos canais.

Os instrumentos Hyflex CM e Typhoon CM apresentaram uma tendência de se tornarem ainda mais flexíveis após deformação cíclica. Este comportamento pode ser explicado pela estabilização de determinadas variantes de martensita, facilitando as transformações induzidas subsequentes, que podem ocorrer com valores de tensão significativamente menores.

Após os testes de flexão à 45°, todos os instrumentos apresentaram deformação residual visível. Após a esterilização, os instrumentos Hyflex recuperaram totalmente a sua forma original, enquanto que os instrumentos Typhoon apresentaram alguma deformação residual. Considerando que os ciclos térmicos de esterilização não foram suficientes para que esses instrumentos recuperassem a sua forma inicial, é razoável supor que a ciclagem em flexão até 45° causou um determinado grau de deformação permanente nesses instrumentos.

Os instrumentos Hyflex apresentaram altos valores de N_f . Esse comportamento pode ser associado à microestrutura resultante do tratamento térmico, contendo fase R e/ou martensita B19', que favorece a formação de uma complexa rede de trincas secundárias. Essas trincas secundárias seriam responsáveis por dissipar a energia de deformação durante a fadiga, propiciando a propagação mais lenta das trincas principais.

Os instrumentos Typhoon mostraram uma significativa queda da sua resistência à fadiga após os ciclos de flexão e esterilização. Essa queda pode ser associada aos mesmos mecanismos que impediram esses instrumentos de retornarem à sua forma original reta após a esterilização.

Os instrumentos de NiTi avaliados no presente trabalho, apesar de produzidos empregando a mesma tecnologia denominada "Controlled Memory", apresentaram um comportamento mecânico distinto entre si. Os instrumentos Hyflex, exibiram as propriedades esperadas para esse tipo de instrumento, enquanto os instrumentos Typhoon não recuperaram completamente a sua forma original após a esterilização e sofreram uma considerável degradação da sua resistência à fadiga após ciclos de flexão/esterilização.

As informações a respeito do comportamento mecânico dos novos instrumentos endodônticos fabricados com a tecnologia dos tratamentos térmicos é de extrema importância e oferece aos endodontistas suporte e conhecimento para uma melhor tomada de decisão na sua prática clínica.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

4. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

BRAGA L.C.M. Avaliação da Estabilidade Dimensional, flexibilidade e resistência à torção de instrumentos rotatórios de NiTi Twiste File e Race (Dissertação de mestrado em odontologia). Belo Horizonte, Brasil: Universidade Federal de Minas Gerais, 2010.

BRANTLEY W.A.; SVEC T.A.; IJIMA M.; *et al.* Differential scanning calorimetric studies of nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, v.28, p.567-72, 2002.

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. *Revista Metalurgia e Materiais*, v.58, p.37-40, 2002.

CÂMARA A.S.; MARTINS R.C.; VIANA A.C.D.; LEONARDO R.T.; BUONO V.T.L.; BAHIA M.G.A. Flexibility and torsional strength of ProTaper and ProTaper Universal rotary instruments assessed by mechanical tests. *Journal of Endodontics*, v.35, n.1, p.113-116, 2009.

CASPER R.B.; ROBERTS H.W.; ROBERTS M.D.; HIMEL V.T.; BERGERON B.E. Comparison of autoclaving effects on torsional deformation and fracture resistance of three innovative endodontic file systems. *Journal of Endodontics*, v.37, n.11, p.1572-75, 2011.

CHEUNG G.S.P.; *et al.* Defects in ProTaper S1 instruments after clinical use: fractographic examination. *International Endodontic Journal*, v.38, n.11, p.802-809, 2005.

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

EGgeler G.; HORNBOGEN E.; YAWNY. Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys. *Materials Science and Engineering*, v.378, p.24-33, 2004.

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.

SABURI T. TiNi shape memory alloys. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M., Shape Memory Materials, Cambridge Univ. Press, 1998, UK, p.289, 1998.

SANTOS L.A. Aplicação do método dos Elementos Finitos na análise do comportamento mecânico de instrumentos endodônticos de Níquel-Titânio (Tese de Doutorado em Engenharia). Belo Horizonte, Brasil: Universidade Federal de Minas Gerais, 2013).

SATTAPAN B.; NERVO G.J.; PALAMARA J.E.; MESSER H.H. Defects in rotary nickel-titanium files after clinical use. *Journal of Endodontics*, v.26, p.161-65, 2000.

SCHÄFER E.; DZEPINA A.; DANESH G. Bending properties of rotary nickel-titanium instruments. *Oral Surg oral Path oral Radio and Endodontics*, v.96, p.757-63, 2003.

SERENE T.P.; ADAMS J.D.; SAXENA A. Nickel-titanium instruments: applications in endodontics. St Louis: Ishiaku EuroAmerica; p. 52-8, 1995.

SHEN Y.; CHEUNG G.S.; PENG B.; *et al.* Defects in nickel-titanium instruments after clinical use. *Journal of Endodontics*, v.35, p.133-136, 2009.

SOMSEN C.; ZAHRES H.; KASTNER J.; WASSERMANN E.F.; KAKESHITA T.; SABURI T. Influence of thermal annealing on the martensitic transitions in NiTi shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 273-275, p.310-314, 1999.

THOMPSON S.A.; DUMMER P.M. Shaping ability of Hero 642 rotary nickel-titanium instruments in simulated root canals: Part 1. *International Endodontic Journal*, v.33, n.3, p.248-54, 1997.

WAYMAN C.M.; DUERING T.W. An introduction to martensite and shape memory. *Engineering Aspects of shape Memory Alloys*, p. 3-20, 1990.

ZHOU H.; SHEN Y.; ZHENG W.; LI L.; ZHENG Y.; HAAPASALO M. Mechanical properties of controlled memory and superelastic nickel-titanium wires in the manufacture of rotary endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, v.38, n.11, p.1535-40, 2012.

ANEXOS

5. ANEXOS

RESULTADOS DAS MEDIDAS DE DIÂMETRO (mm)

TYPHOON	D1	D2	D3	D4	D5	D6	D7	D8	D9	D10	D11	D12
TYP 1	0,360	0,400	0,470	0,530	0,600	0,650	0,710	0,770	0,840	0,890	0,950	1,020
TYP 2	0,370	0,430	0,490	0,550	0,600	0,660	0,720	0,790	0,830	0,890	0,950	1,010
TYP 3	0,380	0,430	0,490	0,530	0,600	0,660	0,700	0,760	0,820	0,880	0,930	1,000
TYP 4	0,350	0,410	0,470	0,520	0,600	0,650	0,720	0,770	0,820	0,880	0,940	1,010
TYP 5	0,370	0,430	0,500	0,540	0,620	0,660	0,720	0,780	0,830	0,890	0,940	1,010
TYP 6	0,360	0,430	0,490	0,550	0,610	0,660	0,730	0,790	0,840	0,900	0,970	1,020
TYP 7	0,360	0,420	0,480	0,540	0,590	0,650	0,710	0,770	0,830	0,870	0,940	1,000
TYP 8	0,350	0,410	0,470	0,540	0,590	0,660	0,720	0,780	0,840	0,890	0,960	1,020
TYP 9	0,360	0,420	0,480	0,540	0,590	0,660	0,710	0,780	0,840	0,890	0,950	1,010
TYP 10	0,360	0,430	0,490	0,550	0,600	0,670	0,730	0,790	0,860	0,900	0,960	1,020
MÉDIA	0,362	0,421	0,483	0,539	0,600	0,658	0,717	0,778	0,835	0,888	0,949	1,012
Desvio P	0,007	0,009	0,009	0,007	0,006	0,005	0,008	0,008	0,009	0,007	0,009	0,006

HYFLEX	D1	D2	D3	D4	D5	D6	D7	D8	D9	D10	D11	D12	D13	D14
HF 1	0,370	0,410	0,480	0,550	0,600	0,680	0,730	0,800	0,870	0,930	1,010	1,060	1,120	1,200
HF 2	0,370	0,410	0,490	0,550	0,610	0,670	0,750	0,810	0,860	0,920	1,000	1,050	1,110	1,200
HF 3	0,360	0,430	0,470	0,540	0,600	0,660	0,720	0,800	0,860	0,920	0,990	1,040	1,110	1,180
HF 4	0,370	0,430	0,480	0,550	0,610	0,670	0,740	0,790	0,850	0,910	0,970	1,020	1,090	1,160
HF 5	0,360	0,430	0,500	0,560	0,620	0,680	0,730	0,800	0,850	0,920	0,990	1,030	1,110	1,180
HF 6	0,370	0,430	0,490	0,550	0,610	0,660	0,730	0,790	0,840	0,910	0,980	1,040	1,110	1,180
HF 7	0,360	0,410	0,460	0,520	0,580	0,640	0,700	0,760	0,800	0,870	0,930	0,980	1,040	1,130
HF 8	0,360	0,410	0,470	0,530	0,600	0,660	0,720	0,780	0,840	0,880	0,930	0,990	1,060	1,130
HF 9	0,360	0,420	0,480	0,550	0,600	0,660	0,730	0,780	0,850	0,900	0,970	1,040	1,090	1,140
HF 10	0,350	0,420	0,480	0,550	0,610	0,670	0,730	0,790	0,860	0,930	1,010	1,060	1,130	1,180
MÉDIA	0,363	0,420	0,480	0,545	0,604	0,665	0,728	0,790	0,848	0,909	0,978	1,031	1,097	1,168
Desvio P	0,007	0,009	0,012	0,012	0,011	0,012	0,013	0,014	0,019	0,020	0,029	0,027	0,02791	0,02658

RESULTADOS DAS MEDIDAS DE ÁREA (à 3 mm da ponta) (mm)

TYPHOON ▲ convexa		
	μm	mm
medida 1	104287,83	0,1042
medida 2	104829,21	0,1048
medida 3	104421,05	0,1044
MÉDIA	104512,70	0,104
D.P	282,09	0,00

HYFLEX: ▲		
	μm	mm
medida 1	89792,50	0,0897
medida 2	89528,95	0,0895
medida 3	89757,53	0,0897
MÉDIA	89692,99	0,090
D.P	143,14	0,00

RESULTADOS DAS ANÁLISES DE EDS

HYFLEX			TYPHOON		
	Ti	Ni		Ti	Ni
1	47,13	52,87	1	49,14	50,86
2	50,60	49,40	2	48,30	51,70
3	48,66	51,34	3	47,30	52,70
4	49,30	50,70	4	48,05	51,95
5	48,59	51,41	5	47,77	52,23
6	47,56	52,44	6	47,56	52,44
7	50,02	49,98	7	48,28	51,72
8	49,55	50,45	8	49,08	50,92
9	49,37	50,63	9	48,05	51,95
MÉDIA	48,98	51,02		48,17	51,83
D.P	1,12	1,12		0,62	0,62

RESULTADOS DAS ANÁLISES DE DSC (°C)

TYPHOON				
	As	Af	Ms	Mf
1	48,24	69,90	42,77	21,80
2	53,24	68,89	41,89	19,09
3	54,03	71,53	44,83	17,94
4	43,39	68,30	45,32	20,94
MÉDIA	49,73	69,66	43,70	19,94
D.P.	4,94	1,41	1,64	1,75

HYFLEX				
	As	Af	Ms	Mf
1	26,89	41,09	-12,15	-33,89
2	25,38	38,82	-13,26	-37,09
3	27,03	41,34	-10,14	-28,10
MÉDIA	26,43	40,42	-11,85	-33,03
D.P.	0,91	1,39	1,58	4,56

RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FLEXÃO À 45° (M_{b45}) (N.cm)

TYPHOON					
Lima	Flexão 1	Flexão 2	Flexão 3	Flexão 4	Flexão 5
T 1	0,250	0,179	0,184	0,182	0,178
T 2	0,313	0,247	0,257	0,259	0,244
T 3	0,253	0,216	0,217	0,194	0,227
T 4	0,271	0,197	0,202	0,187	0,191
T 5	0,218	0,248	0,256	0,238	0,238
T 6	0,422	0,310	0,350	0,302	0,314
T 7	0,203	0,216	0,208	0,201	0,195
T 8	0,252	0,263	0,200	0,257	0,236
T 9	0,206	0,209	0,213	0,207	0,196
T 10	0,246	0,255	0,268	0,265	0,240
MEDIA	0,263	0,234	0,236	0,229	0,226
DP	0,064	0,038	0,049	0,041	0,039

HYFLEX					
Lima	Flexão 1	Flexão 2	Flexão 3	Flexão 4	Flexão 5
HF 1	0,299	0,234	0,250	0,241	0,182
HF 2	0,336	0,245	0,222	0,236	0,239
HF 3	0,269	0,287	0,263	0,277	0,262
HF 4	0,309	0,286	0,273	0,255	0,246
HF 5	0,348	0,219	0,241	0,214	0,204
HF 6	0,355	0,297	0,277	0,264	0,268
HF 7	0,238	0,241	0,229	0,231	0,230
HF 8	0,239	0,233	0,238	0,241	0,241
HF 9	0,260	0,252	0,255	0,230	0,245
HF 10	0,280	0,297	0,206	0,248	0,285
MEDIA	0,293	0,259	0,245	0,244	0,240
DP	0,034	0,030	0,023	0,018	0,030

RESULTADOS DAS MEDIDAS DOS ANGULOS DE DEFORMAÇÃO (após flexão e após esterilização) (graus °)

Deformação angular após flexão:

TYPHOON					
Lima	Flexão 1	Flexão 2	Flexão 3	Flexão 4	Flexão 5
T 1	39,231	39,221	37,891	33,312	39,135
T 2	38,928	39,945	37,203	40,768	37,297
T 3	38,589	38,479	34,782	36,451	38,327
T 4	37,908	33,778	34,778	34,992	33,044
T 5	29,151	35,340	34,607	38,457	35,783
T 6	35,910	33,535	30,266	33,690	32,906
T 7	31,937	32,448	32,755	34,093	32,702
T 8	36,464	38,316	36,672	38,853	33,986
T 9	34,902	35,233	36,040	37,555	36,425
T 10	32,447	33,908	37,481	35,855	35,414
MEDIA	35,547	36,020	35,248	36,403	35,502
DP	3,412	2,718	2,365	2,475	2,197

Deformação angular após esterilização:

TYPHOON					
Lima	Flexão 1	Flexão 2	Flexão 3	Flexão 4	Flexão 5
T 1	0,000	4,070	3,134	7,735	5,959
T 2	0,000	5,145	2,225	6,800	5,882
T 3	2,875	4,411	2,522	6,923	3,370
T 4	2,934	3,288	3,403	6,224	3,857
T 5	0,000	2,612	2,187	5,058	4,038
T 6	0,000	0,000	0,000	2,478	1,928
T 7	0,000	2,142	2,369	2,430	2,242
T 8	0,000	0,000	0,000	1,765	2,946
T 9	0,000	0,000	4,500	3,162	3,998
T 10	0,000	0,000	3,450	4,764	2,057
MEDIA	0,581	2,167	2,379	4,734	3,628
DP	1,225	2,048	1,440	2,162	1,441

Deformação angular após flexão:

HYFLEX					
Lima	Flexão 1	Flexão 2	Flexão 3	Flexão 4	Flexão 5
HF 1	35,467	33,403	33,085	34,439	33,642
HF 2	32,574	32,657	31,023	30,301	31,054
HF 3	31,393	35,133	31,278	33,619	35,388
HF 4	34,992	39,830	29,038	35,215	33,238
HF 5	36,164	34,635	34,076	35,863	34,037
HF 6	34,737	35,578	30,122	31,597	33,386
HF 7	30,810	26,818	31,156	28,443	29,368
HF 8	36,331	32,366	33,002	32,394	32,657
HF 9	31,588	32,861	29,648	32,074	29,306
HF 10	30,709	30,093	32,869	28,892	31,822
MEDIA	33,477	33,337	31,530	32,284	32,390
DP	2,278	3,444	1,66848987	2,551	1,994

Deformação angular após esterilização:

HYFLEX					
Lima	Flexão 1	Flexão 2	Flexão 3	Flexão 4	Flexão 5
HF 1	0,000	0,000	0,000	0,000	2,564
HF 2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
HF 3	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
HF 4	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
HF 5	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
HF 6	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
HF 7	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
HF 8	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
HF 9	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
HF 10	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
MEDIA	0,000	0,000	0,000	0,000	0,256
DP					

RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FADIGA

TYPHOON (CONTROLE)	
Instrumento	NCF
1	670
2	1055
3	925
4	675
5	725
6	675
7	1120
8	925
9	1165
10	645
MÉDIA	858
DP	204,41

HYFLEX (CONTROLE)	
Instrumento	NCF
1	1280
2	1250
3	1435
4	1645
5	1055
6	1610
7	1225
8	1390
9	1440
10	1560
MÉDIA	1389
DP	187,97

TYPHOON (após 5 ciclos de flexão e esterilização)			
Instrumento	Tempo	Ponto de fratura	NCF
1	2:08;78	22	640
2	1:25;63	22	425
3	1:35;19	22	475
4	1:17;75	21,5	640
5	3:20;38	21,5	1000
6	2:40;69	22	620
7	2:01;68	21,5	605
8	4:21;12	22	640
9	1:49;28	21,5	545
10	1:20;72	22	400
MÉDIA		21,8	599
DP		0,26	168,16

HYFLEX (após 5 ciclos de flexão e esterilização)			
Instrumento	Tempo	Ponto de fratura	NCF
1	4:42;06	22	1410
2	5:22;91	22	1615
3	4:35;16	22	1375
4	4:54;68	22	1470
5	4:34;79	22,5	1375
6	4:42;06	22	1410
7	4:12;00	22	1260
8	4:39;78	22	1400
9	3:56;78	22,5	1185
10	5:10;40	22	1550
MÉDIA		22,1	1405
DP		0,21	125,01