

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

Rafael Rodrigues Soares de Magalhães

**“Análise das características dimensionais e
resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi
Twisted File e RaCe”**

BELO HORIZONTE
2010

Rafael Rodrigues Soares de Magalhães

**“Análise das características dimensionais e
resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi
Twisted File e RaCe”**

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

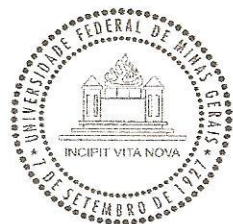
Área de concentração: Endodontia

Orientação: Profa.Dra. Maria Guiomar de A. Bahia
Prof.Dr. Vicente Tadeu Lopes Buono

**FACULDADE DE ODONTOLOGIA
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
BELO HORIZONTE
2010**

M188a Magalhães, Rafael Rodrigues Soares de
2010 Análise das características dimensionais e resistência à fadiga de
T instrumentos rotatórios de NiTi Twisted File e RaCe / Rafael Rodrigues
 Soares de Magalhães, 2010.
 122 f.:il.
 Orientadora: Maria Guiomar de Azevedo Bahia
 Co-orientador: Vicente Tadeu Lopes Buono
 Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais,
 Faculdade de Odontologia.
 1. Instrumentos odontológicos – Teses. 2. Ligas dentárias – Teses.
I. Bahia, Maria Guiomar de Azevedo. II. Buono, Vicente Tadeu Lopes.
III. Universidade Federal de Minas Gerais. Faculdade de Odontologia .
IV. Título.

BLACK D047



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
FACULDADE DE DONTOLOGIA
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

Dissertação intitulada "**Análise das características dimensionais e resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi Twisted File e RaCe**", área de concentração em **Endodontia**, apresentada por **Rafael Rodrigues Soares de Magalhães**, para obtenção do grau de **Mestre em Odontologia**, **APROVADA** pela Comissão Examinadora constituída pelos seguintes professores:

Dra. Maria Guiomar de Azevedo Bahia
FO-UFMG - Orientadora

Dr. Vicente Tadeu Lopes Buono
EE-UFMG - Co-Orientador

Dr. Frank Ferreira Silveira
FO-UI

Dr. Antonio Paulino Ribeiro Sobrinho
FO-UFMG

Profa. Dra. Maria Cássia Ferreira de Aguiar
Subcoordenadora do Colegiado do
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

Belo Horizonte, 28 de julho de 2010.

Dedicatória

Aos meus pais, **Plínio** e **Lucinéa**, incentivadores e responsáveis por toda minha formação intelectual, moral e sentimental. Amo vocês. Às minhas irmãs, **Fernanda** e **Débora**, verdadeiras amigas e parceiras de vida. À **Bárbara**, meu grande amor, cúmplice e companheira para sempre.

Agradecimentos Especiais

À **Prof^a. Dr^a. Maria Guiomar de Azevedo Bahia**, pela orientação sábia e competente, sempre dedicada e cuidadosa. Obrigado pela paciência, compreensão, incentivo e principalmente pelos ensinamentos, tão valiosos para o meu crescimento.

Ao **Prof. Dr. Vicente Tadeu Lopes Bueno**, pela indiscutível co-responsabilidade intelectual deste trabalho. Obrigado pela transmissão de conhecimentos, gentileza e sobriedade.

Agradecimentos

Ao **Prof. Dr. Antônio Paulino Ribeiro Sobrinho**, pelas orientações, transmissão de conhecimentos e confiança.

Aos amigos, **Lígia** e **Rodrigo**, pelos esforços despendidos durante todo o processo de desenvolvimento deste trabalho. Obrigado pela disponibilidade e amizade.

Às amigas, **Viviane** e **Marília**, pela parceria, durante nossa caminhada. Sem vocês, tudo seria mais difícil e complicado. Obrigado.

Às companheiras, **Ciça**, **Bebel** e **Érika**, responsáveis no auxílio imprescindível na execução deste trabalho.

Aos companheiros, **Luíz Carlos**, **Juliano**, **Evandro**, **Warlei**, **Fabiano**, **Luciana** e **Ana Cristina**, pela ajuda e companheirismo.

Ao **Bruno Lourenço**, pela disponibilidade e competência.

Resumo

Este trabalho teve como objetivo a avaliação das características geométricas, das propriedades estruturais, físicas, químicas e mecânicas dos instrumentos endodônticos de NiTi *Twisted File* (SybronEndo, Orange, CA) e *RaCe* (FKG, La Chaux-de-Fonds, Switzerland). A composição química da liga NiTi foi analisada semi-quantitativamente por espectroscopia de energia de raios-X (EDS), as fases presentes foram identificadas através de análises por difratometria de raios-X (DRX), as temperaturas de transformação foram determinadas por calorimetria exploratória diferencial (DSC) e o acabamento superficial foi avaliado por microscopia eletrônica de varredura (MEV). As características geométricas e dimensionais dos instrumentos foram analisadas através do software ImagePro Plus 6.0 (Media Cybernetics, Silver Spring, MD, EUA). A resistência à fadiga foi determinada utilizando um dispositivo de bancada para testes em fadiga. Os dados foram analisados pelo teste ANOVA com um nível de confiança de 95%. Observou-se que os instrumentos *RaCe* apresentaram padronização geométrica e características superficiais compatíveis com as descritas pelo fabricante. Já os instrumentos *Twisted File* não apresentaram uniformidade em todos os parâmetros dimensionais analisados. As ligas utilizadas na confecção dos dois Sistemas apresentaram composições químicas semelhantes, correspondendo às fornecidas pelos fabricantes. A análise por difração de raios X (DRX) confirmou que à temperatura ambiente os instrumentos *TF* e *RaCe* apresentaram como principal constituinte a austenita. Embora o fabricante do Sistema *TF* relate que seus instrumentos são compostos por Fase R, sua presença não foi detectada nas análises realizadas. Os valores médios das temperaturas de transformação dos dois sistemas confirmam que a liga é austenítica à temperatura ambiente. Na análise por MEV, a regularidade superficial dos instrumentos *RaCe*, submetidos ao polimento eletrolítico não pôde ser observada nos instrumentos *TF*. Nos ensaios de fadiga, os instrumentos *TF* apresentaram uma vida em fadiga maior que os instrumentos *RaCe* de diâmetros semelhantes. Pode ser sugerido que os processos termomecânicos empregados na fabricação dos mesmos influenciaram o comportamento mecânico, aumentando a resistência à fadiga destes instrumentos.

PALAVRAS-CHAVE: Superelasticidade, ligas NiTi, instrumentos endodônticos, resistência à fadiga.

Abstract

This work was a study of structural characteristics, physical and mechanical properties of NiTi endodontic instruments Twisted File 25/.06 and .08, RaCe 25/.04 and .06. The geometric and dimensional characteristics of the instruments were analyzed and measured by the software ImagePro Plus 6.0 (Media Cybernetics, Silver Spring, MD, USA). The topographic features were evaluated by scanning electron microscopy (SEM), chemical composition was analyzed semi-quantitatively by proton energy X-ray (EDS), the crystalline structure of the alloy identified by X-ray diffraction (XRD) while the transformation temperatures were determined by differential scanning calorimetry (DSC). Fatigue strength was evaluated in a bench device using an artificial canal with a radius of curvature of 5mm and 45° angle. RaCe instruments were standardized geometric and surface characteristics consistent with those described by the manufacturer (FKG, La Chaux-de-Fonds, Switzerland). Already instruments Twisted File not presented the geometric characteristics and surface suggested by the manufacturer (SybronEndo, Orange, CA). The instruments of the two systems were in satisfactory stoichiometric and transformation temperatures favor the occurrence of superelasticity. Although the manufacturer Twisted File System report that their instruments are composed of R-Phase, the presence of this phase was not detected in tests carried out. The diffraction patterns obtained with instruments and Twisted File RaCe demonstrated the presence of peaks of higher intensity of β -Phase. In fatigue tests, the resistance of the instruments decreased with increasing size. The results obtained and analyzed by ANOVA, with a coefficient of reliability of 95%, indicated that the TF 25/.06 instruments showed a fatigue life 16,0% higher when compared to RaCe 25/.04 instruments and tools TF 25/.08 fatigue life showed a 18,0% increase compared to RaCe 25/.06 instruments.

KEY-WORDS: Superelasticity, NiTi alloys, endodontics instruments, fatigue resistance.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 3.1	Modelo simplificado da transformação martensítica.....	20
FIGURA 3.2	Termograma teórico das temperaturas de transformação martensítica.....	22
FIGURA 3.3	Diagrama tensão-temperatura ilustrando a faixa de temperatura onde ocorre a superelasticidade.....	23
FIGURA 3.4	Curvas tensão-deformação para austenita estável, martensita induzida por temperatura, e martensita induzida por tensão.....	25
FIGURA 3.5	Variação da temperatura M_s em função do conteúdo de Ni em ligas NiTi.....	26
FIGURA 3.6	Raio e ângulo de curvatura descritos pelos parâmetros r e α	29
FIGURA 3.7	Curvas de fadiga obtidas em fios de NiTi com microestrutura austenítica estável.....	36
FIGURA 3.8	Diagrama de fase do sistema NiTi.....	48
FIGURA 4.1	Instrumentos de NiTi <i>Twisted File</i> 25/.04, 25/.06, e 25/.08.....	56
FIGURA 4.2	Instrumentos de NiTi <i>RaCe</i> 25/.04 e 25/.06.....	56
FIGURA 4.3	Microdurômetro utilizado durante os ensaios de Microdureza Vickers.....	60
FIGURA 4.4	Detalhe da amostra posicionada no microdurômetro.....	60
FIGURA 4.5	Bancada de teste posicionada sob a lupa estereomicroscópica.....	62
FIGURA 4.6	Dispositivo de bancada para ensaios de fadiga.....	63
FIGURA 4.7	Instrumento posicionado no canal artificial de aço temperado.....	64
FIGURA 5.1	Espectros de energia de raios-X (EDS) obtidos em área de instrumentos <i>TF</i> e <i>RaCe</i>	67
FIGURA 5.2	Difratogramas obtidos em instrumentos <i>TF</i> e <i>RaCe</i>	69
FIGURA 5.3	Curvas de DSC típicas obtidas para instrumentos <i>Twisted File</i> e <i>RaCe</i>	71
FIGURA 5.4	Valores médios dos diâmetros dos instrumentos <i>TF</i> 25/.06 e <i>RaCe</i> 25/.04 (a), <i>TF</i> 25/.08 e <i>RaCe</i> 25/.06 (b).....	75
FIGURA 5.5	Valores médios dos comprimentos de <i>pitch</i> de instrumentos <i>TF</i> 25/.06 e <i>RaCe</i> 25/.04, <i>TF</i> 25/.08 e <i>RaCe</i> 25/.06.....	79
FIGURA 5.6	Imagens da parte ativa, com as lâminas de corte alternadas de instrumentos <i>RaCe</i> 25/.04 e 06.....	81
FIGURA 5.7	Parte ativa de dois instrumentos <i>TF</i> 25/.06 e .08.....	82
FIGURA 5.8	Fotomicrografias de instrumentos <i>TF</i> 25/.06, <i>RaCe</i> 25/.04, <i>TF</i>	

	25/.08 e <i>RaCe</i> 25/.06, mostrando a variação da morfologia de ponta.....	83
FIGURA 5.9	Imagens da seção transversal dos instrumentos <i>Twisted File</i> 25/.08 e <i>RaCe</i> 25/.06.....	84
FIGURA 5.10	Imagens mostrando as características superficiais dos instrumentos <i>TF</i> e <i>RaCe</i>	86
FIGURA 5.11	Detalhe das características superficiais de instrumentos <i>Twisted File</i> 25/.06.....	88
FIGURA 5.12	Valores médios de número de ciclos até a fratura para instrumentos <i>TF</i> 25/.06 e .08, <i>RaCe</i> 25/.04 e .06 ensaiados em fadiga até a ruptura.....	89
FIGURA 5.13	Variação do número médio de ciclos até a fratura por fadiga com a amplitude de deformação estimada para os instrumentos <i>TF</i> e <i>RaCe</i>	93
FIGURA 5.14	Superfície de fratura de um instrumento <i>TF</i> 25/.06 ensaiado em fadiga até a ruptura.....	96
FIGURA 5.15	Superfície de fratura de um instrumento <i>RaCe</i> 25/.06 ensaiado em fadiga até a ruptura.....	97
FIGURA 5.16	Detalhe da região lisa de um instrumentos <i>TF</i> 25/.08 e <i>RaCe</i> 25/.06, ensaiados em fadiga até a ruptura.....	98
FIGURA 5.17	Detalhe da região central fibrosa da superfície de fratura de um instrumento <i>TF</i> 25/.06 e <i>RaCe</i> 25/.06, ensaiados em fadiga até a ruptura.....	99
FIGURA 5.18	Superfícies de fratura de instrumentos <i>TF</i> e <i>RaCe</i> mostrando a presença de inclusões.....	99

LISTA DE TABELAS

TABELA V.1	Valores médios da composição química de instrumentos <i>TF</i> e <i>RaCe</i> , determinados por EDS.....	66
TABELA V.2	Valores médios (desvio padrão) das temperaturas de transformação martensítica e reversa de instrumentos <i>TF</i> e <i>RaCe</i> determinados por DSC.....	70
TABELA V.3	Valores médios de microdureza Vickers (desvio padrão) determinados em instrumentos <i>Twisted File 25/.08</i> e <i>RaCe 25/.06</i> e a probabilidade de significância estatística (p) entre os pares analisados.....	73
TABELA V.4	Valores médios (desvio padrão) de diâmetro a 3 mm da ponta (D3), de comprimento da parte ativa e a probabilidade de significância estatística (p) de D3 entre os pares de instrumentos <i>TF 25/.06</i> e <i>.08</i> , <i>RaCe 25/.04</i> e <i>.06</i> analisados.....	76
TABELA V.5	Valores médios (desvio padrão) de número de ciclos até a fratura e da posição da fratura em relação ao comprimento total de instrumentos <i>TF 25/.06</i> e <i>.08</i> (27 mm) e <i>RaCe 25/.04</i> e <i>.06</i> (25 mm) ensaiados em fadiga.....	90
TABELA V.6	Valores médios (desvio padrão) de D3 e valores estimados da amplitude máxima de deformação a que cada instrumento <i>TF 25/.06</i> e <i>.08</i> , <i>RaCe 25/.04</i> e <i>.06</i> foi submetido no ponto de flexão máxima no canal artificial.....	91

LISTA DE ABREVIATURAS E NOTAÇÕES

Af	Temperatura de final de transformação reversa
As	Temperatura de início de transformação reversa
β	Fase parente da liga NiTi, com estrutura cúbica de corpo centrado
B19'	Fase produto da liga NiTi, com estrutura monoclinica
D3	Diâmetro a 3 mm da ponta do instrumento endodôntico
D	Diâmetro do instrumento endodôntico
DP	Desvio-padrão
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
DRX	Difração de raios X
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva de raios X
EMF	Efeito memória de forma
Md	Temperatura máxima para formar a martensita induzida por tensão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
Mf	Temperatura final de transformação martensítica
NiTi	Níquel-titânio
rpm	Rotações por minuto
SCR	Sistema de canais radiculares
SE	Superelasticidade
TF	<i>Twisted File</i>
TM	Transformação martensítica
TR	Transformação reversa
NCF	Número de Ciclos até Fratura
ϵ_a	Amplitude de Deformação

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	OBJETIVOS	17
2.1	Objetivo Geral.....	17
2.2	Objetivos Específicos.....	17
3	REVISÃO DE LITERATURA	18
3.1	Transformação Martensítica, Efeito Memória de Forma e Superelasticidade.....	19
3.2	Aplicações comerciais das ligas NiTi.....	27
3.3	Anatomia do Sistema de Canais Radiculares.....	28
3.4	Instrumentos Endodônticos de NiTi.....	30
3.5	Fratura de instrumentos rotatórios de NiTi.....	31
3.5.1	Fratura por fadiga.....	34
3.5.1.1	Fadiga em ligas NiTi.....	34
3.5.1.2	Fratura por fadiga em instrumentos rotatórios de NiTi.....	38
3.6	Instrumentos Torcidos X Instrumentos Usinados.....	44
3.6.1	Os Sistemas Twisted File e RaCe.....	44
3.7	Tratamentos Térmicos das ligas NiTi.....	46
4	MATERIAL E MÉTODOS	55
4.1	Instrumentos endodônticos analisados.....	55
4.2	Caracterização do material.....	57
4.3	Análise da superfície dos instrumentos por microscópio eletrônico de varredura.....	58
4.4	Caracterização geométrica e dimensional dos instrumentos.....	58
4.5	Ensaio de microdureza.....	59
4.6	Ensaio de Fadiga.....	61
4.7	Análise das superfícies de fratura.....	65
4.8	Análise Estatística.....	65
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	66
5.1	Caracterização do Material.....	66
5.1.1	Composição química.....	66
5.1.2	Fases presentes.....	68
5.1.3	Temperaturas de transformação.....	70
5.1.4	Microdureza Vickers.....	73
5.2	Caracterização geométrica e estabilidade dimensional dos instrumentos.....	74
5.2.1	Medidas de diâmetro.....	74

5.2.3	Medidas dos comprimentos de <i>pitch</i>	78
5.2.4	Análise dos instrumentos por microscópio eletrônico de varredura	84
5.3.1	Ensaio de Fadiga.....	89
5.3.1.1	Grupo Experimental de Fadiga.....	89
5.3.1.2	Análise da Superfície de Fratura dos Instrumentos.....	95
6	CONCLUSÕES	101
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	103
8	ANEXOS	114

1 INTRODUÇÃO

A utilização de instrumentos endodônticos flexíveis confeccionados com ligas NiTi superelásticas transformou os métodos de instrumentação do sistema de canais radiculares, reduzindo os erros de procedimento e tornando-os mais seguros e previsíveis. Estas ligas são largamente utilizadas em função de duas propriedades: a superelasticidade e o efeito memória de forma, além de possuírem elevada resistência à corrosão e biocompatibilidade (SERENE *et al.*, 1995, THOMPSON, 2000). As propriedades mecânicas e o comportamento das ligas NiTi variam de acordo com sua composição química e os tratamentos termomecânicos utilizados durante a sua fabricação (THOMPSON, 2000; KUHN *et al.*, 2001).

Entretanto, apesar das vantagens citadas, os instrumentos rotatórios de NiTi podem sofrer fratura inesperada, sem quaisquer sinais visíveis de deformação prévia. Portanto, a inspeção visual não é um método confiável para o descarte destes instrumentos. Quando o instrumento gira no interior de um canal curvo, tensões alternadas de tração e compressão são geradas no instrumento, associadas a forças torcionais advindas da resistência dentinária ao corte. Assim, fratura dos mesmos pode ocorrer sob duas circunstâncias: por torção e por fadiga flexural (SATTAPAN *et al.*, 2000b). A vida em fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi é diretamente proporcional à amplitude de deformação a que são submetidos, que depende da curvatura do canal radicular e do diâmetro do instrumento na região de curvatura máxima (BAHIA & BUONO, 2005).

O comportamento das ligas NiTi em fadiga é complexo e relativamente pouco estudado (FIGUEIREDO *et al.*, 2006). Quando as ligas NiTi superelásticas são submetidas à deformação cíclica, elas geralmente apresentam deformação residual permanente. Isto se dá devido ao aumento na densidade das deslocamentos e à estabilização de variantes de martensita, que não sofrem a transformação reversa para austenita após a descarga. Estas variações no comportamento do material sob carga e descarga ocorrem nos primeiros ciclos

e tendem a estabilizar a medida que o número de ciclos aumenta. Os tratamentos termomecânicos que levam à aniquilação de deslocamentos e/ou à formação e dissolução de precipitados na fase matriz, além de favorecer a transformação reversa da martensita, podem modificar as propriedades estruturais e funcionais dos instrumentos de NiTi. O tratamento térmico das ligas NiTi ricas em Níquel, em temperaturas entre 350°C e 500°C, pode resultar na precipitação de partículas de Ti_3Ni_4 , que causam endurecimento por precipitação da austenita e, juntamente com a recuperação parcial de deslocamentos, aumentam a capacidade de recuperação pela superelasticidade (MIYAZAKI *et al.*, 1982; SABURI, 1998). Estes precipitados favorecem a formação da fase R, que produz uma deformação de rede significativamente menor que a martensita B19' (ALLAFI *et al.*, 2002).

O Sistema *Twisted File* propõe um novo processo de fabricação dos instrumentos, através de tratamentos térmicos especiais e torção do fio de NiTi, o qual, segundo o fabricante, favorece a ocorrência de fase R em sua estrutura, conferindo maior flexibilidade e resistência à fadiga aos instrumentos (GERGI *et al.*, 2010 e LARSEN *et al.*, 2009).

Neste trabalho, pretendeu-se avaliar o comportamento em fadiga de instrumentos de NiTi *Twisted File* em comparação a instrumentos *RaCe*, fabricados através do processo de usinagem tradicional. Foram realizados ensaios de fadiga nos dois tipos de instrumentos avaliados, com geometria e dimensões semelhantes, visando determinar a influência do processo de fabricação na sua resistência à fadiga.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Este trabalho teve como objetivo principal avaliar a resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi *Twisted File* e correlacionar esta propriedade com as características estruturais, físicas e mecânicas dos mesmos, para determinar a influência do processo de fabricação nas suas propriedades. Instrumentos *RaCe* de características dimensionais semelhantes, fabricados da maneira convencional por usinagem, foram utilizados como padrão de comportamento.

2.2 Objetivos específicos

- 1- Determinar a composição química, as fases presentes e as temperaturas de transformação de fase da liga NiTi utilizada na confecção dos instrumentos endodônticos de NiTi *Twisted File* e *RaCe*.
- 2- Avaliar as características geométricas e dimensionais dos instrumentos rotatórios de NiTi *Twisted File* 25/.06 e .08 e *RaCe* 25/.04 e .06.
- 3- Analisar o acabamento superficial dos instrumentos *Twisted File* 25/.06 e .08 e *RaCe* 25/.04 e .06 por microscopia eletrônica de varredura.
- 4- Avaliar a resistência à fadiga dos instrumentos endodônticos de NiTi *Twisted File* 25/.06 e .08, *RaCe* 25/.04 e .06, simulando seu emprego clínico no preparo de canais curvos.

3 REVISÃO DE LITERATURA

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

As ligas NiTi são largamente utilizadas por causa de suas propriedades especiais: a superelasticidade (SE) e o efeito memória de forma (EMF), além de possuírem 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-Sn, Fe-Pt, Fe-Mn-C e Mn-Cu (KENNON & DUNNE, 1981; WAYMAN, 1981).

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).

3.1 Transformação Martensítica, Efeito Memória de Forma e Superelasticidade

Segundo Otsuka & Wayman (1998) e Thompson (2000) o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (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. A TM ocorre entre uma fase de estrutura cristalina de alta simetria, chamada austenita ou fase parente, e uma fase de baixa simetria, chamada martensita. A austenita é estável em altas temperaturas e baixos valores de tensão. A transformação de fase entre austenita e martensita é a chave para explicar o EMF e a SE. 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.

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. Nas ligas NiTi a SE está associada a uma grande deformação recuperável (até 8%) sob carga e descarga, em uma temperatura apropriada. Enquanto o EMF envolve processos térmico e mecânico, na SE a força motriz para a transformação é mecânica (OTSUKA & WAYMAN 1998).

Nas ligas NiTi a fase parente (austenita), possui uma estrutura simétrica cúbica de corpo centrado designada B2, enquanto a fase produto (martensita) possui simetria mais baixa (tetragonal, ortorrômbica, monoclinica, etc.) e é designada B19' (KENNON & DUNNE, 1981; OTSUKA & WAYMAN, 1998). Outro tipo de estrutura é chamada fase R, trigonal, que aparece em ligas ricas em Ni e recozidas em baixas temperaturas e em ligas ternárias (NiTiFe e NiTiAl). A fase R é uma fase intermediária e a transformação martensítica pode ocorrer no

resfriamento de B2 para a fase R e da fase R para a martensita 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 mostrado na Fig.3.1. 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 de martensita. Como a martensita apresenta simetria baixa, muitas variantes podem ser formadas a partir da mesma fase parente (KENNON & DUNNE, 1981; OTSUKA & WAYMAN, 1998).

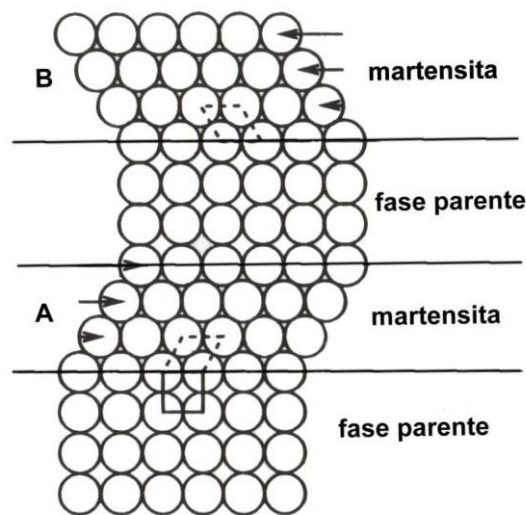


FIGURA 3.1 - Modelo simplificado da transformação martensítica

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).

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 da martensita em outra, um processo chamado demaclação (OTSUKA & REN, 2005).

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 austenita, portanto, esta transformação segue o caminho inverso da TM.

A TM nas ligas com EMF é usualmente termoelástica, isto 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).

No caso da TM induzida por temperatura, com resfriamento da austenita, a martensita começa a se formar em uma temperatura denominada M_s , e o material torna-se completamente 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 3.2).

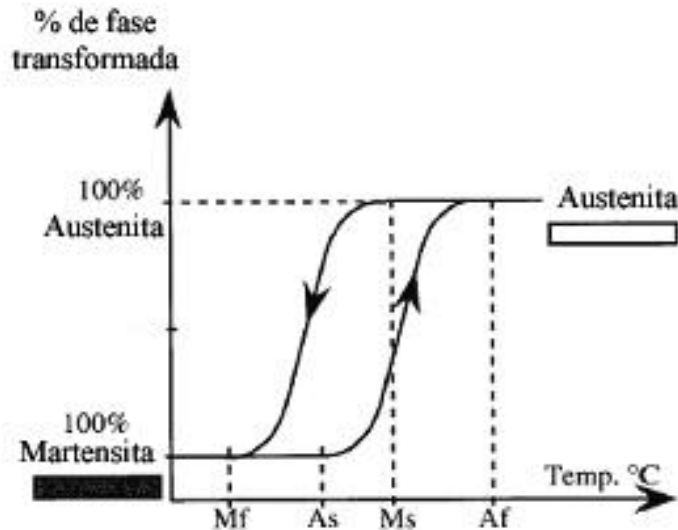


FIGURA 3.2 - Termograma teórico das temperaturas de transformação martensítica, onde: Ms é a temperatura de início da transformação da austenita em martensita; Mf é a temperatura final da transformação, onde toda a liga se encontra martensítica; As é a temperatura de início da transformação reversa e 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 TM, e a recuperação da forma se dá simultaneamente de uma maneira dependente da estrutura deformada. A TR forma a estrutura de grãos original e, por isso, a forma original do material é recuperada (WAYMAN, 1980).

Em uma 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 3.3). A linha ascendente observada na FIG.3.3 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, ambos estabilizando a martensita (WAYMAN & DUERIG, 1990; OTSUKA & WAYMAN, 1998).

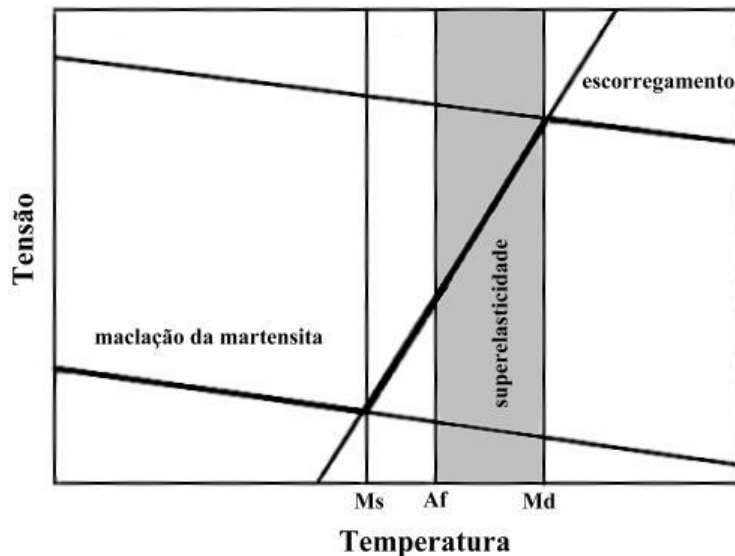


FIGURA 3.3 - Diagrama tensão-temperatura ilustrando a faixa de temperatura onde ocorre a superelasticidade, entre as temperaturas Af e Md. Abaixo da temperatura Ms, a deformação da martensita ocorre por maclação, e acima de Md a deformação aplicada é acomodada através de escorregamento.

FONTE: Duerig & Zadno, 1990.

A superelasticidade (SE) só pode ocorrer se a temperatura do material estiver abaixo de Md e acima de As. De fato, para a expressão completa de SE é necessária a aplicação de tensão em uma temperatura acima de Af (FIG 3.3). 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 torna-se instável durante a descarga e a SE 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 & ZADNO, 1990).

A microestrutura da martensita induzida por tensão é diferente da martensita induzida por alteração de temperatura. A MIT consiste em 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 de muitas variantes de martensita (KENNON & DUNNE, 1981; OTSUKA & WAYMAN, 1998).

Em temperaturas suficientemente acima de A_f 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.3.4-a). Em temperaturas abaixo de M_s , a austenita é instável e se transforma em variantes de martensita auto-acomodadas. Em um nível baixo de tensão, as variantes de martensita mais favoravelmente orientadas crescem às expensas das outras, resultando em uma grande deformação. Grande quantidade dessa deformação permanece após a descarga, podendo ser recuperada pelo aquecimento e conseqüente transformação reversa à fase austenítica (FIG.3.4-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, martensita induzida por tensão reverte à austenita em um nível de tensão inferior, com completa recuperação da deformação, caracterizando a SE (FIG.3.4-c) (WILKES & LIAW, 2000).

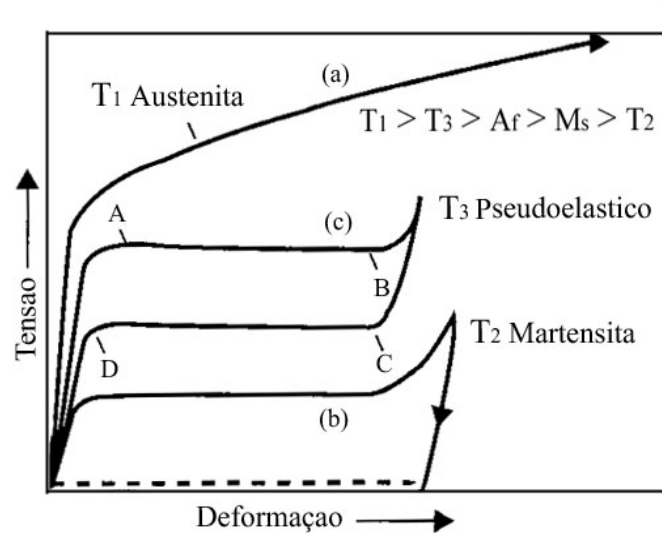


FIGURA 3.4 - Curvas tensão-deformação para (a) austenita estável, (b) martensita induzida por temperatura, e (c) martensita induzida por tensão, onde A-B é a deformação sofrida pelo material durante a transformação de fase e C-D a recuperação da forma original com a transformação reversa.

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: $18,2^\circ\text{C}$ para M_s ; $-2,3^\circ\text{C}$ para M_f ; $3,4^\circ\text{C}$ para A_s e $22,9^\circ\text{C}$ para A_f . Verifica-se que a liga encontra-se totalmente austenítica à temperatura ambiente, conseqüentemente apresentando características de SE (BAHIA *et al.*, 2005).

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, a TR ocorre restaurando a forma original do mesmo. A superelasticidade associada com a transformação martensítica induzida por tensão é uma propriedade única das ligas NiTi. Em Endodontia, os instrumentos de NiTi superelásticos proporcionam a instrumentação eficiente e previsível de canais radiculares curvos (THOMPSON, 2000; MIYAI *et al.*, 2006).

É possível variar a composição da liga para obter fios com características de EMF e SE. As diferenças entre as ligas estarão no seu conteúdo de níquel e na faixa de temperatura da transformação martensítica. As temperaturas de transformação são muito dependentes do conteúdo de níquel da liga (FIG 3.5). Na região rica em titânio, as temperaturas de transformação são quase independentes da composição, e giram em torno de 60°C. No lado rico em níquel, um aumento em seu teor leva a uma diminuição drástica nas temperaturas de transformação (OTSUKA & REN, 2005).



FIGURA 3.5 – Variação da temperatura Ms em função do conteúdo de Ni em ligas NiTi.

FONTE: Adaptado de Otsuka & Ren, 2005

Existe um interesse pelas ligas NiTi ricas em níquel devido ao controle das temperaturas de transformação através do teor de Ni. No lado rico em Ni podem se formar precipitados de Ti_3Ni_4 finamente dispersos que são muito efetivos em melhorar as características de EMF e SE. A precipitação de Ti_3Ni_4 endurece a matriz da liga, 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, possuem uma forma lenticular e dão origem a campos de tensão ao seu redor (ALLAFI *et al.*, 2002).

3.2 Aplicações comerciais das ligas NiTi

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).

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 6 - 8%); (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 é dada 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 demonstraram que o NiTi é quimicamente mais estável e menos vulnerável à corrosão que o aço inoxidável (DUEIRIG *et al.*, 1990).

A respeito das múltiplas aplicações comerciais das ligas nas áreas médica e odontológica, merecem referência os cateteres e *stents* de desobstrução arteriolar, utilizados em cirurgias cardiovasculares, bem como fios empregados em aparelhos ortodônticos e a fabricação de instrumentos endodônticos, manuais e rotatórios.

3.3 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.

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 geometria da curvatura do canal foi definida por Pruett (1997) através de dois parâmetros: ângulo e raio e 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, que intersectam 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.3.6).

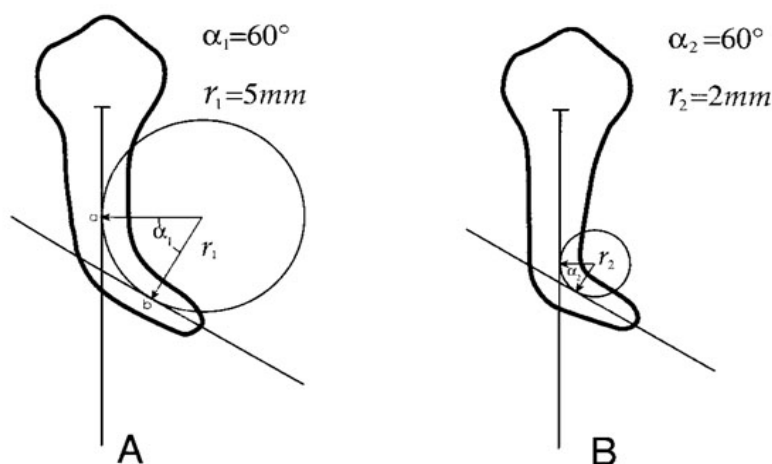


FIGURA 3.6 - Raio e ângulo de curvatura descritos pelos parâmetros r e α .

FONTE: Pruett et al. 1997

Durante a instrumentação, quanto mais abrupta 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 (WILDEY *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).

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

3.4 Instrumentos Endodônticos de NiTi

Walia *et al.* (1998) introduziram na Odontologia a liga níquel-titânio como um material alternativo para a confecção de instrumentos endodônticos. Ao compararem limas #15 fabricadas em NiTi 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 NiTi têm a vantagem de causarem menos transporte apical durante a instrumentação de canais curvos (SERENE *et al.* 1995).

A fabricação de instrumentos endodônticos 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 difícil a torção da haste para a produção da espiral. O lingote da liga NiTi, é submetido a vários processos termomecânicos antes de o fio ser usinado em instrumento endodôntico. Essencialmente, o lingote sofre forjamento rotativo e, em seguida, é laminado para barras de seção circular. Estas barras, então trefiladas, recozidas, decapadas e novamente trefiladas em fios mais finos. Estes fios são novamente recozidos, decapados, finalmente bobinados e, em seguida usinados (THOMPSON, 2000).

A usinagem dos instrumentos endodônticos de NiTi é um procedimento complexo que resulta, 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 *et al.*, 2002; 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, denominados 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).

3.5 Fratura de instrumentos rotatórios de NiTi

A fratura de instrumento 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, dos processos de fabricação e outros fatores (PARASHOS & MESSER, 2006).

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, podendo 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 dos instrumentos de NiTi usados (PRUETT *et al.*, 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 *et al.*, 1997).

Segundo Ruddle (2003) existem muitos fatores que influenciarão, isoladamente ou em combinação, a fratura de instrumentos endodônticos. Entre as características relacionadas ao *design* dos instrumentos, pode-se citar a 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 dos instrumentos.

Dois mecanismos distintos de fratura foram descritos por Sattapan *et al.* (2000a) 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. Quando o instrumento é girado no interior de um canal curvo, ele sofre tensões alternadas de tração e compressão, levando à 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 da curvatura máxima do canal radicular

(SERENE *et al.*, 1995; PRUETT, 1997; BOOTH *et al.*, 2003; BAHIA & BUONO, 2005).

A ruptura por torção de um metal dúctil ocorre por cisalhamento ao longo dos planos submetidos às tensões máximas de cisalhamento, resultando em um plano de fratura normal ao eixo longitudinal. Grandes deformações plásticas em torção podem resultar em mudanças consideráveis no comprimento da amostra (DIETER, 1986; SOUZA, 1995). A fratura por torção é um tipo de fratura muito prevalente na prática endodôntica e muitos fatores podem afetar a resistência à torção e/ou deflexão angular das limas endodônticas, tais como: diâmetro de ponta, conicidade, seção transversal, ângulo de corte, distribuição das estrias de corte, modo de fabricação dos instrumentos, a combinação de rigidez e flexibilidade, além da direção de rotação do instrumento (HILT *et al.*, 2000).

Fadiga é o termo utilizado para se referir à fratura de materiais submetidos a tensões cíclicas. Nos metais, a fratura por fadiga envolve três estágios: a nucleação de trincas, seu crescimento lento e progressivo e a fratura final rápida. Em todos os materiais existem regiões não homogêneas, resultando em defeitos de superfície que funcionam como concentradores locais de tensão. Os defeitos de superfície, sob a ação de tensões cíclicas, podem culminar na nucleação de trincas (Estágio I). Durante o processo de crescimento lento (Estágio II), a taxa de avanço da trinca é influenciada pela frequência e amplitude do ciclo de tensão ou deformação. O crescimento lento da trinca é interrompido pela fratura final rápida (Estágio III), quando a trinca desenvolvida atinge o tamanho crítico para propagação instável. A taxa de propagação da trinca está intimamente relacionada com a variação de tensão em cada ciclo; quanto maior a variação de tensão, maior a taxa de avanço da trinca. Sendo assim, a área de fratura final depende das tensões aplicadas e da tenacidade do material (COURTNEY, 1990). Como o objeto do estudo é a resistência à fadiga de instrumentos de NiTi, o processo de fadiga será abordado de forma mais detalhada a seguir.

3.5.1 Fratura por fadiga

3.5.1.1 Fadiga em ligas NiTi

A fadiga mecânica é o resultado de tensões que variam com o tempo (cíclicas) e que são muito menores do que aquelas necessárias para causar fraturas em uma única aplicação de carga. A principal característica da fratura por fadiga é que ela acontece sem apresentar quaisquer defeitos aparentes como a deformação permanente, ou mudança na estrutura do material (COURTNEY, 1990). A resistência à fadiga dos materiais é um dos aspectos mais importantes a se considerar nas aplicações de dispositivos que utilizam partes rotatórias.

Apesar das fraturas por fadiga aparentarem ser macroscopicamente “frágeis”, ou seja, sem deformação macroscópica, a deformação plástica localizada está presente, pois em qualquer tipo de fratura de metais, a trinca de fadiga é nucleada e propagada por deformação plástica (DIETER, 1986).

De acordo com o número de ciclos até a fratura (NCF), a fadiga pode ser dividida em fadiga de alto ciclo ($NCF \gg 10^3$) e fadiga de baixo ciclo ($NCF < 10^3$). Durante a fadiga de alto ciclo, o nível de tensão gera apenas deformação elástica no material. Já a faixa de fadiga de baixo ciclo promove uma deformação plástica, tanto microscópica quanto macroscópica. Os materiais para aplicações que envolvem fadiga de baixo ciclo devem apresentar alta ductilidade, porque as trincas de fadiga são nucleadas precocemente e o avanço lento da trinca é inibido em um material que encrua adequadamente e manifesta boa maleabilidade. Neste tipo de fadiga a propagação lenta de trincas ocupa a maior parte da vida em fadiga do dispositivo. Ao contrário, materiais altamente resistentes possuem melhor desempenho em aplicações de fadiga de alto ciclo, onde a nucleação de trincas é mais difícil e o processo de nucleação consome a maior parte da vida em fadiga. Para que os materiais

apresentem resistência “ideal” à fadiga eles devem possuir resistência e ductilidade altas (COURTNEY, 1990).

O comportamento em fadiga das ligas NiTi está relacionado à tensão aplicada. Em baixa tensão, a liga exibe uma deformação linear. No momento em que a tensão se eleva acima de um determinado valor, um pequeno aumento na tensão refletirá em um grande aumento na deformação que, diferente da maioria dos metais, é reversível, caracterizando a SE. Testes de fadiga conduzidos na região superelástica dão origem ao comportamento de fadiga de baixo ciclo, resultando em uma redução muito rápida da vida em fadiga. Esta fadiga de baixo ciclo está mais relacionada à quantidade de deformação do que ao nível de tensão imposto à amostra (PRUETT *et al.*, 1997).

Vidas em fadiga mais curtas têm sido observadas em ligas NiTi em consequência da coexistência de martensita e austenita, onde os contornos de fase funcionam como fontes de concentração de tensão (TABANLI *et al.*, 1999). Por outro lado, limiares de fadiga mais altos e taxas de propagação de trinca mais lentas têm sido encontradas na martensita comparada à austenita estável e superelástica. A austenita superelástica apresenta as piores propriedades em relação ao crescimento da trinca, embora seja a microestrutura mais utilizada para aplicações comerciais. Isto sugere que a superelasticidade não aumenta a resistência ao crescimento da trinca de fadiga na liga NiTi (DAUSKARDT *et al.*, 1989; MCKELVEY & RITCHIE, 2001).

Figueiredo (2009) avaliou o comportamento em fadiga de baixo ciclo de cinco fios de NiTi (um com microestrutura austenítica estável; dois superelásticos; um bifásico: microestrutura austenítica e martensítica; e um martensítico estável), submetidos a ensaios de flexão rotativa sob controle de deformação. Os fios martensíticos apresentaram a maior vida em fadiga. Análises por elementos finitos sugeriram que a concentração de tensões e deformações é bem menos intensa no fio martensítico, o que justifica a maior vida em fadiga deste fio. Os fios superelástico e bifásico apresentam curvas de fadiga que, para deformações menores que 4%, se aproximam da curva do fio austenítico. Entretanto, para deformações mais altas, um crescimento da vida em fadiga faz com que suas curvas passem a se aproximar gradativamente da curva do fio

martensítico, adquirindo a inesperada forma de um “Z” (FIG. 3.7). Foi verificado que variações na zona em “Z” das curvas de fadiga estão relacionadas a diferenças na estabilidade da austenita nos fios. Além disso, foi possível relacionar esse efeito “Z” com alterações nas superfícies de fratura e na morfologia das trincas.

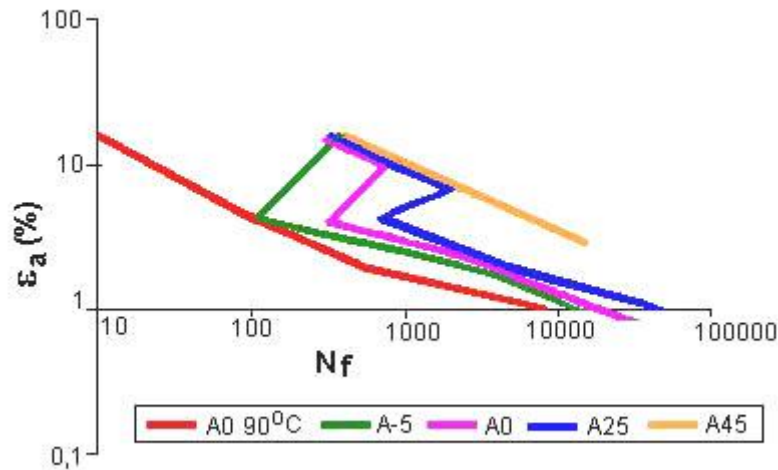


FIGURA 3.7 - Curvas de fadiga obtidas em fios de NiTi com microestrutura austenítica estável (A0 90°C), austenítica com superelasticidade (A-5 e A0), bifásica (A25) e martensítica estável (A45)

Este efeito “Z” foi associado à inibição da formação de martensita na ponta da trinca, causada pela redução de volume associada a esta transformação. Para deformações mais elevadas, um volume crescente de martensita é formado no material, dificultando a nucleação e propagação de trincas de fadiga (FIGUEIREDO, 2006).

De acordo com Hornbogen (2002) a nucleação de múltiplas trincas nos contornos de variantes na martensita, ocorre de forma rápida. A liga se apresenta muito danificada pelas microtrincas, entretanto, ainda consome um grande número de ciclos antes que se desenvolvam trincas macroscópicas, que possam iniciar o crescimento de acordo com os princípios da mecânica da

fratura. Esta rápida formação de múltiplas trincas resulta em um crescimento lento das mesmas devido à dissipação de energia em um sistema de trincas altamente ramificado (HORNBOGEN, 1990).

Outro fator que afeta a resistência à degradação cíclica das ligas NiTi, é o tamanho dos precipitados de Ti_3Ni_4 , controlado através de tratamentos térmicos. O envelhecimento de uma liga NiTi com composição de Ti-50,9% at Ni, geralmente melhora a resistência à fadiga pela produção de precipitados menores (10nm) e coerentes de Ti_3Ni_4 . Estes tipos de precipitados proporcionam a estabilização da martensita devido à ciclagem mecânica e ausência de geração e movimento de deslocamentos. Amostras com precipitados maiores (50nm) e não coerentes apresentam geração e movimento de deslocamentos significativos, devido à ciclagem mecânica, em adição às placas de martensita estabilizadas (GALL & MAIER, 2002). O teor de impurezas presente na liga NiTi também pode influenciar sua resistência à fadiga. Foi verificado por Matheus (2008) que maiores concentrações residuais de carbono (C), resultam em uma maior quantidade de precipitados de carbonetos de titânio (TiC), que podem servir como pontos concentradores de tensão e conseqüentemente de nucleação de trincas, diminuindo a resistência à fadiga.

As superfícies de fratura dos metais que falham por fadiga apresentam características específicas que podem auxiliar na identificação da fadiga como causa provável da falha. Ao exame microscópico da superfície de fratura pode-se observar uma série de marcas paralelas, normalmente curvas, que ocorrem em função da propagação da trinca sob tensões alternadas. Estas marcas são chamadas de “estrias de fadiga”, e as distâncias entre elas representam uma medida do avanço lento da trinca. Nem todo ciclo de tensão-deformação produz uma estria de fadiga, mesmo assim, as estrias de fadiga representam as posições sucessivas ocupadas pela frente de propagação da trinca nos ciclos de tensão sucessivos (REED-HILL, 1992). A presença das estrias de fadiga é evidência somente do crescimento intermitente da trinca, e não, necessariamente, significa que a falha tenha sido causada por fadiga (COURTNEY, 1990).

Como as fraturas por fadiga ocorrem, normalmente, após vários ciclos, a trinca durante seu crescimento lento avança somente distâncias microscópicas em cada ciclo (COURTNEY, 1990; REED-HILL, 1992). As áreas relativas às regiões de crescimento lento e fratura rápida representam uma medida grosseira da magnitude da tensão cíclica máxima e/ou da tenacidade à fratura do material. Para uma mesma tenacidade à fratura, a área de fratura rápida aumenta com a tensão máxima aplicada. De maneira semelhante, para uma tensão máxima fixa, a área relativa ao crescimento lento da trinca aumenta com o aumento da tenacidade à fratura do material. A taxa de propagação da trinca está intimamente relacionada à variação de tensão (diferença entre as tensões máxima e mínima) em cada ciclo; quanto maior a variação de tensão, maior a taxa de avanço da trinca (COURTNEY, 1990; REED-HILL, 1992).

3.5.1.2 Fratura por fadiga em instrumentos rotatórios de NiTi

A fadiga é um fator relevante para a fratura dos instrumentos endodônticos rotatórios. Deformações nos instrumentos, decorrentes da formatação de canais curvos, levam e agravam a fadiga do metal, e estas deformações dependem do tipo de ação que o instrumento sofre no interior dos canais (SOTOKAWA, 1988). 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 induz a nucleação de trincas que crescem, coalescem e se propagam até a fratura final do instrumento. Os níveis de tensão no carregamento cíclico dependem da geometria da curvatura e do diâmetro do instrumento, concentrados na área de curvatura máxima do canal radicular (SERENE *et al.*, 1995; PRUETT *et al.*, 1997; BOOTH *et al.*, 2003; BAHIA & BUONO, 2005).

De acordo com Pruett *et al.* (1997), 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 *et al.*, 1997; MIZE, 1998; HAIKEL *et al.*, 1999; TROIAN *et al.* 2006). Durante a instrumentação, quanto mais abrupta for a curvatura, mais concentradas serão as forças contra as paredes do canal. O preparo dos canais, seguindo um alargamento coroa-ápice, aumenta o raio de curvatura do canal e permite que os instrumentos sejam submetidos a menores deformações durante a instrumentação apical (GAMBARINI, 2001c).

O número de ciclos até a fratura sob condições flexurais sofre uma redução significativa com o aumento do ângulo de curvatura, arco de curvatura, diâmetro do instrumento, e com a redução no raio de curvatura do canal. A fratura do instrumento ocorre sempre no ponto de flexão máxima, isto é, o ponto médio do segmento curvo, e geralmente na região apical dos canais radiculares (PRUETT *et al.*, 1997; MIZE *et al.*, 1998; GAMBARINI, 1999; GAMBARINI, 2001b; HAIKEL *et al.*, 1999; MELO *et al.*, 2002; ZELADA *et al.*, 2002; MARTÍN *et al.*, 2003; FIFE *et al.*, 2004; ULLMANN & PETERS, 2005; BAHIA & BUONO 2005; BAHIA *et al.*, 2006a; GRANDE *et al.*, 2006; MARTINS *et al.*, 2006; PLOTINO *et al.*, 2006; VIANA *et al.*, 2006; LOPES *et al.*, 2007).

O diâmetro dos instrumentos, que se encontra relacionado 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. Assim, os instrumentos mais calibrosos são sujeitos a uma maior deformação por ciclo, o que resulta na sua fratura após um número menor de ciclos (PRUETT *et al.*, 1997; HAIKEL *et al.*, 1999; MELO *et al.*, 2002; BAHIA & BUONO 2005; VIANA *et al.*, 2006).

A geometria da seção transversal, profundidade dos *pitchs* ao longo da haste cortante (TRIPI *et al.*, 2006; RAY *et al.*, 2007), bem como, o volume de metal submetido à deformação no ponto de curvatura máxima do canal (GRANDE *et al.*, 2006) podem influenciar a resistência à fadiga dos instrumentos rotatórios de NiTi. Instrumentos com menor área de seção transversal, *pitchs* mais

profundos e com menor volume de metal na região do ponto de flexão máxima, são mais resistentes à fratura por fadiga. Entretanto, foi observado que a resistência à fadiga é afetada pela amplitude de deformação na superfície do instrumento (BAHIA & BUONO, 2005) e não pela seção transversal do mesmo (CHEUNG & DARVELL 2007c). 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:

$$\varepsilon_a = \frac{D}{2R - D} \quad (\text{equação 1})$$

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 cálculo do diâmetro dos instrumentos a certa posição ao longo do comprimento é realizado através de uma equação onde D_0 é o diâmetro da ponta, em décimos de milímetros; L é a distância da ponta a uma certa posição ao longo do comprimento do instrumento e T representa o *taper*, de forma que o diâmetro D_L nesta posição será:

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

Levando em consideração que os instrumentos com maiores diâmetros são mais suscetíveis aos efeitos da fadiga durante a instrumentação de canais radiculares curvos, os instrumentos de NiTi podem ser descartados seletivamente, com o intuito de aumentar a segurança durante a prática clínica (BAHIA & BUONO, 2005).

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 & BUONO, 2005).

Melo *et al.* (2002) e Bahia & Buono (2005) 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 a análise das superfícies de fratura indicou que a amplitude de deformação 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. A presença de uma grande densidade de trincas secundárias nas superfícies de fratura dos instrumentos 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 (HORNBOGEN, 1990).

Entretanto, os resultados na literatura relativos ao comportamento em fadiga de instrumentos de NiTi são controversos, possivelmente devido às variações metodológicas empregadas por cada autor. O fato de não haver qualquer especificação ou padrão internacional para testar a resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi, permite o emprego de vários dispositivos e métodos para avaliar, *in-vitro*, o comportamento mecânico dos mesmos. Muitas vezes, não é mencionada a trajetória dos instrumentos nos dispositivos utilizados para os testes e, conseqüentemente, os resultados obtidos não se mostram consistentes (PLOTINO *et al.*, 2009). Assim, fica clara a necessidade de uma padronização internacional para ensaios de fadiga em instrumentos rotatórios de NiTi, visando assegurar a uniformidade de metodologia e resultados.

A seguir, serão abordadas algumas investigações recentes, que avaliaram a resistência à fadiga dos instrumentos analisados neste estudo, *Twisted File* e *Race*.

Schäfer *et al.* (2006) ao compararem o comportamento dos instrumentos Mtwo, K3 e RaCe ensaiados em blocos de cera, observaram que o número de instrumentos que fraturaram não foi significativamente diferente entre os sistemas testados, não havendo também diferença significativa quanto ao número de instrumentos a apresentarem deformações permanentes.

Yao *et al.* (2006) avaliaram o comportamento em fadiga, em um canal artificial, de instrumentos rotatórios de NiTi, ProFile, K3 e RaCe nos seguintes diâmetros: 25/.04, 40/.04, 25/.06 e 40/.06. Os autores concluíram que os instrumentos K3 foram significativamente mais resistentes à fadiga se comparados a qualquer um dos outros instrumentos testados, com exceção dos instrumentos 40/.04, que apresentou o pior desempenho dentre os instrumentos ensaiados.

O comportamento em fadiga dos instrumentos rotatórios de NiTi 25/.06 ProFile (Grupo A), RaCe (Grupo B), K3 (Grupo C), Hero (Grupo D), Mtwo (Grupo E) e RaCe sem tratamento de superfície (grupo F) foi avaliado por Tripi *et al.* (2006). Foi observado que os instrumentos ProFile apresentaram a maior resistência à fadiga dentre todos. Os grupos A, B e C e os grupos D, E, e F obtiveram tempos de fratura similares. Não houve diferença significativa entre os sistemas ProFile e RaCe, ProFile e K3, RaCe e K3. Já entre os sistemas RaCe e Hero, RaCe e Mtwo os resultados demonstraram diferenças significativas. Os instrumentos Race sem polimento de superfície apresentaram uma resistência à fadiga significativamente menor quando comparados aos instrumentos RaCe submetidos ao polimento eletrolítico.

Gambarini *et al.* (2008a) investigaram a influência de novos processos de tratamento do fio de NiTi na resistência à fadiga de instrumentos endodônticos. Compararam instrumentos *Twisted File* (25/.06), produzidos através de tratamentos térmicos especiais e torção do fio, instrumentos GTX (20/.06), que utilizaram o fio M-wire e instrumentos K3 (20/.06), produzidos através do processo de usinagem tradicional do fio de NiTi. Verificaram que os instrumentos TF apresentaram um número de ciclos até a fratura

significativamente superior ($p < 0,05$) aos instrumentos K3. Contudo, os instrumentos K3 não apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$) na resistência à fadiga de instrumentos GTX. Concluíram que o novo processo de fabricação dos instrumentos rotatórios TF proporcionou uma resistência à fadiga significativamente maior que o processo de usinagem tradicional.

A resistência à fadiga dos instrumentos TF, EndoSequence, ProFile (25/.04 e 25/.06) e GTX (20/.04 e 20/.06) foi determinada por Larsen *et al.* (2009). Foi verificado que os instrumentos GTX, nos dois taper avaliados, apresentaram desempenho significativamente melhor do que todos os outros instrumentos testados. Os instrumentos TF foram significativamente mais resistentes à fadiga se comparados aos instrumentos EndoSequence, mas não apresentaram diferença significativa se comparados aos instrumentos ProFile de mesmo calibre. Dessa forma, os instrumentos confeccionados através de novos processos de fabricação e tratamento do fio de NiTi demonstraram maior resistência à fadiga.

kim *et al.* (2010) compararam a resistência à fadiga dos instrumentos rotatórios de NiTi *Twisted File*, RaCe, Helix, com diâmetro 25/.06, e ProTaper Universal F1. Os resultados mostraram que os instrumentos TF, fabricados através do processo de torção do fio e tratamentos térmicos especiais, apresentaram resistência à fadiga significativamente superior à dos outros instrumentos, fabricados por usinagem. Embora todos os instrumentos tenham mostrado aparência semelhante da superfície de fratura, indicando um mecanismo de fratura similar, os instrumentos usinados apresentaram sulcos mais evidentes em suas superfícies longitudinais, sugerindo maior susceptibilidade à nucleação de trincas e fratura por fadiga.

Embora não exista consenso sobre o número de vezes que um instrumento rotatório de NiTi pode ser usado antes de ser descartado, tem sido demonstrado na literatura que o uso clínico leva a uma diminuição significativa da resistência à fadiga de diferentes instrumentos rotatórios de NiTi em relação aos novos (GAMBARINI, 2001a, b; FIFE *et al.*, 2004; BAHIA & BUONO, 2005; PLOTINO *et al.*, 2006; MARTINS *et al.*, 2006; VIEIRA *et al.*, 2008, AYDIN *et al.*,

2010), entretanto, alguns autores não evidenciaram este fato (YARED *et al*, 1999; YARED *et al.*, 2000).

A reprodução dos diferentes tipos de tensão que o instrumento sofre no interior de um canal curvo, atrésico e irregular é difícil. Além disto, as diferenças metodológicas como tipo de canal utilizado, grau de deformação a que o instrumento é submetido, região do instrumento onde se concentrou a deformação máxima são outras variáveis que dificultam as comparações entre os estudos.

3.6 Instrumentos Torcidos X Instrumentos Usinados

Os instrumentos endodônticos de NiTi têm como objetivo na limpeza e formatação do SCR, aumentar a segurança, minimizar os erros e reduzir o tempo de trabalho. Em geral, os instrumentos de NiTi são confeccionados através de um processo de usinagem. Os instrumentos *Twisted File* chegam ao mercado propondo um novo processo de fabricação, através de torção do fio associada a tratamentos térmicos diferenciados, o que, segundo especificações do fabricante, confere uma maior flexibilidade e resistência à fadiga se comparados aos instrumentos fabricados através do processo de usinagem. Portanto, torna-se necessária a avaliação do comportamento em fadiga desses instrumentos em comparação a instrumentos fabricados por usinagem.

3.6.1 Os Sistemas Twisted File e RaCe

Segundo o fabricante, os instrumentos *Twisted File* são fabricados a partir de um fio de níquel-titânio aquecido, resfriado e torcido sob um processo de tratamento térmico, que confere a eles excepcionais propriedades mecânicas e físicas, superando as limitações anteriormente impostas pelos instrumentos fabricados através de usinagem. Os instrumentos TF são altamente resistentes à fratura, extremamente flexíveis e oferecem oportunidade para a execução de condutas clínicas que não eram possíveis anteriormente como, por exemplo,

utilizar apenas um instrumento de níquel-titânio para o preparo completo do canal (www.sybronendo.com).

Os instrumentos TF apresentam calibre de ponta 25 e 5 *tapers* diferentes: .12, .10, .08, .06 e .04, estando disponíveis nos comprimentos de 23 e 27 mm. Apresentam seção transversal triangular, os comprimentos de *pitch* variam de acordo com o taper de cada instrumento e são fabricados a partir de uma única peça de níquel-titânio, eliminando movimentos excêntricos durante a rotação.

Já os instrumentos RaCe, nome originado das iniciais de *Reamer with Alternating Cutting Edges* (alargador com lâminas de corte alternadas), são comercializados pela empresa *FKG Dentaire* (La Chaux-de-Fonds, Suíça). De acordo com o fabricante, apresentam seção transversal triangular, lâminas de corte alternadas, onde uma seqüência de um pequeno número de partes cortantes é alternada com uma pequena sessão reta e ângulo de corte positivo. A ponta é inativa, assegurando um guia perfeito no canal, o que permite manter a trajetória original, sem risco de desviar ou transportar canal e forame.

As bordas cortantes em direções alternadas buscam cumprir duas funções: (a) eliminar o efeito de parafusamento e travamento no interior do canal devido à rotação contínua e (b) reduzir o torque necessário para a ação do instrumento. Além dessas vantagens, a combinação da seção transversal triangular e das bordas cortantes alternadas garantiria uma eficiente evacuação de debris e raspas de dentina (SCHÄFER & VLASSIS, 2004a).

Estes instrumentos apresentam uma superfície tratada quimicamente, através de um polimento eletrolítico, o que resulta em melhor acabamento superficial que a de outros sistemas de NiTi. Entretanto, o polimento eletrolítico dos instrumentos *RaCe* não mostrou efeito benéfico na resistência à corrosão ocasionada por NaOCl, nem na resistência à fadiga destes instrumentos, quando comparados a instrumentos *ProFile*, que não receberam este tratamento de superfície (PETERS et al., 2007).

Cinco diferentes instrumentos *PreRaCe* - usados para o preparo do terço coronário dos canais – e 11 instrumentos *RaCe* encontram-se disponíveis comercialmente (Shafer & Vlassis, 2004a). Os instrumentos apresentam conicidades de 0.02 (padrão ISO), 0.04, 0.06, 0.08 e 0.10, com diferentes diâmetros de ponta. Na maioria dos casos, a completa execução do tratamento endodôntico não requer mais de 2 a 5 instrumentos, que podem ser utilizados em técnica *crown-down* ou *step-back*. A ponta dos instrumentos do sistema *RaCe* 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 e respeitando a trajetória inicial do canal.

3.7 Tratamentos Térmicos das ligas NiTi

Os tratamentos térmicos consistem em operações de aquecimento de um material a uma dada temperatura e esfriamento após certo tempo, em condições controladas, com a finalidade de proporcionar ao material propriedades especiais. São executados por alteração da temperatura e tempo de aquecimento e/ou da velocidade de esfriamento ou de ambos os processos (CHIAVERINI, 1987).

Os tratamentos térmicos 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. As ligas com memória de forma são materiais em que se podem usar estas “reações combinadas”. A aniquilação de deslocamentos pela recuperação e recristalização ou o início de formação e dissolução de precipitados são de grande importância para as propriedades estruturais (dureza) e funcionais (temperaturas de transformação).

Existem fatores que influenciam o tratamento térmico tais como: velocidade de aquecimento, temperatura de tratamento, velocidade de resfriamento e atmosfera do forno. Alguns tipos de tratamentos térmicos são: recozimento, normalização, têmpera, revenimento, cementação e nitretação.

Os tratamentos térmicos realizados nas ligas NiTi, afim de melhorar suas propriedades, são:

Envelhecimento: Fornece às ligas que respondem a esse tratamento térmico uma maior resistência mecânica. O metal é aquecido uniformemente até cerca de 500 °C, a temperatura exata depende de cada liga. O aquecimento ocasiona a dissolução dos elementos de liga na solução sólida (tratamento de solução). Segue-se um resfriamento rápido, geralmente em água, que previne temporariamente a precipitação dos elementos da liga. Esta condição é instável. Gradualmente, os constituintes precipitam-se de uma maneira extremamente fina, alcançando o efeito máximo de endurecimento (envelhecimento). Em algumas ligas isto ocorre espontaneamente depois de alguns dias (envelhecimento natural), outras requerem um reaquecimento por algumas horas a cerca de 175°C (tratamento de precipitação) (SHANKAR *et al.* 1999).

Recozimento: Tem por finalidade eliminar a dureza de uma peça temperada ou normalizar materiais com tensões internas resultantes do forjamento, laminação ou trefilação. A peça é aquecida a (entre 300°C e 500°C) e deve permanecer aquecida por algum tempo para que as modificações atinjam toda a massa da mesma. O resfriamento deve ser feito lentamente (CHIAVERINI, 1987).

Recristalização: Formação de um novo conjunto de grãos livres de deformação no interior de um grão previamente deformado a frio, geralmente através de tratamento térmico sob temperaturas intermediárias (entre 500°C e 900°C). Com o objetivo de eliminar o encruamento gerado pela deformação a frio, realiza-se um recozimento para recristalização. Durante o processo não deve ocorrer nenhuma transformação de fase. O resfriamento não pode ser induzido e deve ocorrer de maneira lenta, ao ar livre ou no forno (REED-HILL, 1992).

Como anteriormente 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 química

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 constitui-se em uma ferramenta importante para a compreensão dos tratamentos térmicos adequados e melhoria das 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. 3.8 (OTSUKA & REN, 2005).

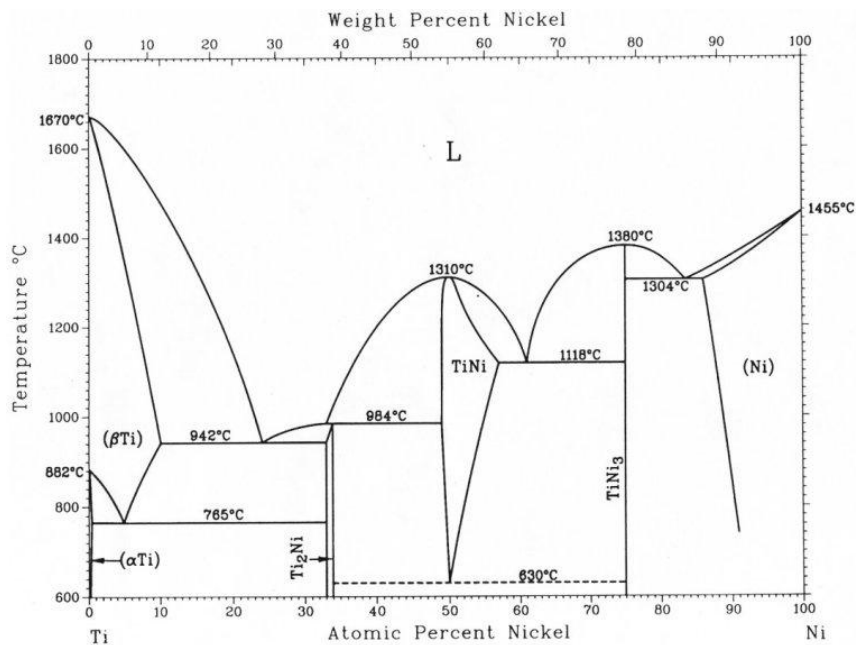


FIGURA 3.8 – Diagrama de fase do sistema NiTi, onde a região TiNi corresponde à localização da fase de interesse (β).

Fonte – Otsuka & Ren, 1999.

O diagrama de fase da liga NiTi caracteriza-se 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 a aproximadamente 500°C (OTSUKA & REN, 2005). Portanto, em ligas com Ni em excesso de 50% atômico, haverá tendência da fase β se decompor em $TiNi_3$. Esta decomposição geralmente envolve o aparecimento de duas fases intermediárias, Ti_3Ni_4 e Ti_2Ni_3 .

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, evidencia-se a fase Ti_3Ni_4 , em temperaturas e tempos maiores surge $TiNi_3$, enquanto que em temperaturas e tempos intermediários surge a fase Ti_2Ni_3 (OTSUKA & 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 pelo resfriamento rápido (têmpera) da liga a partir de temperaturas em que ela é completamente austenítica, por exemplo, 1000°C. Neste caso, o reaquecimento do material temperado, em temperaturas não muito elevadas como no intervalo entre 400°C e 800°C, provoca a precipitação dos compostos mencionados. Nas ligas com excesso de Ni, a formação de $TiNi_3$ durante o recozimento a baixas temperaturas, é 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 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 NiTi 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 Af aumenta mais rapidamente após tratamentos térmicos a 425°C (SABURI, 1998). A mudança na temperatura de transformação, portanto, é devida à difusão dos átomos de NiTi, onde os átomos de Ni se congregam 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 composição e temperatura de transformação (MELTON, 1990).

A precipitação de Ti_3Ni_4 nos estágios iniciais de recozimento e a baixas taxas de temperatura provoca o efeito de endurecimento por precipitação do material (SABURI, 1998). 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°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 de fase R. A introdução de finos precipitados de Ti_3Ni_4 pelo recozimento ou a introdução de células de deslocações através de ciclos de deformação/aquecimento são capazes de mudar a TM de B2-B19' para B2-R-B19'. Este comportamento é explicado pelo fato dos 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 às grandes deformações associadas com a deformação de B19'. A fase R produz uma deformação na rede cristalina significativamente menor (KHALIL-ALLAFI et al., 2004).

Utilizando ligas apresentando teor de Ni acima de 50,5%at, envelhecidas a 400° C após solubilização ou recozidas a 400° C após trabalho a frio, Miyazaki & Otsuka (1986) observaram um escoamento em duas etapas em uma faixa de temperatura entre M_f e uma temperatura crítica T_x , acima da qual a fase R não pode ser induzida por tensão e somente a martensita B19' é induzida por

tensão. O primeiro estágio está associado à formação de fase R, e o segundo à transformação martensítica para a estrutura B19'. A pseudoelasticidade associada à transformação martensítica aparece em temperaturas acima de A_f , contudo, a pseudoelasticidade associada à fase R não é observada claramente mesmo acima de R_f . A histerese de tensão da pseudoelasticidade associada com a fase R é muito pequena, enquanto aquela associada com a transformação martensítica é grande. As deformações de transformação para ambos os estágios também correspondem às deformações de transformação da fase R e da transformação martensítica, respectivamente, isto é, a primeira sendo menos de um décimo da última. Quando se analisa qualitativamente as tensões críticas no primeiro estágio, verifica-se um valor de tensão cinco vezes menor para ligas envelhecidas com relação às recozidas. Três possíveis fatores elevariam as tensões críticas: o teor de Ni, a presença de precipitados e a presença de deslocamentos (MIYAZAKI & OTSUKA, 1986).

A observação da estrutura interna, por microscopia eletrônica de transmissão (MET), das ligas Ti-49,8%atNi e Ti-50,6%atNi, mostra que a solubilização a 1000°C resultou em uma fase única do tipo B2 sem quaisquer precipitados. O envelhecimento a temperaturas intermediárias (400°C) após a solubilização introduz precipitados nas ligas ricas em níquel e o recozimento em temperaturas intermediárias, abaixo da temperatura de recristalização (400°C), após trabalho a frio reorganiza as deslocamentos, como uma estrutura interna, em todas as composições e finos precipitados nas ligas ricas em Ni (MIYAZAKI & OTSUKA, 1986).

Embora a estrutura das 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. Este pode ser dividido em três etapas distintas: recuperação, recristalização, e crescimento de grão. Recuperação é a recuperação 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 deslocações 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, 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.

Como já mencionado anteriormente, a região única de fase B2 em alta temperatura no diagrama de fase é muito estreita (de 50.0% a 50.5% Ni) a temperaturas abaixo de 650°C (FIG. 1). Enquanto as propriedades das ligas com conteúdo de Ni excedendo 50.5% são sensíveis a tratamento por aquecimento em temperaturas entre 300°C e 500°C, devido à precipitação de Ti_3Ni_4 , aquelas ligas com conteúdo de Ni entre 50.0 e 50.5% são insensíveis ao tratamento por aquecimento porque nelas não ocorre precipitação de Ti_3Ni_4 . Entretanto, tratamentos termomecânicos (recozimento a temperatura abaixo de 500°C após trabalho a frio) afetam muito suas propriedades (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

Nas ligas equiatômicas TiNi (com o conteúdo de Ni menos que 50.5% Ni) quando completamente recozidas apresentam pseudoelasticidade apenas parcial a qualquer temperatura a qualquer temperatura acima de A_f e o EMF não ocorre plenamente. Entretanto, isto pode ser melhorado por tratamento termomecânico com efetivo aumento da resistência à deformação por escorregamento evitando-se a deformação plástica. Assim, a pseudoelasticidade melhora substancialmente.

As condições dos tratamentos térmicos são variáveis importantes que devem ser consideradas durante o processo de fabricação dos instrumentos endodônticos. Em ligas superelásticas, a reorientação repetida da martensita sob tensão permite um acúmulo gradual de defeitos na estrutura da liga,

gerando deslocamentos na interface entre as variantes da martensita. A alta densidade de deslocamentos influencia o processo de reorientação e a TR da martensita com conseqüente aumento da deformação residual e degradação do EMF e SE (SOTOKAWA, 1988). Desta forma, a avaliação de diferentes tratamentos térmicos, e das tensões geradas durante o processo de fabricação, alterando a transformação de fase, bem como, o comportamento mecânico dos instrumentos têm sido objeto muitos estudos, por influenciar a resistência à fratura dos instrumentos de NiTi acionados a motor durante o uso clínico em canais radiculares curvos.

De acordo com Kuhn *et al.* (2001), a liga dos instrumentos endodônticos de NiTi sem recozimento é encruada provavelmente pela presença de precipitados e deslocamentos introduzidas durante os processos de fabricação dos mesmos. O recozimento da liga leva a uma diminuição da densidade de deslocamentos e precipitados, promovendo o amaciamento da liga e diminuindo a microdureza. Desta forma, o efeito do recozimento é benéfico, pois uma alta densidade de deslocamentos e tensões internas no material pode agir como um fator negativo na mobilidade das placas de martensita, dificultando a transformação reversa da liga e a recuperação da deformação imposta ao instrumento em um canal curvo. Transformações reversas incompletas levam a um acúmulo gradual de defeitos na estrutura da liga, prejudicando as características superelásticas do material através do encruamento, que em conjunto com os defeitos de superfície provenientes da usinagem levam à fragilização da mesma, com aumento o risco de fratura (autor). O recozimento da liga NiTi em torno de 400°C parece ser ideal, proporcionando uma diminuição na densidade de deslocamentos e precipitados a uma taxa adequada para nucleação de fase R, melhorando a recuperação de deformação da liga, flexibilidade e sua vida em fadiga (KUHNS & JORDAN, 2002; HAYASHI *et al.*, 2007).

Zinelis *et al.* (2007) observaram uma melhora significativa da resistência à fadiga quando instrumentos de NiTi acionados a motor foram submetidos a tratamentos térmicos na faixa entre 400°C a 440°C. Como os tratamentos térmicos podem modificar as propriedades mecânicas dos instrumentos endodônticos de NiTi os autores sugeriram que os fabricantes deveriam

modificar os parâmetros de tratamentos térmicos de acordo com a história termomecânica da liga usada, bem como, com a demanda clínica dos instrumentos, a fim de otimizar a capacidade de corte e a resistência mecânica dos mesmos.

Segundo o fabricante, os tratamentos térmicos especiais empregados durante a confecção dos instrumentos TF, levariam à formação de fase-R em sua estrutura, conferindo maior flexibilidade aos mesmos. Assim, um instrumento apresentando fase-R seria mais flexível (MIYAI *et al.*, 2006 e HAYASHI *et al.*, 2007). Os alicerces da concepção do novo processo, ou seja, a presença da fase-R, tratamento térmico, torção do metal e condicionamento de superfície, aumentaram significativamente a flexibilidade e a resistência à fadiga dos instrumentos (LARSEN *et al.*, 2009; GERGI *et al.*, 2010).

4 MATERIAL E MÉTODOS

Estabelecido o risco de fratura abrupta dos instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi durante a formatação de canais radiculares curvos, associada à fadiga por flexão, fica clara a necessidade de se avaliar a vida em fadiga destes instrumentos. Visando contribuir para o conhecimento da relação estrutura-propriedades-processamento desta importante classe de biomateriais, é também necessário caracterizar a constituição e as propriedades mecânicas dos instrumentos rotatórios de NiTi, a aplicação clínica mais segura.

4.1 Instrumentos endodônticos analisados

Para atingir os objetivos almejados, 30 instrumentos *Twisted File* (SybronEndo, Orange, CA, USA), calibre 25 nos seguintes *tapers* .04 .06 e .08, com 27 mm de comprimento e 20 instrumentos *Race* (FKG, La-Chaux De Fonds, Switzerland), calibre 25 e *tapers* .04 e .06, com 25 mm de comprimento foram utilizados neste estudo.

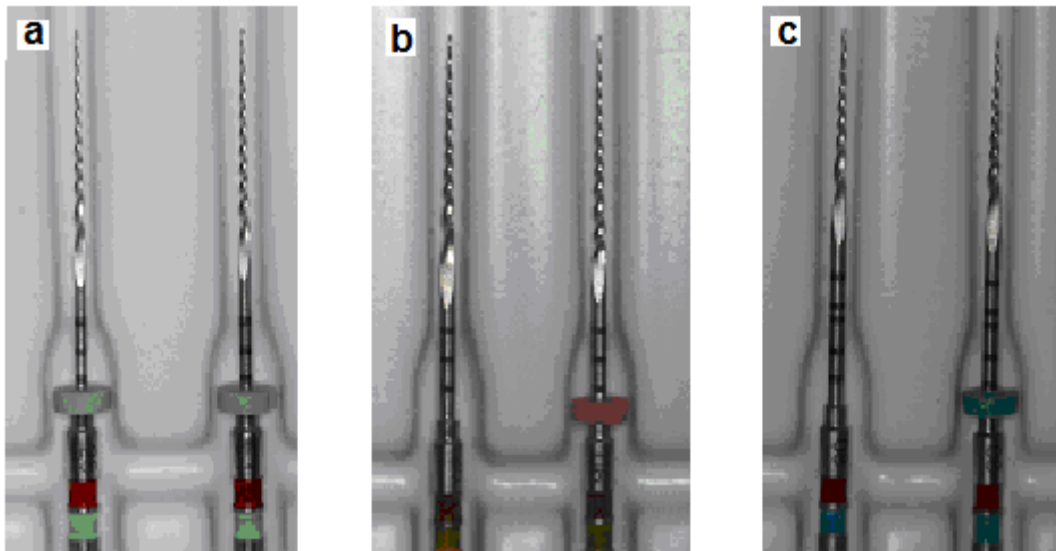


FIGURA 4.1 - Instrumentos de NiTi *Twisted File* 25/.04 (a), 25/.06 (b), e 25/.08 (c) analisados.

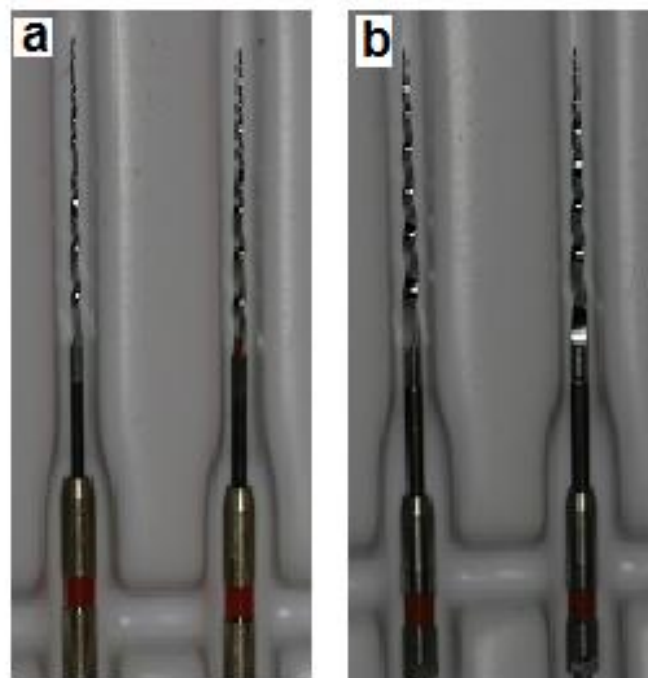


FIGURA 4.2 - Instrumentos de NiTi *RaCe* 25/.04 (a) e 25/.06 (b) analisados.

4.2 Caracterização do material

A composição química da liga NiTi utilizada na confecção dos instrumentos *TF* e *RaCe* investigados, foi analisada semi-quantitativamente por espectroscopia de energia de raios-X – EDS, realizada no microscópio eletrônico de varredura – MEV (JSM 5410, Jeol, Tokyo, Japão) em diferentes áreas dos instrumentos *TF* 25/.06 e *RaCe* 25/.06. Para identificação das fases presentes no material, foram realizadas análises por difratometria de raios-X - DRX (PW 1710, Philips-PANalytical, Almelo, Holanda) nos instrumentos *TF* e *RaCe*. Foram empregadas amostras contendo 9 mm de haste e 6 mm de parte ativa de cinco instrumentos *TF* 25/.06 e dez instrumentos *RaCe* 25/.06 novos. Estas dimensões foram escolhidas em função da área da amostra em que os raios-X incidem, que é mantida constante e igual a $12 \times 12 \text{ mm}^2$ pelo emprego de fenda divergente de tamanho variável. O conjunto de seções de instrumentos, quando colados lateralmente uns aos outros e posicionados no eixo do goniômetro, mantém as regiões de corte, isto é, as bordas das amostras, fora da região de incidência dos raios-X, garantindo, assim, que as fases eventualmente formadas por deformação na região de corte não contribuam para a análise realizada. As condições de ensaio foram: radiação $\text{Cu-K}\alpha$, cristal monocromador de grafita, varredura por passo entre 10 e $120^\circ 2\theta$, passo de $0,01^\circ 2\theta$ e tempo por passo de 1 segundo. Os picos de difração obtidos foram indexados utilizando programa específico *APD* (Philips-PANalytical, Almelo, Holanda), com base nas fichas eletrônicas do *ICDD - International Committee for Diffraction Data*.

Objetivando caracterizar as temperaturas de transformação da liga utilizada na confecção dos instrumentos *TF* e *RaCe*, hastes dos instrumentos foram ensaiados por calorimetria exploratória diferencial (*Differential Scanning Calorimetry – DSC*, DSC 60, Shimadzu, Kyoto, Japão). Amostras de 2 mm de comprimento, com cerca de 20 mg, foram seccionadas cuidadosamente, utilizando ferramenta de corte apropriada, e ensaiadas no intervalo de temperaturas de -80 a 80°C , com uma taxa de aquecimento/resfriamento de

10°C/min. As temperaturas de início e fim das transformações martensítica e reversa serão determinadas a partir do desvio da curva de DSC das linhas base adjacentes, indicando liberação ou absorção de calor associada a essas transformações.

4.3 Análise da superfície dos instrumentos por microscópio eletrônico de varredura

As características superficiais dos instrumentos *Twisted File* e *RaCe* foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura - MEV, através do equipamento (*JSM 6360, Jeol, Tokyo, Japão*). Para tanto, dois instrumentos de cada (*Twisted File 25/.06 e .08 e RaCe 25/.04 e .06*) foram selecionados aleatoriamente, limpos e posicionados sob o MEV para análise. Estas observações serviram de base para avaliar o aspecto superficial dos instrumentos, como defeitos de fabricação e o efeito dos tratamentos de superfície a que foram submetidos, de acordo com a descrição dos fabricantes.

4.4 Caracterização geométrica e dimensional dos instrumentos

Foi realizada uma inspeção visual, em uma lupa estereomicroscópica com 30x de aumento, com o intuito de se observar o aspecto superficial e a geometria, em termos de padronização da ponta e ao longo da haste cortante, bem como defeitos de fabricação. Alguns instrumentos foram selecionados para serem analisados por microscopia eletrônica de varredura – MEV (*JSM 6360, Jeol, Toquio, Japão*).

Para se avaliar os parâmetros diâmetro a cada milímetro da parte ativa, comprimento da parte ativa, bem como o comprimento das lâminas de corte (pitch), todos os instrumentos foram fotografados de forma padronizada

utilizando uma câmera digital Canon EOS 20D, (Canon Inc. Tóquio, Japão). Cada imagem obtida foi analisada e mensurada através do software ImagePro Plus 6.0 (Media Cybernetics, Silver Spring, MD, EUA), entendendo-se por diâmetro a maior distância entre as extremidades do instrumento perpendicularmente ao seu longo eixo, em medidas realizadas em intervalos regulares de 1 mm a partir da ponta. Esta parte do estudo teve como objetivo avaliar as características dimensionais, bem como a ocorrência de alterações nestas dimensões entre instrumentos de mesmo calibre e entre diferentes sistemas comerciais, além de comparar as informações obtidas com aquelas fornecidas pelo fabricante.

4.5 Ensaios de microdureza

As medidas de Microdureza Vickers (MHV) foram realizadas nas hastes de 05 instrumentos *TF 25/.08* e 05 instrumentos *RaCe 25/.06* novos, assim como recebidos. Os cabos dos instrumentos foram removidos e em seguida, os instrumentos foram posicionados adequadamente em um suporte devidamente preparado para esta finalidade.

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

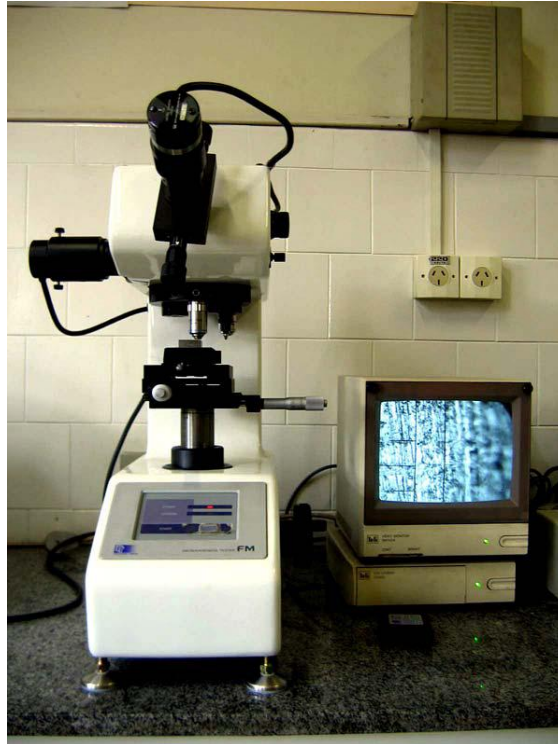


FIGURA 4.3 - Microdurômetro utilizado durante os ensaios de Microdureza Vickers.



FIGURA 4.4 - Detalhe da amostra posicionada no microdurômetro.

4.6 Ensaio de Fadiga

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

Grupo de Fadiga 01: 20 instrumentos *Twisted File (TF)* 25/.06 e .08, com 27 mm de comprimento foram ensaiados em dispositivo de bancada de fadiga até a ruptura, para estabelecer o número médio de ciclos até a fratura que um instrumento pode realizar, em condições as mais próximas possíveis da prática clínica.

Grupo de Fadiga 02: 20 instrumentos *RaCe* 25/.04 e .06, com 25 mm de comprimento foram ensaiados em dispositivo de bancada de fadiga até a ruptura, para estabelecer o número médio de ciclos até a fratura que um instrumento pode realizar, em condições as mais próximas possíveis da prática clínica.

Os instrumentos *TF* 25/.04 não foram incluídos nos ensaios de fadiga, pois após a análise das medidas dos diâmetros a 3 mm da ponta (D3) dos sistemas *TF* e *RaCe*, os valores médios de D3 obtidos para instrumentos *TF* foram inferiores aos nominais, impossibilitando a comparação entre instrumentos de mesmo *taper*.

Os ensaios de fadiga foram realizados em um dispositivo de bancada desenvolvido em trabalhos anteriores (Martins, 2003, 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 apenas os esforços de flexão na região de curvatura máxima. Os ensaios foram monitorados posicionando a bancada de fadiga sob uma lupa estereomicroscópica.

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

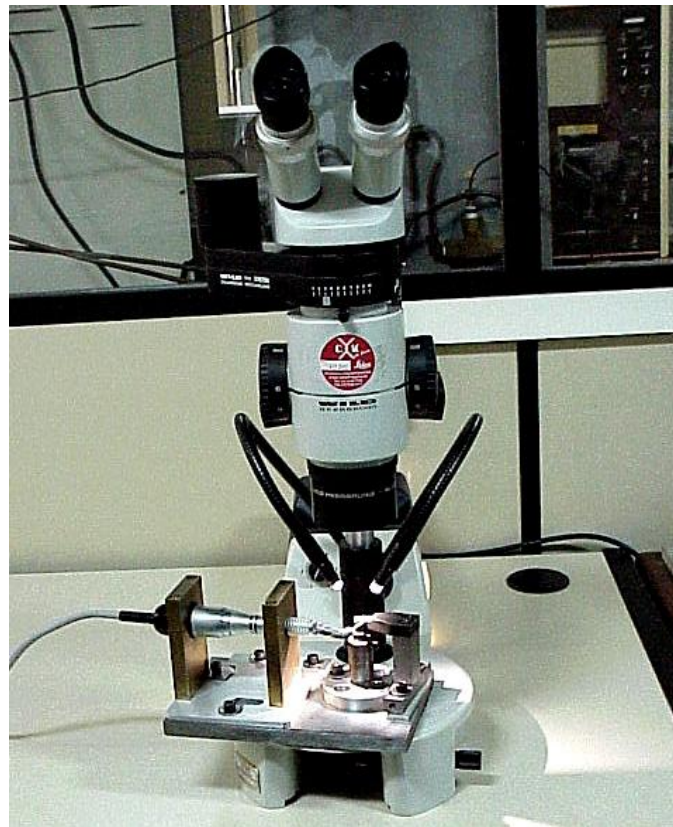


FIGURA 4.5 - Bancada de teste posicionada sob a lupa estereomicroscópica.

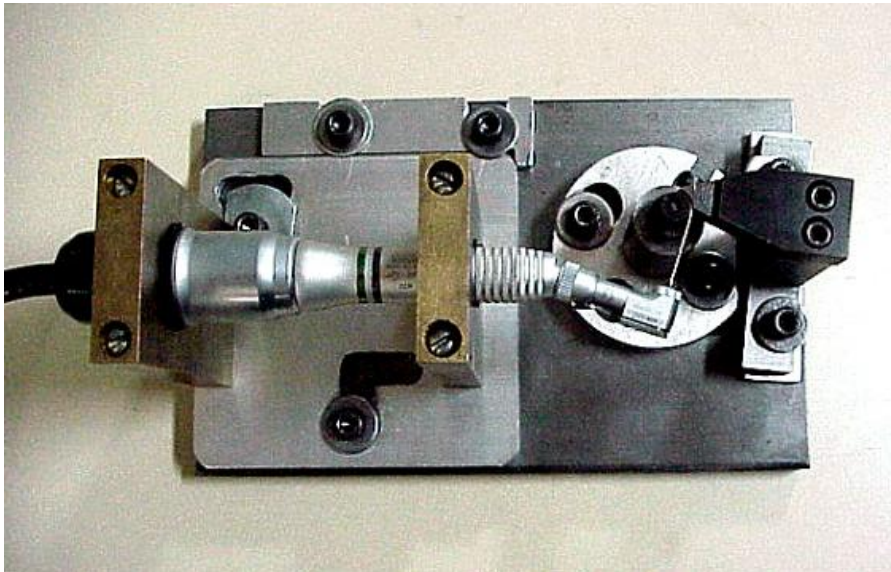


FIGURA 4.6 - Dispositivo de bancada para ensaios de fadiga.

O canal artificial é formado por uma peça de aço ferramenta ABNT H13, usinada na forma de um arco cuja curvatura se ajusta a um cilindro guia, feito do mesmo material, com raio de 5 mm. Após a usinagem, o canal artificial foi temperado, para impedir o desgaste pelos instrumentos ensaiados, especialmente os de maior diâmetro, o que poderia alterar o raio de curvatura especificado. A geometria do canal artificial, caracterizada por seu ângulo e raio de curvatura de 45° e 5 mm, respectivamente, foi escolhida com base em valores médios destes parâmetros obtidos na literatura (PRUETT *et al.*, 1997; HAIKEL *et al.*, 1999; GAMBARINI, 2001a, 2001b; YARED *et al.*, 2001, 2002) e confirmados pelo exame das raízes mesiais de 82 molares inferiores extraídos (MARTINS *et al.*, 2002; BAHIA & BUONO, 2005, VIEIRA *et al.*, 2008).

O posicionamento dos instrumentos no canal artificial, de forma a definir o ponto de curvatura máxima em torno de 3 mm da ponta, foi realizado considerando a avaliação dos instrumentos usados nos ensaios *in vivo*. As imagens obtidas por MEV dos instrumentos utilizados na formatação dos canais radiculares mostraram que a incidência de microtrincas na superfície destes instrumentos se deu no intervalo entre a 2^a e 5^a estrias, com maior prevalência entre as 2^a e 3^a estrias. A medida da distância dessa região em

relação à ponta do instrumento, realizada em um projetor de perfis (Mitutoyo, Tokyo, Japão), revelou que a fadiga dos instrumentos ocorre, em média, entre 1,4 e 3,8mm da ponta do mesmo. Portanto, no dispositivo desenvolvido para os ensaios de fadiga, o instrumento foi posicionado de forma a manter a curvatura máxima nesta posição.

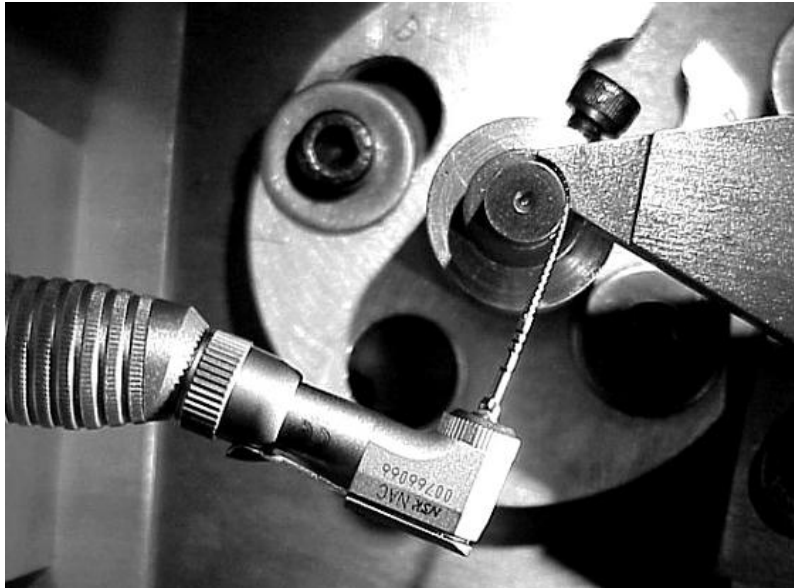


FIGURA 4.7 - Instrumento posicionado no canal artificial de aço temperado.

A peça de mão (WH 975, DentalWork, Burmoos, Áustria) possui redução de 16:1 e o acionamento das limas foi realizado utilizando um motor elétrico endodôntico de baixa rotação e controle de torque (Endo-Plus, VK-Driller, São Paulo, SP, Brasil). O motor foi operado a 300 rpm e programado para exercer um torque máximo de 5 N.cm (0,05 N.m). Desta forma, erros de montagem como pressão do canal artificial sobre o instrumento, ocasionando tensões de atrito excessivas entre o instrumento e as paredes do canal artificial, seriam comunicadas ao operador pelo aparelho e o ensaio interrompido. Durante os ensaios, o atrito foi minimizado pelo emprego de óleo de silicone como lubrificante. O tempo de ensaio foi registrado utilizando um cronômetro digital. O número de ciclos até a fratura (NCF) foi obtido multiplicando-se a velocidade

de rotação pelo tempo até a fratura. Todos os instrumentos foram ensaiados até a ruptura na bancada de fadiga, para estabelecer o número médio de ciclos até a fratura (NCF) que cada instrumento pode realizar.

4.7 Análise das superfícies de fratura

As superfícies de fratura de instrumentos, escolhidos aleatoriamente entre os grupos 1 e 2, foram analisadas por MEV, para avaliar o padrão da superfície de fratura em cada grupo.

4.8 Análise Estatística

Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente, utilizando o teste paramétrico de Análise de Variância (ANOVA), considerando um nível de confiança de 95%, e conseqüentemente uma probabilidade de significância inferior a 5% ($p < 0,05$).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Caracterização do Material

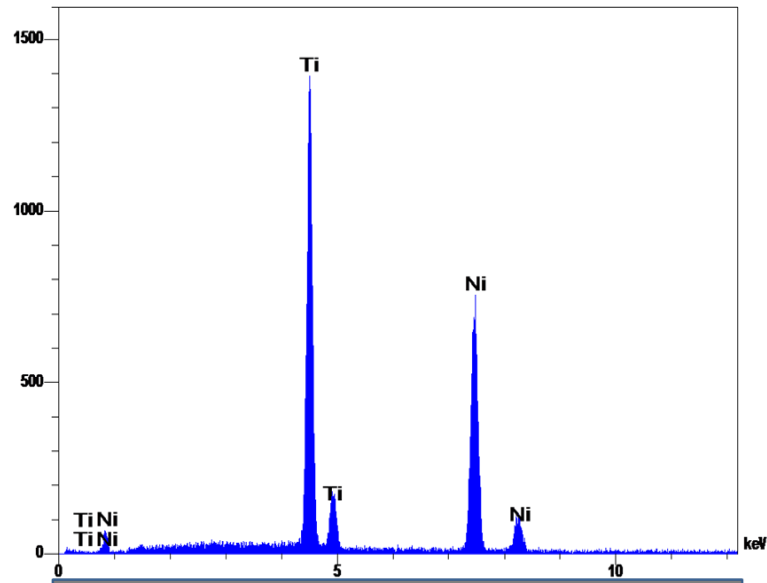
5.1.1. Composição química

A análise da composição química por Espectroscopia de Energia de Raios-X (EDS), realizada no microscópio eletrônico de varredura, em cinco diferentes áreas de instrumentos *TF* e *RaCe* mostrou que, em média, as ligas utilizadas têm as composições químicas representadas na Tabela V.1, correspondendo às fornecidas pelos fabricantes.

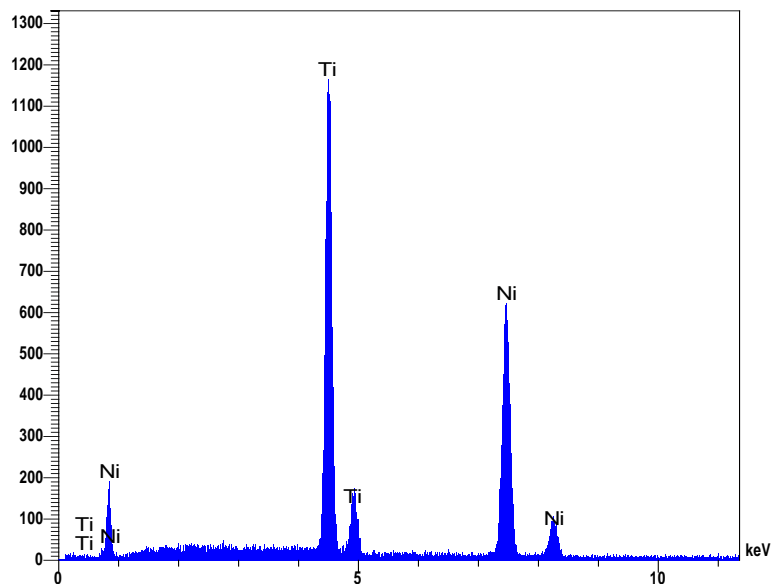
TABELA V.1- Valores médios da composição química de instrumentos *TF* e *RaCe*, determinados por EDS.

Elemento	<i>TF</i>		<i>RaCe</i>	
	% Atômica	% Peso	% Atômica	% Peso
Ti	49,30	44,22	49,70	44,60
Ni	50,70	55,78	50,30	55,40
Total	100,00	100,00	100,00	100,00

A Fig. 5.1 mostra espectros típicos de EDS obtidos em instrumentos *TF* (Fig.5.1.a) e *RaCe* (Fig.5.1.b), respectivamente.



(a)



(b)

FIGURA 5.1 – Espectros de energia de raios-X (EDS) obtidos em área de instrumentos *TF* (a) e *RaCe* (b).

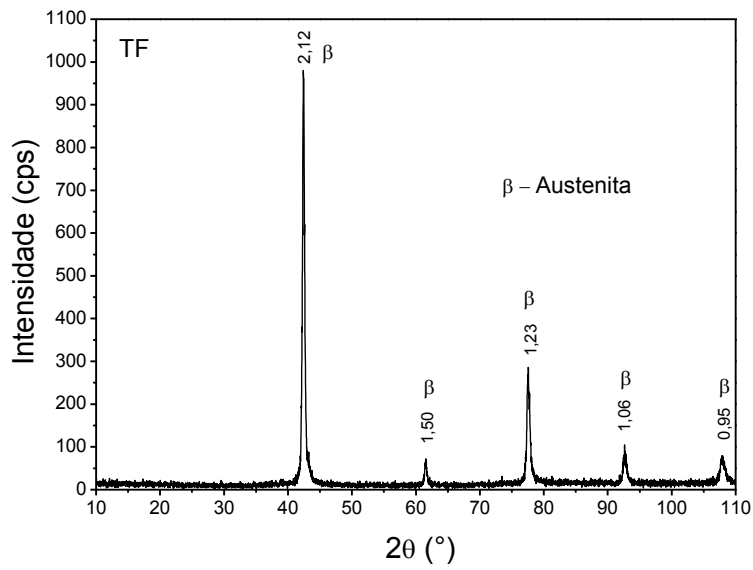
Segundo Otsuka & Wayman et al. (1998) as ligas níquel titânio (NiTi) são constituídas por cerca de 55% níquel e de 45% titânio e tornaram-se amplamente utilizadas na endodontia com o objetivo de produzir instrumentos rotatórios superelásticos, com grande capacidade de recuperação (8%) após a remoção da tensão imposta pela curvatura do canal. São, portanto,

muito superiores aos instrumentos de aço inoxidável, que podem suportar uma tensão de até 1% antes de começar a deformar plasticamente.

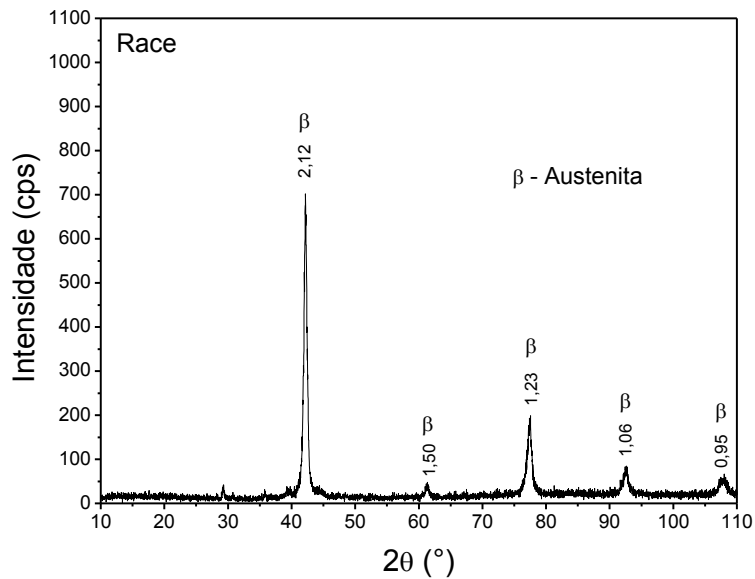
5.1.2. Fases presentes

A análise por difração de raios X (DRX) confirmou que à temperatura ambiente os instrumentos *Twisted File* e *RaCe* analisados apresentaram como principal constituinte a fase β ou austenita, de estrutura cúbica de corpo centrado ordenada, designada como B2 (Otsuka e Wayman, 1998). A Fig. 5.2. mostra os difratogramas obtidos com instrumentos *TF* e *RaCe*, contendo os picos de maior intensidade da fase β . Resultados semelhantes foram encontrados por Khun et al. (2002), Bahia (2004), Kim et al. (2005) e Peixoto et al. (2010) em difratogramas de instrumentos de NiTi, indicando que a liga era completamente austenítica à temperatura ambiente. Apesar do fabricante do Sistema *Twisted File* relatar que seus instrumentos são compostos por fase R, a presença desta fase não foi detectada nas análises realizadas.

Embora a composição química das ligas e o processo de fabricação dos instrumentos *TF*, envolvendo trefilação e recozimento em alta e depois em baixa temperatura, promovam as condições apropriadas à formação de finos precipitados de Ti_3Ni_4 e ao aparecimento da fase R (Miyazaki & Otsuka 1986), nenhuma evidência da presença dos mesmos foi observada nos difratogramas obtidos neste estudo. De maneira geral, estes precipitados encontram-se finamente dispersos na matriz austenítica e são muito efetivos em melhorar as características de memória de forma e superelasticidade das ligas NiTi (Otsuka e Ren, 1999). Estes precipitados dão origem a campos de tensão ao seu redor, produzindo uma forte resistência a grandes deformações de rede associadas com a formação da martensita B19', favorecendo assim a formação da fase R, que produz uma deformação de rede significativamente menor (Allafi et al., 2002 a, b). O fato de não ter sido detectada a presença destes precipitados, sugere que sua quantidade relativa pode ser mais baixa que a resolução da técnica empregada, em torno de 2%.



(a)



(b)

FIGURA 5.2 - Difratomogramas obtidos em instrumentos *TF* (a) e *RaCe* (b).

O fabricante dos instrumentos *TF* alega que os alicerces da concepção do novo processo de fabricação dos instrumentos, ou seja, a presença da fase-R, tratamento térmico, torção do metal e condicionamento especial de superfície,

aumentam significativamente a flexibilidade e a resistência à fadiga (Larsen et al., 2009; Gergi et al., 2010). Segundo o fabricante, os instrumentos *TF* são confeccionados utilizando um tratamento térmico que proporciona a presença de fase-R em sua estrutura (www.sybronendo.com). Por apresentarem a fase-R, possuem um menor módulo de elasticidade se comparado ao apresentado por um instrumento que não possua esta fase intermediária de transformação (austenita para martensita). Assim, um instrumento que apresente esta fase R, será mais flexível, permitindo uma maior flexão utilizando-se um mesmo torque (Miyai et al., 2006; Hayashi et al., 2007).

5.1.3. Temperaturas de transformação

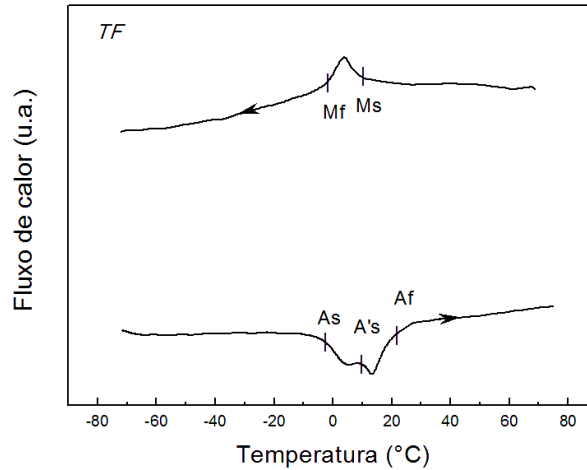
Os valores médios das temperaturas de transformação (e os desvios padrão) dos instrumentos *Twisted File* e *RaCe* analisados são mostrados na Tabela V.2. As temperaturas *Ms* e *Af* dos instrumentos *TF* e *RaCe* confirmam que a liga é austenítica à temperatura ambiente e estão de acordo com a presença apenas da fase β detectada na análise por difração de Raios-X (DRX).

TABELA V.2 – Valores médios (desvio padrão) das temperaturas de transformação martensítica e reversa de instrumentos *TF* e *RaCe* determinados por DSC.

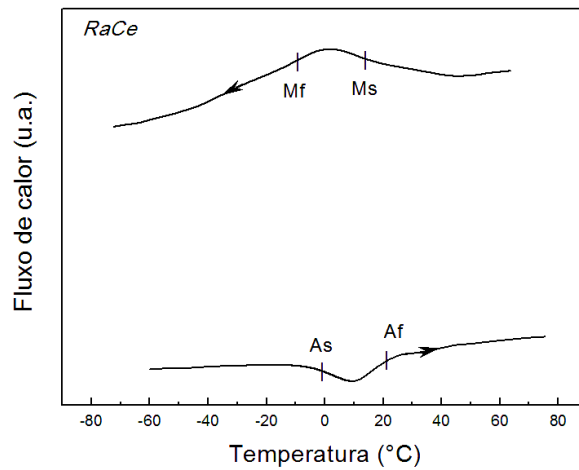
Instrumento	Temperaturas de Transformação (°C)				
	Ms	Mf	As	A's	Af
<i>TF</i>	8,5 (0,4)	-0,86 (0,9)	-5,5 (1,9)	8,6 (0,7)	23,3 (3,0)
<i>RaCe</i>	13,7 (6,3)	0,8 (7,6)	5,9 (2,3)	-	24,5 (6,4)

Conforme mostrado na Fig. 5.3a, a curva de aquecimento dos instrumentos *TF* apresentou dois picos, iniciando nas temperaturas *As* e *A's*. A origem desse comportamento pode ser a dupla transformação martensita $B19' \rightarrow$ fase R \rightarrow

austenita no aquecimento (Yahata *et al.* 2009), ou a transformação martensita B19' → austenita se iniciando em duas temperaturas diferentes, devido à segregação de Ni associada à precipitação heterogênea de TiNi₃ durante os tratamentos térmicos desses instrumentos (Khalil-Allafi *et al.* 2004).



(a)



(b)

FIGURA 5.3 - Curvas de DSC típicas obtidas para instrumentos *Twisted File* (a) e *RaCe* (b).

Neste trabalho, apenas um pico de transformação da austenita para martensita foi detectado no resfriamento, o mesmo não ocorrendo na transformação reversa, na qual foram detectados dois picos de transformação. Segundo

Otsuka & Wayman (1998), a fase R ocorre precedendo a transformação para martensita B19, em ligas de NiTi equiatômicas tratadas termomecanicamente, em ligas ricas em NiTi envelhecidas em temperaturas baixas apropriadas, e também em ligas ternárias NiTiFe e NiTiAl. Em contraste com a transformação direta de B2 (austenita) para B19'(martensita), que está associada a uma grande deformação recuperável de aproximadamente 8%, a transformação de B2 (austenita) para fase R está associada a uma pequena deformação recuperável de aproximadamente 0,8%. Além disso, segundo os autores, a fase R pode ocorrer somente durante a transformação martensítica. A transformação reversa, todavia, ocorre em somente um único grande passo, o qual caracteriza a transformação direta da martensita B19' para a austenita B2.

Entretanto, Yahata *et al.* (2009) ao utilizar a mesma técnica de calorimetria exploratória diferencial (DSC), caracterizaram a presença de dois picos na transformação reversa (curva de aquecimento), como sendo a transformação de martensita B19' para Fase R, com posterior mudança para austenita B2. De um modo geral, resultados de DSC em instrumentos de NiTi são escassos e contraditórios. Brantley *et al.* (2002), empregando a mesma técnica para determinação das temperaturas de transformação em instrumentos *ProFile* novos, encontraram valores de A_s variando entre -5 e -32°C e M_s entre -17 e 19°C , o que certamente está em desacordo com outros dados da literatura sobre ligas NiTi superelásticas (Otsuka & Wayman 1998).

No entanto, as curvas de DSC para instrumentos *RaCe* (Fig. 5.3b) mostram apenas um pico nas transformações martensítica e reversa, confirmando as transformações em um único passo. Bahia (2004) não observou a ocorrência de fase R em DSC realizados em instrumentos fabricados com liga de NiTi convencional (*ProFile*), tendo sido identificadas apenas a transformação de austenita para martensita no resfriamento e a transformação reversa de austenita para martensita no aquecimento.

As ligas NiTi não oferecem muitas opções para manuseio de suas propriedades, por serem de difíceis fusão e conformação, devido às

propriedades inerentes ao material. As características originais de um fio de NiTi podem ser modificadas através da alteração da composição química, por uma mudança no processo de fabricação, ou através de uma combinação de ambos. Estudos ligados à metalurgia (Anderson et al., 2007; Brantley et al., 2002) demonstram que essas mudanças podem influenciar fortemente nas temperaturas de transformação e, conseqüentemente nas características da liga.

5.1.4. Microdureza Vickers

Os valores médios de Microdureza Vickers (MHV), com os respectivos desvios-padrão, encontrados nos ensaios realizados na parte ativa de instrumentos *TF 25/.08* e *RaCe 25/.06* são mostrados na Tabela V.3.

TABELA V.3 - Valores médios de microdureza Vickers (desvio padrão) determinados em instrumentos *Twisted File 25/.08* e *RaCe 25/.06* e a probabilidade de significância estatística (p) entre os pares analisados.

Instrumento	Microdureza Vickers (DP)	p
<i>TF 25/.08</i>	339 (14)	0,002
<i>RaCe 25/.06</i>	416 (16)	

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

Os resultados encontrados indicam valores médios de dureza significativamente superiores para os instrumentos *RaCe 25/.06*, quando

comparados aos instrumentos *Twisted File* 25/.08. Uma possível explicação para este resultado são os dois tratamentos térmicos aos quais os instrumentos *TF* são submetidos durante a sua fabricação, que podem amaciar o material. No primeiro tratamento térmico ocorre drástica redução da densidade de deslocações, devido à recristalização do material. Este resultado é objetivado pelo fabricante para facilitar a torção do instrumento. As deslocações geradas pela torção podem ser insuficientes para, após o segundo tratamento térmico, restaurar os níveis de resistência mecânica anteriores.

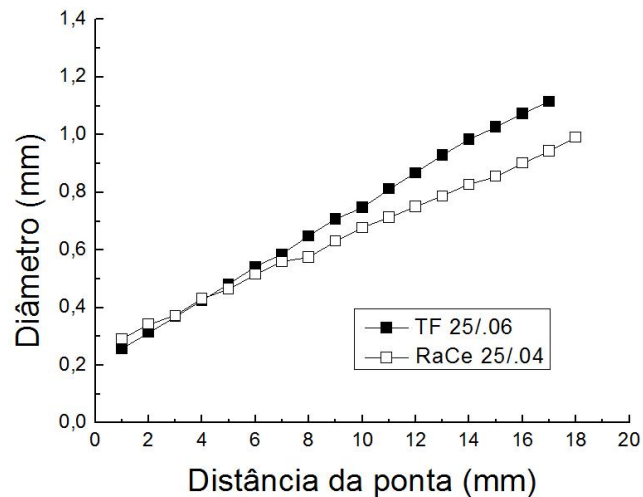
5.2. Caracterização geométrica e estabilidade dimensional dos instrumentos

5.2.1. Medidas de diâmetro

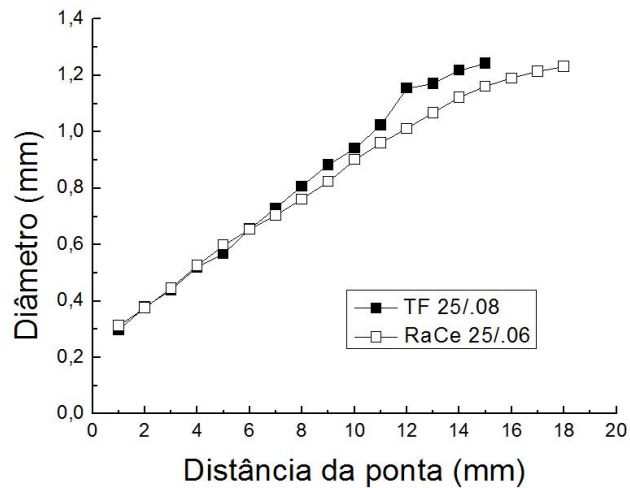
Trinta instrumentos *TF* 25/.04, .06 e .08 ($n = 10$) e outros vinte instrumentos *RaCe* 25/.04 e .06 ($n = 10$), totalizando 50 instrumentos, foram inspecionados como descrito na metodologia. Os diâmetros destes instrumentos foram medidos ao longo de toda a parte ativa. Foi observado que o diâmetro da parte ativa aumentou a cada milímetro até a haste, para todos os instrumentos. Os valores médios de diâmetro encontrados foram compatíveis aos fornecidos pelo fabricante para os instrumentos *RaCe*, e estão mostrados na Fig.5.4. No entanto, os valores médios de diâmetro observados para os instrumentos *TF* analisados não se mostraram de acordo com os fornecidos pelo fabricante, estando abaixo dos valores nominais (Fig.5.4).

Após a análise dos parâmetros dimensionais, especialmente o diâmetro a 3 mm da ponta (D3), dos instrumentos *TF* e *RaCe*, ficou evidente a impossibilidade de comparação entre instrumentos de mesmo taper, pois os valores médios de D3 obtidos para instrumentos *TF* foram inferiores aos nominais. A comparação estatística entre os valores médios de D3 dos

instrumentos *Twisted File* e *RaCe* com mesmo calibre de ponta e taper, tanto .04 como .06, apontou uma diferença significativamente inferior ($p \leq 0,000$) para os instrumentos *TF*. Dessa forma, para que a influência dimensional na avaliação da resistência à fadiga fosse a menor possível, foi decidido realizar a comparação entre os pares de instrumentos *TF* 25/.06 e *RaCe* 25/.04 e *TF* 25/.08 e *RaCe* 25/.06, respectivamente, devido a semelhança de D3 entre eles.



(a)



(b)

FIGURA 5.4 – Valores médios dos diâmetros dos instrumentos *TF* 25/.06 e *RaCe* 25/.04 (a), *TF* 25/.08 e *RaCe* 25/.06 (b).

A comparação dos valores de diâmetro entre os instrumentos *TF 25/.06* e *RaCe 25/.04* aponta diâmetros superiores em D1 e D2 para *RaCe 25/.04*, embora o diâmetro a 3 mm da ponta (D3) dos dois instrumentos tenha sido semelhante. A partir de D5 verifica-se um aumento de diâmetro em toda a parte ativa dos instrumentos *RaCe 25/.04*, porém inferior ao crescimento dos instrumentos *TF 25/.06* (Fig. 5.4a). Os instrumentos *TF 25/.08*, diferente dos *TF 25/.06*, não apresentaram um aumento de diâmetro tão regular em sua parte ativa, com o maior aumento verificado em D12. Entretanto, os instrumentos *RaCe 25/.06* exibiram um aumento uniforme de conicidade, porém, inferior ao apresentado pelos instrumentos *TF 25/.08* (Fig. 5.4b).

Os valores médios de diâmetro a 3 mm da ponta (D3) e de comprimento da parte ativa dos instrumentos *TF 25/.06* e *.08*, *RaCe 25/.04* e *.06* são apresentados na Tabela V.4. Nesta tabela, pode ser visualizada ainda a probabilidade de significância estatística (p) para os valores de D3 entre os pares de instrumentos analisados.

TABELA V.4 – Valores médios (desvio padrão) de diâmetro a 3 mm da ponta (D3), de comprimento da parte ativa e a probabilidade de significância estatística (p) de D3 entre os pares de instrumentos *TF 25/.06* e *.08*, *RaCe 25/.04* e *.06* analisados.

Instrumento	Diâmetro a 3 mm (D3) (mm)	p	Comprimento parte ativa (mm)
<i>TF 25/.06</i>	0,368 (0,030)	0,688	17,53 (1,23)
<i>RaCe 25/.04</i>	0,372 (0,017)		17,36 (0,37)
<i>TF 25/.08</i>	0,438 (0,015)	0,352	14,44 (0,21)
<i>RaCe 25/.06</i>	0,445 (0,017)		16,30 (0,21)

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

A comparação estatística dos valores de D3 entre os instrumentos *TF 25/.06* e *RaCe 25/.04* não apresentou diferença estatisticamente significativa ($p = 0,688$) entre eles, como pode ser verificado na Tab. V.4. Da mesma forma, os instrumentos *TF 25/.08* e *RaCe 25/.06* não apresentaram diferença estatisticamente significativa ($p = 0,352$) entre os diâmetros a 3 mm da ponta (Tab. V.4).

Em relação ao comprimento médio da parte ativa, os instrumentos *Twisted File 25/.06* e *.08* apresentaram, em média, nessa ordem: 17,53 e 14,44 mm de parte ativa. Já o valor médio encontrado para os instrumentos *RaCe 25/.04* e *.06* foi, respectivamente, 17,36 e 16,30 mm (Tab. V.4). Como pode ser observado, a variação entre o taper e o comprimento da parte ativa dos instrumentos *TF* (3,1 mm) foi mais acentuada que nos instrumentos *RaCe* (1,1 mm).

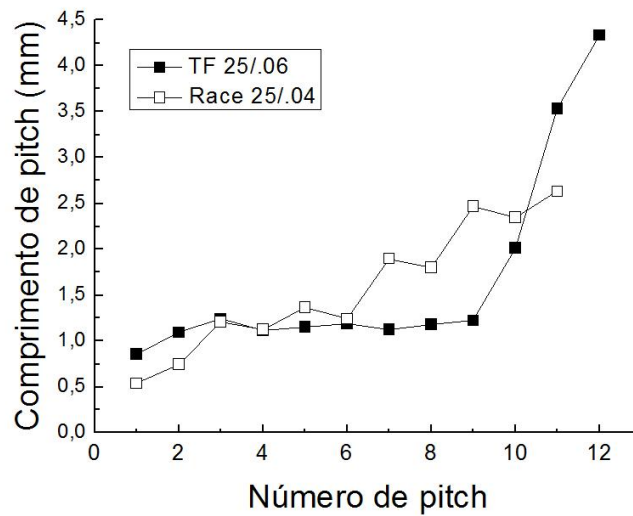
As características geométricas e estruturais dos instrumentos de NiTi têm uma influência significativa sobre a susceptibilidade dos mesmos à fratura por fadiga (Khun et al., 2001; Kim et al., 2008; Kim et al., 2009). Os instrumentos com diâmetros maiores tendem a apresentar menor resistência à fadiga (Pruett et al., 1997; Haikel et al., 1999; Gambarini et al., 2001; Bahia e Buono, 2005; Plotino et al., 2006; Grande et al., 2006). A fratura do instrumento ocorre, normalmente, no ponto de flexão máxima, isto é, o ponto médio do segmento curvo, geralmente na região apical dos canais radiculares (Pruett et al., 1997; Mize et al., 1998; Gambarini, 1999; Gambarini, 2001b; Haikel et al., 1999; Melo et al., 2002; Zelada et al., 2002; Martín et al., 2003; Fife et al., 2004; Ullmann e Peters, 2005; Bahia e Buono 2005; Grande et al., 2006; Martins et al., 2006; Plotino et al., 2006; Viana et al., 2006; Lopes et al., 2007).

Neste estudo, o posicionamento dos instrumentos no canal artificial, de forma a definir o ponto de curvatura máxima em torno de 3 mm da ponta, foi projetado considerando a avaliação dos instrumentos utilizados em estudos *in vivo* (Martins et al., 2006; Bahia e Buono, 2005, Vieira et al., 2008). Portanto, fica evidente a grande importância dos valores de D3 apresentados por cada um dos instrumentos analisados e ensaiados em bancada de fadiga até a ruptura.

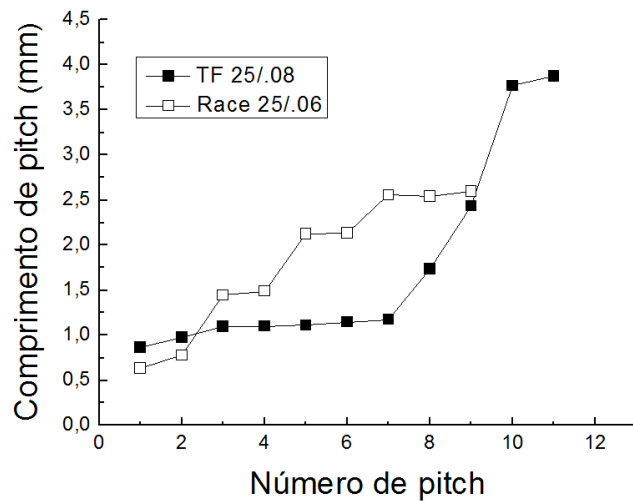
Como pode ser observado da análise da Tab. V.4, a comparação entre os instrumentos *TF* e *RaCe*, com valores de taper diferentes, .06/.08 e .04/.06, respectivamente, é adequada para a avaliação da resistência à fadiga destes instrumentos, uma vez que os valores de D3 entre os pares não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si.

5.2.3. Medidas dos comprimentos de *pitch*

As medidas das distâncias entre as lâminas de corte (comprimentos de *pitch*) foram realizadas em todo o comprimento da parte ativa dos 40 instrumentos analisados. Os valores médios dos comprimentos de *pitch* de instrumentos *TF* 25/.06 e *RaCe* 25/.04, *TF* 25/.08 e *RaCe* 25/.06 estão representados, respectivamente nas Figs. 5.5 (a) e (b).



(a)



(b)

FIGURA 5.5 – Valores médios dos comprimentos de *pitch* de instrumentos *TF* 25/.06 e *RaCe* 25/.04 (a), *TF* 25/.08 e *RaCe* 25/.06 (b).

Com relação aos valores médios de comprimento de *pitch*, pode ser observado na Fig. 5.5a, que os instrumentos *TF* 25/.06 apresentaram crescimento irregular dos *pitchs* ao longo de sua parte ativa. Até o *pitch* de número três, o crescimento do comprimento foi gradual e regular, a partir do *pitch* de número quatro até o de número nove, foi possível visualizar uma relativa constância

nos valores médios. A partir desta região, foi observado um crescimento grande e contínuo deste parâmetro até a porção próxima à haste.

Nos instrumentos *RaCe 25/.04*, foi observada a seguinte tendência na seqüência dos comprimentos de *pitch* ao longo da parte ativa: até o *pitch* de número três foi observado um aumento gradual nos comprimentos, porém inferior ao de instrumentos *TF 25/.06*, a partir daí houve uma alternância de redução e aumento dos valores, ou seja, um *pitch* de comprimento maior foi seguido por um ligeiramente menor (Fig. 5.5a). Esse achado está de acordo com as informações do fabricante, que afirma que os instrumentos *RaCe* possuem o chamado *Alternating Cutting Edges*, que seria responsável pela eliminação do efeito de emparafusamento e aumento da eficiência na evacuação de raspas de dentina. Ao se comparar os dois instrumentos, verifica-se que os valores médios de comprimentos de *pitch* na região próxima à ponta dos instrumentos *RaCe 25/.04* foram inferiores aos dos instrumentos *TF 25/.06*.

A tendência observada para os instrumentos *TF 25/.08* (Fig. 5.5b), em relação ao comprimento de *pitch*, foi semelhante àquela apresentada pelos instrumentos *TF 25/.06* (Fig. 5.4a), ou seja, um aumento gradual até o *pitch* de número três, seguido por uma estabilidade de valores até o *pitch* de número sete e, por fim, um aumento maior dos comprimentos até a haste. Da comparação entre os instrumentos *RaCe 25/.04* e *.06*, nas mesmas figuras, foi observada tendência similar entre eles, embora o aumento no comprimento de *pitch*, no instrumento de *taper .06*, tenha sido intercalado com a manutenção deste valor e não com a sua redução, como observado nos instrumentos *RaCe 25/.04*. Entretanto, quando comparados os instrumentos *TF 25/.08* e *RaCe 25/.06* (Fig. 5.5b), resultados opostos foram encontrados, em relação aos dos instrumentos *TF* e *RaCe* de menor *taper*, pois comprimentos de *pitch* significativamente superiores ($p \leq 0,000$) foram observados nos instrumentos *RaCe 25/.06* a partir do *pitch* de número dois.

As características de lâminas de corte alternadas, apresentando seqüência de estrias cortantes espiraladas com uma pequena secção reta, ângulo de corte

positivo e ponta inativa podem ser visualizadas nas imagens por MEV da Fig.5.6.

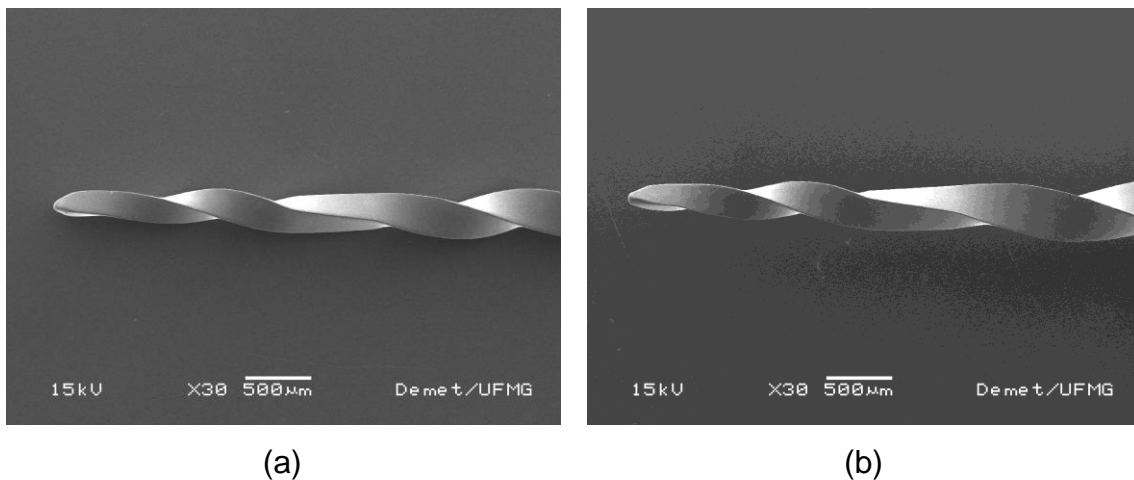


FIGURA 5.6 – Imagens da parte ativa, com as lâminas de corte alternadas de instrumentos *RaCe 25/.04* (a) e *.06* (b).

Pode ser observada a presença de setores espirados (comprimento de *pitch* menor) e de região lisa (comprimento de *pitch* maior), caracterizando o *alternating cutting edges*. Duas funções, na prática clínica, são creditadas a esse *design*: eliminar o efeito de emparafusamento e travamento no interior dos canais devido à rotação contínua; e reduzir o torque necessário para a ação do instrumento (Schäfer & Vlassis, 2004a).

A ausência de estabilidade dimensional e geométrica, observada por MEV, nos instrumentos *Twisted File* analisados pode ser visualizada na Fig. 5.7.

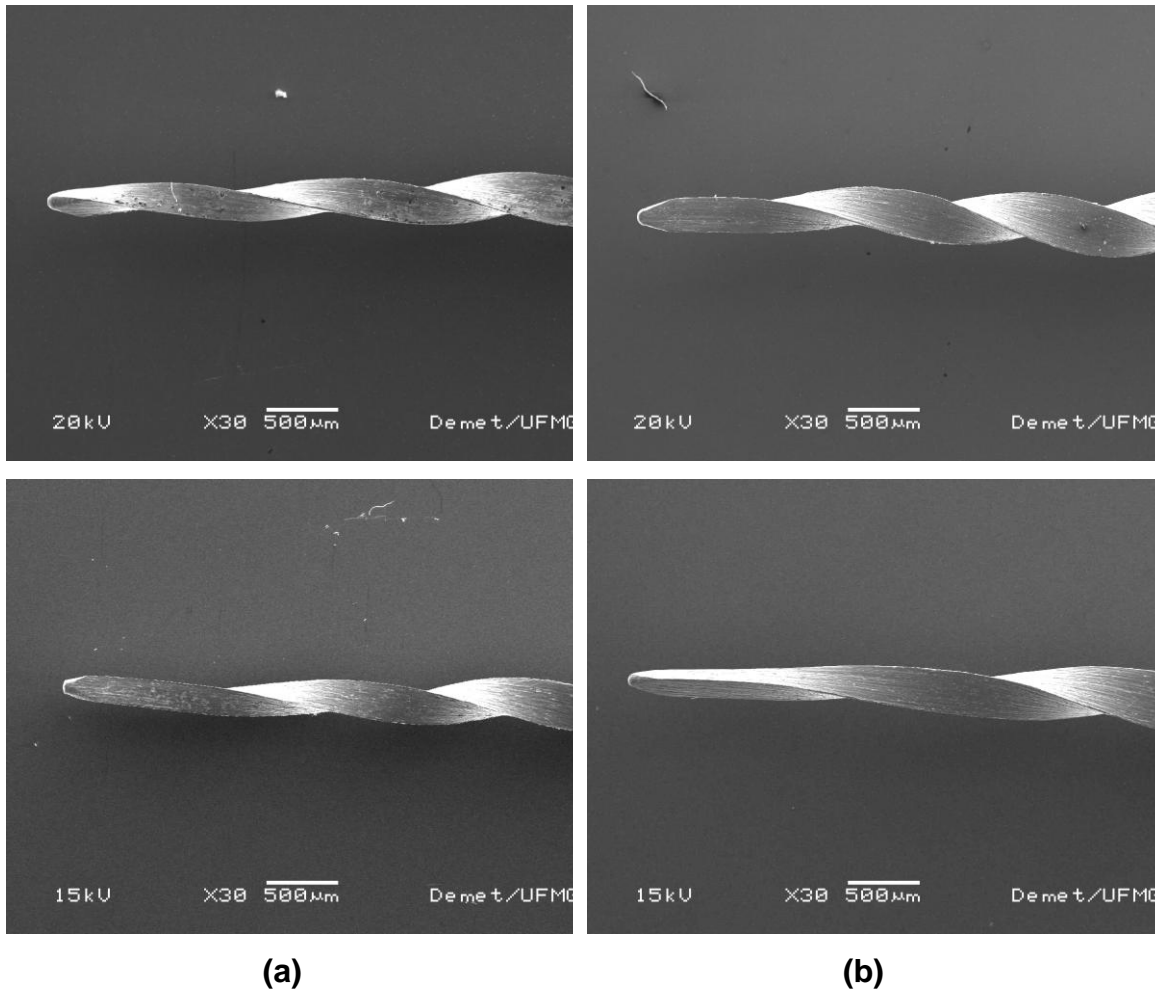


FIGURA 5.7 – Parte ativa de dois instrumentos *TF 25/.06* (a) e *.08* (b) distintos, representando a ausência de estabilidade dimensional dos instrumentos.

A análise da Fig. 5.7 evidencia a variação na geometria, relativa a ângulo de ponta e comprimentos de *pitch*, resultando em números diferentes de estrias cortantes por comprimento em instrumentos *TF 25/.06* e *.08* distintos.

As variações na morfologia das pontas dos instrumentos *TF 25/.06* (a), *RaCe 25/.04* (b), *TF 25/.08* (c) e *RaCe 25/.06* (d) podem ser observadas nas imagens da Fig. 5.8.

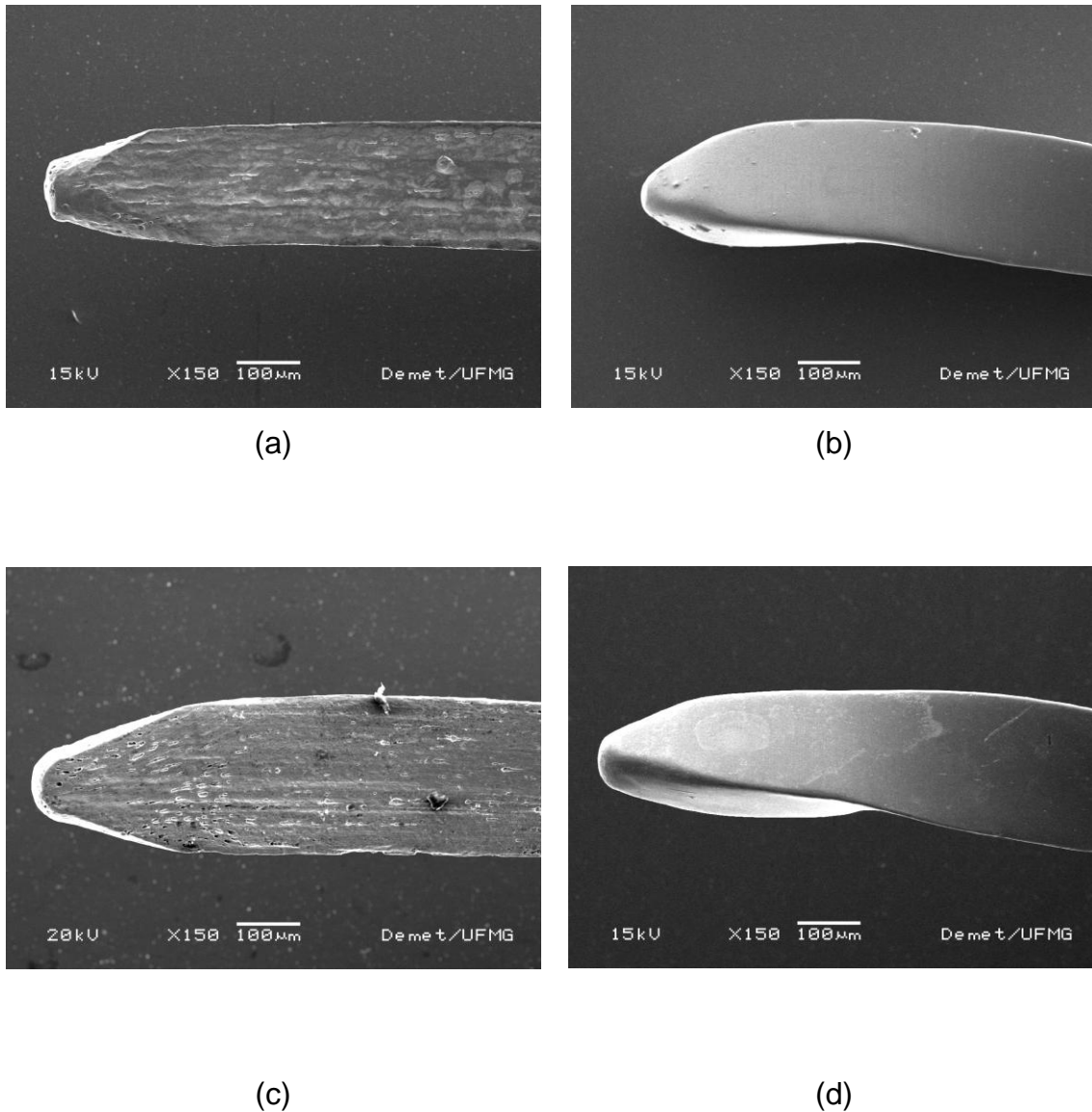


FIGURA 5.8 - Fotomicrografias de instrumentos *TF 25/.06* (a), *RaCe 25/.04* (b), *TF 25/.08* (c) e *RaCe 25/.06* (d), mostrando a variação da morfologia de ponta.

Em relação ao formato de ponta, observou-se que os instrumentos analisados apresentaram uma ponta guia arredondada (Fig. 5.8), embora as dimensões e geometria tenham variado. Estas variações podem interferir, em graus variados, com os resultados de exploração e formatação de canais radiculares durante o tratamento endodôntico.

Segundo os respectivos fabricantes, ambos os instrumentos (*TF* e *RaCe*) apresentam seção transversal triangular. Daí a escolha destes instrumentos

para a avaliação comparativa das propriedades mecânicas. Neste estudo foi confirmada a seção triangular dos instrumentos, resultado que pode ser visualizado na Fig. 5.9.

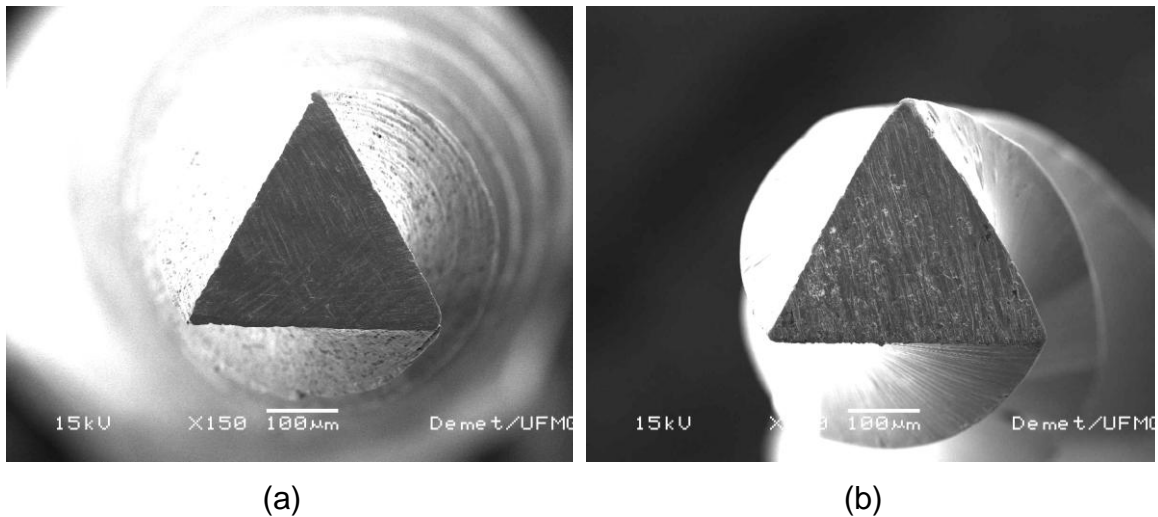


FIGURA 5.9 - Imagens da seção transversal dos instrumentos *Twisted File* 25/.08 (a) e *RaCe* 25/.06 (b).

5.2.4. Análise dos instrumentos por microscópio eletrônico de varredura

Além da configuração geométrica dos instrumentos, as características de superfície, tais como rebarbas, marcas e riscos de usinagem, têm sido citadas como possíveis responsáveis por uma menor vida em fadiga (Khun et al., 2001; Tripi et al., 2001; Cheung et al. 2005; Tripi et al., 2006). Segundo estes autores, os defeitos de usinagem na superfície dos instrumentos funcionariam como pontos concentradores de tensão, que facilitariam a nucleação de trincas, enquanto que uma superfície lisa estaria menos propensa a este processo. Apesar disso, poucos estudos têm sido realizados objetivando analisar a relação direta entre a superfície usinada de instrumentos de NiTi e a susceptibilidade à fratura dos mesmos (Kim et al., 2009).

O processo de torção tem sido utilizado há décadas para a fabricação de instrumentos de aço inoxidável. Estudos recentes demonstraram a possível utilização desta técnica para a fabricação de instrumentos de NiTi, através de um tratamento térmico da liga, antes, durante ou após o processo de torção. Teoricamente, esta técnica inovadora superaria os problemas associados ao processo de usinagem. Além disso, o encruamento que ocorre na torção do fio, durante a fabricação dos instrumentos de aço inoxidável, poderia ocorrer na torção de instrumentos de NiTi. Isso aumentaria a resistência dos mesmos sem a perda da integridade de sua estrutura cristalina (McSpadden et al., 2007).

Os instrumentos *TF* são fabricados a partir de um fio de NiTi convencional, com a estrutura cristalina totalmente austenítica que é transformada em uma estrutura com uma fase intermediária (fase-R), por um processo de aquecimento e resfriamento. Na fase-R, que apresenta módulo de elasticidade mais baixo, o fio pode ser torcido. Depois de torcido, o instrumento é aquecido e resfriado novamente, a fim de recuperar a superelasticidade. Como os instrumentos usinados não são intrinsecamente resistentes, devido ao surgimento de pontos de micro fraturas ao longo da sua parte ativa, o novo processo visa respeitar a estrutura original do grão, conferindo-lhes maior resistência à fadiga (Gambarini et al., 2008).

As análises por MEV (Fig.5.9a), obtidas da parte ativa de instrumentos *TF*, possibilitaram observar estrias longitudinais, isto é, paralelas ao longo eixo, juntamente com cavidades provavelmente associadas ao arrancamento de inclusões. Irregularidades superficiais semelhantes foram encontradas por Kim et al. (2010) ao analisarem instrumentos *Twisted File*, observando que apesar de terem recebido um polimento eletrolítico pelo fabricante, as superfícies dos mesmos não eram perfeitamente uniformes, mas apresentavam uma textura de superfície semelhante a riscos de usinagem ao longo do instrumento, com inúmeros pites. Entretanto, verificaram que as linhas de fratura após o uso, não foram sempre coincidentes com os sulcos de usinagem presentes nas superfícies. Apesar da afirmação feita por estes autores de que os instrumentos *TF* são submetidos ao processo de eletropolimento, o fabricante rebate estas informações justificando que os instrumentos *TF* não recebem

polimento eletrolítico, processo que se utiliza de produtos químicos associados a uma corrente elétrica, a fim de remover irregularidades da superfície, assemelhando-se a um polimento mecânico com remoção superficial do metal. Segundo Sabala (2010) os instrumentos *TF* passam por um processo chamado Deox, já patenteado, que remove a camada de oxidação e todas as impurezas da superfície, mas não remove qualquer porção do metal. O resultado é um processo que busca eliminar as impurezas da superfície, mas não interfere na liga níquel-titânio.

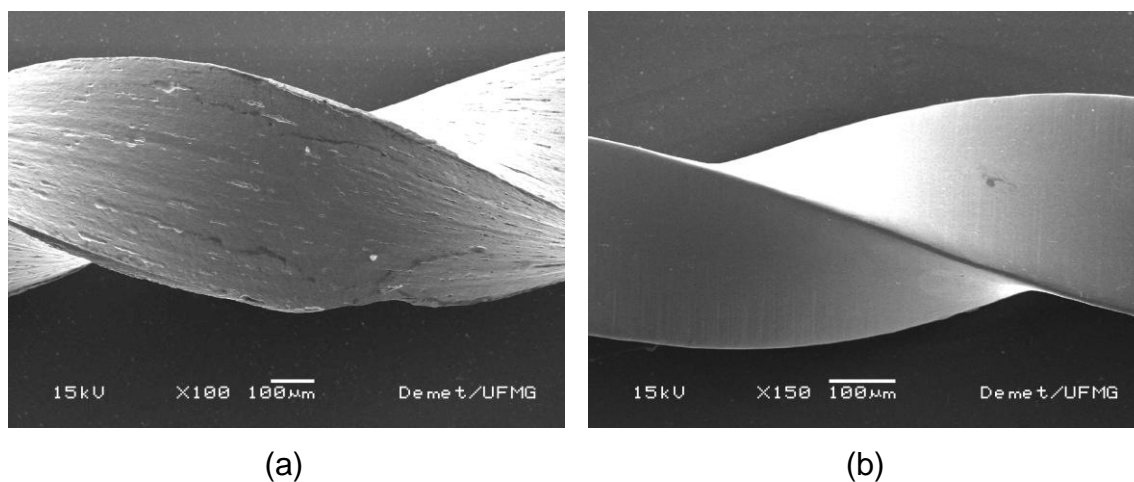


FIGURA 5.10 – Imagens mostrando as características superficiais, decorrentes dos processos de fabricação e tratamento dos instrumentos *TF* (a) e *RaCe* (b).

Os instrumentos *RaCe*, por outro lado, apresentaram regularidade superficial, resultado do polimento eletrolítico a que são submetidos durante a fabricação (Fig.5.10b). Estes resultados foram corroborados por Kim et al. (2010), que observaram irregularidades superficiais reduzidas em instrumentos *RaCe* examinados por MEV, com riscos transversais de usinagem vagamente discerníveis.

Os instrumentos de NiTi, que são fabricados pelo método de usinagem, tendem a apresentar uma alta incidência de defeitos, os quais serviriam como ponto de partida para a nucleação de trincas, que poderiam levar à fratura prematura dos instrumentos (Kuhn et al., 2001; Zinelis et al., 2002 e Lopes et al., 2002;

Parachos et al., 2004; Alapati et al., 2005; Topuz et al., 2008). Adicionalmente, foi verificado que as fraturas dos instrumentos rotatórios de NiTi estão diretamente relacionadas à microestrutura das ligas metálicas utilizadas para a fabricação dos mesmos e que estas falhas são causadas pela coalescência de trincas, geradas a partir de microdefeitos presentes na superfície, produzidos durante o processo de fabricação (Chianello et al., 2008). Entretanto, os resultados deste estudo mostram que, os instrumentos *TF*, embora não sejam fabricados por processo de usinagem, mas torção do fio, apresentaram irregularidades superficiais mais evidentes que os instrumentos *RaCe*, fabricados por usinagem e submetidos a polimento eletrolítico.

O polimento eletrolítico é um método de acabamento de superfície utilizado pelos fabricantes de instrumentos de NiTi, para remover os defeitos de superfície que podem permanecer após a usinagem. É um processo que envolve a submersão química controlada do instrumento, agindo como um anodo, em uma solução eletrolítica, que contém um cátodo. Uma baixa corrente elétrica passa pela solução, gerando um equilíbrio entre a formação de um passivo e a dissolução da camada de superfície para o eletrólito e leva à remoção seletiva de defeitos de superfície, com conseqüente nivelamento e suavização das imperfeições (Pohl et al., 2004).

Entretanto, há uma discussão sobre os efeitos do polimento eletrolítico nos instrumentos de NiTi. Estudos anteriores enfatizaram os efeitos benéficos do polimento eletrolítico sobre a resistência à fratura por fadiga nos instrumentos *RaCe* (Tripi et al., 2006; Anderson et al., 2007). De forma semelhante, foi demonstrado que o tratamento de superfície é capaz de remover imperfeições superficiais como sulcos de usinagem e fissuras, que podem funcionar como fator chave no início da nucleação de trincas, e assim, aumentar a resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi (Lee et al., 1996; Rapisarda et al., 2000; Rapisarda et al., 2001; Kuhn et al., 2001; Borgula, 2005; Tripi et al., 2006; Anderson et al., 2007).

Em contrapartida, Cheung et al. (2007) demonstraram que o eletropolimento não aumentou a resistência à fadiga dos instrumentos *RaCe*, da mesma forma que Herold et al. (2007) não puderam demonstrar qualquer inibição da

formação de microtrincas em instrumentos *Endo-Sequence* pelo polimento eletrolítico. Em direção oposta, os resultados de Bui et al. (2008) afirmaram que o processo reduz a resistência à fadiga dos instrumentos.

A análise com melhor resolução da superfície longitudinal de instrumentos *TF* (Fig. 5.11) permite comprovar as características superficiais irregulares descritas anteriormente.

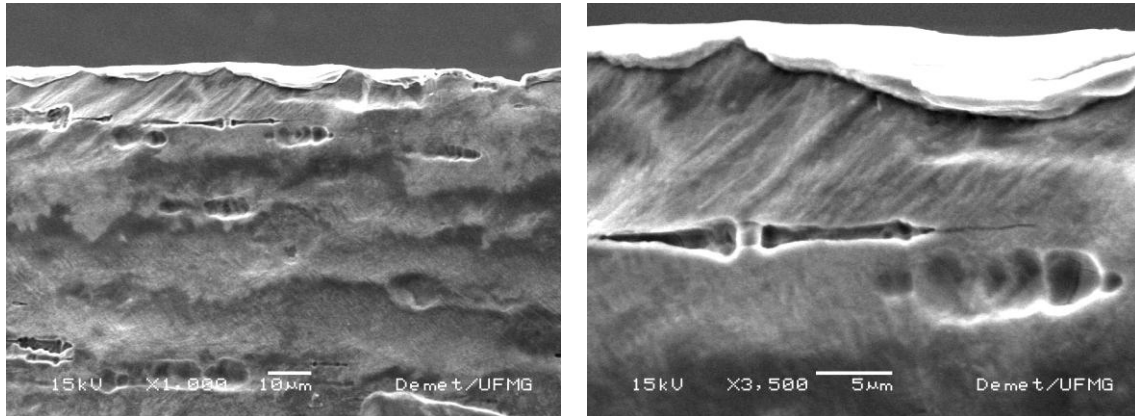


FIGURA 5.11 – Detalhe das características superficiais de instrumentos *Twisted File 25/.06*.

Contudo, o polimento eletrolítico não é, por si só, o único fator que influencia na resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi, a geometria da seção transversal e as dimensões dos instrumentos podem ter uma maior influência nesse aspecto (Anderson et al., 2007). Novas pesquisas se fazem necessárias no sentido de agregar informações para o tratamento de superfície e polimento dos instrumentos rotatórios de NiTi, relacionando-os com um possível aumento da vida em fadiga e minimizando a ocorrência de fratura dos mesmos.

5.3.1. Ensaio de Fadiga

5.3.1.1. Grupo Experimental de Fadiga

Os instrumentos *TF* 25/.06 e .08 e *RaCe* 25/.04 e .06, que compõem o grupo experimental de fadiga, quando ensaiados em dispositivo de bancada de fadiga até a ruptura, apresentaram valores médios de número de ciclos até a fratura (NCF) e de posição da fratura, em relação ao comprimento total do instrumento, que são mostrados na Fig. 5.12 e na Tabela V.5, respectivamente.

O Anexo 9 apresenta todos os valores medidos obtidos para todos os instrumentos *TF* e *RaCe* ensaiados em fadiga até a ruptura.

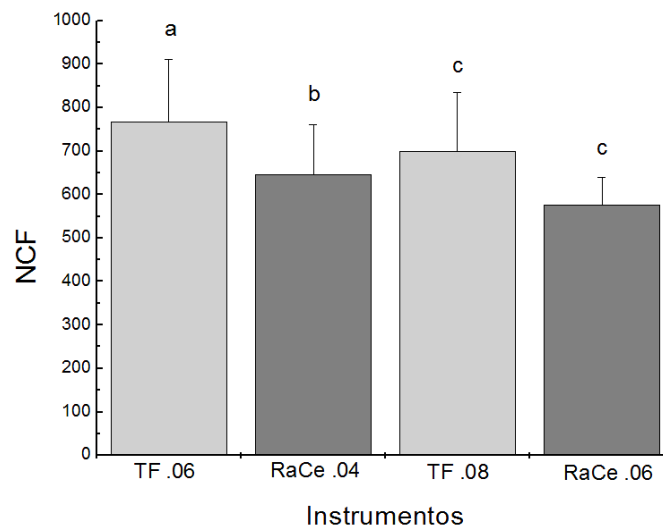


FIGURA 5.12 - Valores médios de NCF para instrumentos *TF* 25/.06 e .08, *RaCe* 25/.04 e .06 ensaiados em fadiga até a ruptura.

Nota: Os valores das barras assinalados com a mesma letra não são estatisticamente diferentes ($p < 0,05$).

Os resultados apresentados na Figura 5.12 indicam que os instrumentos *TF* e *RaCe* de menor taper foram mais resistentes à fadiga, isto é, apresentam maiores valores médios de NCF, quando testados em bancada de fadiga até a ruptura. De um modo geral, o mesmo comportamento apontado acima foi observado por outros autores, tais como Haikel et al. (1999), Gambarini (2001), Peters et al., (2003), Bahia e Buono, (2005), Martins et al., (2006), quando estudaram o comportamento em fadiga de instrumentos *ProFile*. Pode ser observado ainda na Fig. 5.11 que os instrumentos *TF*, fabricados através do processo de torção do fio e submetidos a tratamentos térmicos especiais, quando testados em bancada de fadiga até a ruptura, apresentaram uma vida em fadiga maior que os instrumentos *RaCe*, de diâmetros semelhantes. Os instrumentos *TF* 25/.06 e .08 foram 16% e 18 % mais resistentes em fadiga, quando comparados aos instrumentos *RaCe* 25/.04 e .06, respectivamente.

TABELA V.5 - Valores médios (desvio padrão) de número de ciclos até a fratura (NCF) e da posição da fratura em relação ao comprimento total de instrumentos *TF* 25/.06 e .08 (27 mm) e *RaCe* 25/.04 e .06 (25 mm) ensaiados em fadiga.

Instrumento	NCF	Posição de Fratura (mm)
<i>TF</i> 25/.06	768 (143)	24,0(0,05)
<i>RaCe</i> 25/.04	646 (114)	22,0(0,0)
<i>TF</i> 25/.08	700 (134)	24,0(0,6)
<i>RaCe</i> 25/.06	576 (63)	22,1(0,4)

Os resultados relativos à posição da fratura apresentados na Tabela V.5 não apontam diferença significativa para nenhum dos instrumentos analisados. Este fato é uma indicação de que os instrumentos testados em fadiga fraturaram sempre no ponto de flexão máxima do canal artificial, intencionalmente localizado, em média, a 3 mm da ponta do instrumento.

As comparações estatísticas dos valores de NCF, através do teste paramétrico ANOVA, entre os instrumentos *TF* 25/.06 e *RaCe* 25/.04 e *TF* 25/.08 e *RaCe* 25/.06, mostraram diferenças estatisticamente significativas ($p = 0,049$) e ($p = 0,021$), respectivamente, para cada um dos pares analisados. Embora os valores médios de D3 entre os dois pares de instrumentos comparados não tenham apresentado diferença estatisticamente significativa entre si, os instrumentos *TF* foram significativamente mais resistentes à fadiga que os correspondentes *RaCe*.

O valor de D3 associado à geometria do canal radicular são determinantes no comportamento em fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi, uma vez que os níveis de deformação atingidos dependem do raio de curvatura do canal e do diâmetro do instrumento no ponto de flexão máxima. Por isso, os valores médios de D3, que representa na bancada de fadiga o ponto de flexão máxima do instrumento, serão apresentados novamente para facilitar a visualização neste contexto. Os valores calculados de amplitude máxima de deformação a que cada instrumento foi submetido, considerando o raio de curvatura do canal artificial de 5 mm e a posição média da fratura em relação à ponta dos instrumentos de 3 mm (equação 1 da Revisão de Literatura), são apresentados, juntamente com os valores de D3, na Tabela V.6.

TABELA V.6 – Valores médios (desvio padrão) de D3 e valores estimados da amplitude máxima de deformação a que cada instrumento *TF* 25/.06 e .08, *RaCe* 25/.04 e .06 foi submetido no ponto de flexão máxima no canal artificial.

Instrumentos	Diâmetro a 3 mm da ponta	Amplitude máxima de deformação (ϵ_a) (%)
	D3 (mm)	
<i>TF</i> 25/.06	0,368	3,82
<i>RaCe</i> 25/.04	0,372	3,86
<i>TF</i> 25/.08	0,438	4,58
<i>RaCe</i> 25/.06	0,445	4,65

De fato, deve ser esperado que os instrumentos com diâmetros maiores, devido às maiores amplitudes de deformação, fraturem em menor número de ciclos se comparados àqueles com diâmetros menores, o que sugere o descarte precoce dos primeiros para obtenção de maior eficiência e segurança na clínica. Neste trabalho, embora os pares de instrumentos comparados e testados em fadiga tenham apresentado *design* da seção transversal, diâmetro no ponto de flexão máxima da curvatura e, conseqüente, amplitude de deformação semelhantes, apresentaram valores médios de NCF significativamente superiores para os instrumentos *TF*. Pode ser sugerido que os processos termomecânicos empregados na fabricação dos mesmos influenciaram o comportamento mecânico, aumentando a resistência à fadiga destes instrumentos. Como as análises das propriedades físicas e estruturais, através de EDS, DRX e DSC, de ambos os instrumentos avaliados não puderam detectar diferenças na composição química, fases presentes e temperaturas de transformação que explicassem tal comportamento, é razoável supor que este aumento na resistência à fadiga de *TF* seja devido à redução da densidade de deslocamentos e à transformação reversa para austenita de variantes de martensita estabilizadas, associadas ao recozimento em alta temperatura. A deformação por torção e o recozimento subsequente podem não ter sido suficientes para gerar uma densidade de defeitos estruturais semelhante à dos instrumentos *RaCe*, que não sofreram recozimento em alta temperatura. Este raciocínio explica os resultados de microdureza, em que foi observado que os instrumentos *TF* apresentaram valores de dureza significativamente menores que os instrumentos *RaCe*.

A Figura 5.13 mostra a variação do número médio de ciclos até a fratura por fadiga para cada instrumento (Tab. V.5) com a amplitude de deformação estimada (Tab. V.6).

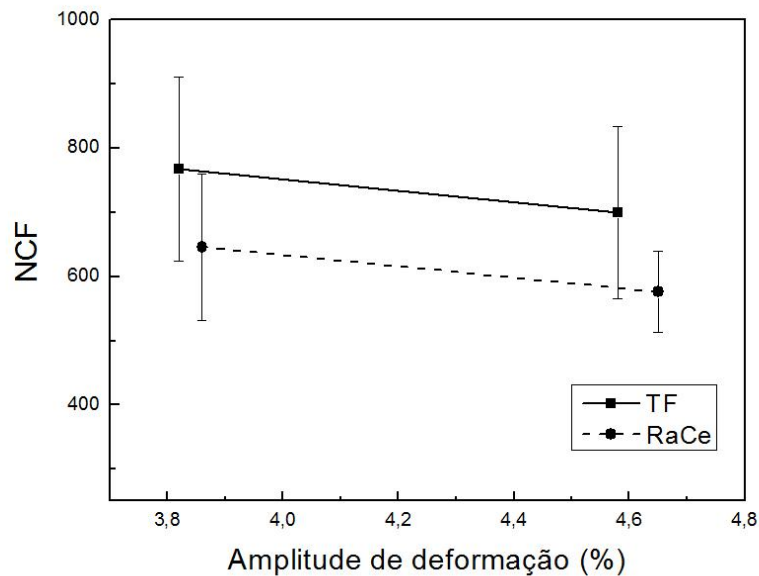


FIGURA 5.13 - Variação do número médio de ciclos até a fratura por fadiga (Tab. V.4) com a amplitude de deformação estimada (Tab. V.5) para os instrumentos *TF* e *RaCe*.

Pode ser observada (Fig. 5.13) uma variação semelhante dos instrumentos testados, indicando que a resistência à fadiga dos instrumentos testados é inversamente proporcional à amplitude de deformação a que os mesmos foram submetidos nos ensaios de fadiga.

Os resultados deste estudo são corroborados por Kim et al. (2010) que demonstraram um NCF significativamente maior para os instrumentos *TF*, ao compararem o comportamento em fadiga de instrumentos *TF* e *RaCe* de mesmo diâmetro. Da mesma forma, Gambarini et al. (2008) encontraram resultados semelhantes evidenciando que a resistência à fadiga de instrumentos *TF* foi significativamente maior que aquelas apresentadas por outros instrumentos (*K3* e *GTX*) fabricados pelo processo tradicional de usinagem. Entretanto, Larsen et al (2009), ao realizarem testes semelhantes aos deste trabalho, constataram que os instrumentos *GTX* apresentaram desempenho significativamente melhor se comparados a todos os outros

instrumentos testados (*TF*, *Endo-Sequence* e *ProFile*), não havendo diferença estatisticamente significativa no NCF entre estes últimos.

De maneira geral, os resultados na literatura citam resistência à fadiga significativamente menor para os instrumentos *RaCe* em comparação a instrumentos *K3* e *ProFile*, de *taper* semelhante (Yao et al., 2006; Tripi et al., 2006; Anderson et al., 2007). Apesar dos instrumentos *RaCe* serem submetidos a polimento eletrolítico após a usinagem, refletindo em superfície regular, livre de defeitos concentradores de tensão, os estudos não encontraram uma resistência à fadiga significativamente superior destes instrumentos, quando comparados a outros instrumentos de NiTi.

Contudo, os resultados na literatura relativos ao comportamento em fadiga de instrumentos de NiTi são controversos, possivelmente devido às variações metodológicas empregadas por cada autor. O fato de não haver qualquer especificação ou padrão internacional para testar a resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi, permite o emprego de vários dispositivos e métodos. Assim, fica clara a necessidade de uma padronização internacional para ensaios de fadiga em instrumentos rotatórios de NiTi, visando assegurar a uniformidade de metodologia e resultados.

Apesar de não existir consenso sobre o número de vezes que um instrumento rotatório de NiTi pode ser utilizado antes de ser descartado, tem sido demonstrado na literatura que o uso clínico leva a uma diminuição significativa da resistência à fadiga de diferentes instrumentos rotatórios de NiTi em relação aos novos (Gambarini, 2001a, b; Fife et al., 2004; Bahia e Buono, 2005; Plotino et al., 2006; Martins et al., 2006; Vieira et al., 2008, Aydin et al., 2010). Como ocorre com os outros instrumentos de NiTi, o uso clínico de instrumentos *RaCe* reduziu significativamente a sua resistência à fadiga, especialmente para os instrumentos de maior diâmetro (Pessoa, 2003; Aydin et al., 2010).

Várias estratégias têm sido sugeridas pelos fabricantes para reduzir a possibilidade de fratura dos instrumentos de NiTi. Estes métodos incluem a modificação da superfície do instrumento, por meio de processos como o de

polimento eletrolítico, a redução da área de contato entre instrumento e a parede do canal radicular, pela modificação da geometria da seção transversal do instrumento e/ou variação da conicidade ao longo da parte ativa, e a melhoria no processo de fabricação através de tratamentos termomecânicos que melhorem as propriedades mecânicas dos instrumentos (Gambarini et al., 2008; Shen et al., 2009).

5.3.1.2. Análise da Superfície de Fratura dos Instrumentos

Os instrumentos fraturados nos ensaios de fadiga, selecionados de maneira aleatória, tiveram suas superfícies de fratura analisadas por microscopia eletrônica de varredura. As superfícies de fratura de instrumentos *TF 25/.06* e *.08* e *RaCe 25/.04* e *.06*, submetidos a ensaios de fadiga em laboratório – Grupo experimental de fadiga, são mostradas nas Fig. 5.14, 5.15, 5.16, 5.17 e 5.18. As características observadas foram a presença de uma pequena área de região lisa, característica do estágio de nucleação e propagação lenta da trinca, localizada na borda dos instrumentos, e a quase totalidade da superfície de fratura correspondente à região de fratura final, com aspecto de fratura dúctil.

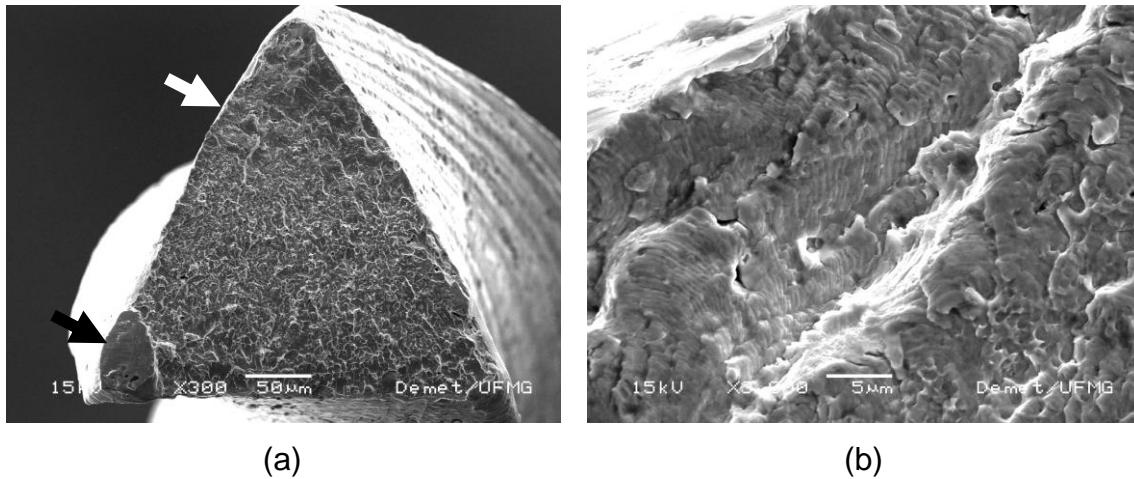


FIGURA 5.14 – Superfície de fratura de um instrumento *TF 25/.06* mostrando regiões lisas nas bordas e região fibrosa central (a) e detalhe da região lisa da superfície de fratura do mesmo instrumento (b), ensaiado em fadiga até a ruptura.

No caso de fadiga em flexão rotatória, com grande concentração de tensões, como ocorre no emprego de instrumentos rotatórios de NiTi no preparo do SCR e nos ensaios de bancada, era esperado encontrar uma região lisa em torno de toda a periferia da superfície de fratura. Nas superfícies analisadas, tanto nos instrumentos *TF* como nos *RaCe*, as regiões lisas são muito pequenas e não são observadas ao redor de toda a superfície de fratura. De fato, a metodologia empregada, apesar do monitoramento da fratura com lupa estereomicroscópica, não permitiu, em todos os ensaios, que o movimento rotacional fosse interrompido instantaneamente na ocorrência da fratura e, como conseqüência, o instrumento fraturado realizou alguns ciclos de rotação no canal artificial após a ruptura, provocando o alisamento de algumas regiões periféricas da superfície de fratura, como pode ser observada na Fig. 5.14a e 5.15a (setas pretas).

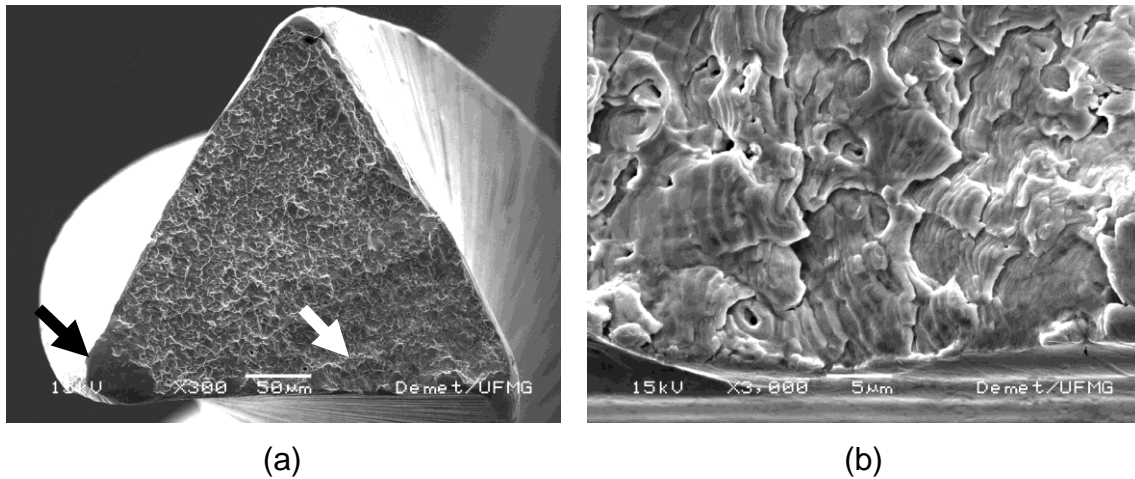


FIGURA 5.15 – Superfície de fratura de um instrumento *RaCe 25/.06* mostrando regiões lisas nas bordas e região fibrosa central (a) e detalhe da região lisa da superfície de fratura do mesmo instrumento (b), ensaiado em fadiga até a ruptura.

As Figs. 5.14b e 5.15b mostram os aspectos microfractográficos observados na região lisa da superfície de fratura, indicada pelas setas brancas na Figura 5.13a e 5.14a. A presença de estrias de fadiga é evidente, indicando que a fratura por fadiga se iniciou na periferia do instrumento, onde a concentração de tensões é muito alta, devido aos defeitos de superfície decorrentes da usinagem do instrumento e, em especial, aos altos valores de amplitudes de deformação a que os instrumentos são submetidos. Esta alta concentração de tensões faz com que a extensão da região de propagação das trincas de fadiga seja muito pequena comparada à região de fratura final, como mencionado anteriormente (Reed-Hill, 1992).

A região lisa com estrias de fadiga perpendiculares à direção de propagação da trinca e de trincas secundárias é apresentada em detalhe nas Figs. 5.14b (*TF*) e 5.15b (*RaCe*).

Outro aspecto a ser destacado na Figura 5.16 é o elevado número de trincas secundárias (setas brancas), sendo que cada trinca secundária cria uma nova rede de estrias de fadiga. Como observado por Hornbogen et al. (1990 e 2002),

a presença de um grande número de contornos de variantes e de maclas na martensita pode dar origem à nucleação múltipla de pequenas trincas nas ligas NiTi. A rápida e múltipla nucleação de trincas secundárias resulta em um crescimento lento das mesmas, devido à dissipação de energia em um sistema de trincas altamente ramificado, e pode ser um dos mecanismos responsáveis pela lenta progressão de trincas de fadiga no sistema NiTi.

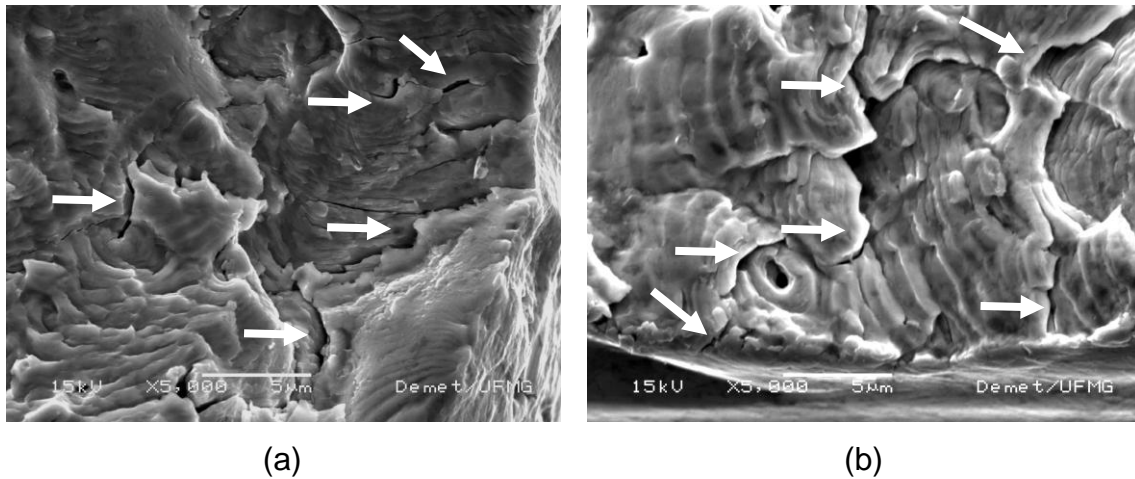


FIGURA 5.16 – Detalhe da região lisa, com estrias de fadiga e trincas secundárias de um instrumentos *TF 25/.08* (a) e *RaCe 25/.06* (b), ensaiados em fadiga até a ruptura.

A Figura 5.17 mostra detalhes da região fibrosa da fratura final. Nesta região, são observadas as cavidades conhecidas como *dimples*, característica de fratura dúctil. Os *dimples* são iniciados nas interfaces entre a matriz e partículas, precipitados, inclusões e imperfeições como microporosidades e microtrincas. Eles crescem sob as condições de tensão triaxial na frente da ponta da trinca e se expandem até coalescerem por fluxo plástico (Reed-Hill, 1992).

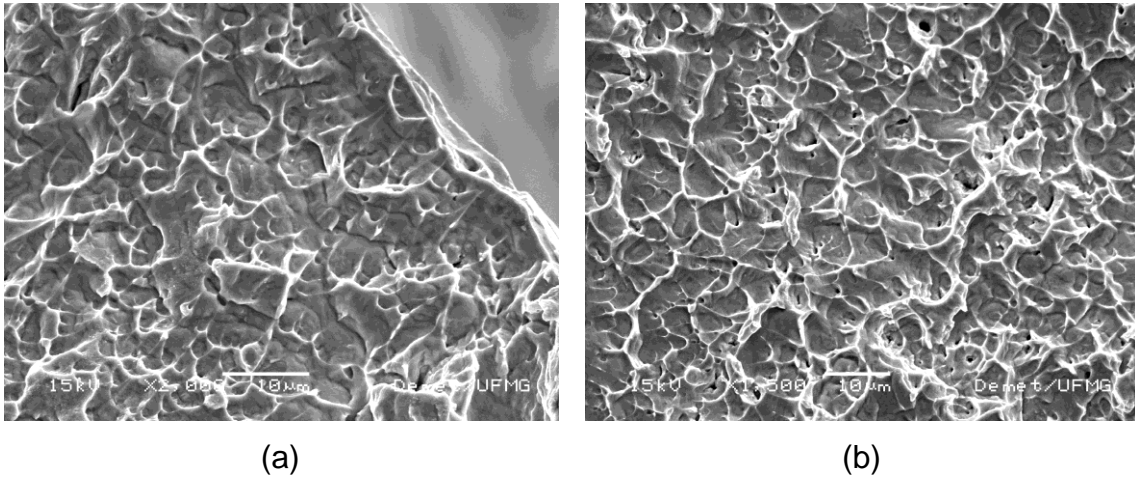


FIGURA 5.17 – Detalhe da região central fibrosa da superfície de fratura de um instrumento *TF* 25/.06 (a) e *RaCe* 25/.06 (b), ensaiados em fadiga até a ruptura.

Outra característica observada nas superfícies de fratura analisadas, tanto em instrumentos *TF* como *RaCe*, foi a presença de inclusões (setas pretas, FIG. 5.18) na região lisa, de propagação lenta das trincas, junto às estrias de fadiga e trincas secundárias.

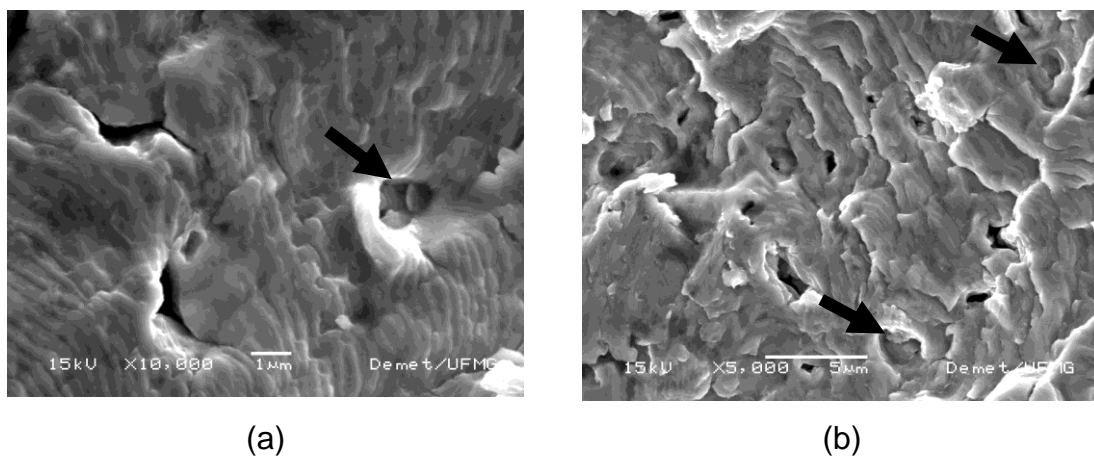


FIGURA 5.18 – Superfícies de fratura de instrumentos *TF* (a) e *RaCe* (b) mostrando a presença inclusões (setas pretas).

Inclusões semelhantes foram identificadas por Figueiredo (2006), sugerindo ser Ti_4Ni_2O , óxido de presença comum nesse material, segundo Saburi (1998).

Apesar dos avanços tecnológicos no desenvolvimento dos instrumentos rotatórios de NiTi, algumas questões relativas a influência dos tratamentos termomecânicos nas propriedades mecânicas permanecem inconclusivas, necessitando maior aprofundamento

6 CONCLUSÕES

1. A composição química das ligas NiTi utilizadas na confecção dos instrumentos *Twisted File* e *RaCe* analisados foi semelhante. A austenita, fase β , foi a fase predominante na microestrutura do material nos dois tipos de instrumentos. As temperaturas de transformação martensítica e reversa dos instrumentos apresentaram valores semelhantes, favoráveis à ocorrência de superelasticidade.
2. Os instrumentos *Twisted File* 25/.06 e .08 analisados não apresentaram consistência e estabilidade dimensional com aquela descrita pelo fabricante. Os valores médios de diâmetro a 3 mm da ponta foram significativamente inferiores aos nominais.
3. Os instrumentos *RaCe* 25/.04 e .06 apresentaram características geométricas e dimensionais compatíveis às relatadas pelo fabricante.
4. Os instrumentos *Twisted File* apresentaram defeitos superficiais como estrias longitudinais e cavidades, provavelmente associadas ao arrancamento de inclusões.
5. Os instrumentos *RaCe* analisados apresentaram superfície regular e lisa, com pouca evidência de defeitos de usinagem, provavelmente devido ao polimento eletrolítico a que foram submetidos.

6. Os instrumentos *Twisted File* 25/.06 e .08 foram 16% e 18% mais resistentes em fadiga, quando comparados aos instrumentos *RaCe* 25/.04 e .06, respectivamente, isto é, apresentaram maiores valores médios de números de ciclos até a fratura, quando testados até a ruptura em bancada de fadiga.

7. Considerando que os dois instrumentos apresentaram diâmetro a 3 mm da ponta semelhantes, é possível que os tratamentos térmicos realizados durante a fabricação dos instrumentos *Twisted File*, tenham influenciado favoravelmente a sua resistência à fadiga, diminuindo a concentração inicial de defeitos internos nesses instrumentos.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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*, Nova York, v.31, n.1, p.40-43, Janeiro 2005.

ALLAFI, J.K.; DLOUHY, A.; EGGELER, G. Ni₄Ti₃-precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence on martensitic phase transformations. *Acta Materialia*, v.50, p.4255-4274, 2002.

ANDERSON, M. E.; PRICE, J. W. H.; PARASHOS, P. Fracture resistance of electropolished rotary nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, v. 33, p.1212-1216, 2007.

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.

AYDIN C, INAN U, TUNCA YM. Comparison of cyclic fatigue resistance of used and new RaCe instruments. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2010 Mar;109(3):e131-4.

BAHIA, M.G.A. *Resistência à fadiga e comportamento em torção de instrumentos endodônticos ProFile*. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Ciência e Engenharia de Materiais) Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte , 213p., 2004.

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, p.2249-255, 2005.

BAHIA, M.G.A.; GONZALES, B.M.; BUONO, V.T.L. Fatigue behavior of nickel-titanium superelastic wires and endodontic instruments. *Fatigue Fract. Engeng. Mater. Struct.* v.29, p.518-523, 2006a.

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*. Nova York v.29, n.1, p.55-57, Janeiro 2003.

BORGULA LM. Rotary nickel-titanium instrument fracture—an experimental and SEMbased analysis (*D.Clin.Dent [Endo]*). Melbourne: University of Melbourne; 2005.

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, p.567-572, 2002.

BUI TB, MITCHELL JC, BAUMGARTNER JC. Effect of electropolishing profile nickel-titanium rotary instruments on cyclic fatigue resistance, torsional resistance, and cutting efficiency. *J Endod* 2008;34:190-3.

CHEUNG, G.S.P.; DARVELL, B.W. Low cycle fatigue of NiTi rotary instruments of various cross sectional shapes. *International Endodontic Journal*, v.40, p.626-632, 2007c.

CHEUNG, G.S.P.; PENG, B.; BIAN, Z.; SHEN, Y.; DARVELL, B.W. Defects in endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, v.28, p.540-542, 2002.

CHIANELLO G, SPECIAN V L, F HARDT L C, RALDI D P, LAGE-MARQUES J L, HABITANTE SM. *Braz Dent J*. 2008;19(2):109-13. Surface finishing of unused rotary endodontic instruments: a SEM study.

CHIAVERINI, V., Tecnologia Mecânica, Editora da Universidade de São Paulo, 2ª ed., Soldagem; Editado pela Associação Brasileira dos Metais (ABM).

COHEN, S. J.; GLASSMAN, G.D.; MOUNCE, R. The mind set: "between a rock and a hard place". *Oral Health Journal*, Millwood, v.25, n.6, p.1548-55, Nov.-Dez.2005.

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

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

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

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.

FIFE, D.; GAMBARINI, A.G.; BRITTO, L.R. GAINESVILLE, LASAPIENZA. Cyclic fatigue testing of ProTaper NiTi rotary instruments after clinical use. *Oral Surg Oral Med Oral Pathology Oral Radiology Endodontic*. Italy, v.97, p.251-6. Fevereiro 2004.

FIGUEIREDO, A.M.G. *Caracterização da fadiga mecânica de baixo ciclo em ligas superelásticas de NiTi*. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2006. 210p. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

FKG RaCe – NiTi. La Chaux-de-Fonds, Suíça: FKG; 2010. Disponível em: <<http://www.fkg.ch/>>. Acesso em: 22 de Junho de 2010.

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

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

GAMBARINI, G. Cyclic fatigue of ProFile rotary instruments after prolonged clinical use. *International Endodontic Journal*, Roma, v.34, n.5, p.386-389, Julho 2001a.

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

GAMBARINI, G. Advantages and disadvantages of new torque-controlled endodontic motors and low-torque NiTi rotary instrumentation. *Australian Endodontic Journal*, v.27, p.99-104, 2001c.

GAMBARINI, G., GRANDE, N.M., PLOTINO, G., SOMMA, F., GARALA M., LUCA M.D., TESTARELLI, L. Fatigue resistance of Engine-driven rotary nickel-titanium instruments produced by new manufacturing methods. *Journal of Endodontics*, v.34, p.1003-1005, 2008a.

GAMBARINI, G.; GEROSA, R.; LUCA, M.D.; GARALA, M.; TESTARELLI, L. Mechanical properties of a new and improved nickel-titanium alloy for endodontic use: an evaluation of file flexibility. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*, v.105, p.798-800, 2008b.

GERGI, R.; RJEILY, J. A.; SADER, J.; NAAMAN, A. Comparison of Canal Transportation and Centering Ability of Twisted Files, Pathfile-ProTaper System, and Stainless Steel Hand K-Files by Using Computed Tomography. *Journal of Endodontics*, v.36, p. 904-907, 2010.

GRANDE N. M., G. PLOTINO, R. PECCI, R. BEDINI, V. A. MALAGNINO & F. SOMMA. Cyclic fatigue resistance and three-dimensional analysis of instruments from two nickel-titanium rotary systems. *International Endodontic Journal*, Chieti, v.39, n.10, p.755-763. Outubro 2006.

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

HAYASHI, Y.; YONEYAMA, T.; YAHATA, Y.; MIYAI, K.; DOI, H.; HANAWA, T.; EBIHARA, A.; SUDA, H. Phase transformation behaviour and bending properties of hybrid nickel-titanium rotary endodontic instruments. *International Endodontic Journal*, v. 40, p. 247-253, 2007.

HEROLD KS, JOHNSON BR, WENCKUS CS. A scanning electron microscopy evaluation of microfractures, deformation and separation in EndoSequence and Profile nickel-titanium rotary files using an extracted molar tooth model. *J Endod* 2007;33: 712–4.

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, p.76-80, 2000.

HORNBOGEN, H. Fatigue of copper-based shape memory alloys. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, eds. T. W. Duerig et al., London: Butterworth Heinemann p.267-282, 1990.

HORNBOGEN, H. Some effects of martensitic transformation on fatigue resistance. *Fatigue Fracture of Engineering Materials and Structures* v.25, p.785-790, 2002.

KENNON, N.F.; DUNNE, D.P. Shape memory behaviour. *Metals forum*, v.4, n.3, p.130-134. 1981.

KHALIL-ALLAFI, J.; EGGELER, G.; DLOUHY, A.; SCHMAHL, W.W.; SOMSEN, C. On the influence of heterogeneous precipitation on martensitic transformations in a Ni-rich NiTi shape memory alloy, *Materials Science and Engineering A*, v.378, p.148- 151, 2004.

KIM HC, CHEUNG GS, LEE CJ, KIM BM, PARK JK, KANG SI. Comparison of forces generated during root canal shaping and residual stresses of three nickel-titanium rotary files by using a three-dimensional finite-element analysis. *J Endod* 2008;34: 743–7.

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, 2005.

KIM, H.C.; KIM, H.J.; LEE, C.J.; KIM, B.M.; PARK, J.K.; VERSLUIS, A. Mechanical response of nickel-titanium instruments with different cross-sectional designs during shaping of simulated curved canals. *International Endodontic Journal*, v.42, p.593-602, 2009.

KIM, H.C. YUM, J.; HUR, B.; CHEUNG, G.S.P. Cyclic Fatigue and fracture characteristics of ground and twisted nickel-titanium rotary files. *Journal of Endodontics*, v.36, p.147-152, 2010.

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

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

LARSEN, C.M.; WATANEBE, I.; GLICKMAN, G.N.; HE, J. Cyclic fatigue analysis of a new generation of nickel titanium rotary instruments. *Journal of Endodontics*, v.35, p.401-403, 2009.

LEE, D.H.; PARK, B.; SAXENA, A.; SERENE, T.P. Enhanced surface hardness by boron implantation in nitinol alloy. *Journal of Endodontics*, v.22, p.543-546, 1996.

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, 1997.

LOPES HP, ELIAS CN, SIQUEIRA JUNIOR JF. Defects from the manufacturing process of K-type files. *Rev Paul Odontol* 2002;24:4-7.

LOPES, H.P.; MOREIRA, E.J.L.; ELIAS, C.N.; ALMEIDA, R.A.; NEVES, M.S. Cyclic fatigue of ProTaper instruments. *Journal of Endodontics*, v.33, p.55-57, 2007.

MARTÍN, B.; ZELADA, G.; VARELA, P.; BAHILLO, J.G.; MAGÁN, F., AHN, S.; ProTaper S1 instruments after clinical use: fractographic examination. *International Endodontic Journal*, v.38, p.802-809, 2005.

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, p.848-853, 2002.

MARTINS, R.C.; BAHIA, M.G.A.; BUONO, V.T.L. The effect of sodium hypochlorite on the surface characteristics and fatigue resistance of nickel titanium endodontic instruments. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v.102, e.99-105, 2006.

MATHEUS, T.C.U. Efeito do teor de carbono e da qualidade superficial na vida em fadiga de fios de NiTi visando aplicações endodônticas. Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2008. 139p. (*Tese, Doutorado em Ciências dos Materiais*).

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

MCSPADDEN JT. Mastering endodontic instrumentation. Chattanooga, TN: Cloudland Institute; 2007.

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*, New York, v.28, n.11, p.765-769. Novembro 2002.

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

MIYAI, K.; EBIHARA, A.; HAYASHI, Y.; DOI, H.; SUDA, H.; YONEYAMA, T. Influence of phase transformations on the torsional and bending properties of hybrid nickel-titanium rotary endodontic instruments. *International Endodontic Journal*, v. 39, p. 119-126, 2006.

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

MIYAZAKI, S.; 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.

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*, New York, v.24, n.12, p.843-847. Dezembro 1998.

OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. *Shape Memory Materials*, Cambridge: Cambridge Univ. Press, 1998, UK, cap 1, p.1-26.

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

OTSUKA, K.; REN, X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*, v.50, p. 511-678, 2005.

PARASHOS, P.; GORDON, I.; MESSER, H.H. Factors influencing defects of rotary nickel-titanium endodontic instruments after clinical use. *Journal of Endodontics*, v.30, p.722-725, 2004.

PARASHOS P.; MESSER, H. H. Rotary Niti Instrument Fracture and its Consequences. *Journal of Endodontics*, New York, v. 32, n.11, p.1031-43. Novembro 2006.

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*, New York, v.31, n.2, p.114-116. Fevereiro 2005.

PEIXOTO, I.F.C.; PEREIRA, E.S.J.; SILVA, J.G.; VIANA, A.C.D.; BUONO, V.T.L.; BAHIA, M.G.A. Flexural fatigue and torsional resistance of ProFile GT and ProFile GT series X instruments. *Journal of Endodontics*, v.35, p.741-744, 2010.

PESSOA OF. Resistência á fadiga cíclica de instrumentos rotatórios de níquel-titânio em razão do uso. PhD Thesis. São Paulo, BR: Universidade de São Paulo. (2003)

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

PETERS, O.A.; ROEHLIKE, J.A.; BAUMANN, M.A. Effect of Immersion in Sodium Hypochlorite on Torque and Fatigue Resistance of Nickel-Titanium Instruments. *Journal of Endodontics*, v.33, p.589-593, 2007.

PLOTINO, G.; GRANDE, N.M.; SORCI, E.; MALAGNINO, V.A.; SOMMA, F. A comparison of cyclic fatigue between used and new Mtwo NiTi rotary instruments. *International Endodontic Journal*, v.39, p.716-723, 2006.

PLOTINO, G.; GRANDE, N. M.; CORDARO, M.; TESTARELLI, L.; GIANLUCA GAMBARINI. A Review of Cyclic Fatigue Testing of Nickel-Titanium Rotary Instruments. *Journal of Endodontics*, New York, v.35, n.11, p.1469-76. Novembro 2009.

POHL M, HELING C, FRENZEL J. *Electrolytic processing of NiTi shape memory alloys. Mat Sci Eng A* 2004;378:191–199.

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

RAPISARDA E, BONACCORSO A, TRIPI TR. The effect of surface treatments of nickeltitanium files on wear and cutting efficiency. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2000;89:363–8.

RAPISARDA, E.; BONACCORSO, A.; TRIPI, T.R.; CONDORELLI, G.G.; TORRISI, L. Wear of nickel-titanium endodontic instruments evaluated by scanning electron microscopy: effect of ion implantation. *Journal of Endodontics*, v.27, p.588-592, 2001.

RAY, J.J.; KIRKPATRICK, T.C.; RUTLEDGE, R.E. Cyclic fatigue of Endosequence and K3 rotary files in a dynamic model. *Journal of Endodontics*, v.33, p.1469-1472, 2007.

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

ROANE, J.B.; SABALA, C.L.; DUNCANSON, M.G.JR. The “Balanced Force” concept for instrumentation of curved canals. *Journal of Endodontics*, Baltimore, v.11, p.203-211, 1985.

RODRÍGUEZ, C. Factors influencing the fracture of nickel-titanium rotary instruments. *International Endodontic Journal*, v.36, p.262-266, 2003.

RUDDLE, C.J. Nickel-Titanium rotary instruments: current concepts for preparing the root canal system. *Australian Endodontic Journal*, v.29, p.87-98, 2003.

SABALA, G. Letters to the Editor. *Journal of Endodontics*, v.36, p.951, 2010.

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.

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

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

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

SCHAFER, E.; TEPEL, J. Relationship between design features of endodontic instruments and their properties. Part 3. Resistance to bending and fracture. *Journal of Endodontics*, v. 27, 299–303, 2001.

SCHAFER, E; VLASSIS, M. Comparative investigation of two rotary nickel-titanium instruments: ProTaper versus RaCe. Part 1. Shaping ability in simulated curved canals. *International Endodontic Journal*, v.37, p.229-238, 2004a.

SCHÄFER E, ERLER M, DAMMASCHKE T. Comparative study on the shaping ability and cleaning efficiency of rotary Mtwo instruments. Part 1. Shaping ability in simulated curved canals. *Int Endod J*. 2006 Mar;39(3):196-202.

SCHILDER, H. Cleaning and shaping the root canal. *Dental Clinics of North America*, Philadelphia, v.18, p.269-296, 1974.

SERENE, T.P. et al. *Nickel-titanium Instruments: Applications in Endodontics*. St. Louis: Ishiyaku EuroAmerica, 1995. 112p.

SHANKAR, P. Effect of thermal aging on the room temperature tensile properties of AISI type 316LN stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, v.264, p.29-34, 1999.

SHEN Y, WINESTOCK E, CHEUNG GS, HAAPASALO M. Defects in nickel-titanium instruments after clinical use. Part 4: an electropolished instrument. *J Endod* 2009;35: 197–201.

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

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

TABANLI R.M. Material Science and Engineering A 273-275 (1999) p. 644-648.

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

TOPUZ O, AYDIN C, UZUN O, INAN U, ALACAM T, TUNCA Y M, ANKARA, TURKEY S. [Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.](#) 2008 May;105(5):661-5. Epub 2008 Mar 10. Structural effects of sodium hypochlorite solution on RaCe rotary nickel-titanium instruments: an atomic force microscopy study.

TRUPI, T.R.; BONACCORSO, A.; CONDORELLI, G.G. Cyclic fatigue of different nickel-titanium endodontic rotary instruments. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontics*, v.102, p.106-114, 2006.

TROIAN C. H., SO M. V. R., FIGUEIREDO J. A. P. & OLIVEIRA E. P. M.. [Int Endod J.](#) 2006 Aug;39(8):616-25. Deformation and fracture of RaCe and K3 endodontic instruments according to the number of uses.

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, p.183-186, 2005.

VIANA, A.C.D.; GONZALEZ, B.M.; BUONO, V.T.L.; BAHIA, M.G.A. Influence of sterilization on mechanical properties and fatigue resistance of nickel-titanium rotary endodontic instruments. *International Endodontic Journal*, v.39, p.709-715, 2006.

VIEIRA E.P.; FRANÇA E.C.; MARTINS R.C.; BUONO V.T.L.; BAHIA M.G.A. Influence of multiple clinical use on fatigue resistance of ProTaper rotary nickel-titanium instruments. *International Endodontic Journal*, v. 41, p.163–172, 2008.

WALIA, H.T.; BRANTLEY, W.A.; GERSTEIN, H. An initial investigation of the bending and torcional properties of nitinol root canal files. *Journal of Endodontics*, New York, v.14, n.7, p.346-351, Julho 1998.

WAYMAN, C.M. Some applications of shape-memory alloys. *Journal of Metals*, p.129-137, 1980.

WAYMAN, C.M. The shape memory effect. *Metal forum*, v.4, n.3, p. 135-141. 1981.

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

WILDEY, W.; SENIA, S.; MONTGOMERY, S. Another look at root canal instrumentation. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v.74, p.499-507, 1992.

WILKES, K.E.; LIAW, P.K. The fatigue behavior of shape-memory alloys. *JOM*, v.52, n.10, p.45-51, 2000.

www.sybronendo.com - *TF: The Twisted File brochure*. Orange, CA: SybronEndo; 2008. Disponível em: <<http://www.tfwithrphase.com/>>. Acesso em: 22 de junho de 2010.

YAHATA, Y.; YONEYAMA, T.; HAYASHI, Y.; EBIHARA, A.; DOI, H.; HANAWA, T.; SUDA, H. Effect of heat treatment on transformation temperatures and bending properties of nickel-titanium endodontic instruments. *International Endodontic Journal*, v.42, p.621-626. 2009.

YAO JH, SCHWARTZ SA, BEESON TJ. Cyclic fatigue of three types of rotary nickel-titanium files in a dynamic model. *J Endod* 2006;32:55–7.

YARED, G.M.; BOU DAGHER, F.E.; MATCHOU, P. Cyclic fatigue of ProFile rotary instruments after simulated clinical use. *International Endodontic Journal*, v.32, p.115-119, 1999.

YARED, G.M.; BOU DAGHER, F.E.; MACHTOU, P. Cyclic fatigue of Profile rotary instruments after clinical use. *International Endodontic Journal*, v.33, p.204-207, 2000.

YARED, G.M. BOU DAGHER, F.E.; MACHTOU, P. Failure of Profile instruments used with high and low torque Motors. *International Endodontic Journal*, v.34, p.471-475, 2001.

YARED, G.; 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, 2002.

ZINELIS S, MAGNISALIS EA, MARGELOS J, LAMBRIANIDIS T. Clinical relevance of standardization of endodontic files dimension according to the ISO 3630-1 specification. *J Endod* 2002;28:367-370.

ZINELIS, S.; DARABARA, M.; TAKASE, T.; OGANE, K.; PAPADIMITRIOU, G.D. The effect of thermal treatment on the resistance of nickel-titanium rotary files in cyclic fatigue. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v.103, p.843-847, 2007.

8 ANEXOS

Anexo 1 - RESULTADOS MEDIDAS DE DIÂMETRO A CADA mm DA PONTA
Instrumentos *Twisted File 25/06*

mm	TF 25/06 1 a 10										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
1	0,250	0,250	0,268	0,250	0,264	0,245	0,226	0,293	0,276	0,259	0,258	0,02
2	0,268	0,304	0,321	0,304	0,340	0,302	0,283	0,379	0,328	0,310	0,314	0,03
3	0,304	0,375	0,357	0,357	0,396	0,377	0,340	0,397	0,397	0,379	0,368	0,030
4	0,411	0,446	0,411	0,411	0,434	0,415	0,396	0,448	0,431	0,443	0,425	0,02
5	0,500	0,482	0,464	0,446	0,509	0,509	0,415	0,500	0,483	0,500	0,481	0,03
6	0,500	0,518	0,536	0,536	0,547	0,566	0,509	0,586	0,569	0,552	0,542	0,03
7	0,571	0,536	0,571	0,571	0,623	0,604	0,528	0,655	0,586	0,603	0,585	0,04
8	0,625	0,643	0,661	0,661	0,660	0,660	0,604	0,674	0,672	0,621	0,648	0,02
9	0,679	0,714	0,732	0,714	0,717	0,717	0,679	0,724	0,707	0,690	0,707	0,02
10	0,714	0,732	0,750	0,732	0,793	0,755	0,717	0,759	0,759	0,759	0,747	0,02
11	0,768	0,786	0,804	0,804	0,811	0,849	0,793	0,862	0,828	0,810	0,811	0,03
12	0,839	0,839	0,857	0,857	0,887	0,849	0,887	0,931	0,862	0,862	0,867	0,03
13	0,964	0,857	0,929	0,893	0,962	0,887	0,943	1,000	0,948	0,914	0,930	0,04
14	1,000	0,929	0,964	0,964	0,981	0,943	0,981	1,034	1,000	1,034	0,983	0,03
15	1,018	0,982	1,036	1,036	1,019	0,962	1,019	1,052	1,034	1,103	1,026	0,04
16	1,054	1,036	1,107	1,071	1,094	1,057	1,057	1,086	1,052	1,121	1,074	0,03
17	1,107	1,071	1,125	1,196	1,132	1,075	1,094	1,121	1,103	1,121	1,115	0,04

Anexo 2 - RESULTADOS MEDIDAS DE DIÂMETRO A CADA mm DA PONTA
Instrumentos *Twisted File 25/08*

<i>mm</i>	<i>TF 25/08 1 a 10</i>										<i>Média</i>	<i>Desvio Padrão</i>
	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>	<i>9</i>	<i>10</i>		
1	0,286	0,286	0,286	0,306	0,302	0,302	0,321	0,302	0,302	0,286	0,298	0,01
2	0,408	0,367	0,388	0,388	0,359	0,396	0,396	0,381	0,349	0,365	0,380	0,02
3	0,449	0,449	0,449	0,429	0,415	0,434	0,453	0,444	0,413	0,444	0,438	0,015
4	0,531	0,510	0,531	0,510	0,509	0,509	0,509	0,524	0,508	0,540	0,518	0,01
5	0,592	0,551	0,571	0,551	0,566	0,566	0,604	0,537	0,537	0,603	0,568	0,02
6	0,674	0,653	0,653	0,653	0,642	0,660	0,660	0,651	0,667	0,651	0,656	0,01
7	0,735	0,714	0,714	0,785	0,736	0,717	0,717	0,714	0,730	0,730	0,729	0,02
8	0,816	0,776	0,837	0,816	0,774	0,793	0,811	0,810	0,794	0,841	0,807	0,02
9	0,837	0,837	0,978	0,878	0,868	0,868	0,887	0,905	0,873	0,905	0,883	0,04
10	0,898	0,939	0,939	0,918	0,962	0,943	0,962	0,952	0,952	0,952	0,942	0,02
11	1,000	1,020	1,020	1,000	1,019	1,038	1,019	1,032	1,048	1,048	1,024	0,02
12	1,610	1,102	1,082	1,082	1,113	1,113	1,094	1,111	1,127	1,111	1,155	0,16
13	1,163	1,143	1,143	1,163	1,208	1,151	1,151	1,222	1,175	1,190	1,171	0,03
14	1,245	1,184	1,184	1,204	1,245	1,226	1,208	1,238	1,206	1,238	1,218	0,02
15	1,265	1,224	1,245	1,265	1,283	1,226	1,245	1,238	1,206	1,238	1,244	0,02

Anexo 3 - RESULTADOS MEDIDAS DE DIÂMETRO A CADA mm DA PONTA
Instrumentos RaCe 25/04

<i>mm</i>	<i>RaCe 25/04 1 a 10</i>										<i>Média</i>	<i>Desvio Padrão</i>
	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>	<i>9</i>	<i>10</i>		
1	0,324	0,243	0,273	0,297	0,273	0,278	0,306	0,306	0,278	0,333	0,291	0,03
2	0,351	0,324	0,351	0,378	0,324	0,306	0,333	0,361	0,333	0,361	0,342	0,02
3	0,378	0,378	0,378	0,378	0,378	0,361	0,333	0,389	0,389	0,361	0,372	0,017

4	0,405	0,432	0,405	0,432	0,432	0,444	0,389	0,472	0,444	0,444	0,430	0,02
5	0,459	0,460	0,460	0,405	0,487	0,472	0,444	0,500	0,500	0,472	0,466	0,03
6	0,513	0,487	0,541	0,514	0,541	0,500	0,472	0,528	0,528	0,528	0,515	0,02
7	0,568	0,541	0,541	0,541	0,568	0,556	0,556	0,556	0,583	0,583	0,559	0,02
8	0,622	0,568	0,568	0,568	0,568	0,583	0,556	0,556	0,583	0,583	0,575	0,02
9	0,649	0,595	0,595	0,622	0,649	0,639	0,639	0,639	0,639	0,639	0,630	0,02
10	0,676	0,622	0,676	0,703	0,703	0,667	0,694	0,667	0,694	0,667	0,677	0,02
11	0,730	0,649	0,703	0,757	0,757	0,694	0,722	0,694	0,722	0,694	0,712	0,03
12	0,784	0,757	0,757	0,757	0,730	0,694	0,750	0,750	0,750	0,778	0,751	0,02
13	0,811	0,811	0,784	0,784	0,784	0,805	0,750	0,750	0,778	0,806	0,786	0,02
14	0,838	0,838	0,838	0,811	0,865	0,833	0,778	0,778	0,833	0,861	0,827	0,03
15	0,811	0,865	0,892	0,811	0,892	0,833	0,861	0,806	0,889	0,889	0,855	0,04
16	0,865	0,919	0,919	0,919	0,919	0,861	0,889	0,861	0,944	0,917	0,901	0,03
17	0,919	0,946	0,946	0,946	0,946	0,917	0,944	0,944	0,972	0,944	0,942	0,02
18	0,946	1,000	1,000	0,973	1,027	0,932	1,000	1,000	1,028	1,000	0,991	0,03

Anexo 4- RESULTADOS MEDIDAS DE DIÂMETRO A CADA mm DA PONTA
Instrumentos *RaCe 25/06*

mm	<i>RaCe 25/06 1 a 10</i>										Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
1	0,310	0,293	0,328	0,328	0,293	0,315	0,333	0,296	0,333	0,296	0,313	0,02
2	0,362	0,379	0,431	0,379	0,362	0,363	0,370	0,407	0,407	0,289	0,375	0,04
3	0,414	0,448	0,431	0,466	0,448	0,444	0,426	0,463	0,444	0,463	0,445	0,017
4	0,483	0,517	0,569	0,535	0,500	0,500	0,519	0,537	0,519	0,574	0,525	0,03
5	0,535	0,603	0,638	0,586	0,569	0,611	0,574	0,630	0,611	0,629	0,599	0,03
6	0,672	0,638	0,655	0,655	0,621	0,667	0,648	0,685	0,630	0,667	0,654	0,02
7	0,707	0,707	0,690	0,724	0,690	0,685	0,704	0,741	0,667	0,722	0,704	0,02
8	0,741	0,793	0,741	0,759	0,776	0,778	0,741	0,796	0,722	0,759	0,761	0,02

9	0,793	0,845	0,810	0,828	0,828	0,796	0,833	0,833	0,852	0,815	0,823	0,02
10	0,862	0,873	0,931	0,914	0,897	0,833	0,963	0,907	0,907	0,926	0,901	0,04
11	0,914	0,931	1,000	0,948	0,948	0,907	0,982	1,000	0,982	1,000	0,961	0,04
12	0,948	1,000	1,034	1,000	1,000	1,000	1,019	1,074	0,982	1,056	1,011	0,04
13	1,034	1,069	1,086	1,069	1,086	1,074	1,074	1,093	1,019	1,074	1,068	0,02
14	1,086	1,138	1,103	1,121	1,155	1,111	1,148	1,148	1,111	1,093	1,121	0,02
15	1,155	1,138	1,138	1,138	1,207	1,148	1,204	1,185	1,167	1,130	1,161	0,03
16	1,190	1,172	1,155	1,172	1,224	1,167	1,241	1,222	1,204	1,148	1,190	0,03
17	1,190	1,190	1,190	1,190	1,241	1,204	1,241	1,259	1,241	1,204	1,215	0,03
18	1,224	1,224	1,224	1,207	1,207	1,222	1,241	1,278	1,278	1,204	1,231	0,03

Anexo 5 - RESULTADOS MEDIDAS DE COMPRIMENTO DE PITCH
Instrumentos *Twisted File 25/06*

<i>mm</i>	<i>TF 25/06 1 a 10</i>										<i>Média</i>	<i>Desvio Padrão</i>
	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>	<i>9</i>	<i>10</i>		
1	0,500	0,554	0,821	1,268	0,663	0,962	1,755	0,526	0,509	0,983	0,854	0,41
2	1,321	0,768	1,518	1,286	1,226	0,868	0,509	0,860	1,140	1,439	1,093	0,33
3	1,321	1,375	1,214	1,071	1,075	1,075	1,434	1,298	1,088	1,456	1,241	0,16
4	1,375	1,089	1,089	1,071	0,925	1,038	1,208	0,912	1,088	1,386	1,118	0,16
5	1,161	1,161	1,107	1,196	1,245	1,113	1,208	1,053	1,105	1,158	1,151	0,06
6	1,268	1,143	1,161	1,071	1,264	1,132	1,189	1,175	1,158	1,298	1,186	0,07
7	1,054	1,036	1,143	1,054	1,226	1,283	1,075	1,053	1,175	1,158	1,126	0,08
8	1,196	1,018	1,214	1,161	1,245	1,226	1,264	1,088	1,158	1,211	1,178	0,08
9	1,143	1,268	1,125	1,161	1,245	1,302	1,208	1,246	1,228	1,298	1,222	0,06
10	1,232	1,214	1,679	1,464	1,585	1,868	1,792	1,175	1,298	6,825	2,013	1,71
11	1,304	1,482	5,839	1,411	6,547	5,642	5,340	2,035	2,175		3,531	2,23
12	4,821	2,000		4,304				5,526	5,018		4,334	1,38

Anexo 6 - RESULTADOS MEDIDAS DE COMPRIMENTO DE PITCH
Instrumentos *Twisted File 25/08*

<i>mm</i>	<i>TF 25/08 1 a 10</i>										<i>Média</i>	<i>Desvio Padrão</i>
	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>	<i>9</i>	<i>10</i>		
1	0,566	0,717	1,019	0,755	0,535	0,672	0,431	0,896	1,896	1,194	0,868	0,43

2	1,019	0,736	1,019	0,811	0,569	1,034	1,069	1,134	1,239	1,134	0,976	0,21
3	1,038	1,057	1,132	1,038	1,017	1,086	1,000	1,284	1,119	1,209	1,098	0,09
4	1,132	1,226	1,113	1,132	0,914	1,052	1,017	1,134	1,075	1,194	1,099	0,09
5	1,113	1,132	0,981	1,113	1,138	1,034	1,224	1,134	1,134	1,134	1,114	0,07
6	1,113	1,075	1,189	1,189	1,121	1,052	1,069	1,134	1,328	1,194	1,146	0,08
7	1,075	1,019	1,245	1,075	1,043	1,155	1,069	1,164	1,567	1,328	1,174	0,17
8	1,208	1,075	1,887	1,132	1,086	1,034	1,086	1,806	5,373	1,657	1,734	1,32
9	1,057	1,679	4,792	1,358	1,172	1,414	1,793	4,627		4,015	2,434	1,56
10	1,528	4,811		5,000	1,862	4,845	4,569				3,769	1,62
11	3,887				3,862						3,875	0,02

Anexo 7 - RESULTADOS MEDIDAS DE COMPRIMENTO DE PITCH
Instrumentos *RaCe 25/04*

<i>mm</i>	<i>RaCe 25/04 1 a 10</i>										<i>Média</i>	<i>Desvio Padrão</i>
	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>	<i>9</i>	<i>10</i>		
1	0,474	0,579	0,921	0,342	0,500	0,438	0,868	0,342	0,368	0,553	0,539	0,21
2	0,763	0,921	0,868	0,921	0,737	0,526	0,737	0,474	0,684	0,816	0,745	0,15
3	1,342	1,526	1,500	1,289	1,237	0,790	1,395	0,868	0,895	1,237	1,208	0,27
4	1,053	0,842	1,474	1,079	1,053	1,289	0,842	1,368	1,263	1,000	1,126	0,21
5	1,500	1,658	1,053	1,447	1,447	1,342	1,421	0,816	1,553	1,421	1,366	0,25
6	1,026	0,921	2,132	1,079	1,184	1,211	1,184	1,632	0,974	1,053	1,240	0,37
7	2,158	2,209	1,237	2,237	2,000	1,895	2,053	1,211	1,868	2,105	1,897	0,38

8	1,342	2,368	2,421	1,447	1,368	1,342	2,316	1,868	1,289	2,263	1,802	0,49
9	2,579	2,500	2,816	2,447	2,632	2,421	2,684	2,395	2,500	1,711	2,469	0,30
10	2,763	2,000	1,237	2,658	2,763	2,632	1,368	2,658	2,711	2,658	2,345	0,59
11	2,816	1,974	2,079	2,737	2,816	2,921	2,158	3,447	3,053	2,289	2,629	0,48

Anexo 8 - RESULTADOS MEDIDAS DE COMPRIMENTO DE *PITCH*
Instrumentos *RaCe 25/06*

<i>mm</i>	<i>RaCe 25/06 1 a 10</i>										<i>Média</i>	<i>Desvio Padrão</i>
	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>	<i>9</i>	<i>10</i>		
1	0,483	0,417	0,667	0,567	0,783	0,339	0,875	0,857	0,875	0,446	0,631	0,21
2	0,767	0,800	0,800	0,700	0,783	0,768	0,732	0,768	0,786	0,875	0,778	0,05
3	1,400	1,267	1,483	1,317	1,550	1,250	1,589	1,661	1,607	1,321	1,445	0,15
4	1,167	1,200	1,717	1,100	1,767	1,268	1,821	1,768	1,768	1,321	1,490	0,30
5	2,017	2,017	2,133	2,000	2,217	1,893	2,339	2,286	2,375	1,964	2,124	0,17
6	2,233	2,267	1,750	2,233	2,000	2,339	2,054	2,089	2,018	2,357	2,134	0,19
7	2,500	2,317	2,583	2,400	2,750	2,393	2,732	2,714	2,821	2,357	2,557	0,19
8	3,183	3,117	2,350	3,033	2,167	3,071	1,982	1,571	1,714	3,232	2,542	0,65
9	2,333	2,783	2,650	2,717	2,050	3,179	2,446	2,804	2,571	2,464	2,600	0,31

Anexo 9 - RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FADIGA
Instrumentos *Twisted File* 25/.06 e 25/.08

	<i>TF.06</i>	<i>TF.08</i>
	890	755
	970	785
	920	570
	870	865
	745	595
	660	885
	790	700
	650	730
	650	455
	535	660
Média	768	700
Desvio Padrão	143	134

Instrumentos *RaCe* 25/.04 e 25/.06

	<i>Race.04</i>	<i>Race.06</i>
	500	700
	625	530
	533	605
	550	610
	560	525
	625	635
	813	480
	740	560
	711	550
	803	565
Média	646	576
Desvio Padrão	114	63

