

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA**

**INFLUÊNCIA DOS PROCESSOS DE ESTERILIZAÇÃO NAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE INSTRUMENTOS
ENDODÔNTICOS DE NÍTI**

ANA CECÍLIA DINIZ VIANA

**Belo Horizonte
2005**

A N A C E C Í L I A D I N I Z V I A N A

**INFLUÊNCIA DOS PROCESSOS DE ESTERILIZAÇÃO NAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE INSTRUMENTOS
ENDODÔNTICOS DE NITI**

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

Área de concentração: Endodontia

Orientadora: Profa. Dra. Maria Guiomar de Azevedo Bahia
Co-orientador: Prof. Dr. Vicente Tadeu Lopes Buono

Belo Horizonte
Faculdade de Odontologia da UFMG
2005

Dedicatória

À minha mãe, **Heloisa**, exemplo de integridade e amor. Ao meu pai, **Job**, pelas lições de sensatez e dedicação. Por todas as formas com que me apoiaram durante mais esta etapa de minha vida, o meu carinho e desculpas pelas inúmeras ausências.

Agradecimentos Especiais

À **Prof^a. Dr^a. Maria Guiomar de Azevedo Bahia**, pela confiança com que recebeu uma completa desconhecida como orientanda, empenho e dedicação a esse trabalho, e também pela orientação exigente e crítica, que muito estimulou meu crescimento. Agradeço ainda, a análise rigorosa e afetuosa de cada capítulo, sugestões, esclarecimentos e comentários sempre oportunos. Saiba que é pra mim um modelo de pessoa, professora, pesquisadora e profissional. Muito obrigada!

Ao **Prof. Dr. Vicente Tadeu Lopes Buono**, meu co-orientador, pela paciência, gentileza, estímulo e competência ao transmitir seus conhecimentos, que contribuíram decisivamente para a execução deste trabalho.

Agradecimentos Especiais

À **Maria Flávia**, amiga e companheira de todas as horas, e ao **João Marcos**,
que me apóia e incentiva sempre.

Ao **Rodrigo**, que dividiu comigo a dificuldade da dissertação. Que agüentou
meu *stress* e a falta de tempo nos últimos meses. Pelo amor e paciência.

Agradecimentos

Mesmo antes de meu ingresso na Pós-graduação e durante todo o processo que culminou na conclusão desta dissertação, obtive o auxílio, o estímulo e a confiança de diversas pessoas, sem os quais não teria concluído este trabalho. Essa dissertação é fruto da colaboração insubstituível de cada uma delas:

Ao **Prof. Luís Carlos Feitosa Henriques**. Seu exemplo, incentivo, confiança e generosidade me fizeram ter coragem para aceitar esse desafio. A minha eterna gratidão.

Ao **Prof. Dr. Antônio Paulino Ribeiro Sobrinho**, pelas orientações importantes e oportunas, pela amizade e confiança em mim depositada.

Ao Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da UFMG, na pessoa da **Profª. Drª. Isabela de Almeida Pordeus**, pelo empenho e compromisso com a excelência do curso.

À **Profª Drª. Kátia Lucy de Melo Maltos**, pela dedicação ao ensino da Endodontia e pela colaboração em vários momentos deste curso de Mestrado.

À **Profª. Drª. Berenice Mendonça Gonzalez**, que contribuiu imensamente durante a realização dos ensaios de tração.

Aos demais professores do Mestrado, da Disciplina de Endodontia e do curso de Especialização em Endodontia da FOUFMG, por todo o conhecimento transmitido e pela convivência agradável durante o período do curso.

À **Letícia, Juliana, Soninha e Taia**, com quem dividi alegrias e preocupações ao longo do curso. Pela convivência e amizade sincera.

À **Marta Chaves Craveiro de Melo**, pela cumplicidade e amizade, constante ponto de referência e apoio.

Aos **colegas de Mestrado**, em especial, Evandro, Luciana e Fabiana.

À **Renata de Castro Martins** pela disponibilidade constante, simpatia e colaboração durante este trabalho.

À **Luciana Bretz Tôso**, pela dedicação e valorosa ajuda durante a parte experimental.

À **Profª Ana Maria Figueredo**, e a **Bruno, Rogério Fonseca Dias e Luciana Spíndola**, pela atenção e disponibilidade durante realização dos ensaios experimentais na EEUFMG.

Aos **técnicos e funcionários da EEUFMG** pela boa vontade e o apoio indispensável à realização da parte experimental do trabalho: Andréia, Sr.Urias, Patrícia, Vicente Carvalho e Juliano.

À Dentsply-Maillefer, na pessoa dos Srs. **Eduardo Franco, Alexandre Sandri Câmara e Bruno Alvim**, pela inestimável doação dos instrumentos *ProFile* utilizados neste trabalho. E à **Suzana Carvalho Miranda**, consultora técnica, sempre gentil ao atender as minhas solicitações. Meu muito obrigado.

À **Divalter, Creuza e Maria**, sempre torcendo e cuidando de mim.

Aos meus queridos amigos, em especial **Paulinha, Carol e Bi**, pelo incondicional apoio e incentivo.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – **CAPES** – entidade da qual fui bolsista, pelo suporte financeiro.

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E NOTAÇÕES

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE GRÁFICOS

LISTA DE TABELAS

RESUMO

ABSTRACT

1. INTRODUÇÃO	19
2. REVISÃO DE LITERATURA	24
2.1 Propriedades da liga NiTi	25
2.2 Transformação Martensítica, Efeito Memória de Forma e Superelasticidade	26
2.2.1 O efeito dos tratamentos termomecânicos nas propriedades da liga NiTi	37
2.3 Aplicações comerciais das ligas com memória de forma.....	44
2.4 Instrumentos endodônticos de NiTi	45
2.4.1 Anatomia do Sistema de Canais Radiculares.....	48
2.4.2 O Sistema <i>ProFile</i>	51
2.5 Fratura de instrumentos rotatórios de NiTi	54
2.5.1 Fratura por fadiga	57
2.5.2 Fratura por fadiga em instrumentos de NiTi	61
2.5.3 Fratura por torção	69
2.5.4 Fratura por torção em instrumentos de NiTi	69
2.6 Controle de infecção e esterilização em Endodontia	77
2.7 Influência dos processos de esterilização nas propriedades mecânicas dos instrumentos NiTi	82
3. OBJETIVOS	88
3.1 Objetivo Geral	89
3.2 Objetivos Específicos	89
4. MATERIAL E MÉTODOS	91
4.1 Caracterização do Material	94
4.2 Ensaio de microdureza	95

4.3	Comportamento em Torção de instrumentos <i>ProFile</i>	97
4.4	Comportamento em Fadiga de Instrumentos <i>ProFile</i>	100
4.5	Ensaio de Fadiga Interrompida	103
4.6	Comportamento em Tração dos Fios de NiTi.....	104
4.7	Análise dos Dados	106
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	108
5.1	Caracterização do Material	109
5.2	Ensaio de Microdureza Vickers	111
5.3	Comportamento em Torção de instrumentos <i>ProFile</i>	114
5.4	Comportamento em Fadiga de Instrumentos <i>ProFile</i>	122
5.5	Ensaio de Fadiga Interrompida	133
5.6	Comportamento em Tração dos Fios de NiTi.....	136
6.	CONCLUSÕES	142
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	145
8.	ANEXOS	154

LISTA DE ABREVIATURAS E NOTAÇÕES

ε_a	Amplitude de deformação
α	Coefficiente de confiabilidade
ADA	<i>American Dental Association</i>
Af	Temperatura de final de transformação reversa
As	Temperatura de início de transformação reversa
B2	Fase parente da liga NiTi, com estrutura cúbica de corpo centrado
B19'	Fase produto da liga NiTi, com estrutura monoclinica
CDC	<i>Center for Disease Control</i>
D₀	Diâmetro da ponta do instrumento endodôntico
D₁₆	Diâmetro a 16 mm da ponta do instrumento endodôntico
D	Diâmetro do instrumento endodôntico
DIR	Deformação invariante de rede
D_L	Diâmetro em uma determinada posição do instrumento endodôntico
DP	Desvio-padrão
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva de raios X
EMF	Efeito memória de forma
ISO	<i>International Standards Organization</i>
L	Distância da ponta do instrumento a uma determinada posição no comprimento do mesmo

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
MHV	Microdureza Vickers
MIT	Martensita induzida por tensão
Ms	Temperatura de início de transformação martensítica
NaOCl	Hipoclorito de sódio
NCF	Número de ciclos até a fratura
NiTi	Níquel-titânio
NOL	<i>Naval Ordnance Laboratory</i>
p	Probabilidade de significância
R	Raio de curvatura do canal
rpm	Rotações por minuto
SCR	Sistema de canais radiculares
SE	Superelasticidade
TF	Tempo até a fratura
T	<i>Taper</i>
TM	Transformação martensítica
TR	Transformação reversa

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Modelo simplificado da transformação martensítica	28
Figura 2 -	Termograma teórico das temperaturas de transformação martensítica, onde: Ms é a temperatura de início da transformação da austenita em martensita; Mf é a temperatura final da transformação, onde toda a liga se encontra martensítica; As é a temperatura de início da transformação reversa e Af a temperatura final da transformação reversa onde a liga encontra-se totalmente austenítica.....	31
Figura 3 -	Diagrama tensão-temperatura ilustrando a faixa de temperatura onde ocorre a superelasticidade, entre as temperatura Af e Md. Abaixo da temperatura Ms, a deformação da martensita ocorre por maclação, e acima de Md a deformação aplicada é acomodada através de escorregamento (Duerig e Zadno, 1990).....	32
Figura 4 -	Curvas tensão-deformação para (a) austenita estável, (b) martensita induzida por temperatura, e (c) martensita induzida por tensão, onde A-B é a deformação sofrida pelo material durante a transformação de fase e C-D a recuperação da forma original com a transformação reversa.....	34
Figura 5 -	Variação da Temperatura Ms em função do conteúdo de Ni em ligas TiNi.....	36
Figura 6 -	Diagrama de fase do sistema NiTi, onde a região marcada corresponde à localização da fase de interesse β	38
Figura 7 -	Raio e ângulo de curvatura descritos pelos parâmetros r e α	50
Figura 8 -	Instrumentos endodônticos de NiTi de <i>tapers</i> variáveis	52
Figura 9 -	Seção transversal de um instrumento <i>ProFile</i>	54
Figura10 -	Autoclave Cristófoli® utilizada para a esterilização dos instrumentos ProFile e fios de NiTi	92

Figura11 - Estufa Olidef® utilizada para a esterilização dos instrumentos <i>ProFile</i> e fios de NiTi	93
Figura12 - Embalagem Steribag® utilizada para acondicionamento dos instrumentos e fios durante a esterilização em autoclave	94
Figura13 - Instrumentos 30/.06 posicionado adequadamente para os testes de microdureza Vickers	95
Figura14 - Microdurômetro utilizado durante os ensaios de microdureza Vickers...	96
Figura15 - Detalhe da amostra posicionada no microdurômetro	97
Figura16 - Dispositivo de bancada para teste de torção	98
Figura 17- Instrumento preso pelas garras do dispositivo para teste de torção	99
Figura18 - Instrumento posicionado no canal artificial de aço temperado	101
Figura19 - Bancada de teste posicionada na lupa estereoscópica	102
Figura20 - Máquina universal de testes (Instron 5581)	104
Figura21 - Detalhe do fio de NiTi corretamente posicionado para o teste, ainda sem o extensômetro	105

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 -	Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em um instrumento <i>ProFile</i> 30/.06.....	109
Gráfico 2 -	Comparação entre os valores médios de Microdureza Vickers determinados em instrumentos <i>ProFile</i> não esterilizados ou esterilizados em estufa ou autoclave.....	111
Gráfico 3	Comparação entre os valores médios de torque máximo até a fratura obtidos em testes de torção nos instrumentos <i>ProFile</i> 20/.04 e 25/.04 não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave.....	115
Gráfico 4 -	Curvas de torção típicas obtidas nos instrumentos <i>ProFile</i> 20/.04 (a) e 25/.04 (b) não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave.....	116
Gráfico 5 -	Comparação entre os valores médios de deflexão angular até a fratura obtidos em testes de torção nos instrumentos <i>ProFile</i> 20/.04 e 25/.04 não esterilizados ou esterilizados em estufa ou autoclave.....	118
Gráfico 6 -	Comparação entre valores médios de número de ciclos até a fratura obtidos em testes de fadiga para os instrumentos <i>ProFile</i> 25/.06 e 30/.06.....	122
Gráfico 7 -	Variação do número de ciclos até a fratura, NCF, com a amplitude de deformação, calculada para instrumentos 25/.06 e 30/.06 nas condições avaliadas.....	126
Gráfico 8 -	Comparação entre os valores médios da vida restante em fadiga para instrumentos <i>ProFile</i> 30/.06 não esterilizados e esterilizados em autoclave, ensaiados até a metade da vida em fadiga.....	133
Gráfico 9 -	Curvas tensão-deformação e média obtidas nos testes de tração de fios de NiTi empregados na confecção de instrumentos <i>ProFile</i> na condição como recebidos	136

Gráfico 10 -	Curvas tensão-deformação e média obtidas nos testes de tração de fios de NiTi empregados na confecção de instrumentos <i>ProFile</i> submetidos a cinco ciclos de esterilização em estufa	138
Gráfico 11 -	Curvas tensão-deformação e média obtidas nos testes de tração de fios de NiTi empregados na confecção de instrumentos <i>ProFile</i> submetidos a cinco ciclos de esterilização em autoclave...	139
Gráfico 12 -	Comparação entre as curvas tensão-deformação médias obtidas nos ensaios de tração em fios de NiTi empregados na confecção de instrumentos <i>ProFile</i> nas três condições testadas.....	140

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Comparação entre algumas propriedades das ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica e do aço inoxidável...	46
Tabela 2 -	Vantagens e desvantagens da esterilização com vapor úmido, vapor químico e calor seco	82
Tabela 3 -	Composição química de instrumentos rotatórios de NiTi, obtida por análise semi-quantitativa, através de Espectroscopia de Energia de Raios-X (EDS).....	110
Tabela 4 -	Valores médios de microdureza Vickers observados em instrumentos <i>ProFile</i> 30/.06 não esterilizados ou esterilizados em estufa ou autoclave	111
Tabela 5 -	Valores médios (e desvios-padrão) de torque até a fratura e deflexão angular máxima em instrumentos <i>ProFile</i> nas diferentes condições avaliadas	115
Tabela 6-	Análise estatística dos resultados obtidos para os instrumentos <i>ProFile</i> 20/.04 e 25/.04 não esterilizados (n.est) e esterilizados em estufa (est) ou autoclave (aut), em relação ao torque até a fratura	118
Tabela 7 -	Análise estatística dos resultados obtidos para os instrumentos <i>ProFile</i> 20/.04 e 25/.04 não esterilizados (n.est) e esterilizados em estufa (est) ou autoclave (aut), em relação à deflexão angular máxima	119
Tabela 8 -	Número médio de ciclos até a fratura (desvio-padrão) determinados para instrumentos <i>ProFile</i> não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave.....	122
Tabela 9 -	Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos <i>ProFile</i> 25/.06 e 30/.06 em relação ao NCF entre os instrumentos não esterilizados (n.est) e aqueles esterilizados em estufa (est) ou autoclave (aut)	124

Tabela 10 -	Valores médios da posição da fratura em relação ao comprimento total (25mm) de instrumentos <i>ProFile</i> não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave.....	130
Tabela 11 -	Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos <i>ProFile</i> 25/.06 e 30/.06 em relação à posição de fratura entre os instrumentos não esterilizados (n.est) e aqueles esterilizados em estufa (est) ou autoclave (aut).....	131
Tabela 12 -	Valores médios de vida restante em fadiga (e desvios-padrão) para instrumentos <i>ProFile</i> 30.06 não esterilizados e esterilizados em autoclave, ensaiados até a metade da vida em fadiga.....	133
Tabela 13 -	Valores médios (e desvios-padrão) de tensão de transformação, limite de resistência e deformação até a fratura obtidos em testes de tração com fios de NiTi	137

RESUMO

Os tratamentos termo-mecânicos aplicados industrialmente podem melhorar as propriedades da liga NiTi utilizada na confecção de instrumentos endodônticos rotatórios. Entretanto, até o momento não está estabelecido o efeito da esterilização sobre o comportamento mecânico destes instrumentos. O presente estudo avaliou o efeito de cinco ciclos consecutivos de esterilização, em estufa ou autoclave, nas propriedades mecânicas de instrumentos de NiTi, que foram então ensaiados até a ruptura por torção e por fadiga. Medidas de microdureza Vickers foram realizadas nas hastes dos instrumentos antes e após a esterilização. Fios de NiTi, utilizados na fabricação dos instrumentos, foram esterilizados de maneira semelhante e ensaiados em tração até a ruptura. Foi ainda avaliada a influência da esterilização em instrumentos ensaiados até a metade de sua vida útil em fadiga. Os resultados obtidos foram analisados utilizando o teste *t* de Student ao nível de confiança de 95%. Os processos de esterilização não causaram variação significativa na dureza dos instrumentos analisados. Da mesma forma, o comportamento em torção dos instrumentos e as propriedades mecânicas dos fios ensaiados em tração mostraram-se pouco influenciados pela esterilização. Entretanto, houve um aumento significativo na vida em fadiga de todos os instrumentos esterilizados, especialmente naqueles submetidos à deformação cíclica antes da esterilização. Do ponto de vista clínico, os resultados obtidos indicam que os processos de esterilização permitem a reutilização segura dos instrumentos de NiTi, na medida que aumentaram a sua resistência à fadiga.

PALAVRAS-CHAVE: instrumentos de NiTi, esterilização, resistência à fadiga.

ABSTRACT

Influence of sterilization on mechanical properties of nickel-titanium rotary endodontic instruments

Thermo-mechanical treatments applied industrially can improve the properties of NiTi alloy used in the manufacture of rotary endodontic instruments. However, the effect of sterilization on the mechanical properties of these instruments is not yet fully established. The present study evaluates the effect of five consecutive sterilization cycles, in dry heat oven or steam autoclave, on the mechanical properties of NiTi instruments, which were tested to failure in torsion and in flexural fatigue. Vickers Microhardness measurements were carried out on the instruments shaft before and after sterilization. NiTi wires employed in the manufacture of the instruments were sterilized in a similar way and then tensile tested until rupture. The influence of sterilization on instruments fatigue tested until one half of their fatigue life was also evaluated. The Student's *t* test at 95% confidence level was used for statistical analysis of the results obtained. The sterilization procedures did not cause a significantly change in the hardness of the analysed instruments. Similarly, their torsional behaviour and the mechanical properties of the tensile-tested wires were only slightly influenced by sterilization. However, there was a significant increase in the fatigue resistance of all sterilized instruments, especially in those submitted to cyclic deformation previously to sterilization. From the clinical point of view, the results obtained indicate that the sterilization procedures enable safe reutilization of the NiTi instruments, by increasing their fatigue strength.

KEY-WORDS: NiTi instruments, sterilization, fatigue resistance.

1. INTRODUÇÃO

O sucesso da terapia endodôntica depende não apenas de um diagnóstico preciso, mas de uma adequada limpeza e formatação do sistema de canais radiculares (SCR) com posterior obturação tridimensional (Schilder, 1974). A manutenção do canal patente até o término radiográfico, a modelagem cuidadosa através do desgaste suave das paredes do canal radicular são essenciais para o domínio da formatação (Cohen & Burns, 2000)

Em canais radiculares relativamente retilíneos, as etapas de limpeza e modelagem dos condutos costumam ocorrer sem maiores problemas ou dificuldades. Porém, quando um instrumento penetra em um canal radicular curvo, ele apresenta uma tendência natural em retornar à sua forma natural reta devido à rigidez do aço inoxidável, causando problemas como transporte do canal, degraus, *zips* e perfurações. (Roane et al., 1985; Wildey & Senia, 1989; Wildey et al., 1992).

Muitas técnicas têm sido propostas para tentar diminuir estas iatrogenias, como o pré-curvamento das limas, instrumentos com pontas modificadas não cortantes, força balanceada, etc. (Roane et al., 1985). Entretanto, nenhuma destas técnicas elimina totalmente os efeitos da força de restauração do aço inoxidável.

Na tentativa de superar as limitações e efeitos indesejáveis dos instrumentos fabricados em aço inoxidável foi proposta a utilização da liga níquel-titânio (NiTi) para a confecção de instrumentos endodônticos (Walia et al. 1988). A liga usada em Endodontia possui composição química aproximadamente equiatômica, apresenta um módulo de elasticidade muito baixo, uma larga faixa de deformação elástica e a superelasticidade, que permite aos instrumentos acompanhar com eficiência o trajeto original do canal. Possui também elevada resistência à corrosão e biocompatibilidade (Thompson 2000). A superelasticidade (SE) é um caso especial do efeito memória de forma (EMF), no qual o metal, deformado de forma aparentemente permanente, recupera sua forma original quando moderadamente aquecido. Na SE, a recuperação de forma ocorre imediatamente após a interrupção da deformação pela remoção da tensão (Otsuka e Wayman, 1998; Thompson, 2000).

A fabricação de limas endodônticas de NiTi é mais complexa que a de limas de aço inoxidável. As muitas tensões geradas durante as etapas de produção dos fios de NiTi (forjamento, laminação, trefilação) são recuperadas industrialmente através de processos térmicos industriais (Thompson, 2000). As propriedades estruturais (dureza) e funcionais (temperaturas de transformação) das ligas NiTi podem ser modificadas por tratamentos termomecânicos, que levam à aniquilação de deslocamentos, e/ou a formação e dissolução de precipitados na fase matriz. O tratamento térmico das ligas NiTi em temperaturas relativamente baixas, entre 350°C e 500°C, pode resultar, quando o Ni está em excesso de 50% atômico, na precipitação de partículas de Ti_3Ni_4 , que causam endurecimento por precipitação da austenita e, juntamente com a recuperação

parcial de deslocações, aumentam a capacidade de recuperação de deformação por EMF e SE (Miyazaki et al.,1982; Saburi, 1998).

Apesar da confirmada eficiência clínica dos instrumentos rotatórios de NiTi, a fratura dos mesmos pode ocorrer sob duas circunstâncias: fratura por torção e fadiga por flexão (Sattapan et al. 2000). A geometria do canal, descrita através do raio e ângulo de curvatura, 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 (Pruett, 1997; Bahia & Buono, 2005). Quando o instrumento gira no interior de um canal curvo, tensões alternadas de tração e compressão são geradas no instrumento, que estará também sujeito a forças torsionais advindas da resistência ao corte. O torque aplicado ao instrumento é um entre muitos parâmetros que podem influenciar a incidência de travamento, deformação e fratura por torção. Se o nível de torque aplicado ao instrumento é igual ou maior que seu torque máximo, o instrumento irá se deformar e romper (Yared 2004, Bahia & Buono, 2005).

Considerando-se a necessidade de se realizar o controle de infecções nas áreas da saúde, a limpeza e a esterilização dos instrumentos odontológicos entre as sessões de tratamento tornam-se essenciais e indispensáveis, objetivando a prevenção da infecção cruzada. Entretanto, até o momento o efeito dos ciclos de aquecimento e resfriamento sobre as propriedades mecânicas e resistência à fratura dos instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi não está bem estabelecido. A literatura tem se mostrado bastante

controversa no que diz respeito à influência dos processos de esterilização sobre a liga NiTi, especialmente com relação aos valores de dureza e resistência à fratura.

Neste trabalho pretende-se, portanto, obter dados comparativos sobre as propriedades mecânicas de instrumentos endodônticos *ProFile* submetidos a ciclos de esterilização em estufa e autoclave, visando contribuir para um melhor entendimento do efeito da esterilização sobre os instrumentos rotatórios de NiTi.

REVISÃO DE LITERATURA

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Propriedades da liga NiTi

As ligas metálicas de níquel-titânio foram desenvolvidas por W. F. Buehler, no início dos anos 60, para a aplicação em peças e instrumentos destinados ao programa espacial e dotados de propriedades anti-magnéticas e resistência à corrosão. Estas ligas receberam a denominação genérica “Nitinol” por terem sido desenvolvidas no *Naval Ordnance Laboratory* – NOL – um centro de pesquisas da marinha Norte-Americana (Melton, 1990; Auricchio et al., 1997; Thompson, 2000).

As ligas NiTi são largamente utilizadas por causa de duas propriedades especiais: a Superelasticidade (SE) e o Efeito Memória de Forma (EMF), além de possuírem também elevada resistência à corrosão e biocompatibilidade (Serene et al., 1995; Thompson, 2000). As propriedades mecânicas e o comportamento das mesmas variam de acordo com a composição química, características de produção e o tratamento termo-mecânico durante a fabricação (Thompson, 2000; Kuhn et al., 2001). Estas ligas são o protótipo dos materiais que apresentam o efeito memória de forma, embora esta propriedade também ocorra em outros sistemas binários e ternários, tais como Ni-Al, Cu-Zn, Cu-Zn-Sn, Cu-Zn-Al, Cu-Zn-Si, Au-Cd, Fe-Ni, Cu-Al, Cu-Al-Ni, Cu-Sn, Fe-Pt, Fe-Mn-C e Mn-Cu (Kennon & Dunne, 1981; Wayman, 1981).

2.2 Transformação Martensítica, Efeito Memória de Forma e Superelasticidade

Tanto o EMF quanto a SE 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 transformação martensítica é uma transformação entre uma fase de estrutura cristalina de alta simetria, chamada austenita ou fase parente, e uma fase de baixa simetria, chamada martensita. Tipicamente, a austenita é estável em altas temperaturas e baixos valores de tensão, enquanto a martensita é estável em baixas temperaturas e altos valores de tensão. A transformação de fase entre austenita e martensita é a chave para explicar o EMF e a SE (Auricchio et al., 1997; Otsuka e Wayman, 1998). Durante esta transformação, 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 (Otsuka & Wayman, 1998; Thompson, 2000).

O efeito memória de forma 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 superelasticidade é um caso particular do EMF em que a recuperação de forma se dá apenas com a retirada da tensão, sem necessidade de aquecimento. A superelasticidade das ligas NiTi está associada a uma grande deformação recuperável (até 12%) 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 (Otsuka & Wayman, 1998; Thompson, 2000).

Nas ligas NiTi, a fase parente possui uma estrutura simétrica cúbica de corpo centrado, designada B2, enquanto a fase produto possui simetria mais baixa (tetragonal, ortorrômbica, monoclínica, etc) e é designada B19'. (Kennon & Dunne, 1981; Otsuka & Wayman, 1998). Outro tipo de estrutura é a chamada fase R, trigonal, que aparece em ligas NiTi ricas em níquel e recozidas em baixas temperaturas, em ligas NiTi aproximadamente equiatômicas que receberam tratamento termomecânico adequado, e em ligas ternárias (Ni-Ti-Fe e Ni-Ti-Al). A fase R é uma fase intermediária e a transformação martensítica pode ocorrer no resfriamento de B2 \rightarrow Fase R e Fase R \rightarrow Matensita B19' (Saburi, 1998).

Quando um material que sofre TM é resfriado abaixo de uma certa temperatura, a transformação tem início por um mecanismo de cisalhamento, conforme ilustrado na FIG.1. As regiões martensíticas em A e B possuem a mesma estrutura cristalina, mas as orientações espaciais dos cristais são diferentes. Estas regiões são chamadas de variantes da martensita. Como a martensita apresenta simetria baixa, muitas variantes podem ser formadas a partir da mesma fase parente (Kennon & Dunne, 1981; Otsuka & Wayman, 1998).

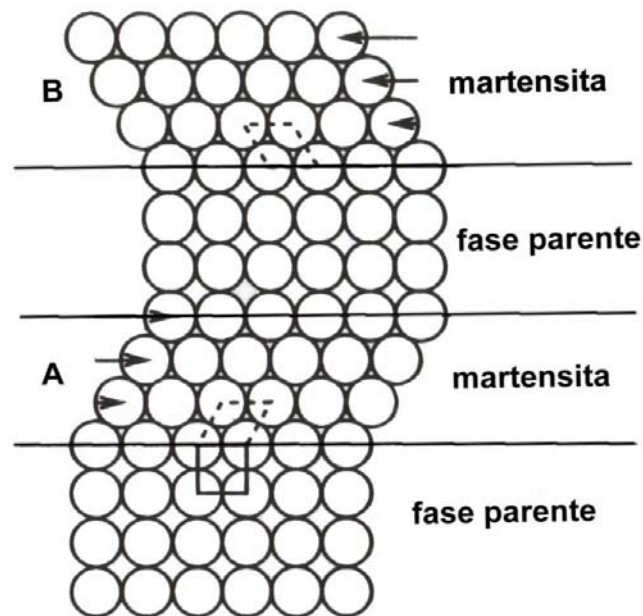


FIGURA 1 - Modelo simplificado da transformação martensítica

FONTE - Otsuka & Wayman, 1998.

Na ausência de tensão, a martensita tira vantagem da existência de muitas direções possíveis para a transformação, formando uma série de variantes, cristalograficamente equivalentes, mas com diferentes orientações. O resultado é uma fase produto caracterizada por uma estrutura maclada, que minimiza as diferenças de forma entre a martensita e a austenita restante. Variantes diferentes têm orientações locais diferentes e as interseções de tais variantes são chamadas contornos de variantes (Auricchio et al., 1997).

A transformação martensítica está associada a uma mudança de forma, e surge uma grande deformação ao redor da martensita quando esta é formada na fase parente. É importante reduzir esta deformação nos processo de nucleação e crescimento da martensita. Existem duas maneiras de se obter

esta redução: pela introdução de escorregamento ou de maclas. O escorregamento é um processo permanente, enquanto a maclação pode acomodar mudanças de forma reversivelmente. Ambos são chamados deformações invariantes de rede, já que nenhum dos processos altera a estrutura da martensita. A opção por escorregamento ou maclação depende do tipo de liga, mas maclação é normalmente introduzida como o processo de acomodação nas ligas com memória de forma (Otsuka & Wayman, 1998).

As maclas que se formam são simplesmente outras orientações (variantes) de martensita. O termo “contornos de maclas” geralmente se refere aos contornos entre as placas de martensita bem como os contornos das variantes dentro das placas.

Não há mudança de forma na transformação martensítica ocasionada pelo resfriamento da amostra, uma vez que o mecanismo de transformação é de auto-acomodação. Por sua vez, se a martensita auto-acomodada for deformada, a deformação ocorrerá pelo movimento dos contornos de maclas, que é equivalente à conversão de uma variante de martensita em outra, um processo chamado demaclação (Otsuka & Ren, 2005).

Se há uma direção preferencial para a ocorrência da transformação (geralmente associada à direção da tensão), todos os cristais de martensita tendem a se formar em uma única direção, no sentido mais favorável (Auricchio et al., 1997).

Quando o material no estado martensítico é aquecido, a martensita se torna instável, e a transformação reversa (TR) ocorre, ou seja, a martensita retorna à

fase parente. Devido à baixa simetria da martensita, o retorno à fase de alta temperatura se dá pelo caminho inverso da TM, e a fase parente é formada na sua orientação original (Kennon & Dunne, 1981; Otsuka & Wayman, 1998).

A transformação martensítica nas ligas com memória de forma é usualmente termoelástica, isto é, é reversível pelo aquecimento e ocorre em uma estreita faixa de temperatura. As temperaturas de transformação determinam em qual faixa de temperatura o EMF ou a SE podem ser observados (Otsuka & Ren, 2005).

Em geral, as transformações nas ligas com memória de forma são atérmicas, isto é, a quantidade de martensita é formada apenas em função da temperatura e não do tempo pelo qual a liga permanece nesta temperatura. As transformações atérmicas se iniciam em faixas de temperatura bem definidas, normalmente insensíveis a variações (Auricchio et al., 1997).

No caso da transformação martensítica induzida por temperatura, com resfriamento da austenita, a martensita começa a se formar numa temperatura denominada M_s , e o material torna-se martensítico abaixo da temperatura final de transformação, denominada M_f . Já com o aquecimento da martensita, estável em baixa temperatura, o material permanece martensítico até a temperatura de início de formação da austenita, denominada temperatura A_s . Entre A_s e A_f , que é a temperatura final da transformação reversa, ambas martensita e austenita estão presentes. Acima da temperatura A_f , a liga é totalmente austenítica (FIG. 2).

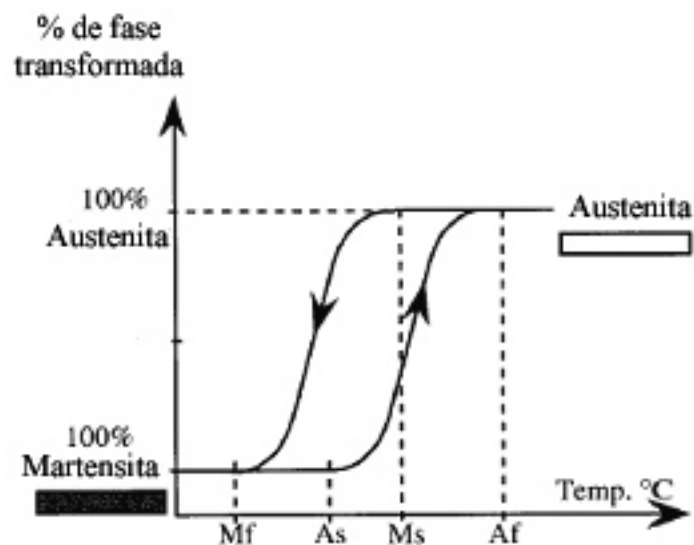


FIGURA 2 - Termograma teórico das temperaturas de transformação martensítica, onde: Ms é a temperatura de início da transformação da austenita em martensita; Mf é a temperatura final da transformação, onde toda a liga se encontra martensítica; As é a temperatura de início da transformação reversa e Af a temperatura final da transformação reversa onde a liga encontra-se totalmente austenítica.

FONTE - Kuhn et al., 2001

Durante o aquecimento do material deformado, a transformação reversa ocorre entre As e Af, 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. A transformação reversa forma a estrutura original de grãos e, por isso, a forma original do material é recuperada (Wayman, 1980).

Numa faixa de temperatura acima de Ms, a TM também pode ocorrer pela aplicação de tensão. A temperatura máxima em que a martensita pode ser induzida por tensão é chamada Md (FIG. 3). A linha ascendente observada na FIG. 3 representa a tensão crítica para a indução de martensita, que aumenta

proporcionalmente ao aumento da temperatura (Otsuka & Ren, 2005). 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, ambas estabilizando a martensita. (Wayman & Duerig, 1990; Otsuka & Wayman, 1998).

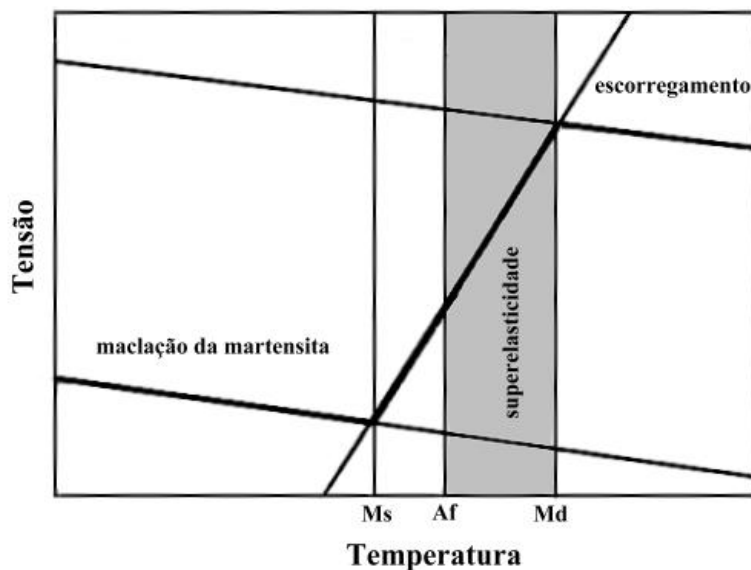


FIGURA 3 - Diagrama tensão-temperatura ilustrando a faixa de temperatura onde ocorre a superelasticidade, entre as temperaturas Af e Md. Abaixo da temperatura Ms, a deformação da martensita ocorre por maclação, e acima de Md a deformação aplicada é acomodada através de escorregamento.

FONTE: Duerig e Zadno, 1990.

A superelasticidade só pode ocorrer se a temperatura do material estiver abaixo de Md e acima de As. De fato, para a expressão completa da superelasticidade é necessário a aplicação da tensão em uma temperatura acima de Af (FIG 3). Abaixo de Ms, a deformação ocorre por maclação da martensita; entre Ms e Af a martensita é induzida por tensão, mas uma vez

induzida ela 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 se inicia uma deformação por escorregamento, uma vez que a martensita não pode mais ser induzida por tensão, levando a uma deformação plástica da liga. (Duerig e Zadno, 1990).

A microestrutura da martensita induzida por tensão é diferente da martensita induzida por alteração da temperatura. 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 (Kennon & Dunne, 1981; Otsuka & Wayman, 1998).

Em temperaturas suficientemente acima de Af as ligas NiTi, na fase austenítica, se comportam como um metal convencional, com escoamento e deformação plástica iniciada em um nível de tensão normalmente baixo (FIG.4(a)). Em temperaturas abaixo de Ms, 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 pelo aquecimento e conseqüente transformação reversa à fase austenítica (FIG.4(b)). Em temperaturas ligeiramente acima de A_f 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 reverte à austenita em um nível de tensão inferior, com completa recuperação da deformação, caracterizando a superelasticidade (FIG.4(c)) (Wilkes & Liaw, 2000).

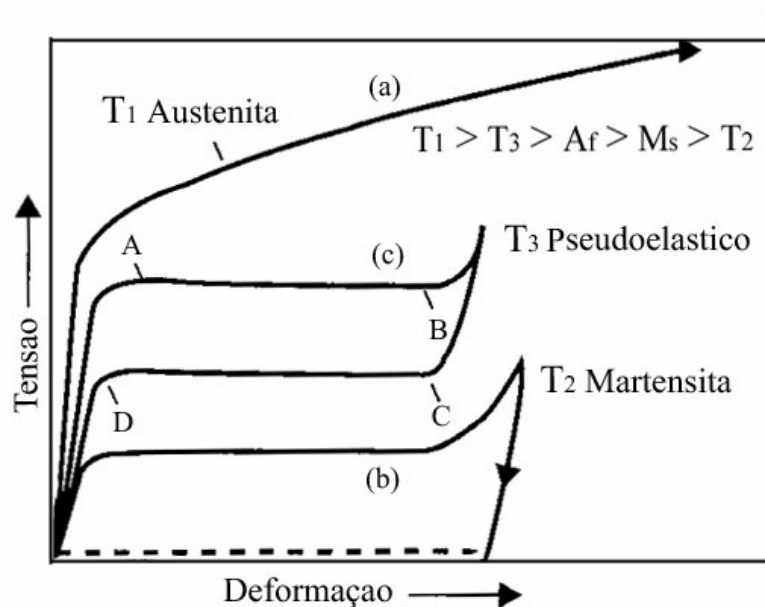


FIGURA 4 - Curvas tensão-deformação para (a) austenita estável, (b) martensita induzida por temperatura, e (c) martensita induzida por tensão, onde A-B é a deformação sofrida pelo material durante a transformação de fase e C-D a recuperação da forma original com a transformação reversa.

FONTE - Wilkes & Liaw, 2000.

Sob condições adequadas é possível recuperar deformações de 6-8% induzidas por tração, dobramento, torção e compressão através do aquecimento a normalmente menos de 50° (Wayman, 1980; Kennon & Dunne,

1981; Wayman, 1981). No entanto, alguma deformação plástica sempre permanece após a transformação reversa. O teor de níquel, a temperatura de teste e o tipo de ciclagem termomecânica são os principais determinantes da quantidade de deformação residual (Otsuka & Ren, 2005).

As temperaturas de transformação martensítica e reversa, determinadas em amostras de instrumentos endodônticos de NiTi, são em média: 18,2°C para Ms; -2,3°C para Mf; 3,4° C para As e 22,9°C para Af. Verifica-se que a liga encontra-se totalmente austenítica à temperatura ambiente, conseqüentemente apresentando características de superelasticidade (Bahia, 2004).

No caso dos instrumentos endodônticos, a TM ocorre em função da tensão imposta pela curvatura no interior do canal radicular. Assim que a tensão cessa, ou seja, assim que o instrumento é removido do interior do canal, a TR ocorre restaurando a forma original do mesmo (Thompson, 2000).

É possível variar a composição da liga NiTi de forma a obter fios com características de EMF ou SE. As diferenças entre as ligas estarão no seu teor de níquel e na faixa de temperatura da transformação martensítica. Idealmente, para a confecção de instrumentos endodônticos, a resistência mecânica da liga deveria ser a maior possível para resistir à fratura (Thompson, 2000).

As temperaturas de transformação são muito dependentes da concentração de Ni da liga (FIG.5). Na região rica em Ti, as temperaturas de transformação são quase independentes da composição, e giram em torno de 60°C. No lado rico em Ni, um aumento em seu teor leva a uma diminuição drástica nas temperaturas de transformação (Otsuka & Ren, 2005).

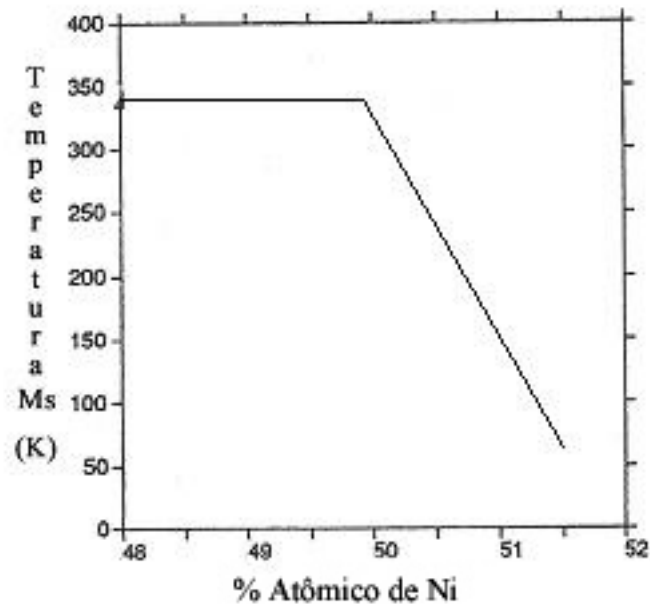


FIGURA 5 – Variação da Temperatura Ms em função do conteúdo de Ni em ligas TiNi.

FONTE: Adaptado de Otsuka & Ren, 2005

Existe um interesse pelas ligas NiTi ricas em Ni devido ao controle das temperaturas de transformação através do teor de Ni. No lado rico em Ni podem ser formados precipitados de Ti_3Ni_4 finamente dispersos, que são muito efetivos em melhorar as características de memória de forma e superelasticidade. A precipitação de Ti_3Ni_4 endurece a matriz, melhorando assim a capacidade de recuperação do EMF e SE (Miyazaki et al., 1982; Saburi et al., 1982). Estes precipitados são coerentes com a matriz, têm uma forma lenticular e dão origem a campos de tensão ao seu redor (Allafi et al., 2002).

2.2.1 O efeito dos tratamentos termomecânicos nas propriedades da liga NiTi

Os tratamentos termomecânicos podem implicar em três reações diferentes no estado sólido: (1) mudança local na composição química (precipitação); (2) redução dos defeitos (recristalização); e (3) transformação estrutural de fase.

Como visto, as temperaturas de transformação são muito sensíveis à composição. Este é um efeito indesejável na maioria dos casos, uma vez que é necessário um controle muito preciso da composição para se alcançar as desejadas temperaturas de transformação e propriedades mecânicas, e isto é tecnicamente difícil em muitos casos. Existe uma boa forma de ajustar as temperaturas de transformação nas ligas NiTi ricas em Ni que é através de tratamentos térmicos (Otsuka & Ren, 2005).

O diagrama de fases do sistema NiTi (FIG.6) é uma ferramenta importante para se compreender os tratamentos térmicos adequados e melhorar as características do EMF e SE. O interesse está restrito à região central, a fase NiTi ou fase β , limitada pelas fases Ti_2Ni e $TiNi_3$, como pode ser visto na FIG. 6 (Otsuka & Ren, 2005).

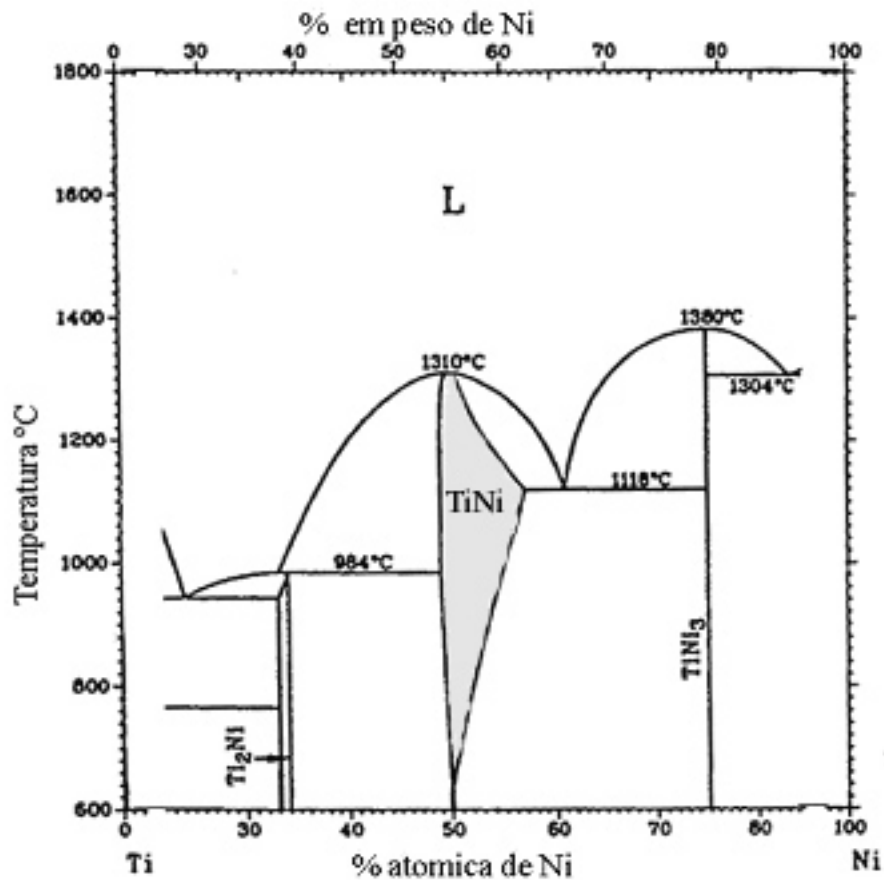


FIGURA 6 - Diagrama de fase do sistema NiTi, onde a região marcada corresponde à localização da fase de interesse β
 FONTE - Otsuka & Ren, 1999.

O diagrama de fase da liga NiTi se caracteriza pelo limite quase vertical da fase TiNi no lado rico em Ti, onde a faixa de solubilidade é praticamente independente da temperatura. No lado rico em Ni, o limite de solubilidade deste elemento na fase β diminui com o abaixamento da temperatura, tornando-se desprezível em aproximadamente 500°C (Otsuka e Ren, 2005). Portanto, em ligas com Ni em excesso de 50% atômico, haverá a tendência da fase β se decompor em TiNi₃. Esta decomposição geralmente envolve o aparecimento de duas fases intermediárias, Ti₃Ni₄ e Ti₂Ni₃.

As três fases Ti_3Ni_4 , Ti_2Ni_3 e $TiNi_3$ aparecem dependendo da temperatura e do tempo de recozimento. Isto é, em temperaturas mais baixas e tempos mais curtos de tratamento térmico, a fase Ti_3Ni_4 aparece, em temperaturas e tempos maiores aparece $TiNi_3$, enquanto que em temperaturas e tempos intermediários surge a fase Ti_2Ni_3 (Otsuka e Ren, 2005).

Durante o resfriamento da liga em condições de equilíbrio, podem se formar compostos intermetálicos. Em ligas com excesso de Ti, a fase $TiNi$ coexiste com o composto Ti_2Ni , enquanto que nas ligas com excesso de Ni forma-se o $TiNi_3$. Pode-se evitar a formação destes compostos através do resfriamento rápido (têmpera) da liga a partir de temperaturas em que ela é completamente austenítica, por exemplo, $1000^\circ C$. Neste caso, o reaquecimento do material temperado, em temperaturas não muito elevadas, por exemplo, no intervalo entre $400^\circ C$ e $800^\circ C$ provoca a precipitação dos compostos mencionados. Nas ligas com excesso de Ni, a formação do composto $TiNi_3$, durante o recozimento a baixas temperaturas, é comumente precedida pela precipitação dos compostos de transição Ti_3Ni_4 e Ti_2Ni_3 . Quando a reação de precipitação ocorre, a formação de Ti_3Ni_4 é acompanhada por uma redução no conteúdo de Ni da matriz; como resultado, a temperatura M_s sofrerá uma elevação com o recozimento, até alcançar um valor constante que corresponde à composição de equilíbrio naquela determinada temperatura (Otsuka & Ren, 2005).

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 é muito alta. Em temperaturas mais baixas, contudo, ocorre uma situação oposta: têm-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 A_f 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 agregam nos precipitados e os átomos de Ti se movem para a matriz de fase β . 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).

Como foi visto, os compostos de transição Ti_3Ni_4 podem precipitar-se nos estágios iniciais do recozimento a baixas temperaturas, na forma de partículas submicrométricas, provocando o efeito conhecido como endurecimento por precipitação do material (Saburi, 1998). Quando uma peça de metal é deformada plasticamente, uma pequena fração da energia necessária para a deformação fica armazenada na forma de deformação residual, e uma grande densidade de defeitos de rede é produzida (Liu et al., 1997). Esses defeitos na rede cristalina da liga são chamados lacunas e deslocamentos. De um modo geral, a densidade e mobilidade das deslocamentos, a facilidade de produção de novas deslocamentos, a forma com que estas interagem entre si e com as imperfeições estruturais presentes no material, ditam o comportamento

mecânico dos metais. A tensão necessária para mover deslocações em metais puros e relativamente isentos de defeitos é muito baixa. Os metais se tornam endurecidos quando o movimento destas deslocações é restringido. A interação das deslocações com partículas finamente dispersas é um dos mais complexos e versáteis mecanismos de endurecimento dos metais. Quanto maior a fração de partículas e menor o seu raio, maior será o endurecimento que elas causarão. Este aumento de resistência é decorrente principalmente da tensão necessária para dobrar as deslocações ao redor das partículas, aumentando a tensão de cisalhamento (Buono, 2005).

Embora o Ti_3Ni_4 seja considerado uma fase de menor estabilidade, se comparada ao precipitado de equilíbrio $TiNi_3$, ele é completamente estável em temperaturas abaixo de $600^\circ C$ e sob condições adequadas de tratamento, apenas Ti_3Ni_4 é observado (Otsuka & Ren, 2005). Os precipitados de Ti_3Ni_4 são conhecidos por promoverem melhorias nas características de memória de forma e superelasticidade das ligas NiTi. Eles também afetam as características da transformação martensítica, podendo atuar como centros de nucleação para a formação da fase R. A introdução de finos precipitados de Ti_3Ni_4 no recozimento ou a introdução de células de deslocações através da ciclos de deformação/aquecimento são capazes de mudar a transformação martensítica de B2-B19' para B2-R-B19'. Este comportamento é explicado pelo fato de os precipitados e células de deslocações induzirem o aparecimento de campos de tensões na matriz circundante (Otsuka & Ren, 2005). Estes campos de tensões produzem uma forte resistência à grandes deformações associadas

com a formação de B19'. A fase R produz uma deformação na rede cristalina significativamente menor (Khalil-Allafi et al., 2002).

A deformação plástica realizada em um intervalo de tempo e temperatura nos quais o endurecimento não é liberado é chamada trabalho a frio ou encruamento. A maior parte da energia armazenada em um metal submetido a este tratamento decorre da geração e interação de deslocamentos. A deformação plástica produz um aumento no número de deslocamentos e sua interação resulta em um estado de alta tensão interna. O metal recozido contém em torno de 10^6 a 10^8 deslocamentos por centímetro quadrado, enquanto que um metal deformado plasticamente contém em torno de 10^{12} deslocamentos por centímetro quadrado. Com o aumento da energia interna no material trabalhado a frio, a reatividade química aumenta, podendo levar a uma redução da resistência à corrosão e possível fratura (Dieter, 1986).

Segundo Huang & Wong (1999), as temperaturas de transformação da liga NiTi com EMF pré-deformada podem ser significativamente diferentes daquelas sem pré-deformação. A razão para essas temperaturas de transformação mais altas é a necessidade de uma maior tensão para realizar a transformação de martensita para austenita, devido à presença de uma quantidade de energia armazenada que resiste à transformação reversa.

Alta taxa de endurecimento por deformação implica em obstrução ao escorregamento das deslocamentos, tanto pelos defeitos propriamente ditos, como pelas tensões internas, que atuam negativamente no movimento das interfaces de martensita (Liu et al., 1997; Otsuka & Ren, 2005).

Embora a estrutura de deslocamentos do metal trabalhado a frio seja mecanicamente estável, ela não o é termicamente. Com o aumento da temperatura, aumenta também a instabilidade do estado deformado a frio. Eventualmente, o metal amacia e reverte para uma estrutura livre de tensão. Esse processo é conhecido como recozimento. O recozimento pode ser dividido em três etapas distintas: recuperação, recristalização e crescimento de grão. A recuperação é normalmente definida como a restauração das propriedades físicas do metal trabalhado, sem alterações em sua microestrutura. Recristalização é a substituição da estrutura deformada a frio por um novo conjunto de grãos livre de deformação, e é evidenciada por uma diminuição na dureza e aumento na ductilidade. A densidade de deslocamentos diminui consideravelmente e os efeitos do encruamento são eliminados. A energia armazenada no trabalho a frio é a força motriz tanto para a recuperação quanto para a recristalização. (Dieter, 1986). Quando o metal deformado é reaquecido, haverá difusão termicamente ativada, a aniquilação dos defeitos de rede e a energia armazenada será liberada na forma de calor (Liu et al., 1997). Se os novos grãos livres de deformação são aquecidos em uma temperatura maior que aquela da recristalização, haverá um aumento progressivo no tamanho do grão, denominado crescimento de grão.

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).

2.3 Aplicações comerciais das ligas com memória de forma

Uma variedade de aplicações industriais, médicas e de dispositivos para conversão de energia utilizam ligas com efeito memória de forma (Kennon & Dunne, 1981; Wayman, 1981).

A primeira aplicação comercial das ligas com memória de forma foi na fabricação de braçadeiras para tubulação hidráulica em aviões (Wilkes & Liaw, 2000). Atualmente, no ramo industrial, há aplicação em junções para tubulação, conectores elétricos, peças automotivas, instrumentos termostáticos, antenas para satélites, entre outros. A recuperação de tensões gerada durante a transformação reversa de martensita para austenita, capaz de converter diretamente o calor em energia mecânica, desperta o interesse do setor energético para as ligas com EMF (Wayman, 1981).

Outras aplicações deste grupo de ligas decorrem de sua propriedade de superelasticidade. De um modo geral, a utilização da superelasticidade se baseia nos seguintes aspectos: (1) possibilidade de recuperação de grandes deformações (em torno de 8 - 12%); (2) existência de um patamar de transformação que garante a possibilidade de utilização de tensão constante em intervalos de deformação mensuráveis (Auricchio et al., 1997). Os exemplos incluem fios ortodônticos, instrumentos endodônticos, antenas de telefones celulares, armações de óculos flexíveis, entre outros (Wilkes & Liaw, 2000).

Quanto às aplicações nas áreas da saúde, atenção adicional se dá em relação à biocompatibilidade dos materiais. Apesar do conteúdo de níquel ser uma

preocupação freqüente, quando o nitinol sofre oxidação forma-se uma camada de TiO_2 , com apenas pequenas ilhas de níquel puro na superfície, ou dependendo do tratamento, sem a presença de níquel. Testes demonstram que o NiTi é quimicamente mais estável e menos vulnerável à corrosão que o aço inoxidável (Duerig et al., 1997). Além da alta ductilidade e características de SE e EMF, as ligas NiTi são altamente resistentes à corrosão e à abrasão. Em razão destas excelentes propriedades, a maioria das aplicações comerciais é proposta para a liga NiTi dentre as muitas ligas com memória de forma (Otsuka & Ren, 2005).

Dentre as múltiplas aplicações comerciais das ligas NiTi nas áreas médica e odontológica, merecem referência os catéteres e *stents* de desobstrução venosa, utilizados em cirurgias cardiovasculares, bem como fios empregados em aparelhos ortodônticos e a fabricação de instrumentos endodônticos, manuais e rotatórios.

2.4 Instrumentos endodônticos de NiTi

Walia et al., (1988) introduziram na Odontologia a liga metálica à base de níquel-titânio como um material alternativo para a confecção de instrumentos endodônticos. Ao compararem limas #15 fabricadas em níquel-titânio e em aço inoxidável, os autores observaram que o NiTi apresenta duas ou três vezes mais flexibilidade, assim como superior resistência à fratura por torção.

Devido à sua flexibilidade aumentada, as limas de níquel-titânio têm a vantagem de causarem menos transporte do canal durante a instrumentação (Serene et al., 1995).

A TAB.1 mostra algumas propriedades das ligas NiTi, comparando-as com as do aço inoxidável, tradicionalmente utilizado na fabricação de instrumentos endodônticos.

TABELA 1

Comparação entre algumas propriedades das ligas NiTi de composição aproximadamente equiatômica e do aço inoxidável.

PROPRIEDADE	NiTi	Aço inoxidável
Deformação recuperável	8%	0,8%
Biocompatibilidade	Excelente	Boa
Módulo de elasticidade	48 GPa	193 GPa
Densidade	6,45g/cm ³	8,03g/cm ³
Magnetismo	Não	Sim
Limite de resistência	1.240 MPa	760 MPa
Resistividade elétrica	80 to 100 $\mu\Omega$ cm	72 $\mu\Omega$ cm

FORTE - Behnke, 2001

As propriedades físicas e mecânicas dos instrumentos endodônticos são fortemente influenciadas pelo processo de fabricação empregado (Willey et al., 1992; Thompson, 2000). Estes instrumentos são fabricados através dos processos de usinagem ou de torção dos fios (Willey et al., 1992). Os instrumentos produzidos a partir de torção, possuem a secção transversal definida pela laminação do fio, que posteriormente é torcido originando as

lâminas de corte. Já os instrumentos usinados têm a secção transversal confeccionada de maneira semelhante, entretanto suas lâminas de corte são definidas através de maquinário próprio (Wildey et al., 1992).

A fabricação de limas endodônticas de NiTi, a partir de fios superelásticos, é mais complexa que a das limas de aço inoxidável. Os instrumentos de NiTi, em razão de sua alta flexibilidade, são produzidos pelo processo de usinagem, pois a superelasticidade desta liga torna impossível a torção da haste para a produção da espiral. O lingote da liga NiTi é submetido a vários processos termomecânicos antes do fio ser usinado em instrumento endodôntico. Essencialmente, o lingote sofre forjamento rotativo e, em seguida, é laminado para barras de seção circular. Estas barras são então trefiladas, recozidas, decapadas e novamente trefiladas em fios mais finos. Estes fios são novamente recozidos, decapados e finalmente bobinados e, em seguida usinados (Thompson, 2000).

A usinagem das limas endodônticas de NiTi é um procedimento complexo que forma, geralmente, superfícies com alta concentração de defeitos tais quais 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 (Serene et al., 1995; Melo, 1999; Martins et al., 2002; Bahia, 2004).

Quando o material é submetido à deformação ou a tensões pela usinagem, são produzidas grandes quantidades de defeitos na rede cristalina próximos à superfície, assim como deslocamentos (Kuhn et al., 2001). As deslocamentos

presentes na matriz influenciam o processo de reorientação de variantes de martensita pela SE, sendo que ambos os defeitos e as tensões internas podem atuar como fatores negativos na mobilidade das interfaces de martensita (Liu et al., 1997).

2.4.1 Anatomia do Sistema de Canais Radiculares

Para o sucesso da limpeza e formatação dos canais radiculares, Schilder (1974) propôs um conjunto de objetivos que são alcançados através de procedimentos mecânicos. Idealmente, o canal preparado deve ter uma forma cônica afunilada e contínua em direção ao ápice, com a curvatura natural dos canais preservada e o forame em sua posição espacial original com o menor diâmetro possível, facilitando desta maneira a realização de uma obturação tridimensional e hermética.

Entretanto, a anatomia dental impõe limitações ao correto preparo do sistema de canais. Raízes com formato regular e um único forame apical caracterizam mais a exceção do que a regra. A situação real, com a presença de foraminas múltiplas, deltas, istmos, ramificações e curvaturas, confinados num espaço diminuto e cercados por paredes dentinárias com alta dureza, propicia o aparecimento de acidentes iatrogênicos (Cohen & Burns, 2000).

A curvatura radicular é uma ocorrência freqüente na dentição humana, especialmente nos molares, e introduz fatores na formatação que, se não controlados, produzem resultados técnicos indesejáveis, como transportes, formação de degraus e até perfurações. Conceitos de instrumentação têm sido desenvolvidos para lidar com esta situação, mas mesmo assim, é comum

canais curvos serem alargados até um diâmetro menor do que seriam se estivessem em uma raiz reta. A justificativa para este procedimento é simplesmente o fato de que instrumentos de menor calibre causam menos transporte porque são mais flexíveis e se adaptam melhor à curvatura original do canal além de possuírem menor eficiência de corte, expressando menos efeitos indesejáveis. Entretanto, as preparações com menores diâmetros ocasionam uma limpeza química e mecânica insatisfatória do canal (Roane, 1985).

A forma da curvatura do canal foi definida por Pruett (1997) através de dois parâmetros: ângulo e raio de curvatura. O raio de curvatura é o raio de um círculo que coincide com o caminho tomado pelo canal na área de 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, cuja interseção ocorre no centro do círculo. 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 (FIG.7).

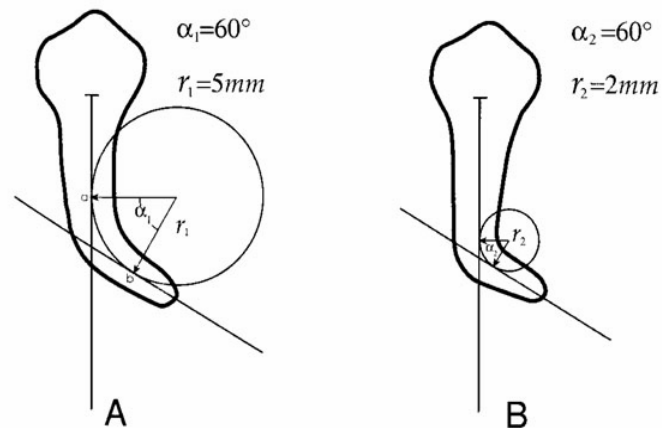


FIGURA 7 - Raio e ângulo de curvatura descritos pelos parâmetros r e α .

FONTE - Pruett, 1997.

Canais de mesmo ângulo podem ter curvaturas diferentes se seus raios forem diferentes, com algumas curvaturas mais abruptas que outras, quanto menor for o raio (Pruett, 1997, Martín et al., 2003).

Durante a instrumentação, quanto mais abrupta for a curvatura, mais concentradas serão as forças contra as paredes do canal. A importância do fator geométrico na instrumentação de canais curvos aumenta quando se considera a presença de curvaturas primária, secundária e terciária, o que torna ainda mais complexa a anatomia do sistema de canais radiculares (Willey et al., 1992).

Podem ocorrer erros de procedimento durante a instrumentação de canais curvos que alteram a sua morfologia. Embora a técnica de instrumentação possa levar a tais erros, de um modo geral, estas iatrogenias são causadas pela força de restauração, ou seja, a tendência do instrumento em voltar à sua forma reta original quando inserido em um canal curvo, devido à rigidez do aço

inoxidável comumente empregado na fabricação de instrumentos endodônticos (Roane et al., 1985).

Wildey et al. (1992) também frisam que o tipo de instrumento utilizado deve ser cuidadosamente avaliado. De acordo com estes autores, o material do qual as limas são confeccionadas precisa ser duro o suficiente para ter bordas cortantes e resistir à fratura, porém flexível de forma a seguir as curvaturas.

Na tentativa de superar as limitações apresentadas pelo aço inoxidável, os instrumentos confeccionados em liga NiTi foram introduzidos na Endodontia.

2.4.2 O Sistema *ProFile*

A liga níquel-titânio usada na Endodontia contém aproximadamente 56% em peso de níquel e 44% em peso de titânio, resultando em uma combinação equiatômica dos principais componentes (Serene et al., 1995; Thompson, 2000).

Os instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi apresentam-se completamente austeníticos à temperatura ambiente. Tais instrumentos apresentam comportamento superelástico durante o uso clínico, onde a imposição de tensão, induzida pela curvatura radicular, resulta em ciclos de transformação martensítica e reversa, devido ao movimento rotatório. Na remoção final da tensão, que se dá pela retirada do instrumento do interior do canal, ocorre a conseqüente transformação reversa para a estrutura austenítica original (Brantley et al., 2002).

O *Profile* (Maillefer, Ballaigues – Suíça), um dos sistemas de instrumentos rotatórios de NiTi disponíveis no mercado, é composto por três tipos de instrumentos (*Orifice Shapers*, *Profile.06* e *Profile.04*), tendo cada um diferentes comprimentos e calibres.

Os diâmetros destes instrumentos são medidos em dois pontos: na região da ponta (D_0) e em uma região distante 16mm da mesma (D_{16}). A conicidade dos instrumentos convencionais de acordo com a *International Standards Organization* (ISO) é de 2% (*taper* .02). Isto significa que, a cada milímetro (a partir da ponta – D_0) da parte ativa do instrumento, há um aumento de 0,02mm no diâmetro do mesmo. Nos instrumentos *Profile*, a conicidade varia entre 4 e 8%, ou seja, é maior que no padrão ISO (FIG.8).

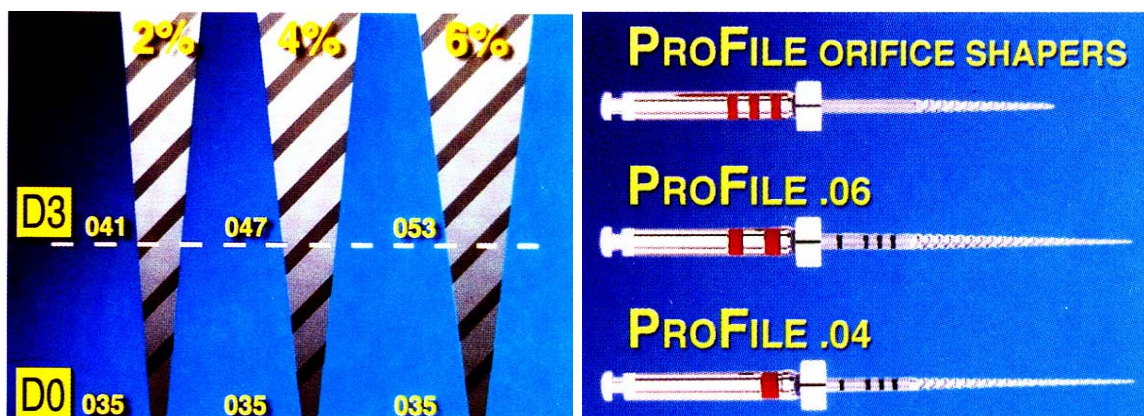


FIGURA 8 - Instrumentos endodônticos de NiTi de *tapers* variáveis

A função deste aumento no *taper* dos instrumentos é obter de forma mais rápida e fácil uma conicidade regular e aumentada do conduto radicular, com menores diâmetros em direção à região apical, uma vez que são utilizados no sentido coroa-ápice.

A instrumentação realizada desta forma cria condições favoráveis: limpeza e formatação efetivas em função da boa capacidade de corte e penetração mais profunda da seringa irrigadora no canal, permitindo o fluxo adequado, fácil e abundante de substâncias químicas auxiliares. Além destas ações, há ainda a possibilidade da compactação da guta-percha de forma densa e tridimensional durante a obturação endodôntica.

Os *Orifice Shapers* são utilizados para o preparo do terço cervical dos canais radiculares, para a remoção de guta-percha e cimento em casos de retratamentos ou até antes da inserção de um retentor intrarradicular. Apresentam-se com 19mm de comprimento e em números de 1 a 6, com conicidades e diâmetros variados.

Os instrumentos *Profile taper 06* são indicados para o preparo do terço médio dos canais, e utilizados também em curvaturas moderadas. Apresentam conicidade de 6%, e são oferecidos nos calibres de 15 a 40 e nos comprimentos de 21mm e 25mm. Os instrumentos *Profile taper 04* são comumente empregados no preparo do terço apical do canal. Possuem 4% de conicidade e são apresentados nos comprimentos de 21mm, 25mm e 31 mm.

Estes instrumentos rotatórios apresentam uma superfície com planos ou guias radiais, localizados na zona de contato entre o instrumento e a parede do canal, que separam as suas bordas cortantes bidirecionais (FIG.9). Os planos radiais, em número de três, permitem que os instrumentos efetuem uma rotação completa e permaneçam centralizados no canal radicular, prevenindo o transporte apical.



FIGURA 9 - Seção transversal de um instrumento *ProFile*.

A seção transversal em forma de U recebe os debrís, e há diminuição do efeito de impactação e a possibilidade de perda do comprimento de trabalho. Reduz também a possibilidade de extrusão de restos de dentina para além do forame apical, com menores índices de ocorrência de dor pós-operatória.

A ponta do instrumento é modificada, sem ângulo de transição, e funciona apenas como guia, o que permite uma fácil penetração do instrumento com um mínimo de pressão apical, evitando desvios do canal.

2.5 Fratura de instrumentos rotatórios de NiTi

A fratura de limas no interior dos canais radiculares é um incidente ocasional no decorrer da terapia endodôntica e o seu prognóstico depende da localização da fratura, do tamanho do fragmento, do calibre do canal, do *design* da seção transversal do instrumento e de outros fatores. Em alguns casos é possível

passar pelo instrumento fraturado e completar o preparo do canal radicular, com a incorporação do fragmento ao material obturador e com prognóstico mais favorável. Entretanto, se o fragmento do instrumento não puder ser removido nem ultrapassado, uma cirurgia paraendodôntica pode ser necessária. Finalmente, caso a fratura ocorra além do forame apical, o fragmento também deve ser removido cirurgicamente, por ser um irritante mecânico aos tecidos periapicais (Iverson et al., 1985).

A prevenção da fratura é sempre preferível às tentativas de remoção do instrumento fraturado. As conseqüências da fratura são significativas, uma vez que o fragmento remanescente impede a adequada limpeza, formatação e selamento do canal, e pode levar a um desgaste excessivo da dentina durante as tentativas de remoção. Esta remoção de dentina predispõe à ocorrência de perfurações, fraturas radiculares e dificuldade de localização da trajetória original do canal mesmo após a remoção do instrumento (Cohen et al., 2005).

Os instrumentos de aço inoxidável usualmente se deformam antes de fraturarem, e podem ser inspecionados pelos sinais visíveis de deformação. Um instrumento deformado, normalmente, mostra uma curvatura severa ou o destorcimento das lâminas, o que indica que o limite elástico do metal foi excedido e que o instrumento deve ser descartado. Apesar da maior flexibilidade dos instrumentos confeccionados em NiTi, sua fratura ainda é uma preocupação, porque estes instrumentos podem se romper abaixo do seu limite de elasticidade e sem qualquer sinal visível de deformação plástica. Logo, a

inspeção visual não é um método confiável para avaliação das limas de NiTi usadas (Pruett, 1997; Patiño et al., 2005).

A recomendação mais segura seria o descarte dos instrumentos após períodos de uso específicos, que dependem do *design* e diâmetro do instrumento, forma de uso e geometria do canal radicular. Em curvaturas severas, com pequeno raio de curvatura e grande ângulo, descartar os instrumentos após um único uso pode ser o procedimento mais adequado (Pruett, 1997).

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 capaz de absorver até 8% de deformação recuperável. Na presença de mínima deformação adicional há uma resposta linear até o limite elástico, causada pela deformação elástica da martensita auto-acomodada. Qualquer deformação adicional a esta resulta em deformação plástica, com aparecimento de pequena quantidade de escorregamento e movimento de deslocações, e posterior fratura (Gambarini 2000).

Segundo Ruddle (2003), existem muitos fatores que influenciarão, isoladamente ou em combinação, a fratura de limas endodônticas. Entre as características relacionadas ao *design* dos instrumentos, pode-se citar a porcentagem de conicidade do instrumento e se esta conicidade é fixa ou variável; se o ângulo de corte é negativo, positivo ou neutro; a geometria da secção transversal do instrumento; a configuração da ponta e o comprimento do ângulo helicoidal das lâminas cortantes. Estas características de *design*

influenciarão na flexibilidade, na eficiência de corte e conseqüentemente na segurança das limas. Além disso, pode-se afirmar que cada sistema de instrumentos de NiTi tem uma velocidade e valor de torque ideais para garantir um bom desempenho clínico.

Independentemente da marca comercial e do *design* do sistema rotatório escolhido, a etapa de exploração e alargamento da região apical com instrumentos manuais, previamente ao uso dos instrumentos rotatórios, é de extrema importância por eliminar possíveis interferências na trajetória do canal, e diminuir, assim, o risco de travamento nas paredes e fratura do instrumento (Ruddle, 2003; Patiño et al., 2005).

Dois mecanismos distintos de fratura foram descritos por Sattapan et al. (2000) em instrumentos rotatórios: fratura por fadiga e por torção. Os instrumentos fraturados por torção geralmente apresentam características de deformação plástica, enquanto aqueles que falharam por fadiga não exibem tais padrões de deformação.

2.5.1 Fratura por fadiga

O termo fadiga é apropriado para se referir à fratura dos materiais submetidos a 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. A nucleação das trincas por fadiga se relaciona à deformação plástica não homogênea que ocorre em nível microscópico. A principal característica

deste tipo de “microdeformação” é que ela acontece mesmo quando a estrutura sofre, macroscopicamente, apenas deformação elástica. De um modo geral, as trincas se iniciam na região submetida à amplitude máxima de tensão, em imperfeições dos metais localizadas na superfície da peça ou próximas a ela. Estas imperfeições superficiais e subsuperficiais agem como concentradores de tensão, provocando a deformação plástica localizada. (Courtney, 1990).

Tensões cíclicas, ou seja, tensões que variam com o tempo, promovem o crescimento das trincas nucleadas superficialmente. 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. Como consequência da propagação das trincas de fadiga ocorre a diminuição da área da secção transversal solicitada, que associada ao aumento local da tensão, levam à fratura final rápida. Em outras palavras, a fratura final ocorre no instante em que as trincas cobrem uma área tal da seção solicitada que a área resultante é insuficiente para acomodar a força aplicada (resultando em uma fratura macroscopicamente frágil). O processo de fadiga implica que a estrutura irá suportar certo número de ciclos de tensão ou deformação anteriormente à fratura. Entretanto, a natureza aleatória das tensões aplicadas dificulta a compreensão do conceito e dificulta sua simulação laboratorial (Courtney, 1990).

As fraturas por fadiga originam-se quase exclusivamente na superfície da peça ou próximo a ela. Em todos os materiais há regiões de não-homogeneidade localizada, como também de falhas superficiais, entalhes e inclusões, que

causam concentrações de tensões localizadas. Todos os fatores acima mencionados resultam em deformações plásticas localizadas, que sob a ação de tensões cíclicas, produzem irregularidades microscópicas na superfície da peça. Essas irregularidades recebem o nome de extrusões quando se projetam para fora da peça, e de intrusões quando constituem vales na superfície da peça. A grande importância dessas ocorrências é que geralmente as trincas de fadiga nucleiam-se nestas extrusões e intrusões. A aplicação contínua de tensões cíclicas acentua estas irregularidades superficiais, ao ponto em que a trinca superficial pode ser considerada nucleada. A taxa de propagação de trincas está relacionada diretamente à variação da tensão em cada ciclo (Courtney, 1990).

Ainda segundo Courtney (1990), a superfície de fratura de metais que falharam por fadiga apresenta características distintas que freqüentemente são utilizadas para identificar a provável causa da falha. Em uma análise macroscópica da superfície fraturada, observam-se duas regiões com características diferentes: uma região brilhante que pode ou não conter marcas conhecidas como “marcas de praia”, correspondendo à região de crescimento lento da trinca; e uma região fibrosa correspondendo ao processo de fratura final. As marcas de praia não devem ser confundidas com estrias de fadiga, que são apenas observadas microscopicamente e apresentam-se como marcas paralelas, geralmente curvas, regularmente espaçadas e orientadas na direção local de propagação da trinca. As marcas de praia são macroscópicas e estão relacionadas com variações nos ciclos de tensões, enquanto as estrias são formadas uma a uma, em cada ciclo de tensão, e correspondem à posições

ocupadas pela frente de propagação da trinca nos sucessivos ciclos de tensão. O espaço entre estas se refere à medida da velocidade de propagação de trincas por ciclo.

De um modo geral, a fadiga nos materiais se refere a mudanças nas propriedades resultantes da aplicação de tensões cíclicas. Nas ligas com memória de forma pode-se subdividir o processo de fadiga em fadiga estrutural e funcional. Fadiga estrutural se refere aos danos microestruturais que acumulados durante o carregamento cíclico e eventualmente levam à fratura por fadiga. Este acúmulo de defeitos está associado à formação de trincas superficiais e seu posterior crescimento, indicando que as ligas com memória de forma estão sujeitas a falhas como qualquer material (Eggeler et al., 2004).

Uma vez submetidas à deformação cíclica, as ligas NiTi geralmente apresentam deformação residual permanente, e não é possível evitar o aumento desta. Isto se dá devido à elevação na densidade das deslocamentos e à formação de variantes de martensita estabilizadas, as quais não sofrem a transformação reversa para austenita após a descarga (Melton & Mecier, 1979; Eggeler et al., 2004). Bahia (2004) observou que após 100 ciclos de carga-descarga em tração, fios superelásticos de NiTi apresentavam uma deformação não-recuperável que variava de 0,1% até cerca de 0,25%. Observou-se também que as variações no comportamento do material sob carga e descarga ocorrem nos primeiros ciclos e tendem a estabilizar-se à medida que o número de ciclos aumenta. Esta estabilização indica, possivelmente, o efeito de “saturação” da subestrutura. O termo fadiga

funcional indica que durante o carregamento cíclico, as ligas com memória de forma geralmente sofrem uma redução nas suas propriedades funcionais, associada a um aumento na deformação residual causada por uma transformação reversa incompleta e mudança nas temperaturas de transformação (Eggeler et al., 2004).

De acordo com a definição de Courtney (1990) o processo de fadiga em que o número de ciclos até a fratura final (NCF) é muito grande ($NCF \gg 10^3$) denomina-se fadiga de alto ciclo, onde o nível de tensão é tal que a estrutura como um todo sofre apenas deformação elástica. Quando $NCF < 10^3$ tem-se fadiga de baixo ciclo, onde o material sofre deformação plástica tanto macroscópica como microscópica.

2.5.2 Fratura por fadiga em instrumentos de NiTi

Quando o instrumento é girado no interior de um canal curvo, ele sofre tensões de compressão na região em contato com a parede interna da curvatura, e de tração na parede externa. Este ciclo contínuo de forças de tração e compressão induzido nos instrumentos produz uma forma de carregamento cíclico das mais destrutivas. A repetição cíclica destas tensões induz a nucleação de trincas que crescem, coalescem e se propagam até a fratura final do instrumento. Os níveis de tensão durante o carregamento cíclico são geralmente dependentes da geometria da curvatura e das cargas aplicadas, com um nível maior de tensão na área de curvatura máxima do canal radicular (Serene et al., 1995; Pruett, 1997; Booth et al., 2003; Bahia, 2004).

O primeiro estudo de fadiga a incorporar a geometria do canal como fator determinante para a fratura de instrumentos de NiTi foi o de Pruett et al. em 1997. De acordo com os autores, o fator mais significativo na determinação da resistência à fadiga em instrumentos rotatórios de NiTi é o raio de curvatura do canal radicular: quando o raio de curvatura decresce, a tensão e, portanto, a deformação sobre o instrumento aumenta, e a vida em fadiga diminui. Experimentalmente, observou-se que quanto mais abrupta a curvatura, e portanto, menor raio, menos tempo será necessário até a fratura do instrumento. (Pruett, 1997; Mize, 1998; Haikel et al., 1999).

O preparo dos canais requer o alargamento dos mesmos, da coroa em direção ao ápice, antes que a porção apical seja alcançada. O alargamento coronário aumenta o raio de curvatura do canal e permite que as limas sejam submetidas a menores tensões durante a instrumentação apical (Gambarini, 2001c).

A geometria do canal, associada ao diâmetro do instrumento no ponto de curvatura máxima, determinado pela distância da curvatura à sua ponta, definirá o estado de tensões sobre a haste flexionada e o processo de fadiga da mesma. Clinicamente, a vida em fadiga do instrumento estará relacionada ao grau a que ele é flexionado no interior de um canal curvo, com maiores flexões causando uma menor expectativa de vida (Pruett et al., 1997; Bahia, 2004).

O diâmetro dos instrumentos, que se encontra relacionado em geral com sua conicidade e calibre, é um importante fator no controle da resistência à fadiga. A deformação na superfície externa dos instrumentos aumenta

proporcionalmente ao diâmetro dos mesmos. Além disso, o relaxamento dos instrumentos mais finos no interior dos canais experimentais é maior, o que resulta em uma curvatura com maior raio durante o teste. Estes dois fatores tornam os instrumentos mais calibrosos sujeitos a uma maior deformação por ciclo, o que resulta na sua fratura após um número menor de ciclos (Melo et al., 2002).

Os resultados apresentados por vários autores (Pruett et al., 1997; Haikel et al., 1999; Melo et al., 2002; Bahia, 2004) demonstraram que a vida em fadiga dos instrumentos é inversamente proporcional ao calibre dos mesmos: à medida que o diâmetro aumenta, o tempo até a fratura diminui. Da mesma forma, os resultados de Gambarini (2001a,b) mostraram que os instrumentos de diâmetros maiores falharam por fadiga em menor tempo que os instrumentos menos calibrosos. Entretanto, esta mesma tendência não foi confirmada por Yared et al. (2000) após a utilização clínica de instrumentos *ProFile* /06 em quatro molares humanos.

O grau de conicidade dos instrumentos também se mostrou relevante, já que em geral um aumento de conicidade (*taper*) leva a uma redução no tempo até a fratura das limas submetidas à fadiga (Haikel, 1999; Melo, 1999; Gambarini, 2001b; Bahia, 2004).

Os ensaios realizados no estudo de Bahia (2004), ao utilizar instrumentos endodônticos de NiTi *ProFile* .04 e .06, mostraram que a resistência à fadiga é definida pela amplitude de deformação máxima a que cada instrumento é submetido. A maior resistência à fadiga foi verificada nos instrumentos de

menor diâmetro, submetidos a menores amplitudes de deformação. O valor da amplitude de deformação em tração, ϵ_a , na superfície de um instrumento com diâmetro D , inserido em um canal com raio de curvatura R , pode ser estimado através da expressão:

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

A deformação mais severa, durante a formatação de canais curvos, ocorre nas regiões externas dos instrumentos. O diâmetro destas regiões depende do calibre e da conicidade do instrumento, assim como sua posição ao longo do comprimento. O calibre dos instrumentos *ProFile* é o diâmetro da ponta, D_0 , em décimos de milímetros. Tomado L como a distância da ponta a certa posição ao longo do comprimento do instrumento e T como seu *taper*, o diâmetro D_L nesta posição é dado por:

$$D_L = D_0 + TL \quad (\text{equação 2})$$

A partir daí, verificou-se que os valores estimados da amplitude máxima de deformação a que cada instrumento *Profile* .04 e .06 foi submetido no ponto de flexão máxima variaram de 3,3% para instrumentos 20/.04 a 5% para os 30/.06.

Melo et al. (2002) e Bahia (2004) também observaram que o acabamento superficial dos instrumentos não apresentou uma relação direta entre a incidência da fratura e a concentração dos defeitos de usinagem. O local de fratura sempre coincidiu com a região de curvatura máxima dos canais e o aspecto das superfícies de fratura indicou que a amplitude de tensão nesta região foi elevada, levando à nucleação de múltiplas trincas no perímetro dos

instrumentos. As principais características das superfícies de fratura foram a presença de pequenas regiões lisas, que corresponderam às áreas de propagação lenta das trincas e uma grande área fibrosa central, associada à ruptura final.

O comportamento em fadiga expresso pelos instrumentos de NiTi *ProFile* é característico de fadiga de baixo ciclo ($NCF < 10^3$), onde as trincas são nucleadas precocemente e a sua propagação lenta ocupa a maior fração da vida em fadiga do dispositivo (Bahia & Buono, 2005). Tobushi et al. verificaram, que quando a amplitude de deformação em tração, ϵ_a , é maior que 0,8% a 1,0%, o $NCF < 10^4$; e quando ϵ_a é menor que 0,8% a deformação superelástica corresponde à transformação de fase R, onde a vida em fadiga se estende por mais de 10^7 ciclos.

A presença de uma grande densidade de trincas secundárias nas superfícies de fratura dos instrumentos *ProFile* indica que este padrão ramificado de trincas secundárias pode constituir um dos mecanismos dissipadores de energia responsáveis pela grande resistência à fadiga das ligas superelásticas empregadas na endodontia (Bahia & Buono, 2005)

Outros autores (Tobushi et al., 1997; Furuichi et al., 2003) também observaram que a resistência à fadiga das ligas NiTi depende do tipo de transformação induzida por tensão a que elas são submetidas, sendo que as melhores propriedades são obtidas quando apenas a transformação de fase R é induzida, uma vez que, nesses casos, se verifica apenas uma pequena deformação do material.

A complexidade anatômica dos canais em que são utilizados os instrumentos dificulta a correlação dos resultados relacionados à resistência à fadiga, obtidos experimentalmente, com os dados que ocorrem na prática clínica. A reprodução dos diferentes tipos de tensão que o instrumento sofre no interior de um canal curvo e irregular é muito difícil (Gambarini, 2001).

Quando se pensa nos modos de carregamento a que os instrumentos rotatórios de NiTi são submetidos no SCR, observa-se carregamento simultâneo de flexão e torção. Em determinadas situações, dependendo da geometria e calibre original do canal associados ao desenho e diâmetro do instrumento e à pressão apical exercida, tensões de tração, compressão e torção podem incidir concomitantemente sobre o instrumento endodôntico (Bahia,2004).

Tendo isto em vista, Yared et al. (1999) avaliaram a resistência à fadiga de instrumentos *ProFile .06* acionados a motor após o uso clínico simulado em canais mesiais de molares inferiores extraídos, e expostos a NaOCl 2,5% e ciclos de esterilização em calor seco antes de cada utilização. Os instrumentos utilizados em cinco (grupo 1) ou em dez canais (grupo 2), com uma velocidade de 150 rpm, foram comparados com instrumentos sem uso. Para verificar a vida em fadiga restante, os instrumentos foram girados livremente até a fratura em um canal artificial de tubo de metal, com 2mm de diâmetro interno e 90° de ângulo de curvatura. Os instrumentos mostraram-se seguros após o emprego em dez canais radiculares, sendo que nenhuma fratura foi observada. Entretanto, sinais de deformação plástica ocorreram em quatro instrumentos do

grupo 2. Não foi observada diferença estatística entre o NCF realizado pelos instrumentos de mesmo calibre, nos diferentes grupos experimentais, sendo que os instrumentos #15 e #20 foram os mais resistentes à fratura. As deformações encontradas podem ser decorrentes do aumento de pressão apical e/ou uso prolongado destes instrumentos durante as recapitulações. A posição do instrumento dentro do canal foi a mesma em todos os testes, com 2mm da ponta para fora do canal artificial. Dessa forma, o limite de segurança de dez canais corresponderia à utilização clínica dos instrumentos no preparo de 5 molares, já que apenas os canais curvos induzem fadiga nos instrumentos durante o preparo mecânico.

Os resultados dos estudos de Gambarini (2001a, b) demonstraram que o uso repetido dos instrumentos rotatórios de NiTi de mesmo diâmetro reduziu a resistência à fadiga dos mesmos, quando comparados com o grupo controle.

Patiño et al. (2005), ao testarem a resistência à fratura de três importantes marcas comerciais disponíveis no mercado - *K3* (Kerr Europe, Herts, Reino Unido), *ProFile* (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) e *ProTaper* (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) – observaram que a maior incidência de fratura ocorreu em instrumentos utilizados oito vezes ou mais, não havendo diferenças significativas entre os diferentes tipos de instrumentos.

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. Alguns estudos mostram

que a velocidade de rotação influencia a resistência dos instrumentos em canais curvos, com vida útil mais longa ocorrendo quando são utilizadas velocidades menores de rotação (Dietz et al., 2000; Martín et al., 2003). Yared et al. (2001) usando o mesmo torque em três velocidades, 150, 250 e 350 rpm, acharam que a incidência de travamento do instrumento, deformação e separação foram maiores quando utilizaram maior velocidade. Entretanto, nos estudos de Pruett et al. (1997) e Melo et al. (2002) a velocidade de rotação não teve efeito sobre o número de ciclos até a fratura, e não foi considerada um fator significativo no que diz respeito à fratura de instrumentos endodônticos de NiTi. Do ponto de vista metalúrgico, Eggeler et al. (2004) verificaram uma redução da resistência à fadiga de fios de NiTi associada a maiores velocidades de rotação, uma vez que as amostras submetidas à maior velocidade rotacional (800 rpm) foram as que apresentaram o menor número de ciclos até a fratura. O efeito da velocidade na vida em fadiga dos fios estaria relacionado à produção de calor durante a formação de martensita induzida por tensão. Desta forma, um pequeno aumento da temperatura dos fios durante os testes resultou em um aumento significativo da tensão de transformação martensítica, diminuindo o NCF e antecipando a fratura por fadiga. Entretanto, durante o uso de instrumentos rotatórios no interior dos canais radiculares, este aumento de temperatura pode ser minimizado pelo meio úmido, proporcionado pelas soluções irrigadoras, possibilitando uma eficiente dissipação do calor.

2.5.3 Fratura por torção

A fratura por torção de um metal dúctil ocorre por cisalhamento ao longo dos planos submetidos às tensões máximas de cisalhamento. Ocorrem grandes deformações plásticas em torção, que resultam, inclusive, em mudanças consideráveis no comprimento da amostra (Dieter, 1986).

O torque aplicado ao instrumento é um entre muitos parâmetros que influenciam a incidência de travamento, deformação e fratura por torção. O torque é geralmente expresso em g.cm ou N.cm: o produto entre uma unidade de força e uma unidade de distância. Desta forma, traduz-se, então, como uma força que gera uma tensão (Bolger & Gough; 1985). Quando um instrumento é utilizado com um alto valor de torque, ele mostra-se muito ativo e é provável um aumento na incidência de fratura. Caso o nível de torque aplicado ao instrumento seja igual ou maior ao valor de torque até a fratura, o instrumento irá deformar-se e/ou romper-se (Gambarini, 2001 b,c; Peters & Barbakow, 2002; Yared e Sleiman, 2002, Bahia, 2004).

A medida da deformação no ensaio de torção é calculada pela deflexão angular, dada pelo deslocamento de um ponto da amostra próximo à cabeça giratória, em relação a outro ponto em uma mesma linha longitudinal próximo à outra extremidade (Dieter, 1986).

2.5.4 Fratura por torção em instrumentos de NiTi

O outro tipo de fratura, muito prevalente na prática endodôntica, ocorre por torção. Esta fratura se dá quando a ponta ou qualquer outra 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 (Serene et al., 1995; Bahia, 2004). A fratura ocorrerá quando a tensão no ponto de fratura do instrumento for maior que a resistência do mesmo (Yared, 2004).

Segundo Bolger & Gough (1985) a avaliação da resistência à fratura das limas endodônticas costuma ser feita a partir de parâmetros estabelecidos pela American Dental Association (ADA), através das especificações número 28 e 58. A determinação da resistência à fratura por torção ocorre através das medidas de torque (resistência torsional) e deflexão angular (número de graus que o instrumento é girado). A resistência torsional e o ângulo de rotação até a fratura dos instrumentos são características determinadas pelo material, método de fabricação e geometria do instrumento, bem como quaisquer procedimentos que possam afetar negativamente estas propriedades (Iverson et al., 1985).

O travamento dos instrumentos não é comum em canais retos cuja resistência da dentina à remoção é normalmente baixa. Por outro lado, a resistência à remoção da dentina é alta em canais curvos e calcificados, e o instrumento pode prender-se próximo à ponta. Nestas situações, o alto torque fornecido pelo motor pode causar imediatamente a fratura do instrumento preso, uma vez que não há tempo para parar o motor ou retraindo o instrumento (Gambarini, 2001b; Yared e Sleiman, 2002, Bahia, 2004).

Uma possível solução para este problema é o uso de motores endodônticos com baixo torque, que trabalham abaixo dos valores máximos de torque até a fratura de cada instrumento. Teoricamente, no caso de um instrumento ser submetido a níveis de torque iguais ao valor selecionado, o motor com baixo torque pararia de girar, podendo ainda reverter a direção da rotação. Assim, é possível reduzir bastante a ocorrência de deformação plástica e/ou fratura do instrumento (Gambarini, 2000).

Os valores de torque gerados durante o preparo dos canais dependem de uma variedade de fatores, e talvez o mais importante seja a extensão da área de contato entre as paredes dentinárias e o instrumento. Esta extensão de área e a conseqüente fricção criada são influenciadas pela seqüência de instrumentação e pelo uso de instrumentos com conicidades variáveis. Uma técnica de instrumentação *crown-down* é superior à *step back* na diminuição dos riscos de fratura, por impedir que uma grande área do instrumento fique em contato com a dentina e possa se prender (Peters, 2004). Adicionalmente, Schrader & Peters (2005) demonstraram que uma seqüência de instrumentação que engloba instrumentos de diferentes *tapers* os submete à menores tensão e força apical durante a instrumentação, e portanto é mais segura em relação à resistência torsional.

Importante ressaltar que os limites elástico e de fratura dos instrumentos rotatórios de NiTi, assim como sua eficiência de corte, são obviamente dependentes do *design*, dimensão e conicidade dos mesmos (Gambarini, 2001). Este autor sugere que os valores ideais de torque para cada instrumento

deveriam ser estabelecidos pelos fabricantes, de forma a associar a melhor capacidade de corte a um menor risco de fratura.

Em vários estudos que utilizaram instrumentos do sistema *ProFile* foi observada uma relação direta entre os valores de torque até a fratura e o diâmetro do instrumento (Svec & Powers, 1999; Peters & Barbakow, 2002; Bahia, 2004). A mesma relação foi verificada por Ulmann & Peters (2005) ao analisarem instrumentos do sistema *ProTaper*.

Peters & Barbakow (2002) utilizaram uma abordagem diferente para avaliar o torque e a força apical gerados pela rotação de instrumentos *ProFile* .04 em dentes unirradiculares com canais ligeiramente 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. Os valores de torque até a fratura obtidos pelos testes segundo a Especificação N° 28 da ADA, foram mais altos do que aqueles gerados durante o preparo de dentes extraídos com pequena curvatura (13,2°).

A anatomia dos canais também tem um papel determinante na resistência torsional dos instrumentos rotatórios de NiTi. Booth et al. (2003) compararam o torque até a fratura em três sistemas rotatórios de NiTi utilizados em canais artificiais com curvaturas agudas e graduais, cujas pontas foram presas para simular o travamento nas paredes dos canais. Seus resultados mostraram que

a fratura ocorreu com um menor valor de torque naqueles canais onde a curvatura era mais aguda. Além disso, foi ratificada a tendência de que limas mais finas fraturaram com menor torque se comparadas às mais calibrosas.

Peters et al. (2003) demonstraram que os valores de torque se correlacionam não apenas à força apical exercida, mas também ao volume anatômico do canal a ser preparado. A instrumentação de canais estreitos e constrictos submete os instrumentos rotatórios a maiores cargas torsionais. De forma similar, a pressão apical exercida aumenta simultaneamente durante o preparo de canais menos volumosos.

As velocidades de rotação também podem influenciar a resistência à torção de instrumentos rotatórios de NiTi. Se usado em velocidades muito altas, o instrumento se torna mais perigoso, uma vez que aumenta o risco de se prender e parafusar nas paredes do canal, predispondo à fratura. A fricção e o potencial para a fratura aumentam quando o instrumento é trabalhado no interior do canal com alta velocidade e pressão apical, já que as lâminas de corte tendem a travar e o deslocamento das raspas de dentina é diminuído (Ruddle, 2003).

Por outro lado, quando um instrumento de NiTi é usado em uma velocidade menor do que a ideal, ele tende a perder eficiência de corte. Com a eficiência de corte reduzida, a progressão do instrumento no interior do canal é mais difícil. Neste caso, o operador acaba por forçar o instrumento apicalmente e o risco de travamento e fratura aumentam (Gambarini, 2001c; Yared e Sleiman, 2002; Ruddle, 2003).

O estudo experimental de Dietz et al. (2000) mostrou que a velocidade de rotação influencia a fratura de limas de NiTi. Em comparação com a velocidade de rotação de 350 rpm, a velocidade de 150 rpm possibilitou retardar a fratura das limas e permitir uma maior profundidade de penetração da ponta do instrumento antes que a separação ocorresse, em todos os diâmetros de instrumentos testados.

Já a constância da velocidade é de extrema importância para permitir que as limas de NiTi sejam empregadas uniformemente durante a instrumentação dos canais (Gambarini, 2001c).

Baseados no critério da presença ou não de deformação nas superfícies de instrumentos fraturados, tal como destorcimento das espirais, Sattapan et al. (2000) revelaram que um número maior de instrumentos *Quantec* (*Quantec Series 2000*, Tycom Corp, Irvine, CA) falhou por torção (55.7%) que por fadiga (44.3%). Estes resultados podem estar relacionados às características de utilização do sistema *Quantec* recomendada pelos fabricantes, onde apenas reduzida dilatação coronária é realizada antes do preparo apical. A maioria das falhas ocorreu nos instrumentos de menores diâmetros, que sabidamente são menos resistentes à torção. Além disso, estes instrumentos menos calibrosos são usados para o preparo da porção apical dos canais radiculares de forma *step back*, o que aumenta a possibilidade de travamento próximo à ponta dos mesmos.

Ao utilizar microscopia eletrônica para avaliar um grande número de instrumentos de níquel-titânio dos sistemas *ProFile*, *ProFile GT* e *ProTaper*

descartadas após o uso clínico, Alapati et al. (2005) observaram que os instrumentos fraturados geralmente apresentavam microcavidades nas suas superfícies de fratura, os quais são indicativos de fratura dúctil. A partir desta verificação, os autores sugerem que a fratura dos instrumentos endodônticos seja causada predominantemente por torção e em menor extensão por fadiga durante o uso clínico.

Svec e Powers (1999) analisaram o uso clínico simulado de instrumentos *ProFile* e seu efeito sobre os valores de torque e deflexão angular dos mesmos. Os resultados mostraram que a simulação de condições clínicas, através da utilização de agentes irrigantes e esterilização em autoclave, assim como a exposição das limas ao processo de fadiga, não afetou, de forma significativa, seu comportamento em torção.

Contrariamente a estes resultados, Yared (2004) demonstrou que os instrumentos utilizados durante o preparo de 5 canais artificiais apresentaram menores valores de torque até a fratura quando comparados a instrumentos novos. Este autor sugere que a fadiga flexural ou torsional, gerada pelo uso dos instrumentos em canais curvos e pelo travamento dos mesmos no interior dos canais, poderiam facilitar a propagação de trincas e então, reduzir os valores de torque até a fratura e de deflexão angular máxima dos instrumentos usados. Estes resultados sugerem que o uso dos instrumentos afeta tanto os valores deflexão angular quanto os de torque até a fratura.

De forma semelhante, Bahia (2004) observou ainda que a deformação cíclica de instrumentos *ProFile* até metade e três quartos da sua vida em fadiga

produziu uma redução estatisticamente significativa nos valores de torque até a fratura e de deflexão angular máxima em todos os instrumentos ensaiados em torção, quando comparados aos valores obtidos por instrumentos novos. É importante mencionar que a geometria do canal artificial, utilizada neste estudo, determina a localização do ponto de flexão máxima a aproximadamente 3mm da ponta do instrumento, coincidindo com região do instrumento que é presa às garras durante os ensaios de torção. Esta coincidência garante que os instrumentos sejam submetidos tanto às tensões de flexão como torção na mesma região, diferentemente de outros estudos onde a amplitude de deformação se localizou em média de 5 a 7mm da ponta e nos testes de torção o instrumento é preso a 3mm da ponta. Logo, áreas diferentes dos instrumentos são submetidas às tensões de fadiga e torção.

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 específico de cada instrumento até a fratura. É imperativo o cuidado com a força apical imposta sobre o instrumento após o preparo de canais curvos, já que sua resistência à torção é menor. Também é preciso compreender 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 um 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 (Bahia, 2004). O melhor seria evitar o uso clínico prolongado e

utilizar instrumentos rotatórios de NiTi novos para os casos mais complexos (Gambarini, 2001c).

Acredita-se que o uso de lubrificantes durante a instrumentação rotatória dos canais radiculares também possa ajudar a reduzir o risco de fratura dos instrumentos através da diminuição do atrito do instrumento com as paredes do canal. Peters et al. (2005) demonstraram experimentalmente que soluções irrigadoras aquosas foram as mais efetivas na diminuição do atrito gerado durante a instrumentação dos canais, e que a indicação de produtos viscosos está associada a instrumentos com maior poder de corte.

2.6 Controle de infecção e esterilização em Endodontia

Os instrumentos endodônticos acionados a motor e confeccionados em NiTi têm ganhado popularidade nos últimos anos, baseada na sua superior capacidade de preparo dos canais radiculares em relação aos instrumentos manuais. Devido ao alto custo, estes instrumentos usualmente são reutilizados, o que torna essencial seguir criteriosamente os procedimentos de controle de infecção (O'Hoy et al., 2003)

A infecção cruzada é uma grande preocupação na Odontologia, porque trata da transmissão de doenças via cavidade bucal. O tratamento endodôntico envolve contato direto com sangue, tecido pulpar infectado e fluidos tissulares.

Uma técnica asséptica é especialmente importante na Endodontia, uma vez que os microrganismos são a principal causa das alterações endodônticas.

Desta forma, a esterilização das limas é importante por duas razões: a eliminação da contaminação cruzada entre os pacientes e o aumento da taxa de sucesso dos tratamentos endodônticos (Hurt & Rossman, 1996).

Os instrumentos odontológicos devem ser resistentes aos efeitos físicos e químicos aos quais estão sujeitos durante os processos de desinfecção, esterilização e contato com medicamentos e soluções irrigadoras (Mitchell et al., 1983).

Canalda-Shali et al. (1998) relatam que o sucesso do tratamento endodôntico se relaciona à limpeza e formatação adequadas e à completa obturação do SCR, associado à necessidade de controle da assepsia e prevenção da infecção cruzada. As limas usualmente são re-utilizadas na preparação de canais radiculares, o que envolve repetidas exposições à esterilização entre os usos. As propriedades mecânicas dos instrumentos, tais como a flexibilidade, resistência à fratura por torção e eficiência de corte, não deveriam ser significativamente alteradas, ou preferencialmente melhoradas pelos procedimentos de esterilização. Deste modo, as limas previamente usadas seriam seguras e efetivas na limpeza e formatação de canais.

Martins et al. (2002) demonstraram, através de análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia de raios-X (EDS), a presença de imperfeições e material aderido (principalmente cálcio e enxofre) na superfície de instrumentos novos *Profile 20/.04, 25/.04 e 20/.06*. Os processos convencionais utilizados para limpeza, incluindo lavagem com escova, banho ultra-sônico e esterilização não foram suficientes para remover

as substâncias aderidas nas limas. Observou-se também a adesão de raspas de dentina a estes depósitos após a instrumentação de canais radiculares. Dessa forma, os autores mostraram a necessidade de uma revisão dos métodos de limpeza dos instrumentos convencionalmente utilizados, uma vez que os depósitos de dentina aderidos à superfície das limas podem impedir a esterilização adequada das mesmas e aumentar o risco de infecção cruzada entre os pacientes.

Para remover completamente a matéria orgânica e os debris acumulados, devem-se realizar procedimentos efetivos de limpeza previamente aos processos de esterilização. Linsuwanont et al. (2004 a, b) encontraram que, em condições laboratoriais, a seqüência de procedimentos de limpeza utilizada, incluindo armazenamento dos instrumentos em meio úmido enquanto aguardam a limpeza, escovação, imersão em hipoclorito de sódio (NaOCl) 1% e limpeza em cuba ultrasônica, removeu totalmente os debris orgânicos. Entretanto, durante a prática clínica, este protocolo reduziu substancialmente a contaminação biológica, mas a limpeza completa foi alcançada em apenas 87% dos casos.

Embora seja eficiente na remoção de matéria orgânica, apresente propriedades viruscida e bactericida, o NaOCl é altamente corrosivo aos metais, podendo causar a deterioração dos instrumentos endodônticos e potencialmente enfraquecer a estrutura dos mesmos (O'Hoy et al., 2003). Haikel et al. (1998) não verificaram nenhum efeito significativo nas propriedades mecânicas de instrumentos de NiTi imersos em solução aquosa de NaOCl 2,5% por 12 ou 48

horas. O'Hoy et al. (2003) também não identificaram evidências de corrosão nem redução da resistência, tanto flexural quanto torsional, em instrumentos rotatórios de Niti de diferentes marcas comerciais após 10 ciclos de limpeza utilizando imersão em soluções de NaOCL a 1% (tempo total de imersão de 2,5 horas). Entretanto, quando o período de imersão foi aumentado para 18 horas, observou-se uma extensa corrosão dos instrumentos.

De acordo com o American Dental Association Council on Dental Therapeutics (1988), a esterilização é o processo pelo qual todas as formas de microrganismos são destruídas, incluindo vírus, bactérias, fungos e esporos. Os métodos de esterilização incluem o uso de vapor pressurizado (autoclave), calor seco, vapor químico, gás de óxido de etileno ou imersão em esterilizadores químicos.

O Center for Disease Control (CDC) e ADA Council on Dental Therapeutics (1988,1996) recomendam a esterilização através de aquecimento a todos os instrumentos que possam suportar repetidos ciclos nas temperaturas desejadas. Os métodos de esterilização que envolvem os processos físicos, particularmente o calor úmido (operacionalizado pela autoclave) e o calor seco (desenvolvido pela estufa), representam os mais freqüentes métodos de esterilização utilizados nas clínicas odontológicas (Samaranayake et al. 1995; Estrela & Figueredo, 1999; Estrela, 2004).

O ciclo de esterilização, quer seja em autoclave ou em estufa, consiste de um período de aquecimento, tempo de manutenção e tempo de resfriamento (Samaranayake et al., 1995). A autoclave (calor úmido sob pressão) é o

método mais rápido, visto que, em virtude da pressão, apresenta um maior poder de penetração. Além disso, a umidade catalisa a coagulação das proteínas, que constitui o mecanismo de ação deste método. A autoclave convencional exige um tempo de 20 minutos a 121°C sob pressão de 15 libras, porém, o ciclo para esterilização necessita de um tempo total de, no mínimo, 90 minutos (Miller, 1996; Estrela & Figueredo, 1999, Estrela, 2004). Da mesma forma, Reams et al. (1995) afirmam que períodos mais longos podem ser necessários para que o vapor alcance efetivamente o centro de pacotes muito grandes; entretanto, um período de 30 minutos normalmente é adequado. Um dos inconvenientes provocados pela autoclave convencional é a corrosão nos instrumentos metálicos, devido ao alto teor de oxigênio presente nestes aparelhos (Miller, 1996; Estrela & Figueredo, 1999, Estrela, 2004). Outros problemas também podem ocorrer como empacotamento inadequado, falhas em se alcançar a temperatura/pressão adequada, ou excesso de água (Reams et al., 1995).

O calor seco (*Forno de Pasteur*, comercializado com o nome de “estufa”) é o método mais barato de esterilização. No entanto, ele exige uma temperatura elevada e um ciclo longo, uma vez que é menos penetrante que o vapor. O ciclo recomendado para que se efetue a esterilização por calor seco é de 160°C durante 2 horas ou 170°C durante uma hora. A destruição dos microrganismos é ocasionada pela destruição das proteínas microbianas. Este método é preferido por muitos profissionais porque preserva da corrosão o corte/fio dos instrumentos metálicos. Contudo, a alta temperatura altera os materiais termo-sensíveis como a borracha, o plástico, os polímeros, a celulose

e os tecidos (Reams et al., 1995; Samaranayake et al., 1995; Miller, 1996; Estrela & Figuredo, 1999, Estrela, 2004).

Algumas das vantagens e desvantagens de diferentes métodos de esterilização estão apresentados na TAB.2.

TABELA 2

Vantagens e desvantagens da esterilização com vapor úmido, vapor químico e calor seco.

	Autoclave	Quimiclave	Estufa
Ciclo de esterilização	Curto (3-30 min)	Intermediário (30-45 min)	Longo (> 60 min)
Umidade residual	Presente*	Presente*	nenhuma
Efeito a longo prazo sobre os instrumentos	Possível corrosão ou oxidação	Corrosão ou oxidação mínima	Afeta a têmpera e a fragilidade das bordas cortantes
Interrupção do ciclo	Impossível	Impossível	Possível
Outros riscos	–	Possíveis riscos químicos	Combustão espontânea do papel > 175°

* a não ser que existam ciclos de secagem

FONTE: Samaranayake et al., 1995

2.7 Influência dos processos de esterilização nas propriedades mecânicas dos instrumentos de NiTi

Ao aderir aos princípios de assepsia, os endodontistas se confrontam com um dilema: deixar livres de patógenos os instrumentos a serem utilizados e ao mesmo tempo certificarem-se de que o método de esterilização empregado não causará danos aos mesmos (Mitchell et al., 1983).

De acordo com Serene et al. (1995) qualquer deformação que ocorra em instrumentos de níquel-titânio decorrente do uso pode ser removida através do aquecimento do mesmo a uma temperatura maior que 125°C. O tratamento térmico reorienta a estrutura cristalina da fase martensítica de volta à fase austenítica, o que restaura a superelasticidade da liga. Portanto, é possível que a esterilização por calor seco ou autoclave possa "rejuvenescer" os instrumentos de NiTi após cada uso. Os mesmos autores mostraram que o valor de dureza Vickers em hastes de instrumentos de aço inoxidável permanecia constante após serem submetidas a esterilizações em estufa ou autoclave. Por sua vez, o valor de dureza Vickers em hastes de níquel-titânio apresentou um aumento em torno de 20%, após os ciclos de esterilização. Esta variação representa um aumento estatisticamente significativo na dureza da liga após ser esta submetida a processos de esterilização, e sugere que a esterilização aumenta a vida em fadiga dos instrumentos rotatórios de NiTi.

Contrariamente, Silvaggio e Hicks (1997) demonstraram que o tratamento térmico como resultado da esterilização, seja em autoclave ou em estufa, não aumentou a vida útil dos instrumentos de níquel-titânio *ProFile Série 29®*, de números 2 a 10, com *taper.04*.

Canalda-Shali et al. (1998) verificaram o efeito de dez ciclos de esterilização em estufa ou autoclave na resistência à torção e ao dobramento de limas tipo K confeccionadas em níquel-titânio (*Nitiflex®*, *Naviflex®*), titânio (*Microtitane®*) ou aço inoxidável (*Flexofile®*, *Flex R®*). Este estudo demonstrou que a esterilização por calor seco ou autoclave reduziu levemente a flexibilidade de

limas confeccionadas em aço inoxidável e níquel-titânio, enquanto a flexibilidade das limas de titânio aumentou após a esterilização. A resistência à fratura por torção após esterilização diminuiu levemente nas limas de aço inoxidável, e significativamente nas de titânio; nas limas de NiTi os valores aumentaram ou diminuíram de acordo com as variações de diâmetro.

Os resultados de Mize et al. (1998) apontam no sentido de um aumento na resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de Ni-Ti *Lightspeed # 40*, após tratamento pelo calor resultante do processo de esterilização em autoclave, apesar deste aumento não ter se mostrado significativo.

Rapisarda et al., em 1999 relataram uma redução de 20% na capacidade de corte de limas de níquel-titânio *ProFile .04* e *.06* após 7 ciclos de esterilização em autoclave, e de 50% após 14 ciclos. Segundo os autores, esta alteração foi demonstrada por uma alteração na superfície dos instrumentos. A esterilização em autoclave aparentemente produz um aumento na quantidade de óxido de titânio na camada mais superficial dos instrumentos, em comparação com a superfície da liga NiTi não esterilizada. A redução na capacidade de corte de limas esterilizadas aumentaria o tempo necessário para a instrumentação, através de maior tempo na remoção de uma mesma quantidade de dentina do que com o uso de limas novas, não-esterilizadas.

Hilt et al. (2000) observaram um pequeno aumento nos valores de microdureza de instrumentos endodônticos tipo K # 30 manuais de aço inoxidável e níquel-titânio submetidos a esterilização em dois tipos diferentes de autoclave, porém esta alteração não foi estatisticamente significativa. De acordo com estes

autores, o número de ciclos ou o tipo de processo de esterilização não afetariam o torque, a dureza e a microestrutura destes instrumentos.

A promissora biocompatibilidade das ligas NiTi é atribuída à presença de uma camada superficial homogênea e uniforme de TiO_2 , que também é responsável por uma excelente resistência aos processos de corrosão. Thierry et al. (2000) realizaram diferentes processos de esterilização como calor seco, autoclave e óxido de etileno, em discos de NiTi. A monitorização da composição química da superfície e da camada de óxidos, da topografia, e da energia de superfície indicaram modificações superficiais. Os resultados mostraram que os processos de esterilização são capazes de modificar a composição química da superfície da liga NiTi e o teor de níquel na superfície. Superfícies tratadas por calor seco, autoclave e óxido de etileno apresentaram camadas de óxido mais espessas e teores de níquel levemente maiores. Apesar de a esterilização causar um aumento na rugosidade de superfície, esta alteração foi pequena.

Yared et al. (1999), em um estudo avaliando a resistência à fadiga de instrumentos rotatórios *ProFile .06* após o uso clínico simulado em cinco e dez canais mesiais de molares inferiores extraídos, não obtiveram resultados estatisticamente diferentes entre os grupos para instrumentos de mesmo calibre. Esperava-se que o número de ciclos até a fratura diminuísse em função do maior número de utilizações. É possível que no canal artificial utilizado por esses autores a deformação cíclica não tenha se concentrado na mesma região onde ela é encontrada numa situação clínica. Além disso, uma outra possibilidade seria a melhoria das características dos instrumentos devido à

esterilização, como mostrado em estudos anteriores, o que explicaria a estabilização do número de ciclos até a fratura.

Já em 2000, Yared et al. mostraram que a esterilização em autoclave e o uso clínico na presença de hipoclorito de sódio 2,5% não levaram à diminuição no número de ciclos até a fratura dos instrumentos. De acordo com os autores, os instrumentos rotatórios *Profile* .06, calibres 15-40, podem ser usados seguramente para a instrumentação de quatro molares. Estes autores utilizaram os instrumentos clinicamente em quatro molares humanos e avaliaram a vida restante em fadiga através de um dispositivo com canal artificial apresentando curvatura de 90°.

A simulação de condições clínicas através da exposição a hipoclorito de sódio 5,25% e esterilização em Chemiclave a 132°C por 30 minutos realizada por Svec & Powers (1999) não levou a grandes alterações na resistência à torção nem nos valores de deflexão angular de instrumentos *ProFile* taper.04.

Melo et al. (2002) ratificaram as observações de Serene et al. (1995), mostrando um aumento de 70% na média de ciclos até a fratura em instrumentos rotatórios novos de níquel-titânio *ProFile* Série 29 (#5) e *Quantec* 2000 (#6 e #8), após cinco ciclos de esterilização em estufa. Entretanto, o aumento na dureza do material permaneceu na faixa de 6% a 8%.

A literatura se mostra bastante controversa a respeito da influência que os processos de esterilização possam exercer sobre a liga níquel-titânio, e possíveis alterações na eficiência de corte, dureza da liga, resistência à corrosão e principalmente resistência à fratura. Estabelece-se, portanto, a

necessidade de um estudo detalhado sobre o assunto, uma vez que alguns aspectos ainda permanecem obscuros e que o uso dos processos de esterilização no controle de infecção na prática odontológica pode ser uma possibilidade para se aumentar a vida útil dos instrumentos de NiTi.

OBJETIVOS

3. OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

Avaliar a influência de repetidos ciclos de esterilização em estufa ou autoclave nas propriedades mecânicas de instrumentos endodônticos de NiTi *ProFile* acionados a motor.

3.2 Objetivos Específicos

- Avaliar a influência dos processos de esterilização (estufa e autoclave) nos valores médios de Microdureza Vickers de instrumentos de NiTi *ProFile* 30./06.
- Avaliar a influência dos processos de esterilização (estufa e autoclave) no comportamento em torção de instrumentos de NiTi *ProFile* 20/.04 e 25/.04, através dos valores médios de torque máximo até a fratura e deflexão angular máxima, determinados em ensaios de torção.
- Avaliar a influência dos processos de esterilização (estufa e autoclave) na resistência à fadiga de instrumentos de NiTi *ProFile* 25/.06 e 30./06, através do número médio de ciclos até a fratura, determinado em ensaios de fadiga.
- Avaliar a influência dos ciclos de esterilização na vida restante de instrumentos de NiTi *ProFile* 30/.06, deformados até a metade da sua vida

em fadiga previamente à esterilização, através do número médio de ciclos até a fratura, determinado em ensaios de fadiga.

- Avaliar a influência dos processos de esterilização (estufa e autoclave) nos parâmetros que descrevem o comportamento das ligas superelásticas de níquel-titânio, através de ensaios em tração em fios de NiTi utilizados para a confecção de instrumentos *ProFile*

MATERIAL E MÉTODOS

4. MATERIAL E MÉTODOS

Toda a parte experimental deste estudo foi conduzida nos laboratórios do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.

Instrumentos novos do Sistema *ProFile* (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça), de 25mm de comprimento, assim como fios utilizados para a fabricação dos mesmos e fornecidos pelo fabricante, foram submetidos a cinco ciclos consecutivos de esterilização em estufa (Olidef, Ribeirão Preto, SP, Brasil) ou em autoclave (Cristófoli, Campo Mourão, PR, Brasil) (FIG.10, 11).



FIGURA 10 - Autoclave Cristófoli® utilizada para a esterilização dos instrumentos *ProFile* e fios de NiTi



FIGURA 11 - Estufa Olidef® utilizada para a esterilização dos instrumentos *ProFile* e fios de NiTi.

Em estufa, os ciclos de esterilização incluíram aquecimento a 170° em 40 minutos, manutenção nesta temperatura por 60 minutos, e então resfriamento até a temperatura ambiente, que durava em torno de 55 minutos. Na esterilização em autoclave foi utilizada água destilada, a uma pressão entre 1,4kgf/cm² e 1,8kgf/cm², no intervalo de temperatura de 122°C a 128°C, dentro de um tempo total de esterilização de 64 minutos (aquecimento em 10 minutos, esterilização em 21 minutos e secagem em 33 minutos).

Os instrumentos foram colocados em recipientes de vidro e devidamente acondicionados em uma caixa de aço inoxidável para a esterilização em estufa,

ou em embalagens autoclaváveis Steribag® (SSWhite, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) (FIG.12).



FIGURA 12 - Embalagem Steribag® utilizada para acondicionamento dos instrumentos e fios durante a esterilização em autoclave.

A escolha de cinco ciclos de esterilização foi baseada no fato, evidenciado na literatura e previamente relatado, de que os instrumentos rotatórios de NiTi podem ser utilizados com segurança para formatar dez canais radiculares. Como apenas os canais curvos são capazes de induzir fadiga nos instrumentos, cinco ciclos de esterilização correspondem ao uso clínico durante a vida útil média dos instrumentos.

4.1 Caracterização do Material

Instrumentos rotatórios de NiTi dos sistemas *ProFile*, *Quantec*, *K3*, *ProTaper* e *Race* foram analisados por Espectroscopia de Energia de Raios-X (EDS) em um Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV (JSM 5410 Jeol, Tokyo, Japão).

Para cada instrumento, foram selecionadas aleatoriamente 10 áreas, para determinação semi-quantitativa de sua composição química.

4.2 Ensaio de microdureza

As medidas de Microdureza Vickers (MHV) foram realizadas nas hastes de 30 instrumentos *ProFile* 30/06 novos, assim como recebidos, e em 60 instrumentos esterilizados em estufa ou autoclave, 30 instrumentos para cada condição. Todos os instrumentos tiveram seus cabos removidos e foram posicionados adequadamente em um suporte devidamente preparado para este fim, como pode ser verificado na FIG.13.

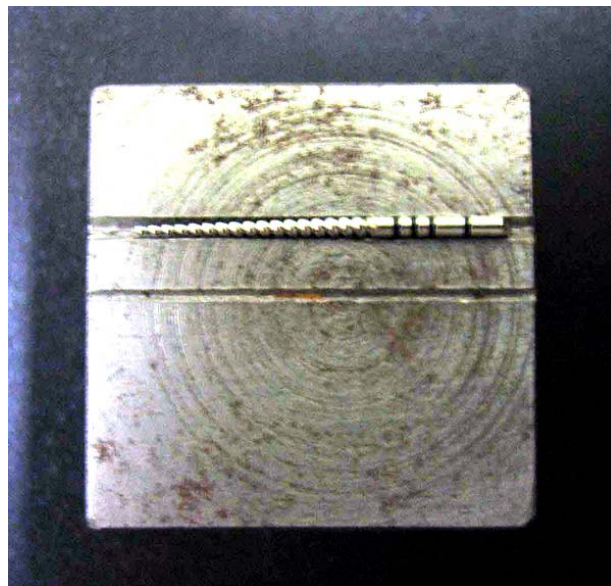


FIGURA 13 - Instrumento 30.06 posicionado adequadamente para os testes de Microdureza Vickers.

Para a realização do ensaio utilizou-se um microdurômetro (FM-1, Future-Tech, Tokyo, Japão) com uma carga de 200gf, produzindo uma impressão microscópica no material. Foram realizadas três endentações por amostra. A impressão obtida tinha a forma de um losango regular e a Microdureza Vickers foi calculada a partir das medidas das diagonais nos losangos.



FIGURA 14 - Microdurômetro utilizado durante os ensaios de Microdureza Vickers



FIGURA 15 - Detalhe da amostra posicionada no microdurômetro

4.3 Comportamento em Torção de instrumentos *ProFile*

Para os ensaios de torção, que foram realizados de acordo com a Especificação n° 28 da ANSI/ADA, foi utilizada uma máquina de torção para testes em bancada (Bahia, 2004) especialmente desenvolvida para este fim e mostrada em detalhes na FIG.16.

A medição de torque é realizada utilizando-se uma célula de carga, que através de um braço de alavanca mede o torque sobre o eixo que suporta a ponta fixa do instrumento. O dispositivo de ensaio possui, ainda, um programa para aquisição e processamento dos dados, especialmente desenvolvido para a comunicação com os instrumentos de leitura da carga e ângulo de rotação.

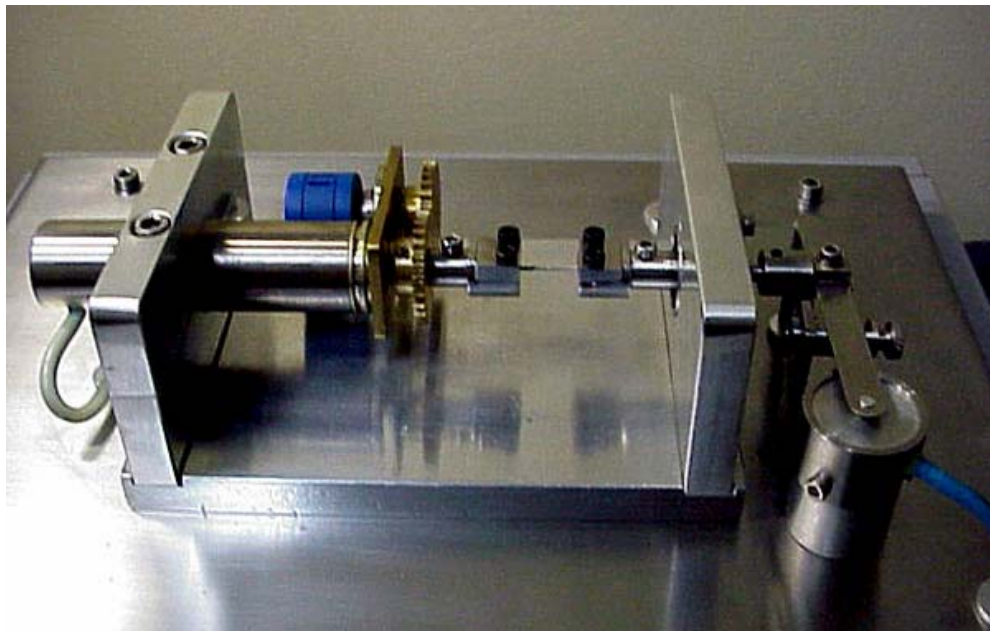


FIGURA 16 - Dispositivo de bancada para teste de torção.

FONTE - Bahia, 2004

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 foi “zerada” e a amostra posicionada.

Para a colocação dos instrumentos *ProFile* na máquina de testes, os cabos foram removidos, com um alicate adequado, no ponto de união do cabo com a haste. A haste de cada um foi então introduzida na garra de acionamento. Os 3mm finais da ponta do instrumento foram presos na outra garra conectada à célula de carga (FIG.17). O posicionamento adequado da ponta do instrumento é feito com o auxílio de um batente de 3mm de profundidade, usinado na parte inferior da garra. Para o aprisionamento seguro da ponta do instrumento

utilizou-se duas chapas de cobre recozido, de 0.3mm de espessura, posicionadas entre o instrumento e as garras.

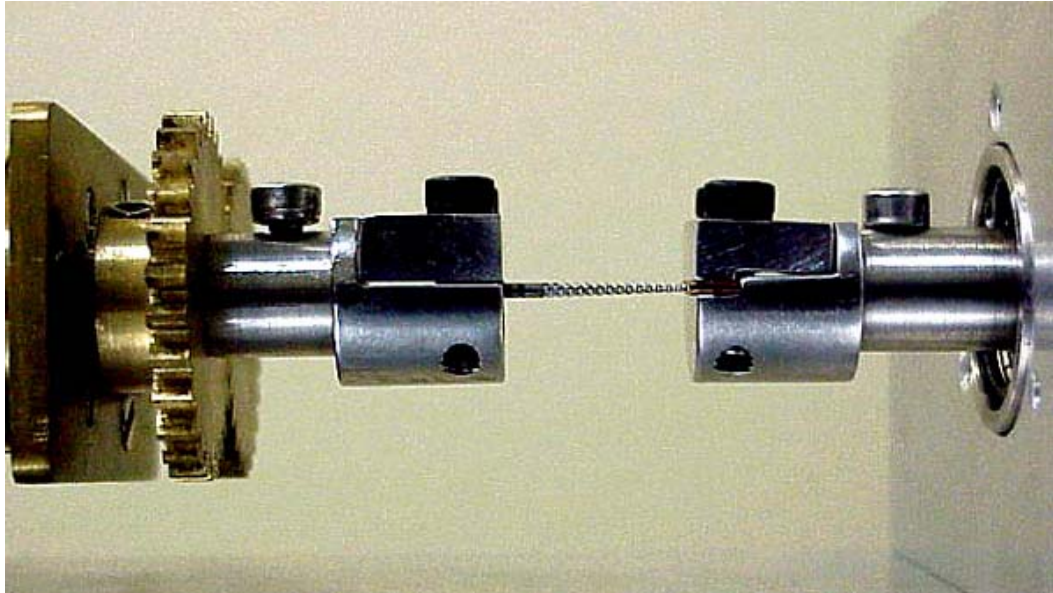


FIGURA 17 - Instrumento preso pelas garras do dispositivo para teste de torção.

FONTE - Bahia, 2004

Os 20 instrumentos novos (10 de cada um dos calibres 25/.04 e 20/.04), compondo o Grupo Controle para torção, foram ensaiados até a ruptura na bancada de torção, para determinação dos valores médios de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima. Em seguida, outros 30 instrumentos novos (15 de cada um dos calibres 25/.04 e 20/.04), previamente submetidos a cinco ciclos de esterilização em estufa e 30 instrumentos novos (15 de cada um dos calibres 25/.04 e 20/.04), submetidos a cinco ciclos de esterilização em autoclave, também foram ensaiados até a ruptura na mesma bancada. Este grupo serviu de referência para comparação dos valores médios de torque até a fratura e de deflexão angular máxima entre instrumentos esterilizados e não esterilizados.

4.4 Comportamento em Fadiga de Instrumentos *ProFile*

Os ensaios de fadiga foram realizados em um dispositivo de bancada (Bahia, 2004) que permite a livre rotação dos instrumentos em um canal artificial curvo, simulando a condição geométrica limite da instrumentação rotatória na prática clínica, considerando a região de curvatura máxima.

O dispositivo de ensaio de fadiga, mostrado em detalhes na FIG.18, consiste em uma base de aço carbono com suportes para fixação da peça de mão e um canal artificial, de forma que, 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 garantiu que os instrumentos fossem ensaiados na mesma posição, ou seja, com o ponto de curvatura máxima na mesma região do instrumento. O posicionamento dos instrumentos no canal artificial, de forma a definir o ponto de curvatura máxima em torno de 3mm da ponta, foi realizado considerando a região do instrumento submetida às condições mais severas de deformação cíclica durante a formatação dos canais radiculares curvos (Martins, 2002; Bahia, 2004).

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 um ângulo de curvatura de 45° e raio de 5 mm. A geometria do canal artificial, caracterizada por seu ângulo e raio de curvatura, foi escolhida com base em valores médios destes parâmetros obtidos na

literatura (Pruett et al., 1997; Haikel et al., 1999). Após sua 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.



FIGURA 18 - Instrumento posicionado no canal artificial de aço temperado.

FONTE - Bahia, 2004

A peça de mão utilizada (WH 975, Dental Work, Burmoos, Áustria) possui redução de 16:1 e o acionamento das limas foi realizado utilizando-se um motor elétrico endodôntico de baixa rotação e controle de torque (EndoPlus, VK-Driller, São Paulo, SP, Brasil). O motor foi operado a 250 rpm e programado para exercer um torque máximo de 5N.cm (0,05N.m).

Durante os ensaios, o atrito foi minimizado pelo emprego de óleo mineral como lubrificante. O tempo de ensaio foi registrado utilizando um cronômetro digital e

obteve-se o número de ciclos até a fratura (NCF) multiplicando-se a velocidade de rotação pelo tempo gasto até a fratura.

Os ensaios foram monitorados posicionando-se a bancada de fadiga sob uma lupa estereoscópica como mostrado na figura 19, para que, tanto o acionamento do cronômetro e do motor, quanto a interrupção do movimento rotacional no momento da fratura, fossem instantâneos. O ponto de fratura em relação à ponta do instrumento foi determinado medindo-se o instrumento fraturado com uma régua endodôntica.



FIGURA 19 - Bancada de teste posicionada na lupa estereoscópica

FONTE - Bahia, 2004

Os 20 instrumentos *ProFile* sem uso, calibres 25 e 30, taper.06, compondo o Grupo Controle para Fadiga, foram ensaiado até a ruptura na bancada descrita para estabelecer a vida em fadiga dos mesmos, através do número médio de ciclos até a fratura que cada instrumento pode realizar.

Em seguida, 30 instrumentos novos *ProFile* 25/.06 e 30/.06 (15 de cada tipo) previamente submetidos a 5 ciclos consecutivos de esterilização em estufa e outros 30 instrumentos dos mesmo calibres também previamente esterilizados em autoclave foram ensaiados na mesma bancada, para estabelecer o NCF destes instrumentos e compará-los aos valores obtidos pelos instrumentos do Grupo Controle para Fadiga, observando a influência dos processos de esterilização na vida em fadiga destes instrumentos.

4.5 Ensaio de Fadiga Interrompida

Outros 15 instrumentos *Profile* 30/.06 sem uso foram ensaiados na bancada para testes de fadiga até $\frac{1}{2}$ de sua vida em fadiga, que corresponde a 356 ciclos ou 85,4 segundos.

Em seguida, estes instrumentos foram então submetidos a cinco ciclos consecutivos de esterilização em autoclave, de acordo com o protocolo já descrito. Uma vez esterilizados, os instrumentos foram novamente ensaiados na bancada de fadiga, desta vez até a sua ruptura. O objetivo foi avaliar o efeito dos ciclos de esterilização sobre uma deformação pré-existente nos instrumentos, e seu efeito sobre a vida restante em fadiga dos mesmos.

4.6 Comportamento em Tração dos Fios de NiTi

Amostras de fios de NiTi empregados na fabricação de instrumentos endodônticos rotatórios *ProFile* foram fornecidos pela Dentsply Maillefer (Ballaignes, Suíça). Os fios com 1,2 mm de diâmetro e 100mm de comprimento foram ensaiados em tração até a ruptura em uma máquina universal de testes (Instron 5581, Canton, MA, EUA). Durante os testes utilizou-se uma velocidade de 1,5mm/min, que corresponde a uma taxa de deformação de $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, com um extensômetro de 25mm de comprimento, para determinar os parâmetros que descrevem o comportamento mecânico dos fios.



FIGURA 20 - Máquina universal de testes (Instron 5581)

Estes parâmetros são a tensão de transformação, que é o valor de tensão correspondente ao fim da porção elástica na curva tensão-deformação de um material superelástico e indica o início da transformação martensítica; o limite

de resistência, que é a tensão máxima suportada pela amostra antes da ruptura; e a deformação até a fratura, que é a quantidade total de deformação permanente imposta no teste, expressa como porcentagem do comprimento inicial.

Os testes de tração foram realizados em 3 amostras de fios sem nenhum tratamento prévio e em 6 amostras submetidas a 5 ciclos de esterilização consecutivos (3 para cada condição) como previamente descrito. Os parâmetros analisados foram determinados como uma média dos três ensaios, através do programa de análises *Instron Series IX for Window®*.



FIGURA 21 - Detalhe do fio de NiTi corretamente posicionado para o teste, ainda sem o extensômetro.

4.7 Análise dos Dados

Os resultados foram submetidos à análise estatística de forma a demonstrar relações entre os instrumentos esterilizados e não-esterilizados, e entre os diferentes calibres e conicidades dos instrumentos, determinando se existem diferenças significativas em seu comportamento.

No presente trabalho, foi utilizado o teste *t* de Student, para avaliar alterações nos valores de microdureza, resistência à fadiga e comportamento em torção e tração dos instrumentos *ProFile* e fios de NiTi analisados. O principal requisito para a 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* foi verificada por Martins (2003), comparando os resultados estatísticos de testes paramétricos (*t* de Student) e não paramétricos (Kruskal-Wallis).

O coeficiente de confiabilidade empregado nos testes de hipóteses realizados no presente trabalho foi $\alpha = 95\%$. Para este nível de confiabilidade, o valor da probabilidade de significância *p*, que representa a chance de que a hipótese esteja correta e as médias sejam diferentes é $p \leq 0,05$.

Para alcançar os objetivos do trabalho, testes foram realizados comparando-se os valores de microdureza obtidos em instrumentos na condição “como recebidos” com os de instrumentos submetidos à esterilização nos diferentes processos. Também foram feitas comparações dos os resultados obtidos pelos instrumentos submetidos aos diferentes processo de esterilização entre si.

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 esterilizados ou não e entre os submetidos aos diferentes métodos de esterilização.

Também foram realizados testes comparativos da resistência à fadiga, medida pelo número de ciclos até a fratura, e da posição da fratura em relação ao comprimento total do instrumento, entre os instrumentos “como recebidos” e os submetidos a esterilização, entre os esterilizados pelos diferentes métodos, e entre os instrumentos ensaiados à $\frac{1}{2}$ vida em fadiga previamente à esterilização.

MATERIAL E MÉTODOS

4. MATERIAL E MÉTODOS

Toda a parte experimental deste estudo foi conduzida nos laboratórios do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.

Instrumentos novos do Sistema *ProFile* (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça), de 25mm de comprimento, assim como fios utilizados para a fabricação dos mesmos e fornecidos pelo fabricante, foram submetidos a cinco ciclos consecutivos de esterilização em estufa (Olidef, Ribeirão Preto, SP, Brasil) ou em autoclave (Cristófoli, Campo Mourão, PR, Brasil) (FIG.10, 11).



FIGURA 10 - Autoclave Cristófoli® utilizada para a esterilização dos instrumentos *ProFile* e fios de NiTi



FIGURA 11 - Estufa Olidef® utilizada para a esterilização dos instrumentos *ProFile* e fios de NiTi.

Em estufa, os ciclos de esterilização incluíram aquecimento a 170° em 40 minutos, manutenção nesta temperatura por 60 minutos, e então resfriamento até a temperatura ambiente, que durava em torno de 55 minutos. Na esterilização em autoclave foi utilizada água destilada, a uma pressão entre 1,4kgf/cm² e 1,8kgf/cm², no intervalo de temperatura de 122°C a 128°C, dentro de um tempo total de esterilização de 64 minutos (aquecimento em 10 minutos, esterilização em 21 minutos e secagem em 33 minutos).

Os instrumentos foram colocados em recipientes de vidro e devidamente acondicionados em uma caixa de aço inoxidável para a esterilização em estufa,

ou em embalagens autoclaváveis Steribag® (SSWhite, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) (FIG.12).



FIGURA 12 - Embalagem Steribag® utilizada para acondicionamento dos instrumentos e fios durante a esterilização em autoclave.

A escolha de cinco ciclos de esterilização foi baseada no fato, evidenciado na literatura e previamente relatado, de que os instrumentos rotatórios de NiTi podem ser utilizados com segurança para formatar dez canais radiculares. Como apenas os canais curvos são capazes de induzir fadiga nos instrumentos, cinco ciclos de esterilização correspondem ao uso clínico durante a vida útil média dos instrumentos.

4.1 Caracterização do Material

Instrumentos rotatórios de NiTi dos sistemas *ProFile*, *Quantec*, *K3*, *ProTaper* e *Race* foram analisados por Espectroscopia de Energia de Raios-X (EDS) em um Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV (JSM 5410 Jeol, Tokyo, Japão).

Para cada instrumento, foram selecionadas aleatoriamente 10 áreas, para determinação semi-quantitativa de sua composição química.

4.2 Ensaio de microdureza

As medidas de Microdureza Vickers (MHV) foram realizadas nas hastes de 30 instrumentos *ProFile* 30/.06 novos, assim como recebidos, e em 60 instrumentos esterilizados em estufa ou autoclave, 30 instrumentos para cada condição. Todos os instrumentos tiveram seus cabos removidos e foram posicionados adequadamente em um suporte devidamente preparado para este fim, como pode ser verificado na FIG.13.

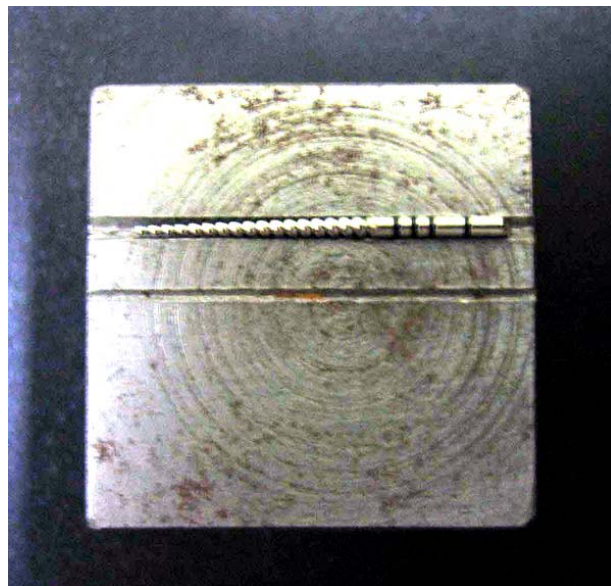


FIGURA 13 - Instrumento 30.06 posicionado adequadamente para os testes de Microdureza Vickers.

Para a realização do ensaio utilizou-se um microdurômetro (FM-1, Future-Tech, Tokyo, Japão) com uma carga de 200gf, produzindo uma impressão microscópica no material. Foram realizadas três endentações por amostra. A impressão obtida tinha a forma de um losango regular e a Microdureza Vickers foi calculada a partir das medidas das diagonais nos losangos.



FIGURA 14 - Microdurômetro utilizado durante os ensaios de Microdureza Vickers



FIGURA 15 - Detalhe da amostra posicionada no microdurômetro

4.3 Comportamento em Torção de instrumentos *ProFile*

Para os ensaios de torção, que foram realizados de acordo com a Especificação n° 28 da ANSI/ADA, foi utilizada uma máquina de torção para testes em bancada (Bahia, 2004) especialmente desenvolvida para este fim e mostrada em detalhes na FIG.16.

A medição de torque é realizada utilizando-se uma célula de carga, que através de um braço de alavanca mede o torque sobre o eixo que suporta a ponta fixa do instrumento. O dispositivo de ensaio possui, ainda, um programa para aquisição e processamento dos dados, especialmente desenvolvido para a comunicação com os instrumentos de leitura da carga e ângulo de rotação.

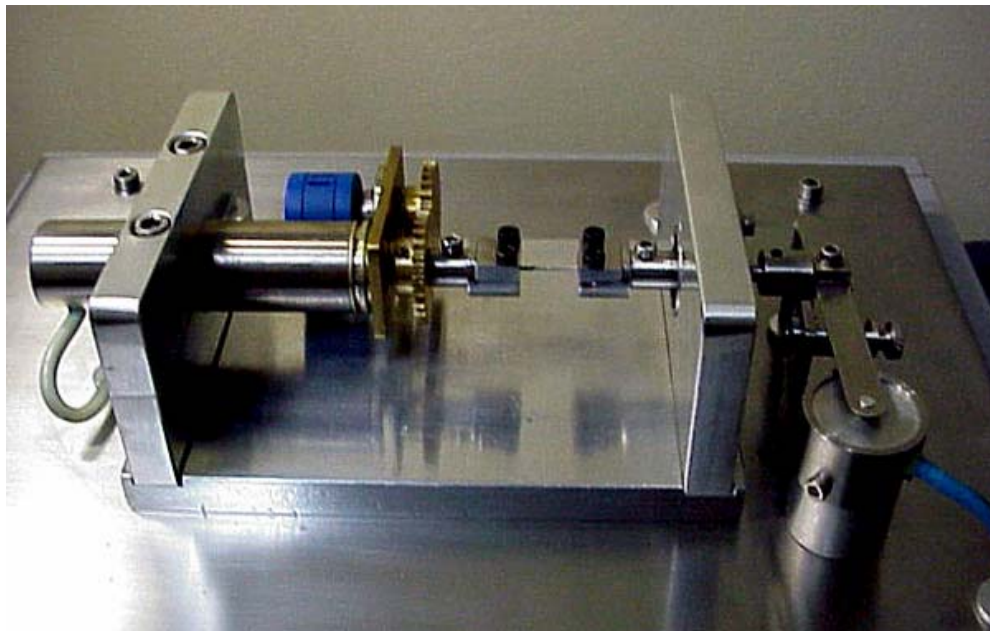


FIGURA 16 - Dispositivo de bancada para teste de torção.

FONTE - Bahia, 2004

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 foi “zerada” e a amostra posicionada.

Para a colocação dos instrumentos *ProFile* na máquina de testes, os cabos foram removidos, com um alicate adequado, no ponto de união do cabo com a haste. A haste de cada um foi então introduzida na garra de acionamento. Os 3mm finais da ponta do instrumento foram presos na outra garra conectada à célula de carga (FIG.17). O posicionamento adequado da ponta do instrumento é feito com o auxílio de um batente de 3mm de profundidade, usinado na parte inferior da garra. Para o aprisionamento seguro da ponta do instrumento

utilizou-se duas chapas de cobre recozido, de 0.3mm de espessura, posicionadas entre o instrumento e as garras.

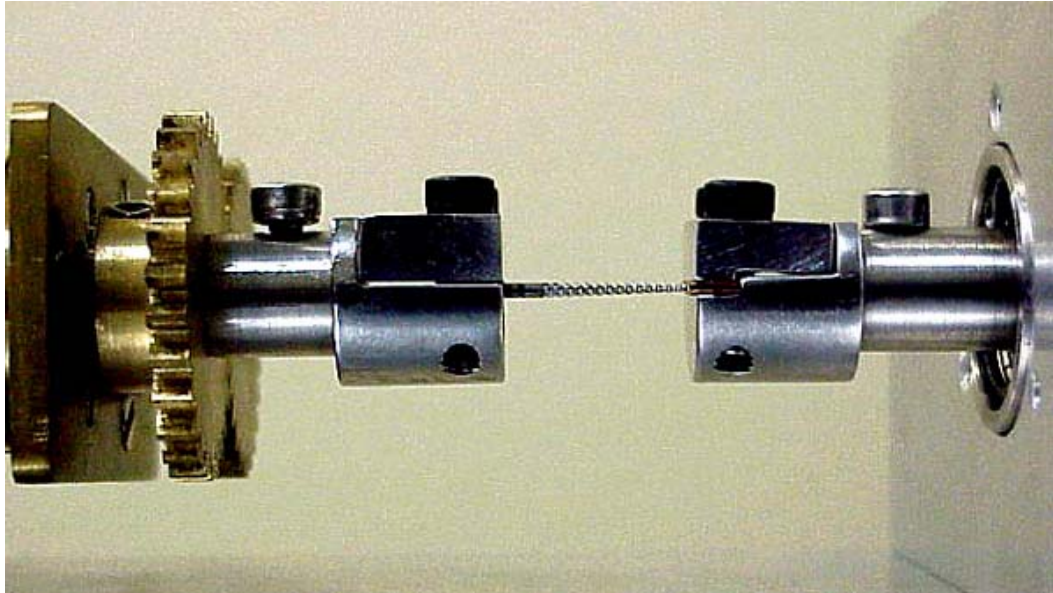


FIGURA 17 - Instrumento preso pelas garras do dispositivo para teste de torção.

FONTE - Bahia, 2004

Os 20 instrumentos novos (10 de cada um dos calibres 25/.04 e 20/.04), compondo o Grupo Controle para torção, foram ensaiados até a ruptura na bancada de torção, para determinação dos valores médios de torque máximo até a fratura e de deflexão angular máxima. Em seguida, outros 30 instrumentos novos (15 de cada um dos calibres 25/.04 e 20/.04), previamente submetidos a cinco ciclos de esterilização em estufa e 30 instrumentos novos (15 de cada um dos calibres 25/.04 e 20/.04), submetidos a cinco ciclos de esterilização em autoclave, também foram ensaiados até a ruptura na mesma bancada. Este grupo serviu de referência para comparação dos valores médios de torque até a fratura e de deflexão angular máxima entre instrumentos esterilizados e não esterilizados.

4.4 Comportamento em Fadiga de Instrumentos *ProFile*

Os ensaios de fadiga foram realizados em um dispositivo de bancada (Bahia, 2004) que permite a livre rotação dos instrumentos em um canal artificial curvo, simulando a condição geométrica limite da instrumentação rotatória na prática clínica, considerando a região de curvatura máxima.

O dispositivo de ensaio de fadiga, mostrado em detalhes na FIG.18, consiste em uma base de aço carbono com suportes para fixação da peça de mão e um canal artificial, de forma que, 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 garantiu que os instrumentos fossem ensaiados na mesma posição, ou seja, com o ponto de curvatura máxima na mesma região do instrumento. O posicionamento dos instrumentos no canal artificial, de forma a definir o ponto de curvatura máxima em torno de 3mm da ponta, foi realizado considerando a região do instrumento submetida às condições mais severas de deformação cíclica durante a formatação dos canais radiculares curvos (Martins, 2002; Bahia, 2004).

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 um ângulo de curvatura de 45° e raio de 5 mm. A geometria do canal artificial, caracterizada por seu ângulo e raio de curvatura, foi escolhida com base em valores médios destes parâmetros obtidos na

literatura (Pruett et al., 1997; Haikel et al., 1999). Após sua 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.

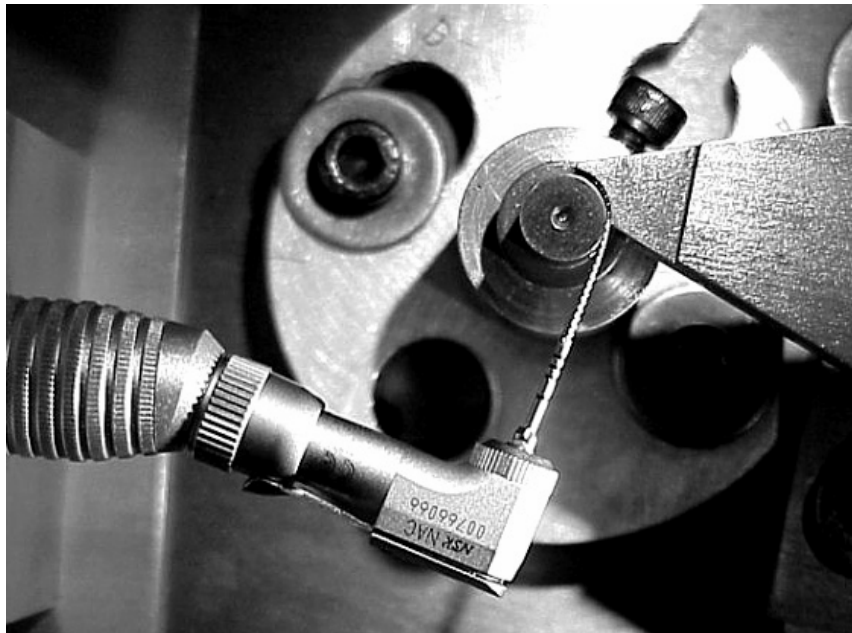


FIGURA 18 - Instrumento posicionado no canal artificial de aço temperado.

FONTE - Bahia, 2004

A peça de mão utilizada (WH 975, Dental Work, Burmoos, Áustria) possui redução de 16:1 e o acionamento das limas foi realizado utilizando-se um motor elétrico endodôntico de baixa rotação e controle de torque (EndoPlus, VK-Driller, São Paulo, SP, Brasil). O motor foi operado a 250 rpm e programado para exercer um torque máximo de 5N.cm (0,05N.m).

Durante os ensaios, o atrito foi minimizado pelo emprego de óleo mineral como lubrificante. O tempo de ensaio foi registrado utilizando um cronômetro digital e

obteve-se o número de ciclos até a fratura (NCF) multiplicando-se a velocidade de rotação pelo tempo gasto até a fratura.

Os ensaios foram monitorados posicionando-se a bancada de fadiga sob uma lupa estereoscópica como mostrado na figura 19, para que, tanto o acionamento do cronômetro e do motor, quanto a interrupção do movimento rotacional no momento da fratura, fossem instantâneos. O ponto de fratura em relação à ponta do instrumento foi determinado medindo-se o instrumento fraturado com uma régua endodôntica.

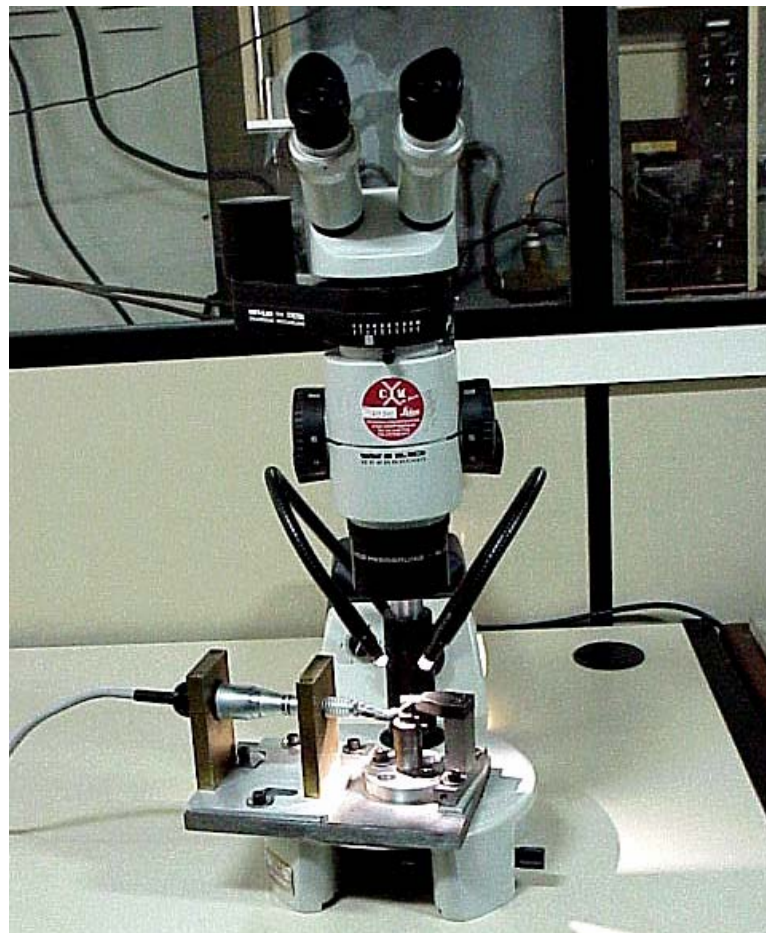


FIGURA 19 - Bancada de teste posicionada na lupa estereoscópica

FONTE - Bahia, 2004

Os 20 instrumentos *ProFile* sem uso, calibres 25 e 30, taper.06, compondo o Grupo Controle para Fadiga, foram ensaiado até a ruptura na bancada descrita para estabelecer a vida em fadiga dos mesmos, através do número médio de ciclos até a fratura que cada instrumento pode realizar.

Em seguida, 30 instrumentos novos *ProFile* 25/.06 e 30/.06 (15 de cada tipo) previamente submetidos a 5 ciclos consecutivos de esterilização em estufa e outros 30 instrumentos dos mesmo calibres também previamente esterilizados em autoclave foram ensaiados na mesma bancada, para estabelecer o NCF destes instrumentos e compará-los aos valores obtidos pelos instrumentos do Grupo Controle para Fadiga, observando a influência dos processos de esterilização na vida em fadiga destes instrumentos.

4.5 Ensaio de Fadiga Interrompida

Outros 15 instrumentos *Profile* 30/.06 sem uso foram ensaiados na bancada para testes de fadiga até $\frac{1}{2}$ de sua vida em fadiga, que corresponde a 356 ciclos ou 85,4 segundos.

Em seguida, estes instrumentos foram então submetidos a cinco ciclos consecutivos de esterilização em autoclave, de acordo com o protocolo já descrito. Uma vez esterilizados, os instrumentos foram novamente ensaiados na bancada de fadiga, desta vez até a sua ruptura. O objetivo foi avaliar o efeito dos ciclos de esterilização sobre uma deformação pré-existente nos instrumentos, e seu efeito sobre a vida restante em fadiga dos mesmos.

4.6 Comportamento em Tração dos Fios de NiTi

Amostras de fios de NiTi empregados na fabricação de instrumentos endodônticos rotatórios *ProFile* foram fornecidos pela Dentsply Maillefer (Ballaignes, Suíça). Os fios com 1,2 mm de diâmetro e 100mm de comprimento foram ensaiados em tração até a ruptura em uma máquina universal de testes (Instron 5581, Canton, MA, EUA). Durante os testes utilizou-se uma velocidade de 1,5mm/min, que corresponde a uma taxa de deformação de $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, com um extensômetro de 25mm de comprimento, para determinar os parâmetros que descrevem o comportamento mecânico dos fios.



FIGURA 20 - Máquina universal de testes (Instron 5581)

Estes parâmetros são a tensão de transformação, que é o valor de tensão correspondente ao fim da porção elástica na curva tensão-deformação de um material superelástico e indica o início da transformação martensítica; o limite

de resistência, que é a tensão máxima suportada pela amostra antes da ruptura; e a deformação até a fratura, que é a quantidade total de deformação permanente imposta no teste, expressa como porcentagem do comprimento inicial.

Os testes de tração foram realizados em 3 amostras de fios sem nenhum tratamento prévio e em 6 amostras submetidas a 5 ciclos de esterilização consecutivos (3 para cada condição) como previamente descrito. Os parâmetros analisados foram determinados como uma média dos três ensaios, através do programa de análises *Instron Series IX for Window®*.



FIGURA 21 - Detalhe do fio de NiTi corretamente posicionado para o teste, ainda sem o extensômetro.

4.7 Análise dos Dados

Os resultados foram submetidos à análise estatística de forma a demonstrar relações entre os instrumentos esterilizados e não-esterilizados, e entre os diferentes calibres e conicidades dos instrumentos, determinando se existem diferenças significativas em seu comportamento.

No presente trabalho, foi utilizado o teste *t* de Student, para avaliar alterações nos valores de microdureza, resistência à fadiga e comportamento em torção e tração dos instrumentos *ProFile* e fios de NiTi analisados. O principal requisito para a 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* foi verificada por Martins (2003), comparando os resultados estatísticos de testes paramétricos (*t* de Student) e não paramétricos (Kruskal-Wallis).

O coeficiente de confiabilidade empregado nos testes de hipóteses realizados no presente trabalho foi $\alpha = 95\%$. Para este nível de confiabilidade, o valor da probabilidade de significância *p*, que representa a chance de que a hipótese esteja correta e as médias sejam diferentes é $p \leq 0,05$.

Para alcançar os objetivos do trabalho, testes foram realizados comparando-se os valores de microdureza obtidos em instrumentos na condição “como recebidos” com os de instrumentos submetidos à esterilização nos diferentes processos. Também foram feitas comparações dos os resultados obtidos pelos instrumentos submetidos aos diferentes processo de esterilização entre si.

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 esterilizados ou não e entre os submetidos aos diferentes métodos de esterilização.

Também foram realizados testes comparativos da resistência à fadiga, medida pelo número de ciclos até a fratura, e da posição da fratura em relação ao comprimento total do instrumento, entre os instrumentos “como recebidos” e os submetidos a esterilização, entre os esterilizados pelos diferentes métodos, e entre os instrumentos ensaiados à $\frac{1}{2}$ vida em fadiga previamente à esterilização.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização do Material

A análise química por Espectroscopia de Energia de Raios-X (EDS) realizada no microscópio eletrônico de varredura em instrumentos *ProFile 30/.06* mostrou que em média a liga tem a composição química 49%Ti-51%Ni em percentagem atômica e 44%Ti-56%Ni em percentagem em peso. O GRAF. 1 mostra um espectro típico de EDS obtido em um instrumento *ProFile 30/.06*.

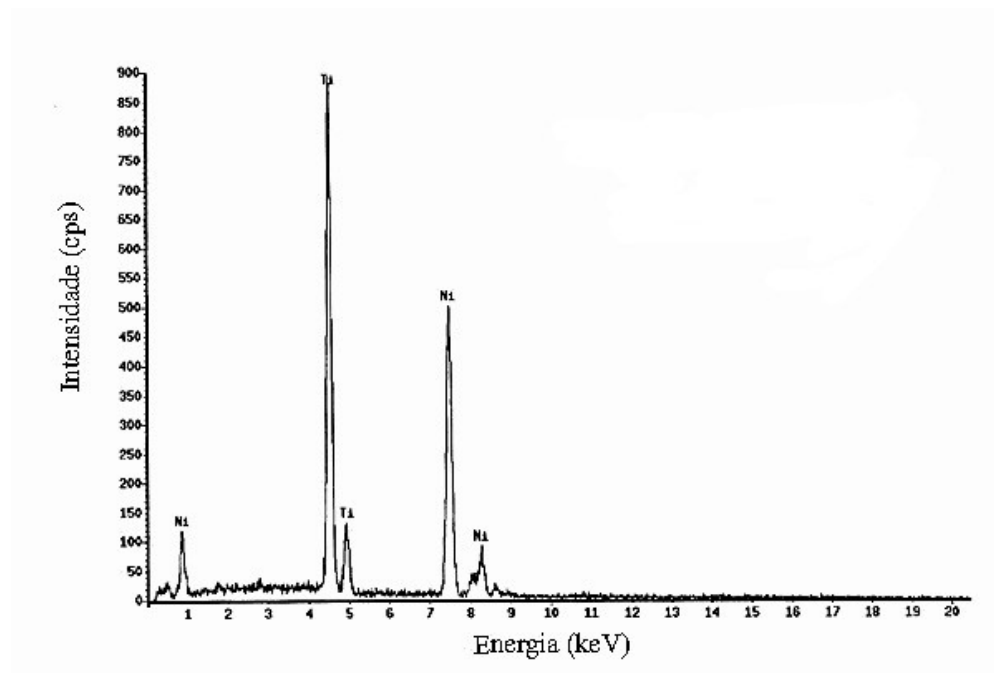


GRÁFICO 1 - Espectro de energia de raios-X (EDS) obtido em um instrumento *ProFile 30/.06*.

Esta composição é a citada na literatura por Thompson (2000) como a composição química ideal de instrumentos endodônticos confeccionados em NiTi.

Resultados de análises químicas semelhantes, realizadas em instrumentos rotatórios de NiTi *ProTaper*, *Quantec*, *K3 Endo* e *Race*, são apresentados na TAB.3, juntamente com a análise realizada na lima *ProFile 30/06*, e mostram que as ligas NiTi utilizadas na confecção desses instrumentos têm composições químicas similares. Como todos são produzidos por usinagem de fios superelásticos, deve-se esperar que o comportamento desses instrumentos seja alterado da mesma forma, por um dado fator externo, quando este atuar nas mesmas condições. Assim, é razoável supor que os efeitos da esterilização nas propriedades mecânicas dos instrumentos rotatórios de NiTi sejam semelhantes, independentemente da marca comercial.

TABELA 3

Composição química de instrumentos rotatórios de NiTi, obtida por análise semi-quantitativa, através de Espectroscopia de Energia de Raios-X (EDS)

Instrumentos	Composição química			
	% Peso		% Atômica	
	Ni	Ti	Ni	Ti
<i>ProFile</i>	56,08	43,92	51,03	48,97
<i>ProTaper</i>	56,46	43,54	51,40	48,60
<i>Quantec</i>	55,80	44,20	50,80	49,20
<i>K3 Endo</i>	56,24	43,76	51,20	48,80
<i>Race</i>	56,15	43,85	51,09	48,91

5.2 Ensaios de Microdureza Vickers

Os valores médios de Microdureza Vickers (MHV), com os respectivos desvios-padrão, encontrados nos ensaios realizados nas hastes de instrumentos *ProFile* 30/.06 não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave são mostrados na TAB.4 e, comparativamente, no GRAF.2. Todos os valores de Microdureza Vickers medidos nos instrumentos 30/.06 na três condições estudadas são mostrados no Anexo A.

TABELA 4

Valores médios de Microdureza Vickers observados em instrumentos *ProFile* 30/.06 não esterilizados ou esterilizados em estufa ou autoclave

Instrumentos	Microdureza Vickers (desvio padrão)		
	Não esterilizados	Estufa	Autoclave
30/.06	361 (39)	368 (37)	365 (29)

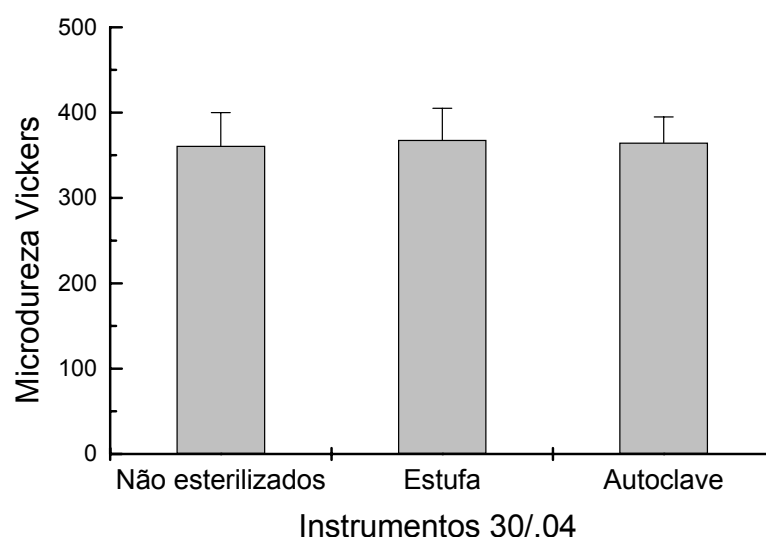


GRAFICO 2 - Comparação entre os valores médios de Microdureza Vickers determinados em instrumentos *ProFile* não esterilizados ou esterilizados em estufa ou autoclave.

Pode-se verificar, nestes resultados, que, em relação aos instrumentos não esterilizados, houve um aumento de 1,1% na dureza média dos instrumentos esterilizados em estufa e de 1,9% nos esterilizados em autoclave. Como estes valores e o GRAF.2 indicam, o teste *t* de Student para 95% de confiabilidade não mostrou diferença estatisticamente significativa entre a dureza dos instrumentos esterilizados e não esterilizados ($p \geq 0.05$). De forma semelhante, na comparação entre os instrumentos esterilizados pelos dois processos empregados, nenhuma diferença foi encontrada ($p \geq 0.05$). Logo, fica estabelecido no presente trabalho que a esterilização através do calor não garante instrumentos mais duros, uma vez que não houve aumento significativo na microdureza da liga após os processos de esterilização.

Hilt et al. (2000) também observaram apenas um pequeno aumento, não comprovado estatisticamente, nos valores de Microdureza Knoop, em decorrência da esterilização de limas manuais de NiTi. Por sua vez, Serene et al. (1995) verificaram que os fios de NiTi apresentaram um aumento na dureza de cerca de 20% quando esterilizadas. O estudo de Melo et al. (2002) também observou um aumento estatisticamente significativo na Microdureza Vickers de instrumentos de NiTi, mas de menor magnitude, em torno de 8,6%, após cinco ciclos de esterilização em autoclave.

É importante observar que em ligas NiTi deve-se tomar cuidado no preparo das amostras para análise metalográfica e medidas de microdureza, uma vez que o simples corte e polimento das mesmas pode alterar sua microestrutura,

levando à formação de martensita induzida por tensão (Wayman & Duerig, 1990). Devido a este fato, optou-se, no presente estudo, por realizar as impressões de dureza na parte inativa dos instrumentos, sem o emprego de embutimento e polimento.

A ocorrência de variações microestruturais durante o preparo das amostras poderia explicar os valores mais baixos de microdureza encontrados em alguns estudos, como nos de Serene et al. (1995) e Kim et al. (2005), onde foi realizado um polimento superficial prévio à medição de microdureza nas limas de NiTi. Estes autores encontraram, como médias da microdureza da liga na condição como recebida, valores entre 303 MHV e 339 MHV, respectivamente. Apesar de também ter submetido suas amostras a polimento, Melo et al. (2002), encontraram um valor médio de microdureza de 360 MHV, nos instrumentos não esterilizados, o que é bastante próximo do verificado no presente estudo.

A expectativa de aumento de dureza, com o conseqüente aumento da eficiência de corte e da vida em fadiga de instrumentos de NiTi, devido à esterilização, estaria relacionada à precipitação de Ti_3Ni_4 associados ao aquecimento (Khalil-Allafi et al., 2004; Otsuka & Ren, 2005). Por serem muito pequenos (da ordem de algumas dezenas de nanômetros), os precipitados de Ti_3Ni_4 não são vistos através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), sendo necessária a Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) para a identificação dos mesmos (Saburi, 1998). Entretanto, sua presença poderia ser

sugerida caso fosse observado um aumento considerável na microdureza do instrumento, após o mesmo ser submetido aos ciclos de esterilização.

Os resultados obtidos no presente trabalho indicam que o aquecimento na esterilização, através de estufa ou autoclave, não deve ter efeitos significativos na nucleação de precipitados de Ti_3Ni_4 ou que esta tenha sido em quantidade insuficiente para alterar as propriedades da liga. O que pode ser indicado é que mesmo que a esterilização não produza instrumentos rotatórios de NiTi mais duros, ela não resulta em diminuição da dureza, o que poderia reduzir sua resistência mecânica. Este é um resultado importante, sinalizando que os processos de esterilização, tanto em calor seco quanto em autoclave, não comprometem a resistência mecânica destes instrumentos, assegurando a possibilidade de sua reutilização segura na prática clínica.

5.3 Comportamento em Torção de instrumentos *ProFile*

Os valores médios de torque até a fratura e de deflexão angular máxima medidos nos instrumentos *ProFile* 20/.04 e 25/.04 sem uso, esterilizados e não esterilizados, ensaiados em torção são apresentados na TAB.5 e no GRAF.3. Da análise do GRAF.3 pode ser observado que o torque máximo tende a aumentar à medida que o diâmetro dos instrumentos também aumenta, com os instrumentos 25./04 apresentando maiores valores de torque que os 20/.04 em todas as situações avaliadas. Estes resultados ratificam a tendência previamente relatada na literatura (Yared, 2001; Peters & Barbakow 2002; Yared, 2004; Schrader & Peters, 2005; Bahia et al, 2005). Devido a esta tendência, foram escolhidos os instrumentos de menor calibre para os ensaios

de torção, pois os mesmos são menos resistentes às cargas torsionais e, portanto, mais críticos.

TABELA 5

Valores médios (e desvios-padrão) de torque até a fratura e deflexão angular máxima em instrumentos *ProFile* nas diferentes condições avaliadas

Condição	Instrumentos	Torque [N.cm]	Deflexão Angular [°]
Não esterilizados	20/.04	0,356 (0,03)	589 (34)
	25/.04	0,574 (0,04)	634 (81)
Estufa	20/.04	0,374 (0,05)	633 (176)
	25/.04	0,478 (0,06)	695 (71)
Autoclave	20/.04	0,369 (0,04)	624 (105)
	25/.04	0,466 (0,07)	711 (125)

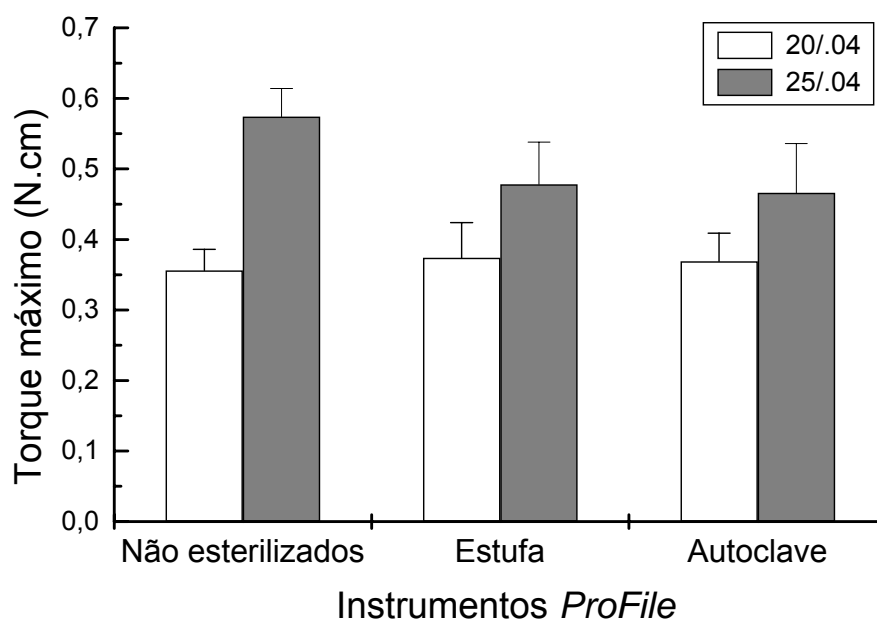
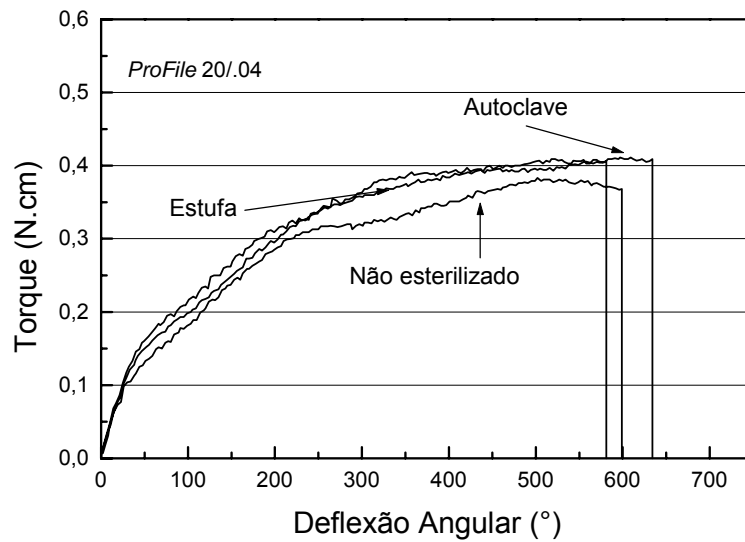
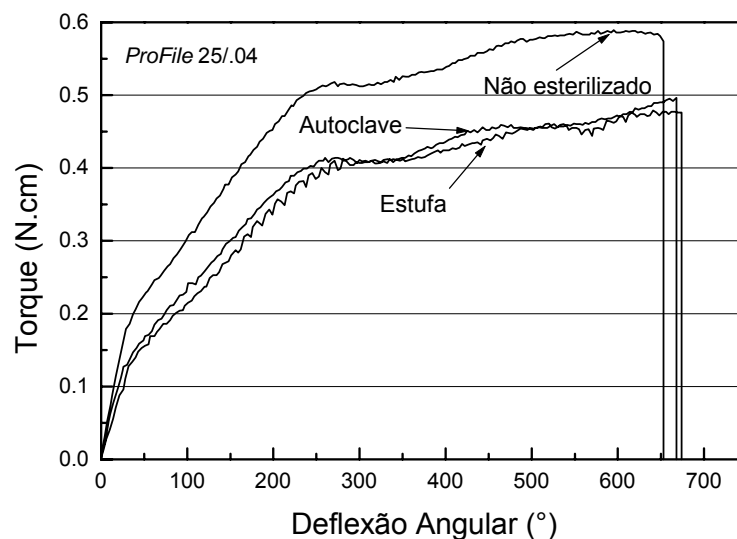


GRÁFICO 3 - Comparação entre os valores médios de torque máximo até a fratura obtidos em testes de torção nos instrumentos *ProFile* 20/.04 e 25/.04 não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave.

Curvas típicas torque-deflexão angular são mostradas nos GRAF.4 (a) e (b) para os instrumentos *ProFile* 20/.04 e 25/.04, respectivamente, não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave.



(a)



(b)

GRÁFICO 4 - Curvas de torção típicas obtidas nos instrumentos *ProFile* 20/.04 (a) e 25/.04 (b) não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave.

A tendência anteriormente mencionada, de aumento nos valores de torque com o aumento no calibre do instrumento, pode ser visualizada nestas curvas. Os valores de torque até a fratura e deflexão angular máxima obtidos para todos os instrumentos ensaiados são apresentados no Anexo B.

Os resultados obtidos para os instrumentos *ProFile 20/.04* mostram que o valor de torque até a fratura dos instrumentos esterilizados em estufa foi aproximadamente 5% maior que o valor dos não esterilizados, enquanto que nos esterilizados em autoclave o aumento foi em torno de 4%. Entretanto, este aumento não foi estatisticamente significativo ($p \geq 0.05$). Já para os instrumentos de calibre 25, houve uma redução nos valores médios de torque após a esterilização em estufa e autoclave de cerca de 17 e 20%, respectivamente. Esta diferença foi estatisticamente significativa ($p \geq 0.05$).

Quando os dois processos de esterilização foram avaliados estatisticamente entre si, através dos valores de torque até a fratura, nenhuma diferença significativa foi encontrada entre os instrumentos esterilizados em estufa e aqueles esterilizados em autoclave, para os dois calibres analisados ($p \geq 0.05$). As relações verificadas durante a análise estatística dos resultados encontram-se detalhadas na TAB.6.

No que diz respeito à deflexão angular, as comparações entre os resultados obtidos nos testes de torção com instrumentos *ProFile 20/.04* e *25/.04*, nas três condições avaliadas, são mostradas no GRAF. 5.

TABELA 6

Análise estatística dos resultados obtidos para os instrumentos *ProFile* 20/.04 e 25/.04 não esterilizados (n.est) e esterilizados em estufa (est) ou autoclave (aut), em relação ao torque até a fratura

Instrumentos/Condição	Torque Máximo	
	t	p
20/.04 n.est x 20/.04 est	0,256	≥ 0.05
20/.04 n.est x 20/.04 aut	0,409	≥ 0.05
20/.04 est x 20/.04 aut	0,745	≥ 0.05
25/.04 n.est x 25/.04 est	0,000	< 0.05
25/.04 n.est x 25/.04 aut	0,000	< 0.05
25/.04 est x 25/.04 aut	0,624	≥ 0.05

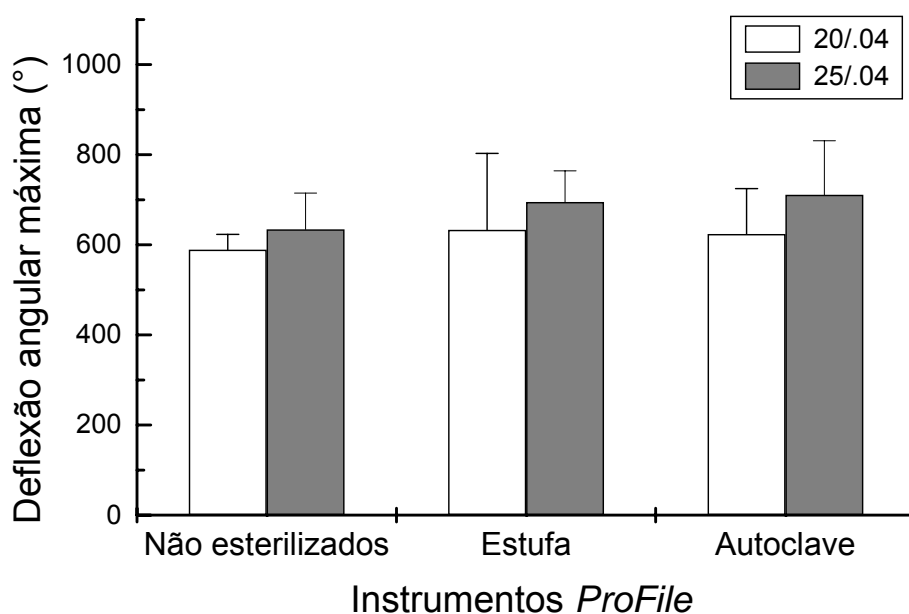


GRÁFICO 5 - Comparação entre os valores médios de deflexão angular até a fratura obtidos em testes de torção nos instrumentos *ProFile* 20/.04 e 25/.04 não esterilizados ou esterilizados em estufa ou autoclave.

Nos instrumentos 20/.04, o aumento verificado na deflexão angular máxima foi de aproximadamente 7,5% após esterilização em estufa e 6% em autoclave. Já nos instrumentos 25/.04, a deflexão angular aumentou em 9,6% após os ciclos em estufa e 12% após a esterilização em autoclave.

Quando todos os valores de deflexão angular máxima, para os instrumentos não-esterilizados e aqueles esterilizados em estufa ou autoclave, são agrupados dois a dois e analisados estatisticamente, nenhuma diferença estatisticamente significativa foi observada ($p \geq 0.05$). As relações verificadas durante a análise estatística dos resultados encontram-se detalhadas na TAB.7.

TABELA 7

Análise estatística dos resultados obtidos para os instrumentos *ProFile* 20/.04 e 25/.04 não esterilizados (n.est) e esterilizados em estufa (est) ou autoclave (aut), em relação à deflexão angular máxima.

Instrumentos/Condição	Deflexão Angular	
	t	p
20/.04 n.est x 20/.04 est	0.360	≥ 0.05
20/.04 n.est x 20/.04 aut	0.250	≥ 0.05
20/.04 est x 20/.04 aut	0.859	≥ 0.05
25/.04 n.est x 25/.04 est	0.068	≥ 0.05
25/.04 n.est x 25/.04 aut	0.073	≥ 0.05
25/.04 est x 25/.04 aut	0.669	≥ 0.05

Nota - a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para $p < 0.05$.

A esterilização em estufa, na qual temperaturas mais altas são alcançadas em comparação com a esterilização em autoclave, não causou maiores alterações nas propriedades em torção dos instrumentos. Em nenhuma das comparações realizadas foi identificada qualquer diferença estatisticamente significativa entre os instrumentos esterilizados em estufa ou autoclave, tanto com relação ao torque máximo quanto à deflexão angular. Silvaggio & Hicks (1997), também não verificaram diferenças estatísticas comparando a esterilização em estufa e autoclave, contudo uma pequena melhoria nos resultados apresentados pelos instrumentos esterilizados em estufa foi obtida, com a utilização de temperaturas um pouco mais altas que as utilizadas no presente trabalho, em torno de 190°C a 204°C.

De um modo geral, os resultados sobre a resistência torsional dos instrumentos de níquel-titânio após os processos de esterilização são controversos. Neste estudo observou-se um aumento nos valores médios de torque máximo para um calibre de instrumento (20/.04) assim como uma redução para o outro (25/.04) após os ciclos de esterilização. Além disso, os valores médios de deflexão angular sofreram um aumento em todos os instrumentos esterilizados em comparação com os não esterilizados, embora este aumento não tenha apresentado diferença estatisticamente significativa.

A literatura também apresenta resultados controversos, mostrando ora um aumento, ora uma redução da resistência torsional após os ciclos de esterilização. Silvaggio & Hicks (1997) encontraram que, após esterilização tanto em estufa quanto em autoclave, a grande maioria dos instrumentos

avaliados apresentava aumento na resistência à fratura por torção ou a mantinha inalterada. Entretanto, em alguns casos foi verificada redução dos valores de torque até a fratura e deflexão angular máxima. Canalda-Shali et al. (1998) também apresentaram resultados tanto de aumento quanto de redução na resistência à fratura por torção em instrumentos de NiTi após os ciclos de esterilização. Entretanto, os achados destes autores não foram conclusivos com relação aos valores de deflexão angular. Da mesma forma, os resultados de Svec & Powers (1999) e Hilt et al. (2000) mostraram que a esterilização dos instrumentos após cada uso também não foi capaz de aumentar os valores de torque até a fratura e deflexão angular máxima.

Recentemente foi demonstrado que a resistência torsional dos instrumentos de NiTi é reduzida pelo efeito da deformação cíclica durante o uso clínico. Isto conduz a uma redução nos valores de torque máximo até a fratura, e pode precipitar a falha por sobrecarga em torção (Yared, 2004; Bahia et al., 2005). Apesar de ser freqüente a fratura por torção em instrumentos de NiTi, algumas alternativas têm sido propostas para que, na prática clínica, o operador tenha o potencial de liberar, ao menos em parte, a carga sobre a ponta do instrumento. Isto se dá através do uso de motores com baixos valores de torque, através da técnica de instrumentação crown-down, ou do controle da pressão apical exercida sobre o instrumento (Yared, 2001; Peters & Barbakow, 2002).

5.4 Comportamento em Fadiga de Instrumentos *ProFile*

Os valores médios de número de ciclos até a fratura (NCF) e respectivos desvios-padrão, determinados em ensaios de fadiga de instrumentos *ProFile* esterilizados e não esterilizados, são apresentados na TAB.8 e no GRAF.6.

TABELA 8

Número médio de ciclos até a fratura (desvio-padrão) determinados para instrumentos *ProFile* não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave.

Instrumentos	NCF (DP)		
	Não esterilizados	Estufa	Autoclave
25/.06	790 (82)	901 (105)	919 (136)
30/.06	712 (160)	894 (210)	907 (73)

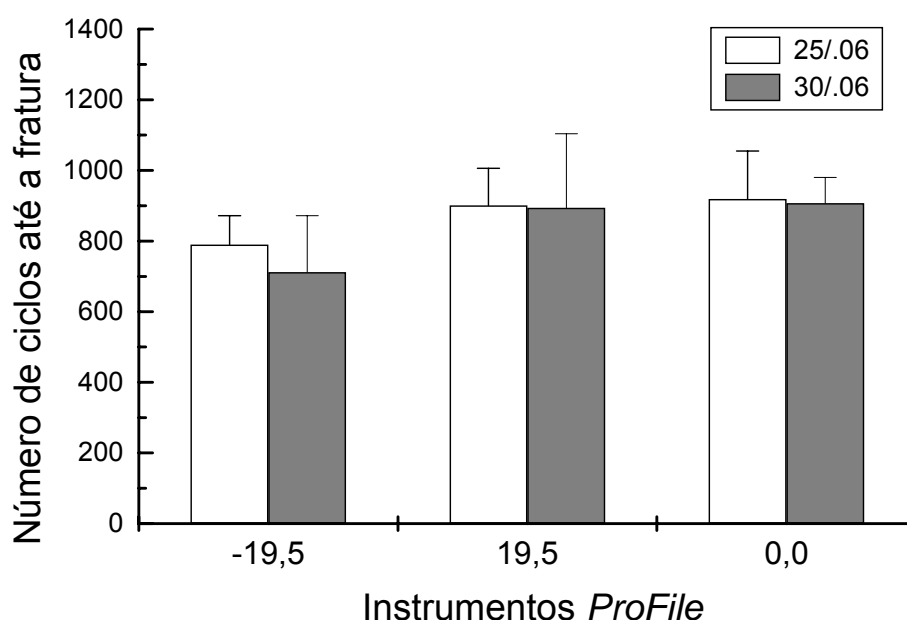


GRÁFICO 6 - Comparação entre valores médios de número de ciclos até a fratura obtidos em testes de fadiga para os instrumentos *ProFile* 25/.06 e 30/.06.

Estes resultados mostram que a resistência à fadiga de instrumentos *ProFile*, determinada pelos valores de NCF, apresenta uma tendência a diminuir a medida que o calibre do instrumento aumenta, com os instrumentos de maior calibre apresentando menores valores médios de NCF. De um modo geral, o mesmo comportamento acima foi observado por outros autores, tais como Haikel et al. (1999), Yared et al. (1999), Yared et al. (2000), Gambarini (2001a), Melo et al (2002) e Bahia (2004). Os valores de desvio padrão relativamente elevados são característica inerentes de ensaios de fadiga, estando a dispersão nos valores de número de ciclos geralmente relacionada às condições de ensaio, à amostragem e à natureza do acúmulo de danos em fadiga (Eggeler et al., 2003).

Os resultados do presente estudo mostram que a resistência à fadiga dos instrumentos de NiTi aumenta após a realização dos cinco ciclos de esterilização. Quando comparados a instrumentos não esterilizados, nos instrumentos 25/.06 foi constatado um aumento de 14% e 16% na resistência à fadiga após a esterilização em estufa e autoclave, respectivamente. Já nos instrumentos 30/.06, este aumento foi de 26% e 27%, para estufa e autoclave, respectivamente. Como pode ser verificado na TAB.9, o aumento na resistência à fadiga após a esterilização foi comprovado estatisticamente ($p < 0.05$) para os dois calibres e processos de esterilização.

Por outro lado, quando uma análise estatística comparativa dos instrumentos esterilizados é feita entre os dois processos estudados em si, nenhuma diferença significativa ($p \geq 0.05$) foi encontrada entre os valores de NCF

mensurados. Apesar das diferenças de tempo e temperatura apresentadas pela estufa e autoclave, não houve diferença entre os resultados, para nenhum dos calibres de instrumentos testados.

TABELA 9

Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos *ProFile* 25/.06 e 30/.06 em relação ao NCF entre os instrumentos não esterilizados (n.est) e aqueles esterilizados em estufa (est) ou autoclave (aut).

Instrumentos/Condição	NCF	
	t	p
25/.06 n.est x 25/.06 est	0,007	< 0.05
25/.06 n.est x 25/.06 aut	0,007	< 0.05
25/.06 est x 25/.06 aut	0,698	≥ 0.05
30/.06 n.est x 30/.06 est	0,023	< 0.05
30/.06 n.est x 30/.06 aut	0,004	< 0.05
30/.06 est x 30/.06 aut	0,825	≥ 0.05

Nota - a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para $p < 0.05$.

A resistência à fadiga, medida pelo número de ciclos até a fratura, e a localização da fratura em instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi, são afetadas por parâmetros como raio e ângulo de curvatura, ponto de curvatura máxima do canal, além do diâmetro do instrumento (Pruett et al., 1997; Mize et al., 1998; Haikel et al., 1999; Sattapan et al., 2000). No presente trabalho, o dispositivo de testes utilizado foi desenvolvido levando-se em consideração os estudos de Haikel et al.(1999), Gambarini (2001a; b) e foi previamente usado por Bahia (2004). As características geométricas do canal artificial, raio de

curvatura de 5 mm e ângulo de 45°, foram determinadas com base nas médias destes parâmetros obtidas em trabalhos anteriores (Martins, 2003; Bahia, 2004) e a partir das características anatômicas de molares (Pruett et al., 1997; Haikel et al., 1999).

As condições mais severas de fadiga em instrumentos rotatórios de NiTi estão associadas a menores raios de curvatura do canal e a instrumentos de maior diâmetro (Pruett et al., 1997; Haikel et al., 1999; Bahia, 2004). Assim, a amplitude máxima de deformação no instrumento, coincidente com a região de curvatura máxima do canal, depende dos parâmetros geométricos de calibre de ponta e *taper* dos instrumentos, associada à distância do ponto de curvatura máxima ao forame apical e ao raio de curvatura (Bahia, 2004). Sendo assim, a resistência à fadiga dos instrumentos é inversamente proporcional à amplitude de deformação a que os mesmos foram submetidos.

Os instrumentos *ProFile 25/.06* e *30/.06* são os que apresentam os maiores valores de amplitude máxima de deformação, 4,5 e 5% respectivamente (Bahia, 2004) e, portanto, são os mais severamente afetados, pela deformação cíclica, durante os testes de fadiga. Por isso foram os escolhidos para a realização dos ensaios de fadiga.

A partir das condições geométricas dos instrumentos avaliados e do canal artificial empregado, a amplitude de deformação dos instrumentos submetidos à fadiga foi calculada pela aplicação das equações (1) e (2), e mostrada no GRAF.7.

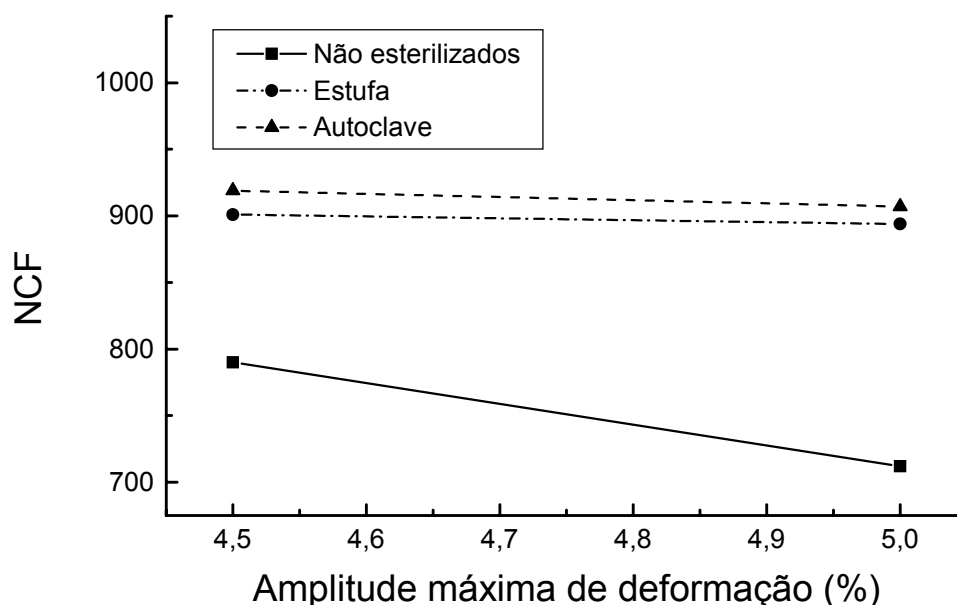


GRÁFICO 7 - Variação do número de ciclos até a fratura, NCF, com a amplitude de deformação, calculada para instrumentos 25./06 e 30./06 nas condições avaliadas.

O aumento na resistência à fadiga, associado com os dois métodos de esterilização empregados neste trabalho, merece um exame mais detalhado, considerando que o comportamento mecânico dos instrumentos analisados nos ensaios de microdureza e torção se manteve inalterado ou sofreu modificações em diferentes direções. A resistência à fadiga é um dos aspectos mais importantes a serem considerados em aplicações de dispositivos que utilizam partes rotatórias. O termo fadiga é apropriado para se referir à fratura dos materiais submetidos a tensões cíclicas e envolve três estágios: a nucleação de trincas, seu crescimento lento e progressivo e a fratura final rápida. As trincas nucleadas crescem como resultado das tensões variando com o tempo, denominadas tensões cíclicas (Courtney, 1990).

A confecção dos instrumentos endodônticos de NiTi é mais complexa que a de instrumentos convencionais de aço inoxidável, uma vez que as limas têm que ser usinadas ao invés de torcidas, o que leva à criação de irregularidades superficiais nas bordas cortantes que podem comprometer a habilidade de corte destes instrumentos e potencialmente precipitar a nucleação de trincas (Serene et al, 1995; Thompson, 2000; Martins et al, 2002). As trincas por fadiga se iniciam nas irregularidades superficiais dos instrumentos, riscos e inclusões que funcionam como concentradores de tensão durante o carregamento cíclico (Eggeler et al, 2004). Além destas irregularidades, há também a formação de defeitos submicroscópicos nas camadas superficiais dos instrumentos, chamados deslocações, que também alteram as propriedades de SE e EMF nas ligas NiTi.

Como mencionado, a análise estatística aponta um aumento significativo dos valores médios de NCF obtidos pelos instrumentos esterilizados (estufa e autoclave) em relação aos não esterilizados ensaiados em bancada de fadiga. Este aumento significativo na resistência à fadiga foi observado para os dois calibres testados (25 e 30).

O comportamento observado se justifica pelo mecanismo de estabilização da martensita gerada durante a usinagem das limas, pela introdução de alta concentração de deslocações e lacunas na região próxima à superfície dos instrumentos. Estes defeitos estabilizam a martensita induzida por tensão. Durante a esterilização, entretanto, as temperaturas empregadas são suficientemente altas para que a transformação reversa se complete nessas

regiões, permitindo também o rearranjo dos defeitos cristalinos. Esta nova configuração na superfície dos instrumentos não afeta suas propriedades volumétricas, devido à razão entre o “volume” dessa região e o do instrumento, o que significa dizer que, variações de dureza e de resistência à torção não podem ocorrer por este mecanismo. De fato, apenas as propriedades em fadiga são suficientemente sensíveis a essa variação local na condição superficial do material.

Uma melhoria na resistência à fadiga de instrumentos de NiTi também foi observada por Serene et al. (1995) cujo o efeito da esterilização em instrumentos de NiTi aumentou em até 46% a resistência à fadiga dos mesmos. Resultados comparáveis foram encontrados por Melo et al. (2002), tendo esses autores verificado que a esterilização aumenta a vida em fadiga dos instrumentos rotatórios de NiTi em cerca de 70%.

Entretanto, em um estudo sobre os efeitos da esterilização na resistência à fadiga de instrumentos de NiTi, resultados diferentes foram obtidos por Mize et al. (1998), que encontraram que a esterilização em autoclave não aumentou significativamente o número de ciclos até a fratura de instrumentos de NiTi *Lightspeed*. Como a duração do ciclo de esterilização empregado por estes autores foi menor que a utilizada no presente trabalho, é possível que, de certa forma, isto tenha ocasionado as diferenças nos resultados.

Outro aspecto importante, que pode ter interferido na perfeita correlação dos resultados do presente estudo com outros apresentados na literatura, é o fato

de alguns autores (Serene 1995; Melo et al, 2002) empregaram tubos de metal para simular artificialmente a geometria dos canais radiculares. Estes canais, embora permitam a rotação livre do instrumento, podem sofrer desgaste alterando seu eixo original. Nestas condições, o instrumento tenderá a se retificar, se alinhando a uma trajetória com raio de curvatura maior e sofrendo menor deformação. No presente estudo, o canal artificial utilizado é de aço temperado, além de ser usado óleo mineral para minimizar o atrito e o desgaste. Isto pode explicar os valores mais baixos das médias de NCF, encontrados após a esterilização no presente trabalho, que aqueles apresentados em estudos similares. Assim, é possível que os números bem mais altos de NCF encontrados pelos autores citados anteriormente sejam apenas o reflexo de particularidades associadas ao dispositivo de testes de fadiga empregado, e não ao comportamento real do instrumento.

A TAB.10 mostra os resultados relativos à posição da fratura, assim como os desvios-padrão, em instrumentos não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave, quando ensaiados em dispositivo de bancada até a ruptura por fadiga. Todos os resultados relativos ao tempo gasto até a fratura por fadiga (TF), número de ciclos (NCF) e posição de fratura de todos os instrumentos *ProFile* 25/.06 e 30/.06 ensaiados na bancada de fadiga são apresentados no Anexo C.

TABELA 10

Valores médios da posição da fratura em relação ao comprimento total (25mm) de instrumentos *ProFile* não esterilizados e esterilizados em estufa ou autoclave.

Instrumentos	Posição da fratura (DP)		
	Não esterilizados	Estufa	Autoclave
25/.06	22,2mm (0.4)	21,9mm (0.5)	22,0 mm (0.7)
30/.06	22,2mm (0.5)	22,0mm (0.4)	21,8 mm (0.4)

De um modo geral, a fratura dos instrumentos ocorreu em média a 3mm da ponta dos mesmos, tanto nos instrumentos esterilizados como nos não esterilizados, em ambos os calibres avaliados. A análise estatística dos resultados relativos à posição da fratura apresentados na TAB.10 não aponta diferença significativa para nenhum dos instrumentos testados ($p \geq 0.05$), como verificado na TAB.11. Este fato é uma indicação de que os instrumentos fraturaram sempre na região de flexão máxima do canal artificial, intencionalmente localizado neste ponto.

TABELA 11

Análise estatística dos resultados obtidos nos instrumentos *ProFile* 25/.06 e 30/.06 em relação à posição de fratura entre os instrumentos não esterilizados (n.est) e aqueles esterilizados em estufa (est) ou autoclave (aut).

Instrumentos/Condição	Posição da Fratura	
	t	p
25/.06 n.est x 25/.06 est	0.092	≥ 0.05
25/.06 n.est x 25/.06 aut	0.296	≥ 0.05
25/.06 est x 25/.06 aut	0.650	≥ 0.05
30/.06 n.est x 30/.06 est	0.374	≥ 0.05
30/.06 n.est x 30/.06 aut	0.050	≥ 0.05
30/.06 est x 30/.06 aut	0.120	≥ 0.05

Nota - a probabilidade de significância (p) se refere ao teste *t* de Student. Os resultados foram considerados significativos para $p < 0.05$.

As imagens obtidas por Bahia (2004) em MEV de instrumentos *ProFile* utilizados em canais radiculares curvos *in vivo* mostraram que a incidência de microtrincas na superfície destes instrumentos se deu em média entre 1,4 e 3,8mm da ponta dos mesmos, o que coincide com o segmento do instrumento endodôntico operando na região de curvatura máxima dos canais radiculares curvos preparados. Este dado foi usado na confecção do canal artificial empregado no dispositivo de bancada para testes em fadiga, simulando as condições geométricas adequadas para avaliação da vida em fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi.

Uma vez ajustada a bancada, a única peça passível de movimento durante a troca dos instrumentos era a plataforma móvel, que sempre retornava à mesma

posição em função do batente existente, sendo possível minimizar a interferência do operador. Esta observação foi confirmada pela localização do ponto de fratura dos instrumentos.

Durante os ensaios de fadiga, foi usado óleo mineral como lubrificante para minimizar o atrito e impedir o aquecimento demasiado dos instrumentos. Um aumento excessivo da temperatura ocasionado em função do atrito seria indesejável, uma vez que poderia levar a um comprometimento das propriedades de superelasticidade da liga e redução do NCF (Tobushi et al., 1997; Otsuka e Wayman, 1998; Eggeler et al., 2004).

O fato de que, durante o seu uso clínico, os instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi, além das tensões impostas pela geometria dos canais e pressão apical aplicada, sofrem ainda a ação de agentes químicos como o NaOCl é um ponto que merece consideração. Não deixa de ser uma preocupação a possibilidade de ataque à superfície dos instrumentos, ocasionando corrosão e podendo assim contribuir para a redução da resistência à fadiga dos mesmos. Contudo, esta variável não foi incluída neste estudo uma vez que os resultados de Haikel et al. (1998), Martins (2003) e O'Hoy et al. (2003) não observaram efeitos significativos nas propriedades mecânicas de instrumentos de NiTi imersos em solução aquosa de NaOCl em diferentes concentrações, por tempos maiores que os utilizados clinicamente. Também não identificaram evidências de corrosão e nem redução da resistência à fratura, tanto flexural quanto torsional.

5.5 Ensaio de Fadiga Interrompida

O efeito dos ciclos de esterilização sobre instrumentos *ProFile* 30/.06 ensaiados até a metade de sua vida em fadiga, e avaliado pelo NCF médio restante após esterilização em autoclave, é mostrado na TAB.12 e comparativamente no GRAF.8. Todas as medidas de tempo até a fratura, NCF (assim como os desvios-padrão) e posição da fratura dos instrumentos submetidos a este teste encontram-se detalhadas no Anexo D.

TABELA 12

Valores médios de vida restante em fadiga (e desvios-padrão) para instrumentos *ProFile* 30.06 não esterilizados e esterilizados em autoclave, ensaiados até a metade da vida em fadiga.

Instrumentos	NCF (DP)	
	Não esterilizados	Autoclave
30/.06	356 (160)	493 (157)

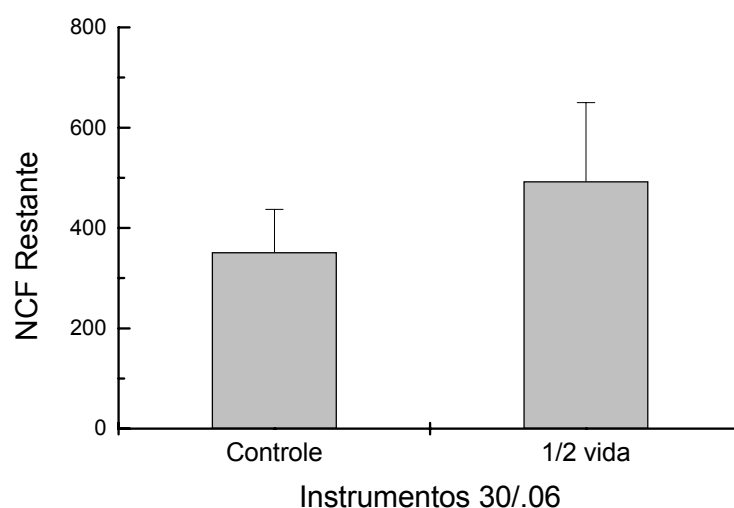


GRAFICO 8 - Comparação entre os valores médios da vida restante em fadiga para instrumentos *ProFile* 30/.06 não esterilizados e esterilizados em autoclave, ensaiados até a metade da vida em fadiga.

O comportamento em fadiga dos instrumentos *ProFile* 30/.06 pode ser avaliado comparando-se o NCF realizado pelos instrumentos na primeira metade da vida em fadiga dos mesmos, ou seja, previamente à realização dos ciclos de esterilização, e na meia vida restante até a fratura final após cinco ciclos de esterilização em autoclave. A meia vida inicial, baseada nos valores de vida em fadiga de instrumentos *ProFile* 30/.06 não esterilizados, compreendeu uma média de 356 ciclos. Já a vida restante em fadiga, após a realização de cinco ciclos de esterilização, compreendeu uma média de 493 ciclos até a fratura final, um aumento de aproximadamente 38,5%.

A análise estatística dos valores médios de NCF da metade da vida em fadiga dos instrumentos aponta um aumento significativo no número médio de ciclos até a fratura apresentado pelos instrumentos que sofreram tratamento térmico através da esterilização, depois de serem submetidos à deformação cíclica, em relação a instrumentos ensaiados em fadiga e não esterilizados. O processo de esterilização aumentou significativamente a vida em fadiga dos instrumentos endodônticos de NiTi, com $p < 0,05$.

A reorientação repetida da martensita durante a deformação cíclica, no regime superelástico, leva a um acúmulo gradual de defeitos submicroscópicos (Kuhn et al, 2001). Os defeitos lineares, denominados deslocamentos, são linhas de átomos do metal fora da sua posição normal na rede cristalina, ou seja, são linhas de descontinuidade na rede cristalina, possuindo por isso um campo de tensões internas.

Os instrumentos 30/.06 ensaiados até a metade da vida em fadiga no

dispositivo de testes foram submetidos a uma amplitude de deformação de aproximadamente 5%, de acordo com as condições experimentais (Bahia e Bueno, 2005). Logo, após a deformação cíclica, espera-se que os instrumentos rotatórios de NiTi apresentem uma estabilização da martensita. Esta estabilização se manifestaria através de um aumento das temperaturas de transformação e uma redução da tensão crítica para a transformação martensítica, ocorridos devido às tensões internas provocadas pela presença de deslocamentos e martensita residual, que não sofreu transformação reversa, geradas durante a ciclagem. Dias (2005) submeteu fios de NiTi à ciclagem mecânica em uma amplitude de deformação de 4,5%, que é semelhante à amplitude de deformação máxima a que os instrumentos são submetidos no interior dos canais radiculares, e observou nos fios características próximas a estas relatadas.

É possível que o tratamento térmico, através do aquecimento e resfriamento dos instrumentos durante os ciclos de esterilização, produza alterações nesta microestrutura através do rearranjo dos defeitos cristalinos, melhorando as características de superelasticidade e culminando no aumento da vida em fadiga.

Importante ressaltar que o tratamento térmico, através dos ciclos de esterilização, parece ser capaz de recuperar tanto as deformações subsuperficiais e submicroscópicas dos instrumentos, ocasionadas pelos processos de usinagem, quanto aquelas decorrentes da deformação cíclica. Isto se comprova pelo fato de que os instrumentos deformados até metade da

sua vida em fadiga e em seguida esterilizados apresentaram um aumento maior de sua vida em fadiga (38,5%) em comparação ao aumento do NCF de 27% verificado nos instrumentos sem uso submetidos aos processos de esterilização.

5.6 Comportamento em Tração dos Fios de NiTi

As curvas tensão-deformação típicas obtidas em teste de tração dos fios de NiTi, empregados na confecção de instrumentos endodônticos *ProFile*, no estado como recebido, assim como a curva média determinada nos três testes, são mostradas na GRAF.9.

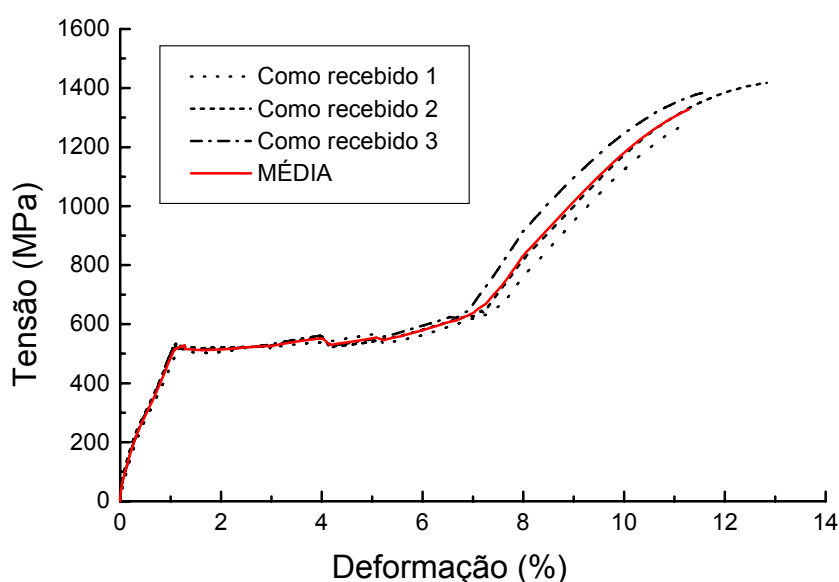


GRAFICO 9 - Curvas tensão-deformação e média obtidas nos testes de tração de fios de NiTi empregados na confecção de instrumentos *ProFile* na condição como recebidos.

Os parâmetros que descrevem o comportamento em tração dos fios de NiTi são mostrados na TAB.13. Nesta tabela são apresentados os valores médios e desvios-padrão da tensão de transformação, do limite de resistência e da deformação até a fratura dos fios nas condições como recebido e submetidos a cinco ciclos consecutivos de esterilização em estufa ou autoclave. Os valores dos parâmetros obtidos para todos os fios ensaiados nas três condições encontram-se mostrados detalhadamente no Anexo E.

TABELA 13

Valores médios (e desvios-padrão) de tensão de transformação, limite de resistência e deformação até a fratura obtidos em testes de tração com fios de NiTi

Condição	Tensão de Transformação (MPa)	Limite de Resistência (MPa)	Deformação até a Fratura (%)
Como recebido	533 (10)	1362 (70)	11.9 (0.8)
Estufa	543 (6)	1420 (10)	12.5 (0.4)
Autoclave	530 (5)	1421 (5)	12.9 (0.1)

As curvas tensão-deformação obtidas em testes de tração dos fios de NiTi fornecem importantes características sobre o comportamento das ligas NiTi superelásticas. Os picos de tensão no início do platô de superelasticidade correspondem à nucleação de variantes de martensita na austenita, enquanto que a subsequente redução na tensão ocorre devido ao fato de que a propagação destas variantes convenientemente orientadas necessita de valores menores de tensão (Huang & Liu 2001).

Os valores médios dos parâmetros analisados neste estudo corroboram os resultados obtidos por Bahia (2004). Os ensaios de tração com fios de NiTi de mesma procedência, na condição como recebidos, levaram a valores médios de 550 MPa para tensão de transformação, 1404 MPa para o limite de resistência e 11,2% de deformação até a fratura, confirmando o comportamento mecânico em tração dos fios usados na fabricação de instrumentos rotatórios de NiTi.

As curvas tensão-deformação típicas obtidas nos três ensaios de tração dos fios de NiTi esterilizados em estufa, assim como a curvas média dos ensaios, são mostradas na GRAF.10.

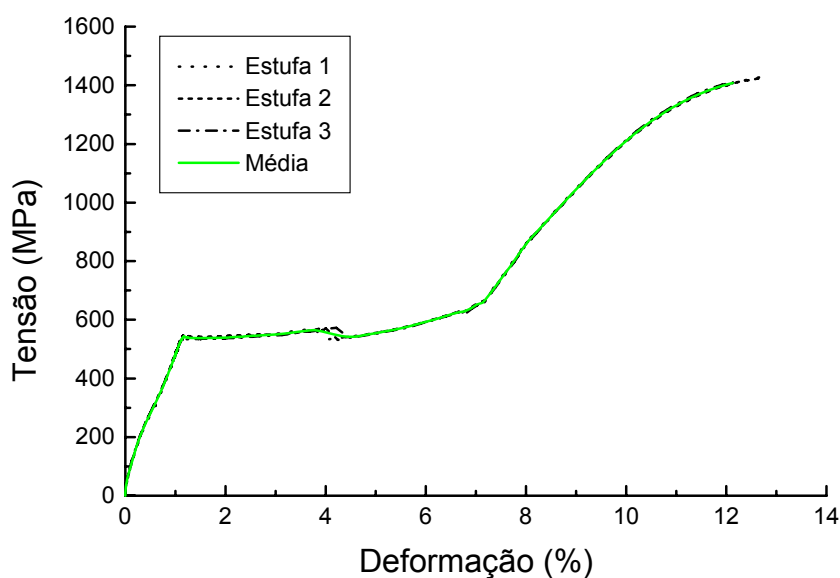


GRÁFICO 10 - Curvas tensão-deformação e média obtidas nos testes de tração de fios de NiTi empregados na confecção de instrumentos *ProFile* submetidos a cinco ciclos de esterilização em estufa

Os ensaios de tração nos fios de NiTi, ensaiados após cinco ciclos consecutivos de esterilização em estufa, chegaram a valores médios de 543 MPa para tensão de transformação, 1420 MPa para o limite de resistência e 12,5% de deformação até a fratura (TAB.13).

No GRAF.11 são mostradas as curvas tensão-deformação típicas obtidas nos ensaios de tração em fios de NiTi esterilizados em autoclave, assim como a curva média.

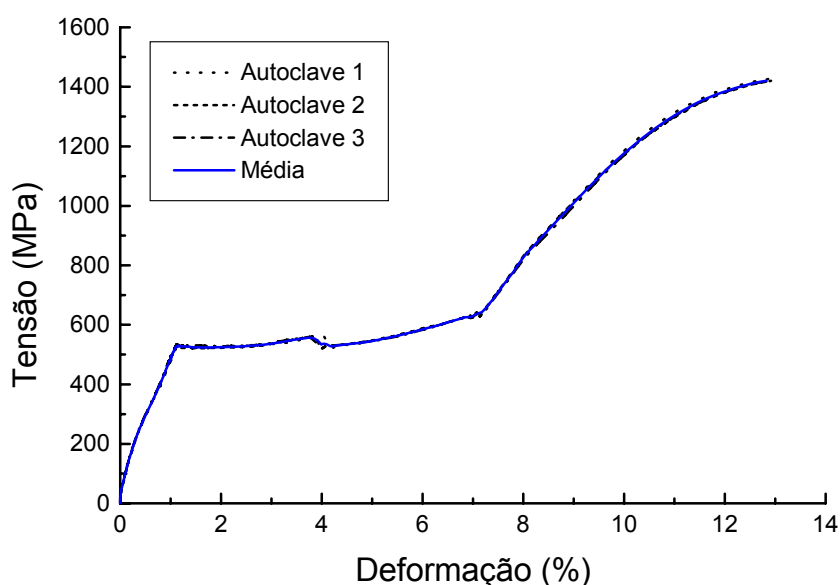


GRÁFICO 11 - Curvas tensão-deformação e média obtidas nos testes de tração de fios de NiTi empregados na confecção de instrumentos *ProFile* submetidos a cinco ciclos de esterilização em autoclave.

Após cinco ciclos consecutivos de esterilização em autoclave, os ensaios de tração nos fios de NiTi apresentaram valores médios de 530 MPa para tensão

de transformação, 1421 MPa para o limite de resistência e 12,9% de deformação até a fratura (TAB.13).

A comparação dos parâmetros que descrevem o comportamento mecânico de fios de NiTi, visualizados no GRAF.12, indica que este comportamento é apenas levemente modificado após os ciclos de esterilização, sendo observada uma quase coincidência das curvas médias.

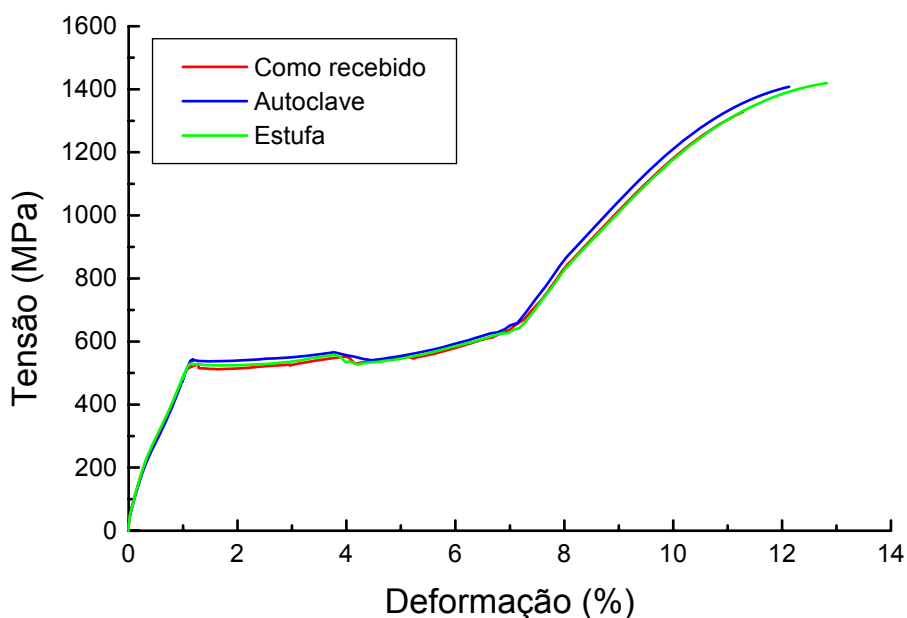


GRÁFICO 12 - Comparação entre as curvas tensão-deformação médias obtidas nos ensaios de tração em fios de NiTi empregados na confecção de instrumentos *ProFile* nas três condições testadas.

De fato, nenhuma alteração mensurável nos parâmetros analisados nos fios de NiTi esterilizados, em comparação com os não esterilizados, pôde ser verificada. Este resultado está de acordo com a não ocorrência de aumento

significativo nos valores de Microdureza Vickers, de torque até a fratura e deflexão angular máxima para os instrumentos submetidos a cinco ciclos de esterilização.

Supõe-se, a partir dos resultados verificados no presente estudo que, apesar de parecer não ter sido capaz de induzir a nucleação de precipitados de Ti_3Ni_4 , os ciclos de esterilização possivelmente levaram à recuperação tanto de defeitos subsuperficiais gerados durante o processo de usinagem dos instrumentos, como o rearranjo das deslocções presentes na liga após os instrumentos serem submetidos à deformação cíclica. Como consequência, têm-se um aumento na resistência à fadiga dos instrumentos de NiTi, verificada através do aumento nos valores médios de NCF, reflexo provável de um retardo na nucleação das trincas de fadiga e melhoria nas propriedades de superelasticidade.

CONCLUSÕES

6. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho permitem afirmar que:

- Cinco ciclos consecutivos de esterilização em estufa ou autoclave não causaram aumento significativo na Microdureza Vickers de instrumentos de NiTi;
- Os efeitos da esterilização sobre a resistência à torção de instrumentos de NiTi, se manifestaram em direções diferentes; aumento dos valores de torque até a fratura para os instrumentos *ProFile 20/.04* e redução deste parâmetro para os instrumentos *ProFile 25/.04*. Os valores de deflexão angular máxima para os dois instrumentos testados apresentaram aumento após a esterilização, embora esta tendência não seja confirmada estatisticamente.
- A resistência à fadiga dos instrumentos de NiTi, avaliada pelo número de ciclos até a fratura, apresentou aumento significativo, entre 14 e 27%, após os ciclos de esterilização.
- A vida restante em fadiga dos instrumentos *ProFile 30/.06*, submetidos à deformação cíclica até a metade de sua vida útil, foi aumentada em 38,5% após cinco ciclos de esterilização.

- Os parâmetros que determinam o comportamento mecânico dos fios de NiTi ensaiados em tração, tensão de transformação, limite de resistência e deformação até a fratura, praticamente não foram alterados pelos ciclos de esterilização
- O comportamento mecânico dos instrumentos de NiTi submetidos aos diferentes métodos de esterilização empregados, estufa ou autoclave, não mostraram diferença estatisticamente significativa, quando comparados entre si.

Com base nestas afirmações, pode-se concluir que as propriedades mecânicas de instrumentos endodônticos de NiTi não foram afetadas negativamente após cinco ciclos de esterilização através dos métodos rotineiramente utilizados na prática clínica. Ao contrário, os procedimentos de esterilização levaram a um aumento significativo na resistência à fadiga dos instrumentos de NiTi, especialmente nos casos em que estes foram submetidos à deformação cíclica previamente à esterilização. Estar de acordo com os padrões desejados de controle de infecção, não afetará adversamente as propriedades mecânicas dos instrumentos rotatórios de NiTi.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ADA Council on Dental Therapeutics. Infection control recommendations for the dental office and dental laboratory. **JADA**, v.116, p.241-248, february. 1988.
2. ADA Council on Dental Therapeutics. Infection control recommendations for the dental office and dental laboratory. **JADA**, v.127, p.672-680, may. 1996.
3. ALAPATI, S.B.; BRANTLEY, W.A.; SVEC, T.A.; POWERS, J.M.; NUSSTEIN, J.M.; DAEHN, G.S. SEM observations of nickel-titanium rotary endodontic instruments that fractured during clinical use. **Journal of Endodontics**, v.31, n.1, p.40-43, january. 2005.
4. AURICCHIO, F.; TAYLOR, R.; LUBLINER, J. Shape memory alloys: macromodelling and numerical simulations of the superelastic behavior. **Computer methods in applied mechanics and engeneering**, v.146, p.281-312, 1997.
5. BAHIA, M. G. A. **Resistência à fadiga e comportamento em torção de instrumentos endodônticos ProFile**. 2004. 213p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Ciência e Engenharia de Materiais) Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte.
6. BAHIA, M.G.A; BUONO, V.T.L. Decrease in fatigue resistance of nickel-titanium rotary instruments after clinical use in curved root canals. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v.100, n.2, p.2249-255, august. 2005.
7. BEHNKE, S. **An examination of nitinol properties in correlation with their use in vascular grafts**. 2001. Disponível em: <<http://www.pharmacy.wisc.edu/courses/718430/2001presentation/Behnke.pdf>>. Acesso em: 14 setembro 2005.
8. BOLGER, W.L.; GOUGH, R.W. Commentary on resistance to fracture by twisting: ANSI/ADA specification no 28 and no 58. **Journal of Endodontics**, v.11, n.6, p.245-248, june. 1985.
9. BOOTH, J.R.; SCHEETZ, J.P.; LEMONS, J.E.; ELEAZER, D. A comparison of torque required to fracture three different nickel-titanium rotary instruments around curves of the same angle but different radius when bound at the tip. **Journal of Endodontics**, v.29, n.1, p.55-57, january. 2003.
10. BRANTLEY, W.A.; SVEC, T.A.; IJIMA, M.; POWERS, J.M; GRENTZER, T.H. Differential scanning calorimetric studies of nickel titanium rotary endodontic instruments. **Journal of Endodontics**, v.28, n.8, p.567-572, august. 2002.

11. BUONO, V.T.L. **Biomateriais: Fundamentos e Aplicação**. 1 ed. Rio de Janeiro, 2005, v. 1, cap. 2
12. CANALDA-SHALI, C.; BRAU-AGUADÉ, E.; SENTÍS-VITALTA, J. The effect of sterilization on bending and torsional properties of K-files manufactured with different metallic alloys. **International Endodontic Journal**, v.31, p.48-52, january. 1998.
13. COHEN, S.; BURNS, R. C. **Caminhos da polpa**. 7. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2000. 838p.
14. COHEN, S. J.; GLASSMAN, G. D.; MOUNCE, R. The mind set: "between a rock and a hard place". **Oral Health Journal**, may. 2005. Disponível em: <<http://www.oralhealthjournal.com>>. Acesso em 16 junho 2005.
15. COURTNEY, T.H. **Mechanical behavior of materials**. USA: McGraw Hill, 620p, 1990.
16. DIETER. G.E. **Mechanical Metallurgy**. 3. ed. New York: McGraw-Hill, 1986.
17. 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, february. 2000.
18. 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.
19. EGgeler, G., HORNBOGEN, E., YAWNY, et al. Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys. **Materials Science and Engineering A**, v.378, p.24-33, july. 2004.
20. ESTRELA, C.; FIGUEIREDO, J. A. P. **Endodontia: princípios biológicos e mecânicos**. 3. ed. São Paulo: Artes medicas, 1999. 819p.
21. ESTRELA, C. **Ciência Endodôntica**. São Paulo: Artes Médicas, 2004, v.1, cap 8, p.267-314, cap 10, p.363-414.
22. FURUICHI, Y.; TOBUSHI, H.; IKAWA, T.; MATSUI R. Fatigue properties of a Ti-Ni shape memory alloy wire subjected to bending with various strain ratios, part I. **J Mater Design Appl**, n.217, p. 93-99.2003.
23. 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.
24. GAMBARINI, G. Rationale for the use of low-torque endodontic motors in root canal instrumentation. **Endodontics Dental Traumatology**, v.16, p. 95-100, 2000.

25. GAMBARINI, G. Cyclic fatigue of ProFile rotary instruments after prolonged clinical use. **International Endodontic Journal**, v.34, p. 386-389, july. 2001a.
26. GAMBARINI, G. Cyclic fatigue of nickel-titanium rotary instruments after clinical use with low and high-torque endodontic motors. **Journal of Endodontics**, v.27, n.12, p.772-774, december. 2001b.
27. GAMBARINI, G. Advantages and disadvantages of new torque-controlled endodontic motors and low-torque NiTi rotary instrumentation. **Australian Endodontic Journal**, v.27, n.3, p.99-104, december.2001c.
28. HAICKEL, 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, june. 1999
29. 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, february. 2000.
30. HORNBOGEN, E. Review Thermo-mechanical fatigue of shape memory alloys. **Journal of Materials Science**, v.39, n.2, p.385-399, january. 2004.
31. HUANG X., LIU Y Effect of annealing on the transformation behaviour and superelasticity of NiTi shape memory alloy. **Scripta Materialia**, v. 45, p.153-160, july. 2001.
32. HUANG, W.; WONG, Y.L. Effects of pré-strain on transformation temperatures of Niti shape memory alloy. **Journal of Materials science letters**, v.18, p.1797-1798, november. 1999.
33. HURTT, Craig A.; ROSSMAN, Louis E. The sterilization of endodontic hand files. **Journal of Endodontics**, v.22, n.6, p.321-322, june. 1996.
34. IVERSON, G.W.; VonFRAUNHOFER, J.A.; HERRMANN, J.W. The effects of various sterilization methods on the torsional strength of endodontic files. **Journal of Endodontics**, v.11, n.6, p.266-268, june. 1985.
35. KHALIL-ALLAFI, J.; 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, february. 2002.
36. KHALIL-ALLAFI, J.; EGGELER, G.; DLOUHY, A. et al. On the influence of heterogeneous precipitation on martensitic transformations in a Ni-rich shape memory alloy. **Materials Science and Engineering**, v. 378, p.148-151, july. 2004.
37. KENNON, N.F.; DUNNE, D.P. Shape memory behaviour. **Metals forum**, v.4, n.3, p.130-134. 1981.

38. KIM, J.W.; GRIGGS, J.A.; REGAN, J.D.; ELLIS, R.A.; CAI, Z. Effect of cryogenic treatment on nickel-titanium endodontic instruments. **International Endodontic Journal**, v. 38, p.364-371, June. 2005.
39. 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, August. 2001.
40. KUHN, G. & JORDAN, L. Fatigue and mechanical properties of Nickel-Titanium endodontic instruments. **Journal of Endodontics**, v.28, n.10, p.716-720, October. 2002.
41. LINSUWANONT, P.; PARASHOS, P.; MESSER, H.H. Cleaning of rotary nickel-titanium endodontic instruments. **International Endodontic Journal**, v.37, p.19-28, January. 2004a.
42. LINSUWANONT, P.; PARASHOS, P.; MESSER, H.H. A cleaning protocol for rotary nickel-titanium endodontic instruments. *Australian Dental Journal*, v.49, n.1, p.20-27, January. 2004b.
43. LIU, Y.; VAN HUMBEECK, J.; STALMANS, R.; DELAEY, L. Some aspects of the properties of NiTi shape memory alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v.247, p. 115-121, January. 1997.
44. MARTÍN, B.; ZELADA, G.; VARELA, P. et al. Factors influencing the fracture of nickel-titanium rotary instruments. **International Endodontic Journal**, v.36, p.262-266, April. 2003.
45. MARTINS, R.C., BAHIA, M.G.A., BUONO, V.T.L. Surface analysis of ProFile instruments by scanning electron microscopy and X-ray dispersive energy spectroscopy. **International Endodontic Journal**, v. 35, n.10, p.848-853, October. 2002.
46. 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**. 2003. 152f. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte.
47. MELO, M.C.C. **Avaliação da resistência á fadiga de instrumentos de níquel-titânio acionados a motor**. 1999, 153p. Dissertação (Mestrado em Odontologia) - Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte.
48. 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, November. 2002.
49. MELTON, K.N.; MERCIER, O. Fatigue of NiTi thermoelastic martensites. **Acta Metallurgica**, v.27, p.137-144. 1979.

50. MELTON, K.N. Ni-Ti based shape memory alloys. **Engineering Aspects of Shape Memory Alloys**, London: Butterworth-Heinemann p.21-35, 1990.
51. MILLER, C.H. Infection control. **Dental Clinics of North America**, v.40, n.2, p.437-456, april, 1996.
52. MITCHELL, B.F.; JAMES, G.A.; NELSON, R.C. The effect of autoclave sterilization on endodontic files. **Oral Sugery**, v.55, n.2, p.204-207, february. 1983.
53. 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.
54. 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.
55. MIZE, S.B.; CLEMENT, D.J.; PRUETT, J.P.; CARNES, D.L. Effect of sterilization on cyclic fatigue of rotary nickel-titanium endodontic instruments. **Journal of Endodontics**, v.24, n.12, p.843-847, 1998.
56. O'HOY, P.Y.Z.; MESSER, H.H.; PALAMARA, J.E.A. The effect of cleaning procedures on fracture properties and corrosion of Niti files. **International Endodontic Journal**, v.36, p.724-732, november. 2003.
57. OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M.. **Shape Memory Materials**, Cambridge: Cambridge Univ. Press, 1998, UK, cap 1, p.1-26.
58. OTSUKA, K.; REN, X. Martensitic transformations in nonferrous shape memory alloys. **Materials Science and Engineering**, A273-275, p.89-105, 1999.
59. OTSUKA, K.; REN, X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. **Progress in Materials Science**, v.50, p. 511-678, 2005.
60. PATIÑO, P.V.; BIEDMA, B.M.; LIÉBANA, C.R.; CANTATORE, G.; BAHILLO, J.G. The influence of manual glide path on the separation rate of NiTi rotary instruments. **Journal of Endodontics**, v.31, n.2, p.114-116, February. 2005.
61. 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, april. 2002.
62. 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, february. 2003.

63. PETERS, O.A. Current challenges and concepts in the preparation of root canal system: a review. **Journal of Endodontics**, v.30, n.8, p.559-567, august. 2004.
64. PETERS, O.A.; BOESSIER, C.; ZEHNDER, M. Effect of liquid and paste-type lubricants on torque values during simulated rotary root canal instrumentation. **International Endodontic Journal**, v.38, p.223-229, 2005.
65. PRUETT, J. P.; CLEMENT, D. J.; CARNES, D. L. Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. **Journal of Endodontics**, v.23, n.2, p.77-85, february. 1997.
66. RAPISARDA, E.; BONACCORSO, A.; TRIPI, T.R.; CONDORELLI, G.G. Effect of sterilization on the cutting efficiency of rotary nickel-titanium endodontic files. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontics**, v.88, n.3, p.343-347, september. 1999.
67. REAMS, G.J.; BAUMGARTNER, J.C.; KULILD, J. C. Practical application of infection control in endodontics. **Journal of Endodontics**, v.21, n.5, p.281-284, may. 1995.
68. 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, may.1985.
69. RUDDLE, C. J. Nickel-titanium rotary systems: review of existing instruments and geometries. *Dentistry Today*, p.87-95, october. 2000.
70. RUDDLE, C. J. Nickel-Titanium rotary instruments: current concepts for preparing the root canal system. **Australian Endodontic Journal**, v.29, n.2, p.87-98, august. 2003.
71. 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.
72. SABURI, T. TiNi shape memory alloys. In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M., **Shape Memory Materials**, Cambridge: Cambridge Univ. Press, 1998, UK, 289P., 1998
73. SAMARANAYAKE, L.P.; SCHEUTZ, F.; COTTONE, J.A. **Controle da infecção para a equipe odontológica**. 2. ed. São Paulo: Livraria Editora Santos, 1995. 146p.
74. 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, n. , p.161-165. 2000.
75. SCHILDER, H. Cleaning and shaping the root canal. **Dental Clinics of North America**, v.18, n.2, p.269-296, 1974.

76. SCHRADER, C.; PETERS, O.A. Analysis of torque and force with differently tapered rotary endodontic instruments in vitro. **Journal of Endodontics**, v.31, n.2, p.120-123, February. 2005.
77. SERENE, T.P. et al. **Nickel-titanium Instruments**: Applications in Endodontics. St. Louis: Ishiyaku EuroAmerica, 1995. 112p.
78. SILVAGGIO, J.; HICKS, M.L. Effect of heat sterilization on the torsional properties of rotary NiTi endodontic files. **Journal of Endodontics**, v.23, n.12, p.731-734, december. 1997.
79. SOTOKAWA T. An analysis of clinical breakage of root canal instruments. **Journal of Endodontics**, v.14, p.75 - 72. 1988.
80. SVEC, T.A.; POWERS, J.M. Effects of simulated clinical conditions on nickel-titanium rotary files. **Journal of Endodontics**, v.25, n.11, p.759-760, November. 1999.
81. THIERRY, B.; TABRIZIAN, M.; SAVADOGO, O.; YAHIA, L'H. Effects of sterilization processes on NiTi alloy: surface characterization. **Journal of Biomedical Material Research**, v.49, n.1, p.88-98. 2000.
82. THOMPSON, S.A. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. **International Endodontic Journal**, v.33, p.297-310, july. 2000
83. TOBUSHI, H.; HACHISUKA, T., YAMADA, S.; LIN, P. Rotating-bending fatigue of a NiTi shape memory alloy wire. **Mech Mater**, v.26, p.35-42. 1997.
84. ULMANN, C.J.; PETERS, O.A. Effect of cyclic fatigue on static fracture loads in ProTaper nickel-titanium rotary instruments. **Journal of Endodontics**, v.31, n.3, p. 183-186, march. 2005
85. WALIA, H.t; BRANTLEY, W.A.; GERSTEIN, H. An initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files. **Journal of Endodontics**, v.14, n.7, p.346-351, july. 1988.
86. WAYMAN, C.M. Some applications of shape-memory alloys. **Journal of Metals**. p.129-137. 1980.
87. WAYMAN, C.M. The shape memory effect. **Metal forum**, v.4, n.3, p. 135-141. 1981.
88. WAYMAN, C.M.; DUERIG, T.W. An introduction to martensite and shape memory. **Engineering Aspects of Shape Memory Alloys**, p.3-20, 1990.
89. WILDEY, W.L.; SENIA, E.S. A new root instrument and instrumentation technique: a preliminary report. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology**, v.67, p.198-207, february, 1989.

90. WILDEY, W.L.; SENIA, E.S.; MONTGOMERY, S. Another look at root canal instrumentation. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology**, v.74, p.499-507, october. 1992.
91. WILKES, K.E.; LIAW, P.K. The fatigue behavior of shape-memory alloys. **JOM**, v.52, n.10, p.45-51, 2000.
92. YARED, G.M.; BOU DAGHER, F.E.; MATCHOU, P. Cyclic fatigue of ProFile rotatory instruments after simulated clinical use. **International Endodontic Journal**, London, v.32, n.2, p.115-119, Mar. 1999.
93. 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, may. 2000.
94. YARED G.M, et al. Influence of rotational speed torque and operator's proficiency on ProFile failures. **International Endodontic Journal** v.34, n.1, p.47-53, january. 2001.
95. YARED, G.; SLEIMAN, P. Failure of ProFile instruments used with air, high torque control and low torque control motors. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontics**, v.93, p.92-96, january. 2002.
96. YARED, G. In vitro study of the torsional properties of new and used ProFile nickel-titanium rotary files. **Journal of Endodontics**, v.30, n.6, p. 410-412, june. 2004.

ABSTRACT

7. ABSTRACT

Thermo-mechanical treatments applied industrially can improve the properties of NiTi alloy used in the manufacture of rotary endodontic instruments. However, the effect of sterilization on the mechanical properties of these instruments is not yet fully established. The present study evaluates the effect of five consecutive sterilization cycles, in dry heat oven or steam autoclave, on the mechanical properties of NiTi instruments, which were tested to failure in torsion and in flexural fatigue. Vickers Microhardness measurements were carried out on the instruments shaft before and after sterilization. NiTi wires employed in the manufacture of the instruments were sterilized in a similar way and then tensile tested until rupture. The influence of sterilization on instruments fatigue tested until one half of their fatigue life was also evaluated. The Student's *t* test at 95% confidence level was used for statistical analysis of the results obtained. The sterilization procedures did not cause a significantly change in the hardness of the analysed instruments. Similarly, their torsional behaviour and the mechanical properties of the tensile-tested wires were only slightly influenced by sterilization. However, there was a significant increase in the fatigue resistance of all sterilized instruments, especially in those submitted to cyclic deformation previously to sterilization. From the clinical point of view, the results obtained indicate that the sterilization procedures enable safe reutilization of the NiTi instruments, by increasing their fatigue strength.

KEY-WORDS: NiTi instruments, sterilization, fatigue resistance.

ANEXOS

ANEXO A

RESULTADOS DOS ENSAIOS MICRODUREZA VICKERS

Hastes de instrumentos 30/.06 – Não Esterilizados

Ordem	Midrodureza	Ordem	Midrodureza	Ordem	Midrodureza
1	365	31	328	61	354
2	351	32	348	62	422
3	365	33	338	63	368
4	333	34	351	64	294
5	335	35	296	65	309
6	371	36	318	66	348
7	383	37	330	67	386
8	399	38	340	68	338
9	405	39	312	69	359
10	374	40	386	70	348
11	323	41	405	71	314
12	318	42	392	72	351
13	354	43	365	73	395
14	318	44	399	74	368
15	330	45	386	75	374
16	333	46	312	76	326
17	430	47	326	77	309
18	383	48	343	78	318
19	377	49	357	79	338
20	422	50	348	80	377
21	395	51	330	81	371
22	422	52	323	82	357
23	473	53	449	83	348
24	386	54	368	84	338
25	389	55	335	85	321
26	389	56	351	86	301
27	430	57	362	87	303
28	409	58	362	88	321
29	449	59	371	89	374
30	465	60	395	90	338
Médias					361
Desvio Padrão					39

RESULTADOS DOS ENSAIOS MICRODUREZA VICKERS

Hastes de instrumentos 30/.06 – Estufa

Ordem	Midrodureza	Ordem	Midrodureza	Ordem	Midrodureza
1	392	31	377	61	383
2	383	32	346	62	368
3	383	33	338	63	354
4	368	34	374	64	346
5	348	35	340	65	338
6	386	36	402	66	380
7	383	37	374	67	368
8	368	38	386	68	368
9	392	39	374	69	392
10	395	40	346	70	346
11	389	41	359	71	368
12	433	42	348	72	405
13	351	43	354	73	346
14	405	44	365	74	330
15	399	45	359	75	368
16	389	46	482	76	321
17	426	47	433	77	305
18	368	48	409	78	348
19	340	49	362	79	312
20	335	50	399	80	392
21	359	51	465	81	445
22	321	52	371	82	465
23	338	53	351	83	392
24	326	54	386	84	365
25	335	55	362	85	321
26	301	56	389	86	307
27	351	57	402	87	312
28	359	58	377	88	307
29	338	59	368	89	298
30	323	60	449	90	333
Médias					368
Desvio Padrão					37

RESULTADOS DOS ENSAIOS MICRODUREZA VICKERS

Hastes de instrumentos 30/.06 – Autoclave

Ordem	Midrodureza	Ordem	Midrodureza	Ordem	Midrodureza
1	316	31	359	61	445
2	374	32	380	62	335
3	335	33	422	63	359
4	365	34	374	64	330
5	346	35	354	65	351
6	338	36	338	66	326
7	330	37	399	67	343
8	357	38	362	68	346
9	335	39	377	69	340
10	354	40	402	70	371
11	395	41	415	71	362
12	333	42	395	72	338
13	380	43	399	73	399
14	392	44	371	74	371
15	389	45	368	75	368
16	371	46	386	76	330
17	371	47	357	77	362
18	335	48	359	78	335
19	395	49	441	79	348
20	383	50	419	80	316
21	377	51	412	81	314
22	389	52	338	82	323
23	346	53	340	83	383
24	368	54	335	84	380
25	368	55	405	85	323
26	348	56	368	86	357
27	377	57	377	87	316
28	386	58	419	88	380
29	380	59	383	89	328
30	402	60	374	90	323
Médias					365
Desvio Padrão					29

ANEXO B

RESULTADOS DOS ENSAIOS DE TORÇÃO

Instrumentos 20/.04 – Ensaio de torção

20/.04	Sem esterilização	
Ordem	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,4	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
Médias	0,356	589
Desvio Padrão	0,03	34,2

20/.04	Estufa	
Ordem	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,347	497
2	0,36	502
3	0,325	624
4	0,454	609
5	0,338	642
6	0,367	585
7	0,399	581
8	0,388	527
9	0,34	584
10	0,362	883
11	0,475	991
12	0,313	494
13	0,363	458
14	0,355	531
15	0,421	988
Médias	0,374	633
Desvio Padrão	0,05	176

20/04	Autoclave	
Ordem	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,405	739
2	0,333	570
3	0,402	645
4	0,327	764
5	0,286	792
6	0,376	433
7	0,314	514
8	0,428	545
9	0,423	548
10	0,349	641
11	0,392	537
12	0,399	768
13	0,356	627
14	0,403	627
15	0,339	606
Médias	0,369	624
Desvio Padrão	0,04	105

Instrumentos 25/04 – Ensaio de torção

25/04	Sem esterilização	
Ordem	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	0,56	789
Médias	0,574	633,6
Desvio Padrão	0,04	81

25/04	Estufa	
Ordem	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,451	656
2	0,49	746
3	0,496	756
4	0,486	825
5	0,496	714
6	0,558	569
7	0,48	715
8	0,495	718
9	0,477	674
10	0,379	533
11	0,37	714
12	0,602	668
13	0,406	725
14	0,505	718
15	0,476	693
Médias	0,478	694,9
Desvio Padrão	0,06	71,3

25/04	Autoclave	
Ordem	Torque Máximo (N.cm)	Deflexão Angular Máxima (°)
1	0,496	668
2	0,411	673
3	0,503	854
4	0,41	836
5	0,422	588
6	0,419	593
7	0,388	584
8	0,528	624
9	0,517	919
10	0,431	779
11	0,461	904
12	0,345	595
13	0,594	560
14	0,593	775
15	0,468	713
Médias	0,466	711
Desvio Padrão	0,07	125

ANEXO C

RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FADIGA

Instrumentos 25/.06 – Ensaio de fadiga

25/.06	Sem esterilização		
Ordem	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)
1	188	783	22
2	197	821	22
3	217	904	22
4	183	763	23
5	174	725	22
6	189	788	23
7	153	638	22
8	222	925	22
9	186	775	22
10	186	775	22
Médias	189,5	789,7	22,2
Desvio Padrão	20	82,2	0,42

25/.06	Estufa		
Ordem	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)
1	283	1179	23
2	216	900	21
3	224	933	21
4	214	892	21,5
5	238	992	22,5
6	231	963	22
7	206	858	22
8	194	808	21,5
9	194	808	21,5
10	231	963	22
11	175	729	22
12	212	883	22
13	198	825	22
14	202	842	22
15	226	942	22
Médias	216	901	21,9
Desvio Padrão	25	105	0,5

25/06	Autoclave		
Ordem	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)
1	168	688	23
2	205	854	23
3	212	883	21
4	240	1000	23
5	254	1058	21,5
6	248	1033	22
7	261	1088	21
8	225	938	21,5
9	241	1004	22
10	241	1004	22
11	163	679	22
12	168	700	22,5
13	248	1033	22
14	222	925	21,5
15	214	892	21,5
Médias	220,6	919	22
Desvio Padrão	32	136	0,7

Instrumentos 30/06 – Ensaio de fadiga

30/06	Sem esterilização		
Ordem	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)
1	174	725	23
2	163	679	22
3	232	967	22,5
4	142	592	21,5
5	195	813	22,5
6	170	708	21,5
7	141	588	22,5
8	231	963	22,5
9	119	496	21,5
10	141	588	22,5
Médias	170,9	712	22,2
Desvio Padrão	38,5	160	0,5

30/06		Estufa	
Ordem	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)
1	180	750	22
2	229	954	21
3	195	813	22
4	241	1004	22
5	168	700	22
6	243	1013	22
7	326	1358	22,5
8	297	1238	21,5
9	227	946	22
10	154	642	22,5
11	241	1000	22
12	161	670*	22
13	160	665*	22,5
14	194	810*	22
15	203	845*	22
Médias	214,6	894	22
Desvio Padrão	50,4	210	0,38

30/06		Autoclave	
Ordem	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)
1	235	979	22
2	219	914	22
3	224	933	22,5
4	228	950	21,5
5	225	938	21
6	219	913	21,5
7	184	767	22
8	219	913	22
9	215	896	22
10	242	1008	21
11	200	835*	22
12	198	825*	21,5
13	209	870*	22
14	248	1035*	22
15	198	825*	21,5
Médias	217,5	907	21,77
Desvio Padrão	17,5	73	0,42

ANEXO D

RESULTADOS DOS ENSAIOS DE ½ VIDA RESTANTE EM FADIGA

Instrumentos 30/.06 – Ensaio Fadiga Interrompida

30/.06	Autoclave		
Ordem	Tempo (s)	NCF	Posição (mm)
1	79	329	21,0
2	151	629	22,0
3	99	413	21,5
4	74	308	22,5
5	172	717	21,5
6	115	479	21,0
7	140	583	22,0
8	162	675	22,0
9	117	488	21,0
10	126	525	21,5
11	91	379	22,0
12	127	529	21,5
13	108	450	21,5
14	171	713	22,5
15	42	175	22,0
Médias	118	493	21,7
Desvio Padrão	38	157	0,5

ANEXO E

RESULTADOS DOS ENSAIOS TRAÇÃO EM FIOS DE NiTi

Ordem	Sem esterilização		
	<i>Tensão de Transformação (MPa)</i>	<i>Limite de Resistência (MPa)</i>	<i>Deformação até a Fratura (%)</i>
1	543,2	1283,2	11,3
2	532,7	1417	12,8
3	524,1	1385	11,6
Médias	533,3	1361,8	11,9
Desvio padrão	9,6	69,9	0,8

Ordem	Estufa		
	<i>Tensão de Transformação (MPa)</i>	<i>Limite de Resistência (MPa)</i>	<i>Deformação até a Fratura (%)</i>
1	543,6	1427,6	12,8
2	547,4	1423,4	12,7
3	535,8	1409,4	12,1
Médias	542,9	1420,1	12,5
Desvio padrão	5,9	9,5	0,35

Ordem	Autoclave		
	<i>Tensão de Transformação (MPa)</i>	<i>Limite de Resistência (MPa)</i>	<i>Deformação até a Fratura (%)</i>
1	532,4	1426,5	12,9
2	524,2	1416,4	12,9
3	533,6	1420,3	13
Médias	530,1	1421,1	12,9
Desvio padrão	5,1	5,1	0,1