

Universidade do Grande Rio
“Prof. José de Souza Herdy”

Victor Talarico Leal Vieira

Caracterização e propriedades mecânicas de uma
lima rotatória de NiTi fabricada através de torção

Duque de Caxias

2010

Victor Talarico Leal Vieira

Caracterização e propriedades mecânicas de uma lima rotatória de NiTi fabricada através de torção

Dissertação apresentada à
Universidade do Grande Rio
“Prof. José de Souza Hedy”
como parte dos requisitos
parciais para obtenção do grau
de Mestre em Odontologia.

Orientador: Prof. Edson Jorge Lima Moreira

Duque de Caxias

2010

CATALOGAÇÃO NA FONTE/BIBLIOTECA - UNIGRANRIO

V658c

Vieira, Victor Talarico Leal.

Caracterização e propriedades mecânicas de uma lima rotatória de NiTi fabricada através de torção / Victor Talarico Leal Vieira. – 2010.
80 f. : il. ; 30 cm

Dissertação (mestrado em Odontologia) – Universidade do Grande Rio “Prof. José de Souza Herdy”, Escola de Ciências da Saúde, 2010.

“Orientador: Prof. Edson Jorge Lima Moreira”.

Bibliografia: f. 72-80

1. Odontologia. 2. Instrumentos odontológicos. 3. Ligas dentárias. 4. Materiais dentários. I. Moreira, Edson Jorge Lima. II. Universidade do Grande Rio “Prof. José de Souza Herdy”. III. Título.

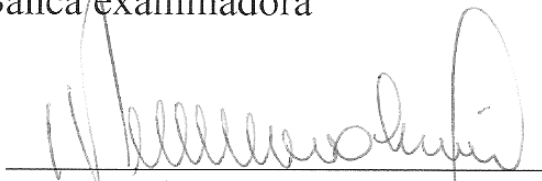
Victor Talarico Leal Vieira

Caracterização e propriedades mecânicas de uma lima rotatória de NiTi fabricada através de torção

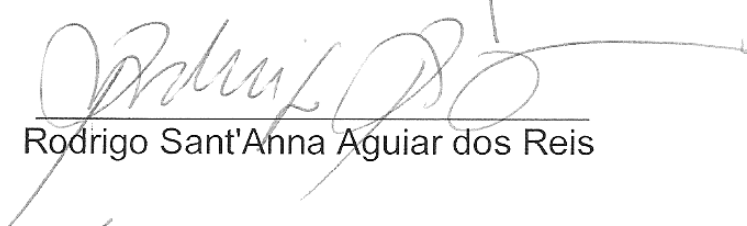
Dissertação apresentada à
Universidade do Grande Rio
“Prof. José de Souza Hedy”
como parte dos requisitos
parciais para obtenção do
título de Mestre em
Odontologia.

Aprovado em 27 de janeiro de 2010

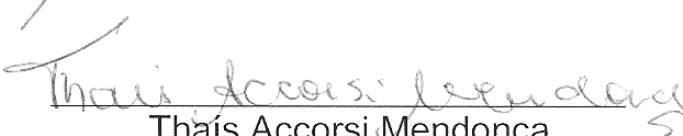
Banca examinadora



Hélio Pereira Lopes



Rodrigo Sant'Anna Aguiar dos Reis



Thaís Accorsi Mendonça

A Deus,
meus pais minha irmã e familiares.
Aos meus avôs, Juracy Monteiro Vieira
e Vicente Luiz Talarico

Agradecimentos

A Deus, pelo dom da vida e por toda providência tomada durante a minha trajetória!

Aos meus pais: Sebastião Leal Vieira e Salete Talarico Vieira, pelo investimento, paciência, todo amor e carinho imensurável e incondicional que recebi por toda minha vida!

A minha irmã: Luana Talarico Leal Vieira, pela compreensão e apoio nos momentos de dificuldade;

A minha namorada: Livia Iglesias de Andrade pelo companheirismo, carinho e compreensão da importância deste trabalho;

Aos professores: Edson Jorge Lima Moreira, Helio Pereira Lopes e Carlos Nelson Elias; pela orientação deste trabalho e por colaborar diretamente na minha formação científica;

Aos professores: Henrique Antunes, Ricardo Carvalho, Oswaldo Fonseca e Katiana Vidal, pelo companheirismo sempre existente desde a minha graduação;

Aos técnicos: Leonardo, Joel e ao amigo Hector por toda assistência e atenção dispensada para execução dos ensaios experimentais deste trabalho.

Muito obrigado!

“A familiaridade tira o
disfarce e descobre os
defeitos.”

(Marquês de Maricá)

RESUMO

Este estudo teve como finalidade, caracterizar o instrumento TF[®], fabricados por torção, de diversas conicidades, através do estereomicroscópio e da microscopia eletrônica de varredura e aferir as propriedades mecânicas de flexibilidade e microdureza Vickers. Foram utilizadas limas TF[®] de conicidades 0,04; 0,06; 0,08 e 0,10 mm/mm. O estereomicroscópio associado com o programa AxioVision[®] foram utilizados para verificar: o ângulo da ponta, ângulo da hélice, conicidade e diâmetro da ponta dos instrumentos. A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para avaliar possíveis defeitos de acabamento superficial e de fabricação. A flexibilidade e a microdureza dos instrumentos foram aferidas através do ensaio de flexão em 45°; e do ensaio de microdureza Vickers. Quanto à micromorfologia dos instrumentos TF[®], pode-se concluir que o fabricante atendeu aos valores preconizados pela norma numero 28 da ANSI/ADA. A microscopia eletrônica de varredura permitiu a observação de defeitos importantes de acabamento superficial e distorções nas hélices dos instrumentos. A flexibilidade do instrumento variou de acordo com a conicidade. As forças médias para a transformação de fase por tensão dos instrumentos TF[®] de conicidades 0,06; 0,08 e 0,10 mm/mm são respectivamente 100gf, 150 gf e 250 gf. O valor da microdureza Vickers das limas TF[®] se mostrou compatível com o dos instrumentos rotatórios de NiTi fabricados através do processo de usinagem.

Palavras chave: Instrumentos endodônticos; Ligas NiTi; Fase R; Caracterização de materiais; Propriedades mecânicas; Fabricação de instrumentos NiTi.

ABSTRACT

The aim of this study was to characterize the TF[®] instrument of different tapers using the stereo and the electronic microscopy and to measure the proprieties of flexibility and microhardness Vickers. All the tapers of TF[®] files was used: 0,04; 0,06; 0,08 e 0,10 mm/mm. The stereomicroscopy associated with the AxioVision[®] program was used to verify: the tip angle, the helical angle, the taper and the tip diameter of the instruments. The scanning electronic microscopy was used to check possible defects of machining and finishing at the surface. The flexibility and the microhardness were measured with the bending and microhardness Vickers tests. About the micromorfology of the TF[®] instruments it was possible to conclude that the manufacturer attended the values espoused by the standard number 28 of ANSI/ADA. The scanning electronic microscopy showed many important defects of finishing surface and distortion on the instrument helical. The instrument flexibility change with the taper. The forces to induct the phase transformation by stress on the TF[®] instruments with taper 0,06; 0,08 e 0,10 mm/mm was respectively 100gf, 150 gf and 250 gf. The values of microhardness Vickers of the TF[®] instruments are compatible with the rotary instruments manufactured by the machining process.

Keywords: Endodontic Instruments; NiTi alloy; R-phase; Materials characterization; Mechanical tests; NiTi manufacturing methods.

LISTA DE FIGURAS

Fig.1	Imagem publicada por Otsuka & Ren (2005). Microscopia óptica observação da transformação B2–R para a liga Ti50.3Ni48.2Fe1.5 . Morfologia típica da fase R é notada. P: fase parente. R: Fase-R [Fukuda et al.(1992) reproduzido com permissão do instituto japonês de metais].....	27
Fig.2	(a) diagrama esquemático do dispositivo para teste de flexão em cantilever; (b) gráfico tem são deformação do ensaio realizado (Miyai et al. 2006).....	29
Fig. 3	Gráfico tensão × deformação demonstrando as fases da liga de NiTi. Thompson IEJ,33,p.301;2000.....	31
Fig. 4	Lima TF [®] inserida na morsa e presa por um mandril Jacob. O instrumento fica em uma angulação de 45° e é tracionado por um ponto fixo à 3mm da ponta onde está fixada uma morsa desenvolvida propriamente para o ensaio.....	38
Fig. 5	Microdurômetro utilizado no ensaio para obtenção da microdureza Vickers.....	39
Fig. 6	Imagens de microscopia óptica dos ângulos da ponta dos instrumentos de conicidade (a) 0,04mm/mm; (b) 0,06 mm/mm; (c) 0,08 mm/mm e (d) 1,0mm/mm.....	40
Fig. 7	Ângulo da última hélice dos instrumentos de conicidade; a) 4 mm/mm, b) 6mm /mm, c) 8 mm/mm e d) 10mm/mm.....	42
Fig. 8	Imagens para o cálculo da conicidade dos instrumentos TF [®] de (a) 0,04mm/ mm, (b) 0,06 mm/mm, (c) 0,08 mm/mm e (d) 1,0 mm/mm.....	44

Fig. 9	Medidas da base da ponta dos instrumentos TF [®] de conicidade (a) 0,04; (b) 0,06; (c) 0,08 e (d) 0,1 mm/mm.....	46
Fig. 10	Imagem da lima TF [®] de conicidade 0,04mm/mm em um aumento de 60×. Setas indicando rebarbas remanescentes devido ao acabamento inadequado do instrumento. Podem-se observar marcas de usinagem ao longo eixo do instrumento.....	49
Fig. 11	Depressão presente na hélice de um instrumento TF conicidade 0,08 mm/mm aumento de 100×. Além disto, pode-se observar a disposição das marcas de usinagem ao longo eixo do instrumento.....	49
Fig. 12	Imagem do mesmo instrumento com aumento de 500×. Seta indicando defeito na aresta. Notam-se também crateras no acabamento do material.....	50
Fig. 13	Ponta do instrumento de conicidade 0,04 mm/mm com aumento de 300×. Seta indicando acabamento ruim do instrumento com presença de farpas	50
Fig. 14	Junção entre o intermediário e a haste de fixação. Aumento de 27×	51
Fig. 15	Gráfico tensão deformação das limas TF [®] de conicidade 0,04 mm/mm...	54
Fig.16	Gráfico tensão deformação dos instrumentos TF [®] conicidade 0,06 mm/mm.....	55
Fig. 17	Gráfico tensão deformação dos instrumentos TF [®] 0,08 mm/mm.....	55
Fig.18	Passo da hélice constante (a) e variável (b). TF [®] Tecnical Buletin 2008..	59

- Fig. 19 Fixação do intermediário através de uma base de silicone pesado. Aumento de 1,6× com objetiva de 1,0×. O instrumento fica preso em uma posição fixa padrão mesmo depois da troca..... 60
- Fig. 20 O intermediário é usinado a partir da haste de fixação aumento de 1,6× objetiva 1,0×. b) As marcações do instrumento são feitas a laser..... 61
- Fig. 21 Corrosão galvânica causada por outro metal na haste de fixação (a). Ausência da corrosão devido a presença da haste de NiTi. TF[®] Technical Buletin 2008..... 62

LISTA DE TABELAS

Tab.1	A distribuição das hélices com ângulos medidos. As hélices selecionadas para análise estão marcadas de vermelho.....	35
Tab. 2	Valores dos ângulos das pontas dos instrumentos TF [®] em graus e respectiva estatística descritiva.....	41
Tab. 3	Valores em graus dos ângulos das hélices dos instrumentos TF [®] de conicidade 0,04 mm/mm e respectiva estatística descritiva.....	42
Tab. 4	Valores em graus dos ângulos das hélices dos instrumentos TF [®] de conicidade 0,06 mm/mm e respectiva estatística descritiva.....	43
Tab.5	Valores em graus dos ângulos das hélices dos instrumentos TF [®] de conicidade 0,08 mm/mm e respectiva estatística descritiva.....	43
Tab.6	Valores em graus dos ângulos das hélices dos instrumentos TF [®] de conicidade 0,10 mm/mm e respectiva estatística descritiva.....	43
Tab.7	Valores das conicidades dos instrumentos TF [®] em mm/mm e respectiva estatística descritiva.....	45
Tab. 8	Valores das medidas das bases das pontas das limas TF [®] em mm e respectiva estatística descritiva.....	47
Tab. 9	Valores do ensaio de flexão em 45° das limas TF [®] 0,04 mm/mm e respectiva estatística descritiva	52

Tab. 10 Valores do ensaio de flexão em 45° das limas TF [®] 0,06 mm/mm e respectiva estatística descritiva	53
Tab. 11 Valores do ensaio de flexão em 45° das limas TF [®] 0,10 mm/mm e respectiva estatística descritiva.....	53
Tab. 12 Valores das forças médias para transformação de fase sob tensão.....	54
Tab. 13 Valores da microdureza Vickers das limas TF [®] de conicidade 0,06 mm/mm e respectiva estatística descritiva.....	56
Tab. 14 Valores da microdureza Vickers das limas TF [®] de conicidade 0,08 mm/mm e respectiva estatística descritiva.....	56
Tab. 15 Valores da microdureza Vickers das limas TF [®] de conicidade 0,10 mm/mm e respectiva estatística descritiva.....	57

LISTA DE NOTAÇÕES E ABREVIATURAS

e - deformação

AF - temperatura do final da transformação austenítica no aquecimento

ANSI - American National Standards Institute

ADA - American Dental Association

AS - temperatura de início da transformação reversa da martensita para austenita

B19 - estrutura cristalina tetragonal

B2 - estrutura cristalina cúbica de corpo centrado

CCC - estrutura cristalina cúbica de corpo centrado

CFC - estrutura cristalina cúbica de face centrada

D0 - diâmetro medido na base da ponta do instrumento endodôntico

DSC - differential scanning calorimetry (calorimetria por varredura diferencial)

EMF - efeito memória de forma

ISO - International Organization for Standardization

MEV - microscopia eletrônica de varredura

MF - temperatura do final da transformação martensítica

MS - temperatura do início da transformação martensítica

NiTi - liga níquel-titânio

NITINOL Níquel-Titânio-Naval Ordnance Laboratory

SE - superelasticidade ou pseudo-elasticidade

TR - temperatura de formação da fase R

SUMÁRIO

1	Introdução.....	16
2	Revisão de literatura.....	19
2.1	As ligas NiTi na endodontia.....	19
2.2	As fases da ligas NiTi	20
2.2.1	A fase B ₂ ou austenítica (cúbica de corpo centrado - CCC).....	20
2.2.2	A fase B ₁₉ ou martensita (monoclínica).....	21
2.2.3	A fase R ou romboédrica.....	21
2.3	Transformações no estado sólido nas ligas NiTi.....	22
2.3.1	A influência da temperatura na transformação de fase.....	22
2.3.2	A influencia da tensão na transformação de fase.....	24
2.4	Efeito memória de forma e Superelasticidade.....	25
2.5	Cristalografia das transformações de fase nas ligas NiTi.....	26
2.5.1	Cristalografia da transformação B2 → R.....	26
2.5.2	A auto acomodação da fase-R.....	26
2.5.3	Transformação B2 → R →B19'.....	27
2.6	Ensaio mecânicos na endodontia.....	29
2.6.1	Ensaio de flexão em cantilever (flexão em 45°).....	29
2.6.2	Ensaio de microdureza Vickers.....	31
3	Objetivos do estudo.....	33
4	Materiais e métodos.....	34
4.1	Avaliação micromorfológica.....	34
4.1.1	O ângulo da ponta.....	35
4.1.2	Ângulos das hélices.....	35
4.1.3	Conicidade dos instrumentos.....	36
4.1.4	A base da ponta.....	36
4.2	Avaliação no Microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	36
4.3	Ensaio de flexão em 45°	37
4.4	Microdureza Vickers.....	38
4.5	Análise estatística.....	39
5	Resultados.....	40
5.1	Micromorfologia.....	40

5.1.1	O ângulo da ponta.....	40
5.1.2	Ângulos das hélices.....	42
5.1.3	Conicidade dos instrumentos.....	44
5.1.4	A base da ponta.....	46
5.2	Avaliação no Microscópio eletrônico de varredura.....	48
5.3	Ensaio de flexão em 45°.....	52
5.4	Ensaio de microdureza Vickers.....	55
6	Discussão.....	58
6.1	Micromorfologia.....	58
6.2	Avaliação no Microscópio eletrônico de varredura.....	62
6.3	Ensaio de flexão em 45°.....	66
6.4	Microdureza Vickres.....	69
7	Conclusões.....	71
8	Bibliografia.....	72

1 Introdução

A terapia endodôntica vem experimentando diversos avanços, uma delas foi o desenvolvimento de instrumentos acionados por motor. A utilização de instrumentos de aço permite um trabalho seguro em porções retas dos canais, porém a necessidade de resolver casos nos quais grandes curvaturas são problemas gerou empenho para o desenvolvimento de instrumentos que não deformassem o canal e, além disso, o modelasse adequadamente, com vista a promover um preparo químico mecânico eficiente. Para isto são necessários instrumentos dotados de grande flexibilidade e resistência. Muitos casos nem eram tratados endodonticamente devido limitações anatômicas que eram encontradas, ou então o caso era abordado cirurgicamente.

Em 1988, Walia *et al.* utilizaram um novo material para a fabricação dos instrumentos endodônticos, a liga NiTi. Estas ligas recuperam espontaneamente a sua forma original após terem sofrido uma deformação plástica macroscópica superior ao seu limite de escoamento aparente. Este comportamento é diferente de outros metais, como o aço inoxidável que, por exemplo, se deforma plasticamente com tensões superiores ao limite de escoamento.

Segundo Thompson (2000), o processo de fabricação dos instrumentos endodônticos de NiTi é mais complexo do que a produção de instrumentos de aço inoxidável, para a liga de NiTi, todas as limas devem ser usinadas em vez de torcidas. A superelasticidade da liga não permite que a mesma mantenha uma espiral. Quando a liga sofre uma deformação permanente o processo contínuo de torção dos instrumentos de maneira convencional pode levar a fratura do instrumento (Schäfer 1997). O instrumento ProFile[®] é usado a partir de fios de

NiTinol. Algumas dificuldades na fabricação incluem a eliminação das irregularidades da superfície nas arestas laterais de corte, o que pode comprometer a capacidade de corte destes instrumentos e causar problemas de corrosão.

As marcas de usinagem, a influência da temperatura (inerente à esterilização) e as propriedades mecânicas da liga são algumas características que possuem impacto na aplicação clínica do material. Estas devem ser estudadas para que o instrumento seja utilizado com técnicas que promovam segurança durante o ato operatório. Segundo William Callister (2007) as ligas com memória de forma são materiais inteligentes, ou seja, são capazes de sentir mudanças nos seus ambientes e gerar uma resposta a estes estímulos, que neste caso são a temperatura e a tensão mecânica.

As estruturas cristalinas das ligas com efeito memória de forma (EMF) de NiTi foram bem descritas por Otsuka & Ren (2005). O entendimento de como os átomos se organizam cristalograficamente em certas condições em que o material é submetido, é importante para explicar fenômenos que ocorrem em âmbito micro e macroestrutural. Segundo William Callister (2007) a isto se chama de ciência “de baixo para cima” o que não se praticava antigamente, onde eram estudadas estruturas macroscópicas de grande complexidade (ciência “de cima para baixo”). As forças das ligações influenciam diretamente no EMF e na superelasticidade (SE), sendo estas algumas propriedades do material que influenciam o seu comportamento clínico.

A fabricação de um instrumento de NiTi acionado por motor fabricado por torção pode ser um grande momento na história da endodontia, pois representa uma nova geração de instrumentos que unem características benéficas do método de fabricação dos instrumentos de aço e as vantagens da liga NiTi.

Dessa forma, a caracterização e o entendimento de algumas propriedades mecânicas de um instrumento feito de NiTi, através do processo de torção, faz-se necessário para o contínuo progresso tecnológico em endodontia.

2 Revisão de literatura

2.1 As ligas NiTi na endodontia

Devido à sua superelasticidade, as ligas de NiTi vêm sendo utilizadas cada vez mais na fabricação de instrumentos endodônticos. É importante para o clínico entender a metalurgia da liga NiTi para que as características dos instrumentos construídos a partir desta liga possam ser “apreciadas” e para o desenvolvimento de pesquisas para potencializar seu desempenho clínico (Thompson 2000).

Recentemente, uma nova variação na liga de NiTi visando substituir a liga convencional utilizada nos instrumentos endodônticos foi desenvolvida (Berendt & Yang 2006). A nova variação de NiTi é feita a partir da 508 Nitinol, a qual é submetida a um método de tratamento próprio. Um fio usinado dessa liga é submetido a uma tensão específica e a um tratamento térmico em várias temperaturas resultando em um material que inclui uma porção tanto na fase martensítica quanto na pré-martensítica fase-R, a qual mantém um estado pseudo-elástico.

Johnson *et. al.* (2008) avaliou a resistência à fadiga cíclica das limas endodônticas ProFile 25/.04 rotatórias, feitas de ligas 508 Nitinol e uma liga experimental (M-Wire NiTi, Dentsply Tulsa Dental Specialties). Nos ensaios de flexão rotativa e torção para as duas ligas foram achadas diferenças estatísticas com NiTi variante B1 (M-Wire™ NiTi) próximo de 400% mais resistente à fadiga cíclica do que stock ProFile 25/.04 ($P < .001$). O teste de torção achou diferenças entre todos os grupos 508 Nitinol e M-Wire™ NiTi ($P < .001$). As limas ProFile 25/.04 fabricadas

com M-Wire™ NiTi tiveram resistência significativamente maior à fadiga cíclica, ao passo que propriedades torcionais mantiveram semelhantes.

2.2 As fases das ligas NiTi

A liga de NiTi é uma liga polimórfica, ou seja, dependendo da temperatura ou da tensão ela apresentará estruturas cristalinas distintas. Cada fase possui uma organização atômica espacial distinta e confere uma característica diferente em relação às suas propriedades como, por exemplo, o efeito memória de forma (EMF) e superelasticidade. A fase parente é a austenita e com a diminuição da temperatura ou com o aumento da tensão no material ocorre a transformação para martensita. Esta estrutura normalmente é definida por meio da análise por difração de raios X ou DSC. Cada fase apresenta um arranjo cristalino distinto, possuindo diferentes números de coordenação e fator de empacotamento.

2.2.1 A fase B₂ ou austenítica (cúbica de corpo centrado - CCC)

Esta geometria é formada de átomos localizados nos oito vértices e um único átomo no centro do cubo. Se considerado que ela seja formada de átomos iguais, dois átomos estão associados a cada célula unitária. Um proveniente dos oito vértices e um no centro do cubo. O seu número de coordenação seria oito e o fator de empacotamento é 0,68. Diferentemente do fator de empacotamento da fase cúbica de face centrada (CFC) que possui o fator máximo para átomos de um mesmo raio atômico (0,74). (William & Callister 2007).

2.2.2 A fase B₁₉ ou martensita (monoclínica)

Segundo Lopes *et al.* (2004) esta estrutura apresenta a distorção de uma estrutura tetragonal, em que o maior lado é inclinado em relação à base da célula. Quando a martensita é induzida por temperatura ela é denominada maclada e pode assumir 24 orientações cristalográficas diferentes. Quando a martensita é induzida por tensão só existe uma variante que é a martensita não-maclada.

2.2.3 A fase R ou romboédrica

De acordo com Brantley *et al.* (2001), uma fase-R intermediária também pode ser formada durante a transformação entre as estruturas de NiTi austeníticas e a martensíticas.

Otsuka (1990) relatou que o processo completo de transformação pode ser complexo e sugeriu que uma fase intermediária pode ser formada entre as fases martensítica e a austenítica da liga NiTi.

Miyai *et al.* (2006) relataram que o módulo de elasticidade da austenita é maior que o da martensita. Kuhn & Jordan (2002) colocaram em seu estudo que o módulo de elasticidade da fase R é ainda menor do que o da fase martensítica, e relataram que o recozimento em torno de 400°C mostra bons resultados pois proporciona à liga a densidade adequada para a geminação da fase R e uma baixa densidade para limitar a fragilidade dos instrumentos confeccionados.

2.3 Transformações no estado sólido nas ligas NiTi

Em uma temperatura mais alta que a faixa de temperatura de transformação, a estrutura cristalina da liga de NiTi estará na fase austenítica com uma estrutura do tipo CsCl, ao passo que em baixa temperatura a estrutura está na fase martensita do sistema monoclinico. As propriedades mecânicas das ligas NiTi associadas com a transformação de fase são influenciadas pela sua composição, grau de usinagem e história térmica. (Miyai et al. 2006).

2.3.1 A influência da temperatura na transformação de fase

O termo genérico para essas ligas é 55-Nitinol; elas possuem uma capacidade de alterar suas ligações atômicas o que causa uma mudança única e significativa nas propriedades mecânicas e no arranjo cristalográfico da liga. A estrutura cristalina da liga NiTi em temperaturas altas é estável, com rede cristalina cúbica de corpo centrado na qual se encontra a fase parente ou fase austenita. Quando resfriadas até uma temperatura crítica, a liga mostra uma mudança significativa no módulo de elasticidade, produzindo força e resistividade elétrica resultante de mudanças nas ligações dos elétrons. Com a redução ou resfriamento da liga, ocorre uma mudança na estrutura cristalina a qual é conhecida como transformação martensítica (Thompson 2000). Este fenômeno causa mudanças nas propriedades físicas da liga (Wang *et. al.* 1972).

Na transformação martensitica a fase parente dá origem a martensita maclada que possui uma estrutura semelhante a de uma rede hexagonal compacta. Entretanto, nenhuma alteração macroscópica é detectável até a aplicação de uma

força externa. A martensita maclada pode ser facilmente deformada em uma única orientação gerando a martensita não-maclada. A liga NiTi é mais dúctil na fase martensítica do que na austenítica. Com o aquecimento a liga retorna à sua fase parente ou austenita com uma condição de energia estável (Thompson 2000).

As propriedades termodinâmicas desta liga intermetálica se mostraram capazes de produzir um efeito memória de forma quando um tratamento térmico controlado e específico é feito (Buehler *et al.* 1968). O tratamento térmico da liga promove mudanças nas propriedades mecânicas, pois podem modificar por uma grande densidade de discordâncias e/ou fina dispersão de partículas. As variedades de fenômenos irreversíveis associados com discordâncias, precipitados e tensão residual tornam complexa a compreensão das ligas com superelasticidade (SE).

Segundo Kuhn & Jordan (2002), é importante ter o conhecimento das relações entre a austenita, a fase-R e a martensita. Na transformação direta (resfriamento) temos: Austenita $\rightarrow$ Fase-R $\rightarrow$ Martensita enquanto que na transformação reversa (aquecimento) temos: Martensita $\rightarrow$ Fase-R $\rightarrow$ Austenita. Porém, durante o aquecimento a transformação de Martensita para Fase-R não ocorre devido à histerese muito reduzida levando à transformação direta de Martensita para Austenita.

Com a ativação térmica, os espaços vazios se movem para campos de tensões compressivas (dentro das discordâncias) e reduzem o número de sítios de nucleações em uma microestrutura com grande densidade de discordâncias. Com o início da recristalização, e a dissolução de partículas depois do recozimento, não é detectada mais Fase-R. Pode-se concluir que a formação da Fase-R depende da presença de discordâncias e de campos de concentração de tensão (Kuhn & Jordan 2002). Estes autores sugeriram ainda um tratamento térmico para reduzir o

encruamento gerado pelo processo de usinagem (em torno de 400°C) e além disso um eletro polimento para minimizar os defeitos produzidos pela usinagem.

Yahata *et al* (2009) estudaram a relação do tratamento térmico com a propriedade de flexão dos instrumentos endodônticos. Em seu estudo foram utilizados espécimes tratados de 10 a 30 minutos e um grupo controle não tratado. Foram feitos tratamentos térmicos de 440°C e 500°C por 30 minutos e 10 minutos, e constatou-se que a influência da temperatura é mais significativa que o tempo de tratamento. O grupo com menores valores de carga foi o de 440°C por 30 minutos tanto no regime elástico quanto no super-elástico. O tratamento térmico abaixo de 300°C não é suficiente para liberar defeitos na rede cristalina. Por outro lado, a recristalização ocorre acima de 600°C e tanto o efeito memória de forma quanto a super elasticidade são incompletos nesta faixa de temperatura. Assim o tratamento térmico ideal é entre 300 e 600°C , liberando defeitos da rede cristalina e diminuindo a energia de tensão interna (Miyazaki & Otsuka 1989).

2.3.2 A influência da tensão na transformação de fase

Segundo Thompson (2000), a transição da fase austenítica para a martensítica pode ocorrer também como o resultado de aplicação de tensão, como ocorre durante o preparo dos canais radiculares. Em muitos metais, quando uma força externa excede a uma certa intensidade, a rede cristalina é alterada produzindo uma deformação permanente. Porém nas ligas NiTi ocorre uma transformação martensítica induzida por tensão.

2.4 Efeito memória de forma e superelasticidade

O efeito memória de forma foi definido por Thompson (2000) quando o movimento atômico total entre dois planos adjacentes de átomos é menor do que a distância interatômica total quando comparado a arranjos normais de redes cristalinas. Ele confere à liga a capacidade de retornar a sua forma inicial, pela formação de fortes ligações eletrônicas que reorganizam átomos que estavam fora de posição; o efeito desta transformação é instantâneo.

Segundo Thompson (2000) é possível educar a liga utilizando-se do efeito memória de forma ou colocar a liga NiTi a uma dada configuração a uma dada temperatura. Isto pode ser obtido a baixas temperaturas na qual a liga NiTi seja deformada sob uma força muito baixa resultando em maclas que ocorrem todas na mesma direção. Quando a liga NiTi é aquecida além da sua temperatura de transformação de fase ele irá recuperar sua forma permanente.

A superelasticidade da liga NiTi permite deformações elásticas de mais de 8%, em comparação com o máximo de menos de 1% com outras ligas, como o aço inoxidável. (Buehler & Wang 1968).

2.5 *Cristalografia das transformações de fase nas ligas NiTi*

2.5.1 Cristalografia da transformação B2 $\rightarrow$ R

Uma morfologia típica da transformação da fase R está representado na Fig. 1, a qual não é associada com a rede invariável. Isto é em forma contrasta com a transformação trigonal B2 $\rightarrow$ f02 em Au–49.5Cd, a qual possui a mesma estrutura martensítica como na fase-R (Otsuka 1988).

2.5.2 A autoacomodação da fase-R

O estudo do mecanismo da autoacomodação da fase-R foi realizado em detalhes primeiramente por Miyazaki & Wayman (1988) com a utilização de cristais únicos de Ti–50.5Ni, os quais foram envelhecidos à 400°C por 1 hora. Eles utilizaram a análise de duas superfícies em conjunto com a microscopia óptica, porém não realizaram observações de MET. Entretanto, o modelo de morfologia de auto-acomodação não foi consistente com o tão observado tipo morfológico “herring-bone”. Já no trabalho de Fukuda *et al.* (1992) foi utilizada MET.

Como resultado da análise de micrografias ópticas, e nas micrografias MET associadas com padrão de difração eletrônica, Fukuda *et al.* (1992) Deduziram a morfologia da autoacomodação.

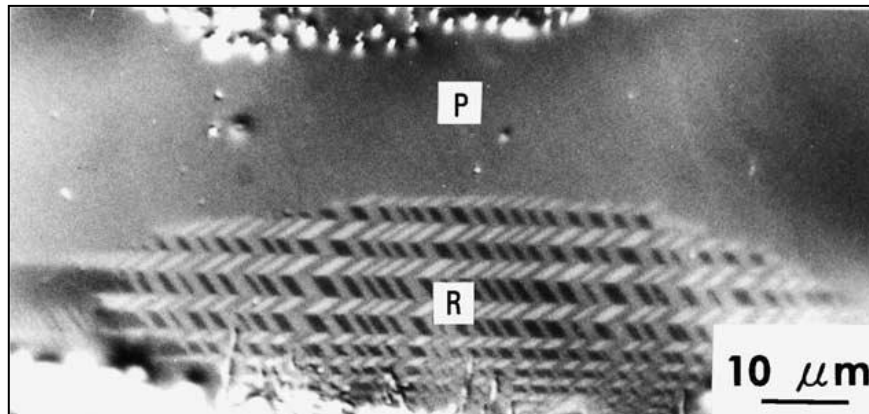


Fig. 1 Imagem publicada por Otsuka & Ren (2005). Microscopia óptica observação da transformação B2-R para a liga Ti50.3Ni48.2Fe1.5 . Morfologia típica da fase R é notada. P: fase parente. R: Fase-R [Fukuda et al.(1992) reproduzido com permissão do instituto japonês de metais].

2.5.3. Transformação B2 → R → B19'

A cristalografia da fase B2 para Fase-R é clara e conhecida, ao contrário da investigação cristalográfica da segunda transformação R→B19'. Hwang et al. (1983) fizeram a sua observação da transformação R→B19' em uma liga de $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{47}\text{Fe}_3$, e reportaram que os defeitos na rede cristalina na martensita maclada B19' geram defeitos no plano basal $(001)_m$. Isto parece ser um indicativo da rede cristalina invariante na transformação R B19'. Obviamente maclas $(001)_m$ não são acompanhadas como uma rede cristalina invariante para transformação B2 → B19'. Estudos mais extensos na transformação R→B19' vêm sendo feitos por Madangopal & Singh (2000) com o uso do MET e a técnica de difração para uma liga Ti-50Ni. Como as ligas Ti-50Ni normalmente não exibem a transformação de Fase-R, eles utilizaram espécimes, os quais foram termicamente ciclados entre a fase parente e martensita. Como resultado, eles observaram a fase parente e martensita B19' no

eletromicrografo, o qual contém maclas abundantes finas $(001)_m$ em vez de maclas Tipo II $h011im$, qual são características de matriz invariável para a transformação direta de $B2 \rightarrow B19'$. Obviamente esta macla $(001)_m$ não é acompanhada de rede cristalina invariável para transformação direta de $B2 \rightarrow B19'$. Então eles consideraram que os espécimes ciclados apresentaram os dois estágios de transformação $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$, apesar de deles não terem mostrado nenhuma evidência para isto, tanto como por curvas de DSC ou curvas de resistividade x temperatura, exceto por uma reflexão muito sutil na rede cristalina da fase-R, a qual foi observada com pouca frequência. Então eles acharam que a macla $(001)_m$ é da rede cristalina invariável para a transformação $R \rightarrow B19'$. Foi feita uma análise cuidadosa utilizando a teoria cristalográfica fenomenológica de Wechsler–Lieberman–Read, e constatou-se que resolvendo a equação, a solução existe somente quando o ângulo romboédrico toma um valor crítico menor de 86.2° . Sob esta condição eles obtiveram os resultados que estavam em relação próxima com o plano habitual observado e sua relação de orientação. Porém, foram relatadas algumas controvérsias: (1) Na liga Ti–50Ni é sabido que M_s diminui e a resistividade aumenta com a ciclagem (Nishida *et al.* 1972) mas não se conhece se as transformações de dois estágios $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$ realmente ocorreram em espécimes ciclados. (2) O ângulo observado é, maior que 89° (Ling & Kaplov 1980; Salamon *et al.* 1985). Considerando estes novos experimentos espera-se que os espécimes exibam claras transformações de dois estágios futuramente.

2.6 Ensaios mecânicos na endodontia

2.6.1 Ensaio de flexão em cantilever (flexão em 45°)

Os ensaios de flexão possuem importante aplicação na endodontia e são empregados para previsão do comportamento de materiais como brocas, grampos e limas. Em geral, quanto maior a flexibilidade de uma lima endodôntica, menor será a possibilidade de ocorrência de desvio apical durante o tratamento do sistema de canais radiculares (Elias & Lopes 2007).

Segundo Elias & Lopes (2007) o ensaio de flexão consiste em aplicar uma carga compressiva na direção perpendicular ao longo eixo do instrumento e medir sua resistência ao encurvamento (deformação elástica). Neste ensaio pode-se determinar o limite de resistência à flexão, o módulo de elasticidade, o módulo de resiliência e a variação da flecha com a carga aplicada. Segundo a especificação da ADA nº 28 os ensaios em cantilever poderiam ser realizados com os arcos de 30°, 45°, e 90°; porém em 1981 ficou convencionado o de 45°.

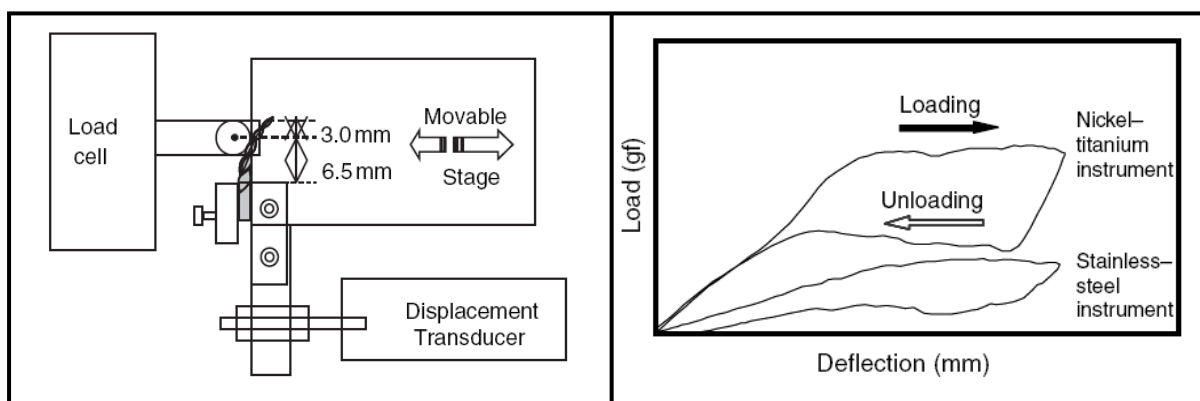


Fig. 2 (a) diagrama esquemático do dispositivo para teste de flexão em cantilever, (b) gráfico tensão deformação do ensaio realizado (Miyai et al. 2006).

Materiais metálicos como limas endodônticas apresentam comportamentos variados dependendo da sua liga, desenho do instrumento e volume do material. Materiais metálicos ao serem submetidos a uma força armazenam certa energia (resiliência) e durante o descarregamento liberam parte desta energia. Às vezes a energia aplicada não é a mesma liberada. Para o aço inoxidável e outros metais, praticamente toda energia armazenada no carregamento é liberada. Nas ligas NiTi, o trajeto das curvas de tensão deformação não são o mesmo, o que significa que a quantidade de energia liberada no descarregamento é menor que a empregada para o carregamento. Esta diferença é denominada histerese (Elias & Lopes 2007).

Para os instrumentos endodônticos a norma utilizada é a nº 28 da ADA. Por esta norma a flexão em cantilever deve ser realizada em pelo menos 10 instrumentos. Deve-se remover o cabo do instrumento e fixá-lo a 3mm da ponta (D_0) aplicando a carga na extremidade livre (Elias & Lopes 2007).

Serene *et al* (1995) compararam os instrumentos de aço inoxidável com os de NiTi e constataram que os instrumentos de aço necessitavam de uma carga superior para serem flexionados em relação aos de NiTi. Isto ocorreu devido à diferença nas propriedades mecânicas proporcionadas pelas ligas utilizadas para a produção do instrumento.

Esposito & Cunningham (1995) relataram que as limas tipo-K de aço a partir do diâmetro 30 podem gerar transporte de canal devido seu alto módulo de elasticidade. Miyai *et al.* (2006) demonstraram em seu estudo que limas tipo K de aço possuem baixos valores de carga devido à sua baixa conicidade, porém elas permanecem permanentemente deformadas após a remoção da mesma.

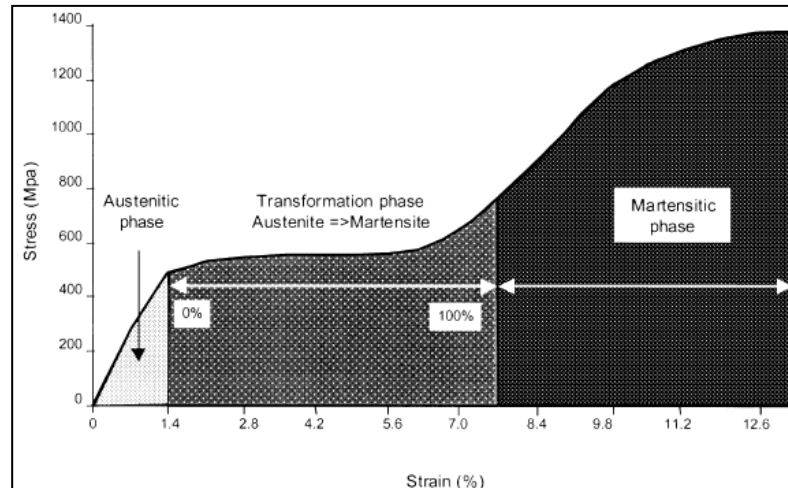


Fig. 3 Gráfico tensão × deformação demonstrando as fases da liga de NiTi.

Thompson IEJ (2000).

2.6.2 Ensaio de microdureza Vickers

O conceito de dureza é comum em todas as áreas e pode ser definido como a capacidade do material em resistir ao risco, ser deformado, à deformação plástica ou ao desgaste (Elias & Lopes 2007).

Segundo Elias e Lopes (2007) este ensaio utiliza um penetrador de diamante com a forma da ponta piramidal de base quadrada com ângulo de 136° entre as faces opostas. A força pode ser ajustada desde 1 a 120 Kgf (1; 2,5; 5; 10; 15; 20; 30; 50; 100 e 120 Kgf) , esta força é estimada de acordo com a espessura e a natureza do material que terá sua dureza aferida. Normalmente as cargas escolhidas são de 30 e 50 Kgf. O tempo é determinado entre 15 e 20 segundos em função do tamanho da marca deixada. A dureza Vickers é determinada pela média dos comprimentos das diagonais de um losango tendo como unidade N/mm^2 ou Kgf/mm^2 .

Neste ensaio devido à impressão microscópica deixada no material, a preparação da amostra deve ser feita com mais cautela. Devem-se embutir os

corpos de prova em resina epóxi ou acrílica e realizar um polimento rigoroso, ou seja, nos critérios para a avaliação metalográfica (lixa 1000 com alumina ou polimento eletrolítico). As marcas geradas no ensaio são tão pequenas que não inutilizam a peça, o que pode caracterizá-lo como um ensaio não destrutivo.

Anomalias podem ocorrer nas marcas de impressão, ou seja, os quadriláteros não possuem os lados paralelos. Isto pode ocorrer em duas situações: em materiais macios ou ligas metálicas recozidas devido à deformação plástica do metal ou em metais encruados (deformados a frio) devido à aderência do material ao penetrador. No primeiro caso a marca representará valores de dureza menores que deveriam e as faces do quadrilátero serão côncavas enquanto no segundo caso ocorrerá o oposto, ou seja, as faces do quadrilátero serão convexas e o valor da dureza será maior que o real.

3 Objetivos do estudo

O objetivo geral deste trabalho é caracterizar os instrumentos TF[®].

Os objetivos específicos deste trabalho são:

- Avaliar micromorfologicamente as limas com 4 conicidades diferentes.
- Avaliar sob microscopia eletrônica de varredura a existência de defeitos de fabricação.
- Avaliar a flexibilidade das limas sob o ensaio de flexão em cantilever em 45°.
- Obter valores nominais da microdureza Vickers de 3 conicidades (0,06; 0,08 e 0,1 mm/mm).

4 Materiais e métodos

4.1 Avaliação micromorfológica

O estudo micromorfológico dos instrumentos traz informações importantes para o entendimento do seu comportamento clínico e para conferir características fornecidas pelo fabricante. Este estudo foi realizado no laboratório de microscopia do Instituto Militar de Engenharia.

Para este estudo foram adquiridas 8 caixas sortidas grandes de 27 mm , 5 caixas sortidas pequenas e uma caixa sortida pequena de 23mm (TF[®] Twisted Files - Califórnia - EUA). As caixas sortidas grandes são compostas por instrumentos de conicidade 6, 8 e 10 e as pequenas por conicidades 4, 6 e 8. Todos os instrumentos com diâmetro da ponta D_0 25. Foram utilizados 5 instrumentos de cada conicidade com o comprimento de 27mm para análise.

Foram avaliados o ângulo da ponta, o ângulo da hélice, o comprimento da base da ponta e a conicidade. Para isto foi utilizado o microscópio ZEISS com câmera pixelINK modelo PL- a662 acoplada com fonte de luminosidade ZEISS 1500 LCD. A conicidade foi avaliada utilizado um zoom de 1,6× com objetiva de 1,0× com uma luminosidade de 2800K. As demais medidas foram avaliadas com um zoom de 5× com objetiva de 1,0× com uma luminosidade de 3000K.

4.1.1 O ângulo da ponta

Para avaliação do ângulo da ponta foi utilizada uma ferramenta que permite o aferir diretamente com um traçado das tangentes que convergem da ponta do instrumento como sugerido por Lopes & Siqueira Jr (2004).

4.1.2 Ângulos das hélices

Foram aferidos três ângulos de hélice para cada instrumento. O critério de seleção das hélices para se aferir os ângulos foi de acordo com a definição da mesma na imagem gerada e tentando estabelecer uma simetria dentro de cada instrumento. Em algumas limas a primeira e a última hélice não se apresentaram bem definidas e isto pode se tornar um viés na pesquisa, pois dificulta a medição do ângulo. Após um estudo piloto foram determinados os números de hélices existentes para cada instrumento e foram selecionadas as seguintes hélices.

Tab. 1 A distribuição das hélices com ângulos medidos. As hélices selecionadas para análise estão marcadas de vermelho.

Conicidade	Hélices eleitas para análise										
0.04	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
0.06	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
0.08	1	2	3	4	5	6	7	8	9		
0.10	1	2	3	4	5	6	7				

4.1.3 Conicidade dos instrumentos

A conicidade dos instrumentos foi medida através do cálculo da diferença entre dois diâmetros bem definidos no instrumento e a divisão deste valor pela distância entre estes pontos.

4.1.4 A base da ponta

A base da ponta foi medida para cada instrumento a 1 mm da ponta tangenciando a margem na parte superior e inferior do instrumento.

As imagens obtidas para avaliação das medidas foram capturadas com o programa Axio Vision4.4.

4.2 *Avaliação no Microscópio eletrônico de varredura (MEV)*

Dois instrumentos de cada conicidade foram observados no MEV para avaliação da:

- Aresta lateral de corte
- Ponta do instrumento
- Junção intermediário x haste de fixação
- Superfície de acabamento

As imagens de microscopia eletrônica foram obtidas no Microscópio Eletrônico de Varredura (marca JEOL, modelo ISM 5800 IV) no laboratório de microscopia eletrônica (LME) do Instituto Militar de Engenharia.

4.3 Ensaio de flexão em 45°

Os ensaios de flexão em 45° foram realizados no laboratório de ensaios mecânicos do Instituto Militar de Engenharia utilizando-se a máquina de ensaio universal EMIC DL1000. A célula de carga utilizada foi de 20 N (Trd 17) e foram medidos os deslocamentos em três pontos. Ponto1: deslocamento 5mm, ponto 2: deslocamento 10mm e ponto 3: deslocamento de 15 mm. As limas foram ensaiadas dentro da norma nº 28 da ADA já mencionada no item 2.6.1. Uma morsa de aço protegida com uma lâmina de cobre projetada para o ensaio foi utilizada para imobilizar a lima à 3mm da ponta conforme a norma estabelece, e esta foi afixada através de um mandril Jacob em uma morsa (JCM) com ajuste de angulação ajustada em 45°.

Os 10 instrumentos foram afixados de modo que a parte ativa somada ao intermediário somasse 25 mm, para que o ensaio em cantilever pudesse ser comparado com de outros instrumentos posteriormente. Os instrumentos endodônticos normalmente são fabricados nos comprimentos de 25mm e 31mm, e as limas TF[®] nos comprimentos de 23 e 27 mm. O comprimento influencia neste ensaio, portanto a imobilização conforme descrito foi realizada com o intuito de que a flexibilidade deste instrumento pudesse ser comparada com outros instrumentos de comprimentos convencionais. Foram ensaiados instrumentos de conicidade 4 (n=10), 6 (n=10) e 8 (n=10).

Os resultados foram obtidos pelo programa Tesc versão 3.04 onde foram avaliados: a força máxima (gf), as forças nos pontos 1, 2 e 3 (gf), e a deformação na força máxima (mm).

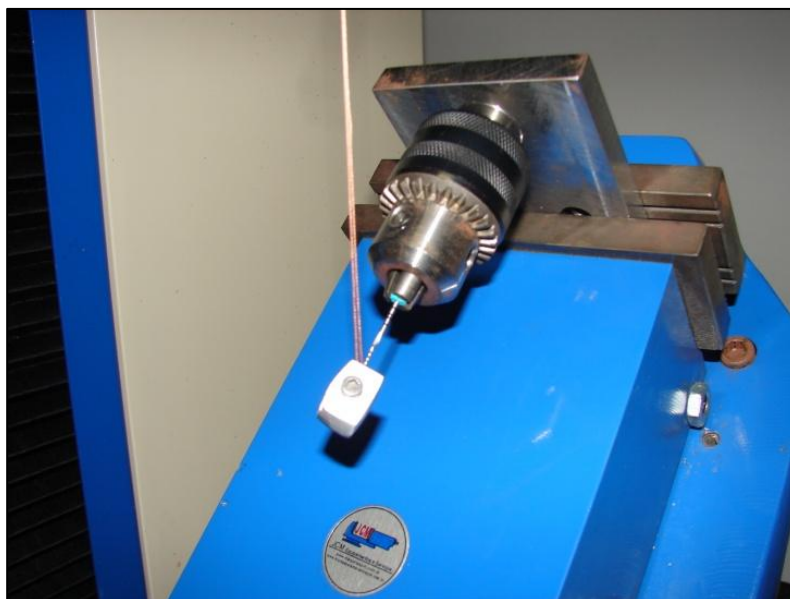


Fig. 4 Lima TF[®] inserida na morsa e presa por um mandril de Jacob. O instrumento fica em uma angulação de 45° e é tracionado por um ponto fixo à 3mm da ponta onde está fixada uma morsa desenvolvida propriamente para o ensaio.

4.4 Microdureza Vickers

Este ensaio foi realizado no laboratório de ensaios mecânicos do IME. Foi utilizada uma caixa de limas contendo instrumentos de conicidade 0,06; 0,08 e 0,1 mm/mm. O embutimento foi realizado com resina cristal (Duque Fibras; Duque de Caxias - RJ) vertido em “caps” de PVC (Tigre DN 40 NBR 5688) previamente vaselinados. Cada corpo de prova foi constituído de um instrumento somando um total de três.

A haste de fixação foi mantida paralela à base do recipiente com a finalidade da manutenção da ponta do instrumento após o preparo para o ensaio. Foram utilizadas lixas Norton de granulação 200, 300, 400, 600 e 1200 para o lixamento e polimento do corpo de prova.

Foi utilizado o microdurômetro Micromet 2003 Buehler. As edentações foram feitas com 100gf durante 15s e avaliadas com um aumento de 40×. Foram feitas cinco na parte ativa e no intermediário de cada corpo de prova.



Fig. 5 Microdurômetro utilizado no ensaio para obtenção da microdureza Vickers.

4.5 *Análise estatística*

Os dados obtidos a partir dos ensaios de flexão e microdureza Vickers foram analisados estatisticamente pelo teste de Kruskal-Wallis para comparação dos três instrumentos de conicidades diferentes, complementado pelo teste de comparações múltiplas de Student-Newman-Keuls. Além disso, a microdureza Vickers de cada instrumento na porção do intermediário foi comparada empregando-se o teste de Mann-Whitney. O nível de significância escolhido em todas as análises foi de 5%.

5 Resultados

5.1 Micromorfologia

Os resultados obtidos na observação microscópica das limas foram os de acordo com as tabelas:

5.1.1 O ângulo da ponta

Foi possível observar que as pontas dos instrumentos são arredondadas.

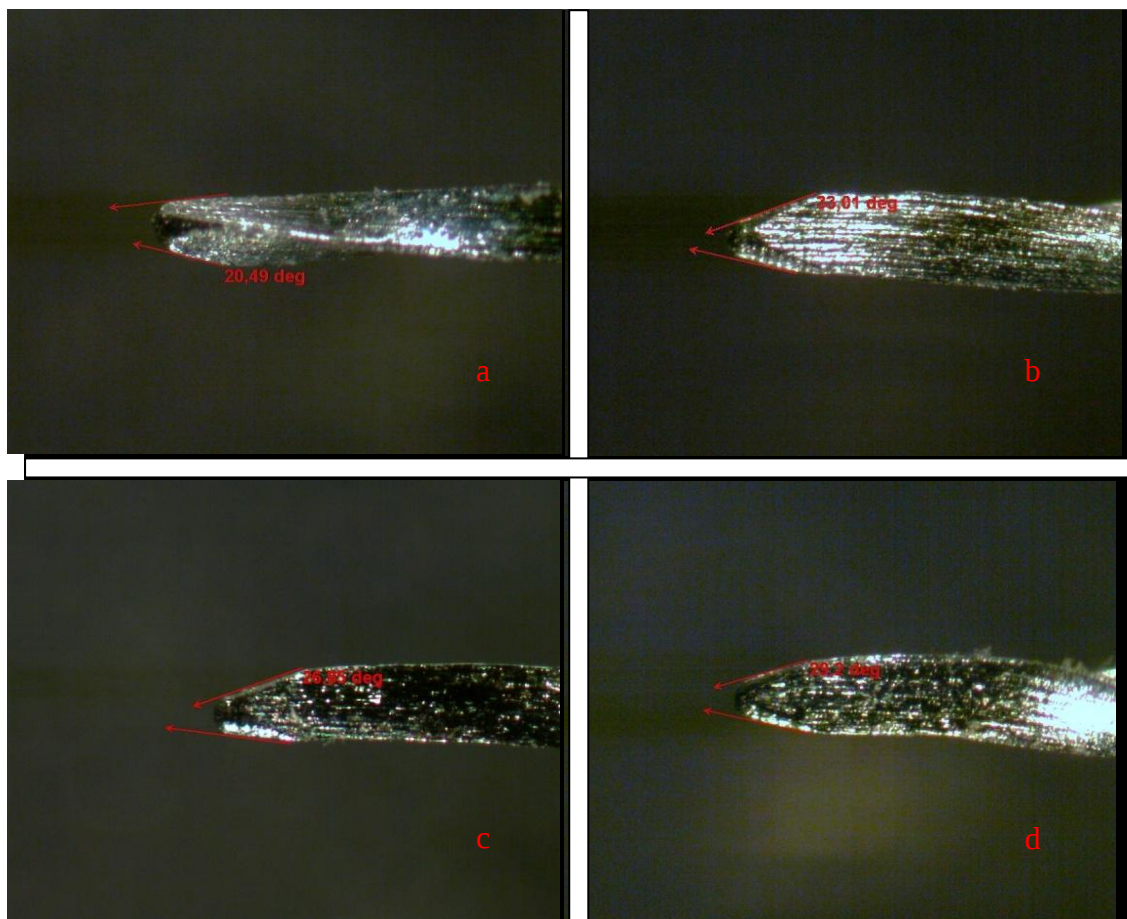


Fig. 6 Imagens de microscopia óptica dos ângulos da ponta dos instrumentos de conicidade (a) 0,04mm/mm; (b) 0,06 mm/mm; (c) 0,08 mm/mm e (d) 1,0 mm/mm.

Tab. 2 Valores dos ângulos das pontas dos instrumentos TF[®] em graus e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	Conicidade 0,04 mm/mm (graus)	Conicidade 0,06 mm/mm (graus)	Conicidade 0,08 mm/mm (graus)	Conicidade 0,10 mm/mm (graus)
1	32,75	39,46	26,86	32,12
2	25,92	28,22	57,2	22,71
3	20,49	21,82	25,99	22,85
4	26	33,01	25,03	20,51
5	27,67	39,54	26,85	29,2
Média	26,56	32,41	32,39	25,48
Desvio Padrão	4,39	7,59	13,89	4,92

5.1.2 Ângulos das hélices

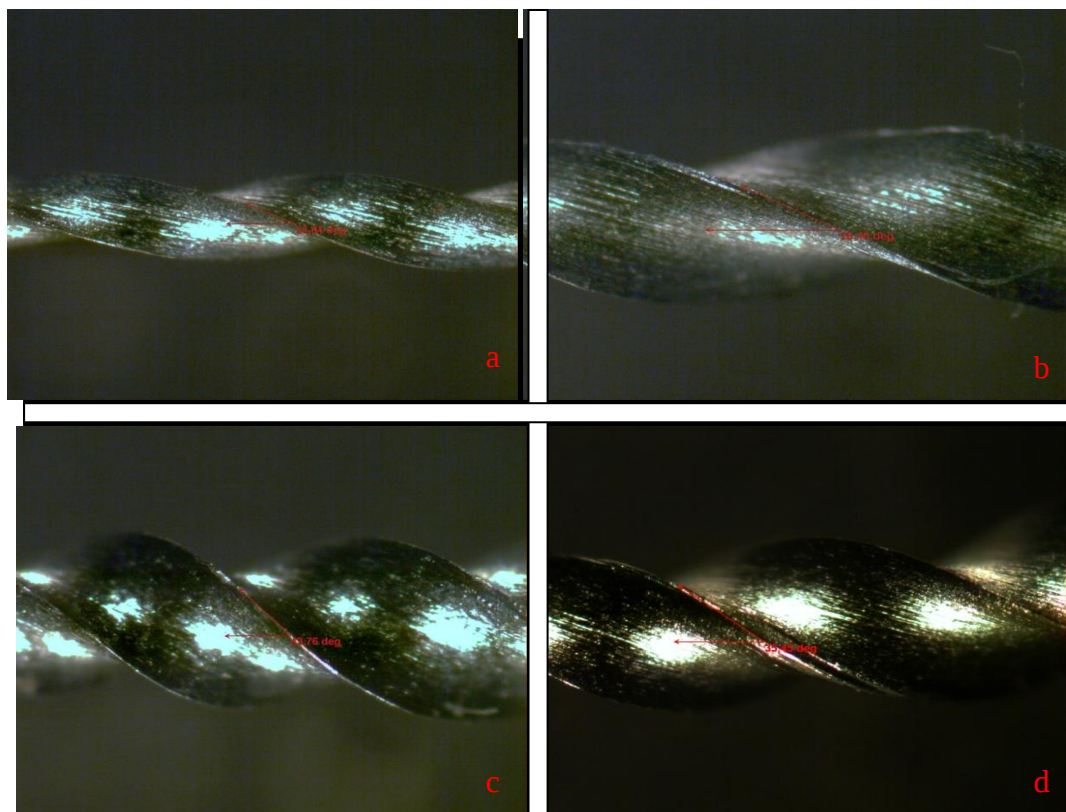


Fig. 7 Ângulo da última hélice dos instrumentos de conicidade; a) 4 mm/mm, b) 6 mm/mm, c) 8 mm/mm e d) 10mm/mm.

Tab. 3 Valores em graus dos ângulos das hélices dos instrumentos TF[®] de conicidade 0,04 mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	2ª Hélice (graus)	5ª Hélice (graus)	8ª Hélice (graus)
1	11,13	20,33	19,51
2	13,52	14,79	20,29
3	16,30	17,06	22,9
4	15,17	18,43	22,81
5	14,06	22,07	23,04
Média	14,04	18,50	21,71
Desvio Padrão	1,94	2,82	1,68

Tab. 4 Valores em graus dos ângulos das hélices dos instrumentos TF[®] de conicidade 0,06 mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	1ª Hélice (graus)	5ª Hélice (graus)	9ª Hélice (graus)
1	15,47	25,12	31,57
2	15,54	28,17	26,36
3	14,74	29,34	25,18
4	20,70	23,20	26,48
5	16,45	26,30	28,49
Média	16,58	26,43	27,6
Desvio Padrão	2,38	2,43	2,50

Tab. 5 Valores em graus dos ângulos das hélices dos instrumentos TF[®] de conicidade 0,08 mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	1ª Hélice (graus)	4ª Hélice (graus)	8ª Hélice (graus)
1	15,33	29,61	43,76
2	13,06	24,97	23,33
3	12,49	24,94	32,11
4	12,79	30,82	31,42
5	13,29	24,82	29,16
Média	13,39	27,03	31,96
Desvio Padrão	1,12	2,94	7,48

Tab. 6 Valores em graus dos ângulos das hélices dos instrumentos TF[®] de conicidade 0,10 mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	2ª Hélice (graus)	4ª Hélice (graus)	6ª Hélice (graus)
1	22,45	29,46	35,62
2	18,27	30,77	33,92
3	23,28	24,78	32,6
4	17,42	29,3	23,19
5	25,09	23,59	35,45
Média	21,30	27,58	32,16
Desvio Padrão	3,3	3,18	5,16

5.1.3 Conicidade dos instrumentos

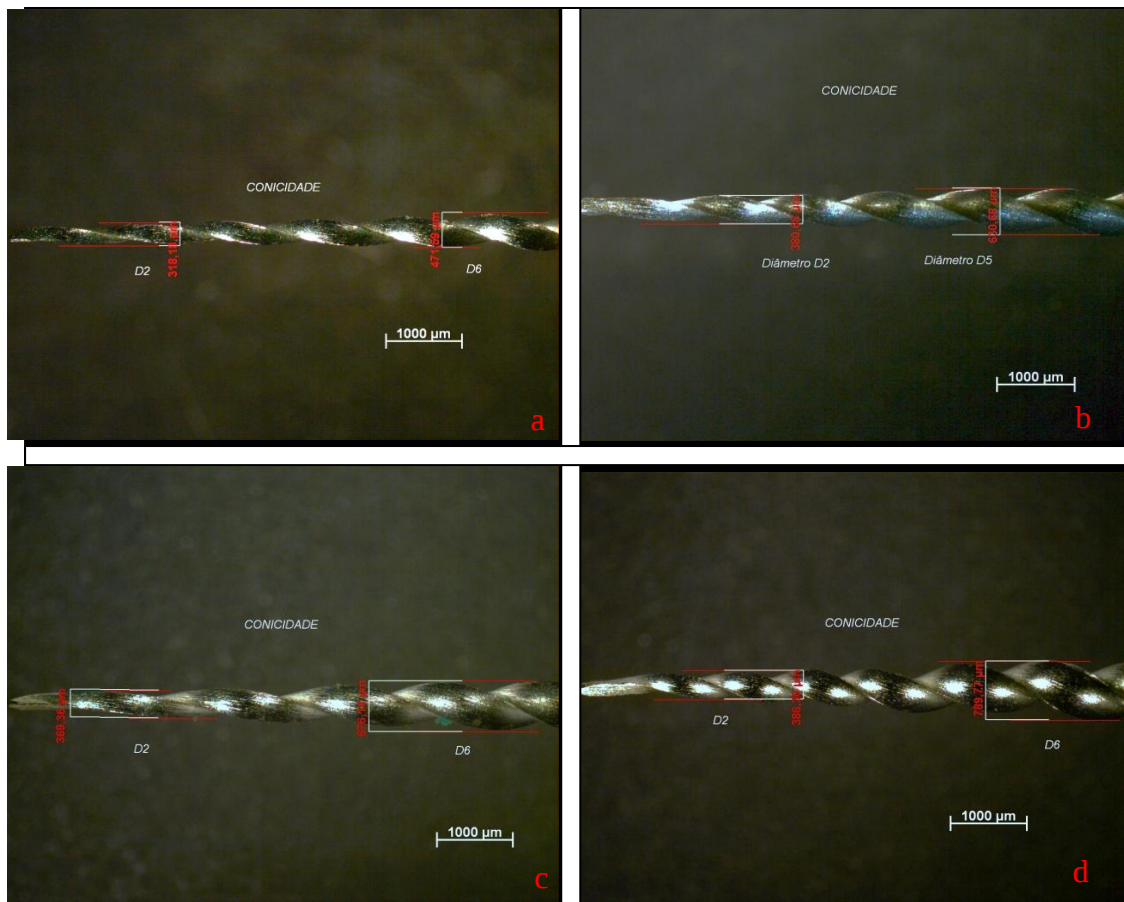


Fig. 8 Imagens para o cálculo da conicidade dos instrumentos TF[®] de (a) 0,04mm/mm, (b) 0,06 mm/mm, (c) 0,08 mm/mm e (d) 1,0 mm/mm.

Tab. 7 Valores das conicidades dos instrumentos TF[®] em mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	Conicidade nominal 0,04 (mm/mm)	Conicidade nominal 0,06 (mm/mm)	Conicidade nominal 0,08 (mm/mm)	Conicidade nominal 0,10 (mm/mm)
1	0,039	0,061	0,078	0,1
2	0,038	0,062	0,076	0,095
3	0,039	0,062	0,076	0,1
4	0,044	0,058	0,078	0,1
5	0,036	0,061	0,078	0,1
Média	0,039	0,061	0,077	0,099
Desvio Padrão	0,0029	0,0016	0,0010	0,0022

5.1.4 A base da ponta

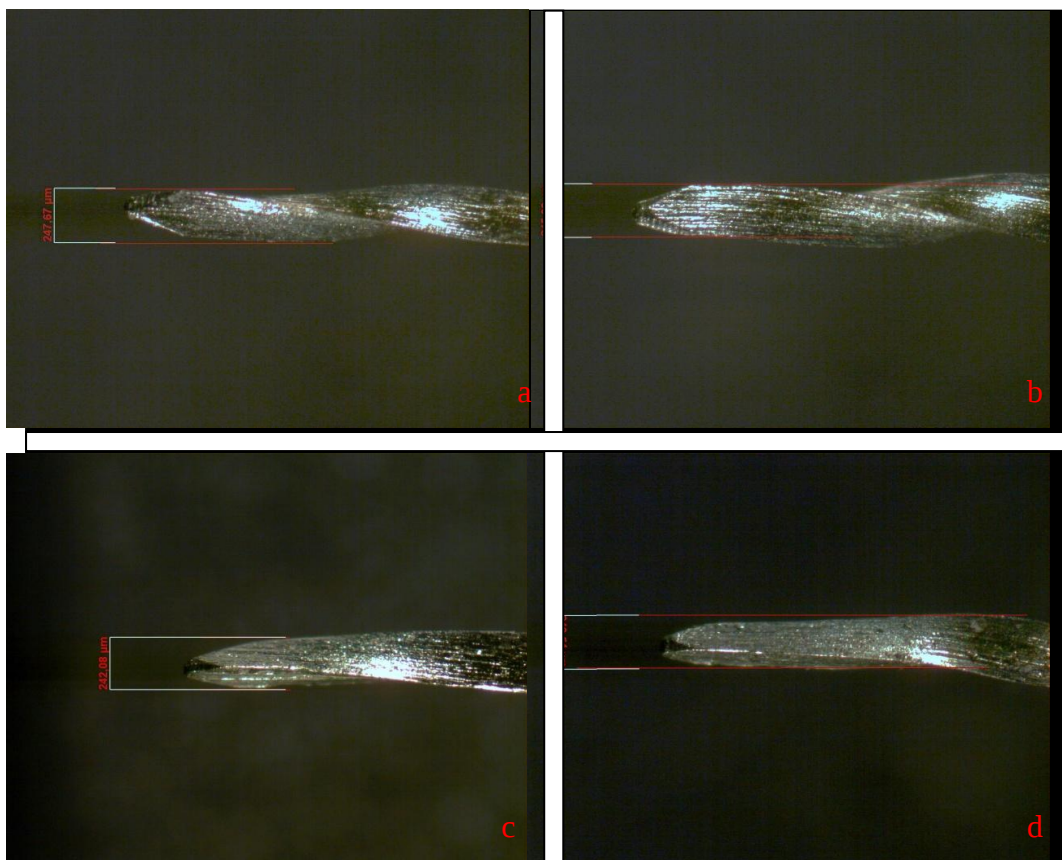


Fig. 9 Medidas da base da ponta dos instrumentos TF[®] de conicidade (a) 0,04; (b) 0,06; (c) 0,08 e (d) 0,1 mm/mm.

Tab. 8 Valores das medidas das bases das pontas das limas TF[®] em mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	Conicidade 0,04 mm/mm (mm)	Conicidade 0,06 mm/mm (mm)	Conicidade 0,08 mm/mm (mm)	Conicidade 0,10 mm/mm (mm)
1	0,23	0,24	0,24	0,24
2	0,25	0,24	0,24	0,26
3	0,24	0,27	0,24	0,27
4	0,26	0,24	0,25	0,26
5	0,24	0,24	0,23	0,27
Média	0,24	0,25	0,24	0,26
Desvio Padrão	0,011	0,013	0,007	0,012

5.2 Avaliação no Microscópio eletrônico de varredura

Em relação à aresta lateral de corte foi possível observar por meio da microscopia eletrônica de varredura os defeitos importantes provenientes da fabricação, as rebarbas provenientes de mau acabamento superficial e alterações na forma da hélice geradas provavelmente pelo método de fabricação por torção. (Figs. 10, 11 e 12).

A ponta do instrumento apresentou forma arredondada, facetada com ângulo de transição bem definido (Fig. 13).

Assim como já mencionado, o intermediário é usinado a partir da haste de fixação constituindo assim uma única peça (Fig. 14).

Quanto à superfície do instrumento pode-se observar a presença de crateras devido ao arrancamento no momento de trefilação do fio utilizado na fabricação da lima; marcas de usinagem que se apresentam ao longo eixo do instrumento, o que representa que o instrumento é fabricado através do processo de torção e a presença de farpas devido a um acabamento superficial ruim (Figs. 10, 11, 12 e 13).

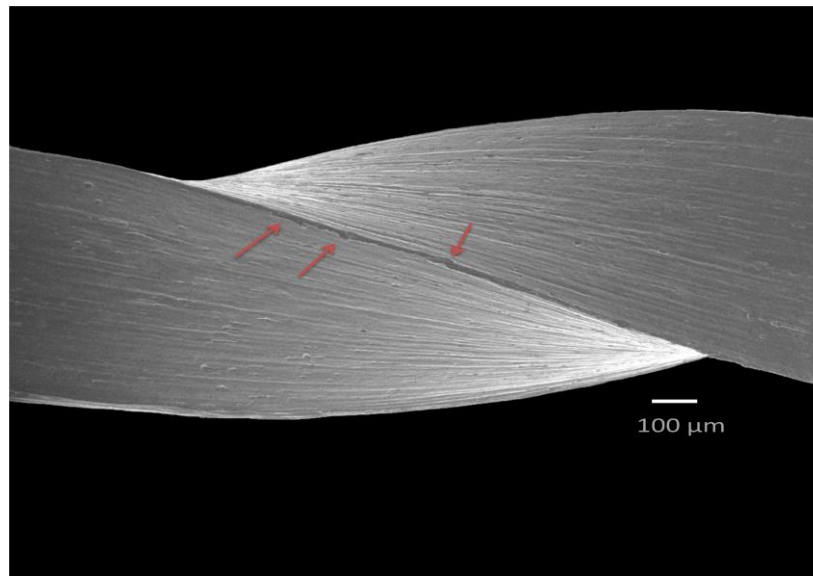


Fig. 10 Imagem da lima TF[®] de conicidade 0,04mm/mm em um aumento de 60×. Setas indicando rebarbas remanescentes devido ao acabamento inadequado do instrumento. Podem-se observar marcas de usinagem ao longo eixo do instrumento.

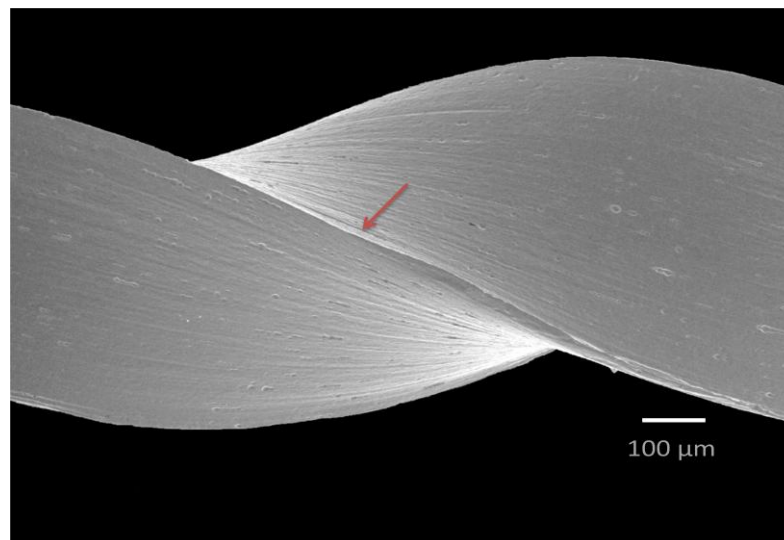


Fig. 11 Depressão presente na hélice de um instrumento TF[®] conicidade 0,08mm/mm aumento de 100×. Além disto, pode-se observar a disposição das marcas de usinagem ao longo eixo do instrumento.

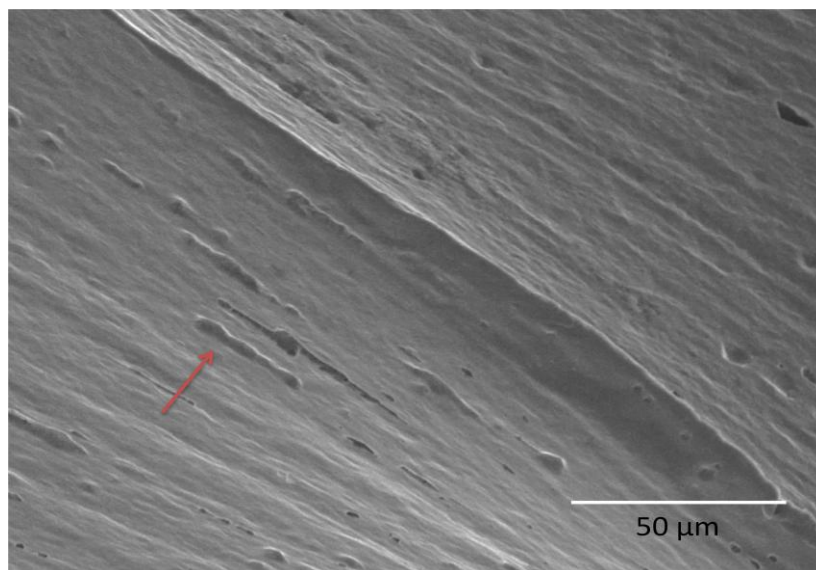


Fig. 12 Imagem do mesmo instrumento com aumento de 500×. Seta indicando defeito na aresta. Notam-se também crateras no acabamento do material.

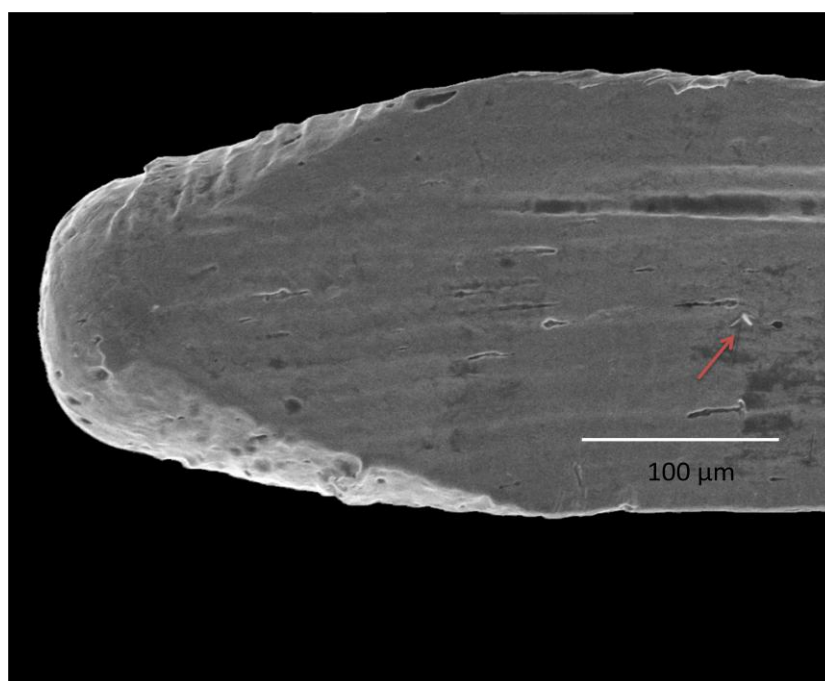


Fig. 13 Ponta do instrumento de conicidade 0,04 mm/mm com aumento de 300×. Seta indicando acabamento ruim do instrumento com presença de farpas.

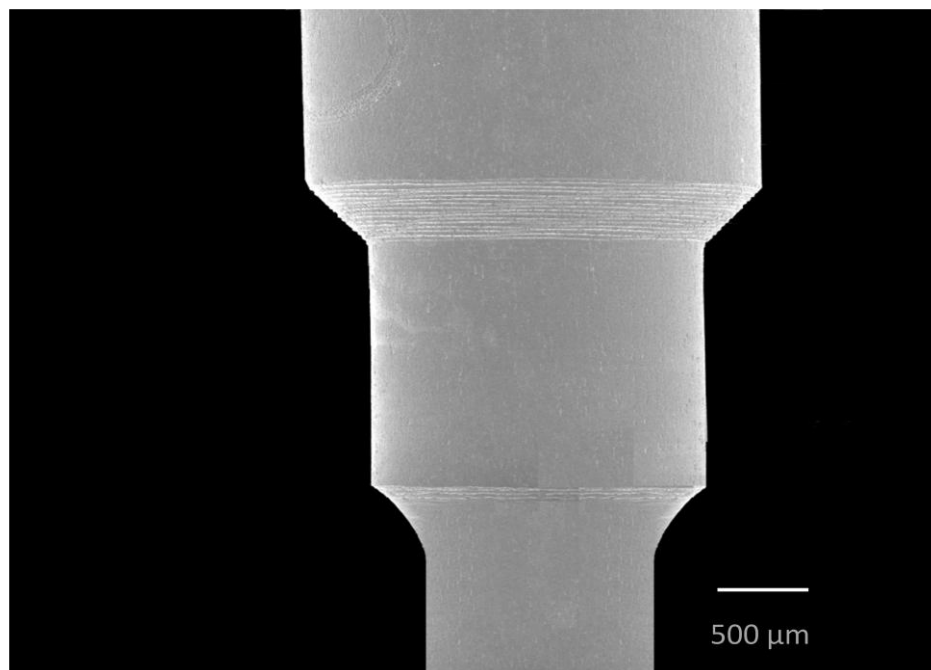


Fig. 14 Junção entre o intermediário e a haste de fixação. Aumento de 27×.

5.3 Ensaio de flexão em 45°

Os dados obtidos nos ensaios das limas TF de conicidade 0,04; 0,08 e 0,10 mm/mm são apresentados nas tabelas 9, 10 e 11.

Tab. 9 Valores do ensaio de flexão em 45° das limas TF® 0,04 mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	Força Max (gf)	Força pt 1 (gf)	Deformação Força Max (mm)	Força pt 2 (gf)	Força pt 3 (gf)
1	137,22	76,53	16,04	96,41	125,83
2	133,69	72,09	16,01	90,12	124,07
3	144,27	72,06	16,01	84,95	127,72
4	141,80	69,84	16,02	95,26	128,41
5	127,06	75,61	16,02	99,74	116,97
6	118,38	57,05	16,06	90,07	109,85
7	131,71	65,44	16,05	87,41	119,11
8	118,31	58,13	16,07	92,50	109,19
9	140,32	70,35	16,07	94,03	126,64
10	124,38	61,10	16,09	92,12	115,23
Média	131,7	67,82	16,04	92,26	120,3
D P	9,432	7,025	0,02810	4,369	7,277
C V	7,161	10,36	0,1751	4,736	6,049
Mínimo	118,3	57,05	16,01	84,95	109,2
Máximo	144,3	76,53	16,09	99,74	128,4

Tab. 10 Valores do ensaio de flexão em 45° das limas TF® 0,06 mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	Força máx (gf)	Força pt 1 (gf)	Deformação Força Máx (mm)	Força pt 2 (gf)	Força pt 3 (gf)
1	243,81	117,77	16,05	177,33	232,36
2	229,91	117,97	16,09	165,60	216,75
3	257,71	122,33	16,03	189,45	245,10
4	274,50	126,50	16,07	181,59	253,53
5	302,93	170,90	16,01	223,22	286,02
6	293,05	151,42	16,11	195,97	273,92
7	278,24	131,67	16,09	180,83	255,69
8	258,63	121,12	16,05	174,05	241,10
9	253,69	126,00	16,08	176,67	238,93
10	243,46	121,22	16,01	174,45	231,97
Média	263,6	130,7	16,06	183,9	247,5
D P	23,18	17,21	0,03329	16,17	20,61
C V	8,795	13,17	0,2073	8,793	8,325
Mínimo	229,9	117,8	16,01	165,6	216,7
Máximo	302,9	170,9	16,11	223,2	286,0

Tab. 11 Valores do ensaio de flexão em 45° das limas TF® 0,08 mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	Força máx (gf)	Força pt 1 (gf)	Deformação Força Máx (mm)	Força pt 2 (gf)	Força pt 3 (gf)
1	416,16	175,09	16,04	290,89	390,55
2	387,59	163,89	15,31	275,13	380,94
3	375,81	172,54	15,37	273,81	368,07
4	355,63	155,21	15,36	250,64	346,08
5	390,55	175,71	15,35	281,85	381,49
6	408,54	149,27	15,33	355,13	401,30
7	408,89	204,65	15,32	297,10	400,02
8	428,79	195,37	15,39	315,71	419,45
9	433,09	207,28	15,31	303,91	424,13
10	401,84	197,96	15,39	327,98	390,55
Média	400,7	179,7	15,42	295,2	390,3
D P	23,88	20,62	0,2204	26,27	23,15
C V	5,960	11,48	1,429	8,899	5,933
Mínimo	355,6	149,3	15,31	250,6	346,1
Máximo	433,1	207,3	16,04	335,1	424,1

A análise estatística dos valores de força máxima (gf) obtidos no ensaio de flexão foi realizada pelo teste Kruskal-Wallis que revelou existir diferença estatisticamente significativa entre os instrumentos de conicidades diferentes ($P < 0,00001$). Assim, foi aplicado o teste de comparações múltiplas de Student-Newman-Keuls que mostrou que o instrumento de conicidade 0,04mm/mm é mais flexível que os instrumentos de conicidades 0,06 e 0,1mm/mm. Além disso, o instrumento de conicidade 0,06mm/mm se mostrou mais flexível que o instrumento de conicidade 0,1mm/mm.

Além disto, foi possível determinar o nível de tensão que promoveu a transformação de fase da liga conforme os gráficos das figuras 15, 16 e 17.

Tab. 12 Valores das forças médias para transformação de fase sob tensão.

Instrumento	TF 0,04mm/mm	TF 0,06 mm/mm	TF 0,08 mm/mm
Força média	100 gf	150 gf	250gf

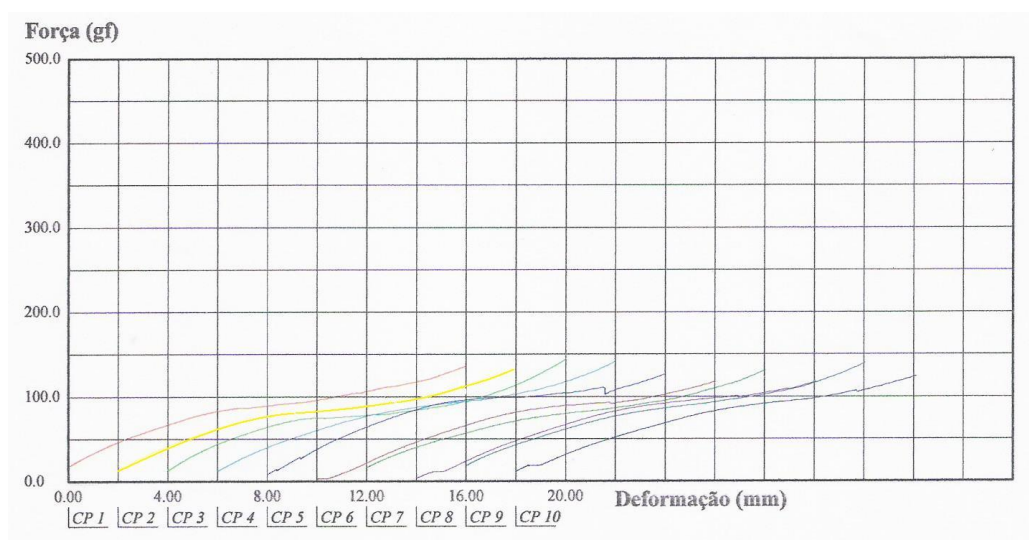


Fig. 15 Gráfico tensão deformação das limas TF[®] de conicidade 0,04 mm/mm.

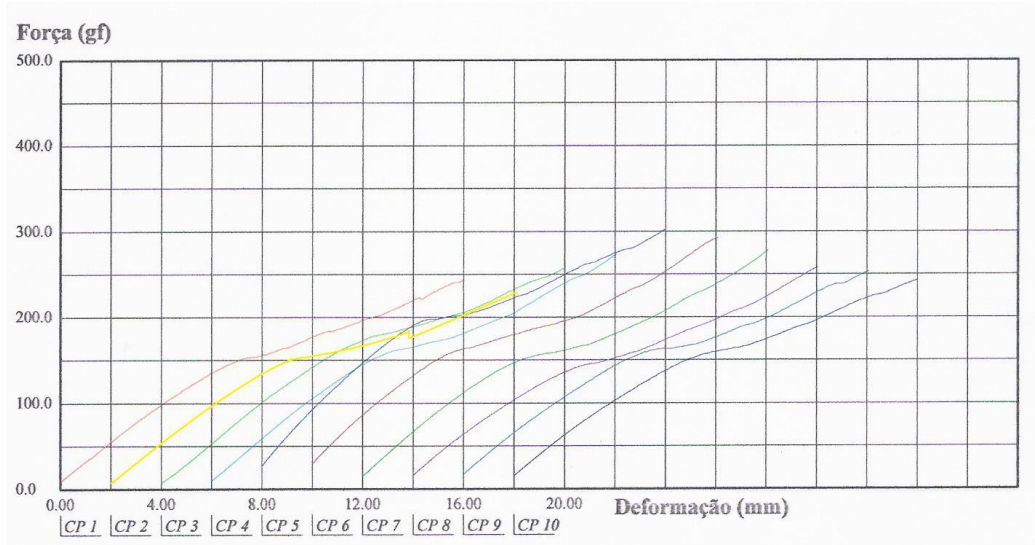


Fig. 16 Gráfico tensão deformação dos instrumentos TF[®] conicidade 0,06 mm/mm

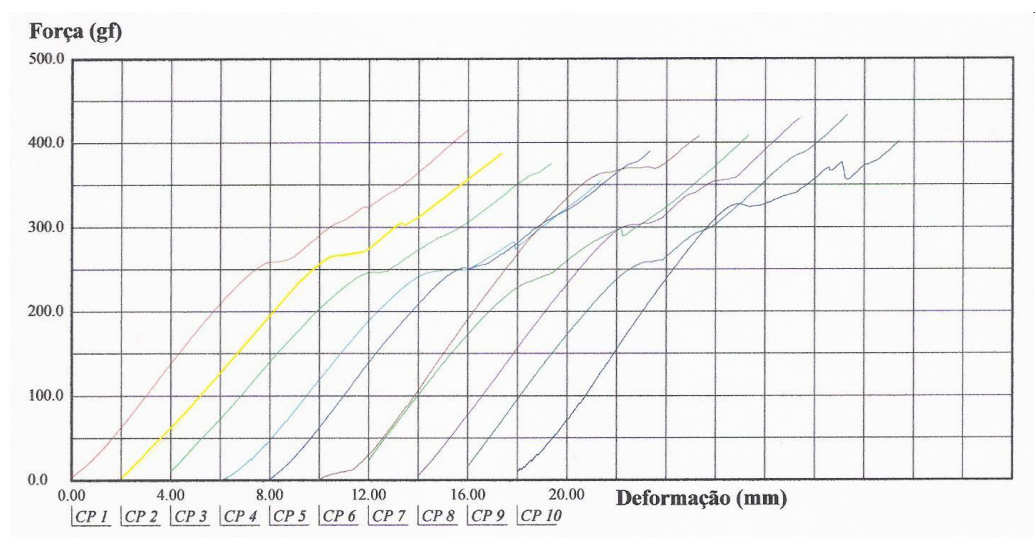


Fig. 17 gráfico tensão deformação dos instrumentos TF[®] 0,08 mm/mm.

5.4 Ensaio de microdureza Vickers

Os dados obtidos no ensaio de microdureza Vickers das limas de conicidade 0,06; 0,08 e 0,10 são apresentadas nas tabelas 13, 14 e 15.

Tab. 13 Valores da microdureza Vickers das limas TF[®] de conicidade 0,06 mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	Intermediário	Parte ativa
1	268,0	292,0
2	308,9	250,6
3	225,1	299,0
4	268,0	300,2
5	292,0	314,0
Média	272,4	291,2
Desvio Padrão	31,6	24

Tab. 14 Valores da microdureza Vickers das limas TF[®] de conicidade 0,08 mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	Intermediário	Parte ativa
1	303,9	314,0
2	241,6	296,7
3	334,3	282,9
4	285,1	270,1
5	299,0	301,5
Média	292,8	293
Desvio Padrão	33,8	17

Tab. 15 Valores da microdureza Vickers das limas TF[®] de conicidade 0,10 mm/mm e respectiva estatística descritiva.

Instrumento	Intermediário	Parte ativa
1	314,0	285,1
2	311,4	268,0
3	276,4	292,0
4	306,4	268,0
5	369,5	282,0
Média	315,5	279
Desvio Padrão	33,7	10,7

Os dados de microdureza Vickers dos instrumentos, em cada conicidade, foram submetidos ao teste de Mann-Whitney revelando que não houve diferença estatística significativa entre os valores de microdureza Vickers do intermediário e da parte ativa de todos os instrumentos ($p > 0,05$).

Os valores de microdureza dos três instrumentos (0,06; 0,08 e 0,10) foram comparados pelo teste de Kruskal-Wallis, que revelou que não há diferença estatística entre os grupos testados ($p=0,658$).

Assim pode-se concluir que não há diferença entre a microdureza Vickers independente da conicidade do instrumento ou da parte testada do mesmo.

6 Discussão

6.1 *Micromorfologia*

Ounsi et al. (2008) concluíram em seu estudo que devido à composição da liga e o processo de fabricação semelhantes, a geometria dos instrumentos ProTaper[®], HERO[®] e K3[®] é o principal ponto que pode definir a diferença das propriedades mecânicas destes instrumentos. Portanto, a caracterização da geometria é importante para explicar o comportamento clínico dos instrumentos endodônticos. Muitos estudos tentam justificar o comportamento mecânico dos materiais através da microestrutura, porém este não é o único fator a ser levado em conta. A avaliação morfológica do instrumento é um fator relevante que também pode justificar o comportamento clínico do material, por isto foi feito no presente trabalho.

A microscopia óptica convencional foi utilizada com o intuito de se avaliar se os instrumentos estão dentro das normas exigidas, ou seja, dentro da tolerância preconizada pela norma número 28 da ANSI/ADA 1988. Além disso, estas características permitem a comparação destes instrumentos com outros já bem estudados.

O ângulo da ponta permite que o instrumento seja introduzido com segurança no interior dos canais radiculares. Ângulos agressivos podem gerar degraus ou desvios no momento da instrumentação. Os instrumentos TF[®] possuem pontas com ângulos de transição suaves, que permitem o trabalho de regiões delicadas como centro de curvaturas com segurança, sem deformação da anatomia original do canal, promovendo um alargamento seguro. De acordo com a classificação de

Lopes & Siqueira JR (2004), a ponta das limas TF[®] podem ser classificadas como arredondadas com um ângulo de transição suave. Com esta configuração, é provável que o instrumento não cause danos no momento do preparo dos canais radiculares.

Segundo Lopes & Siqueira (2004), o ângulo da hélice está relacionado com a capacidade dos instrumentos cortar por limagem ou por alargamento. Instrumentos com ângulos agudos permitem uma instrumentação por alargamento mais eficaz ao passo que ângulos maiores permitem o corte por limagem. Além disso, é importante mencionar o passo da hélice, que quando constante pode levar o instrumento para dentro do canal durante a instrumentação (TF[®] Technical Buletin 2008). Segundo o fabricante estes instrumentos possuem o passo da hélice variável visando melhorar a instrumentação neste sentido. Esta variação combinada ao processo de torção pode ter influenciado nos valores dos ângulos das hélices em relação ao longo eixo do instrumento que em alguns casos se mostram menores em algumas hélices no sentido de D₀ para o intermediário.

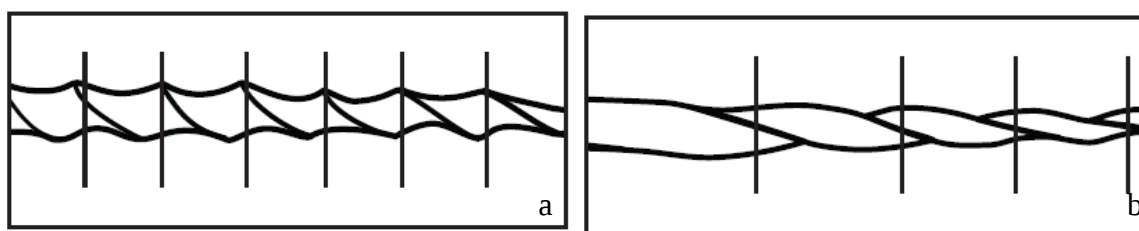


Fig. 18 Passo da hélice constante (a) e variável (b). TF[®] Technical Buletin 2008.

O presente estudo constatou através da observação dos valores dos ângulos das hélices que há uma dificuldade na manutenção do crescimento do valor deste ângulo de D₀ para a haste de fixação. Isto se deve possivelmente pelo processo de

fabricação por torção que dificulta o controle da precisão dos valores destes ângulos.

A base da ponta serve como uma importante referência no momento da instrumentação, pois juntamente com a conicidade, estas informações permitem que se saiba com qual diâmetro se está trabalhando em uma dada região do canal. Cálculos simples podem ser feitos para saber qual instrumento pode ser utilizado em seqüência de maneira eficaz. Os valores encontrados neste estudo foram bem razoáveis indicando que o instrumento se encontra dentro do estabelecido pela norma número 28 da ANSI/ADA em relação aos diâmetros da base da ponta.

Uma dificuldade encontrada na execução do ensaio foi o posicionamento fixo dos instrumentos após a troca de um instrumento para outro. Isto poderia influenciar na contagem do número de hélices, ou até mesmo na forma da ponta, devido à rotação do instrumento e à mudança da sua posição. Portanto, foi criado um batente de silicone pesado (Perfil[®] – Vigodent – Rio de Janeiro – Brasil) para tentar manter um posicionamento fixo e este foi utilizado para todos os instrumentos.

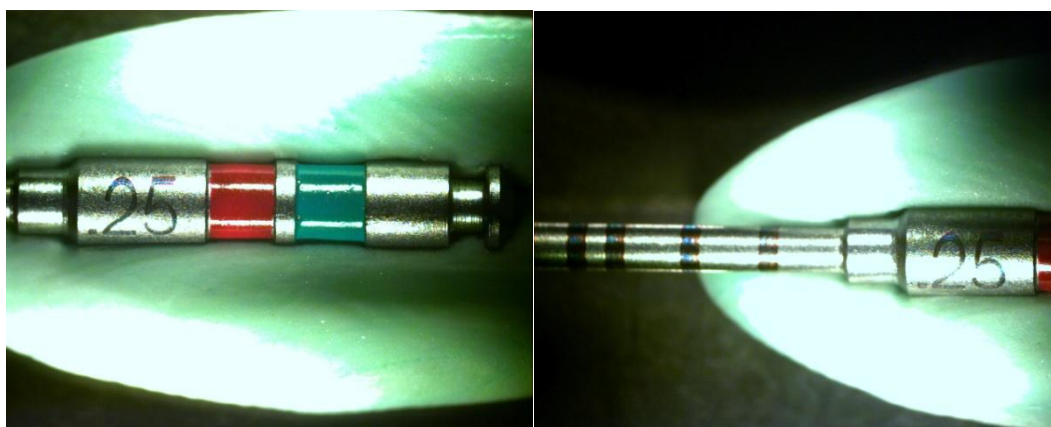


Fig. 19 Fixação do intermediário através de uma base de silicone pesado. Aumento de 1,6× com objetiva de 1,0×. O instrumento fica preso em uma posição fixa padrão mesmo depois da troca.

A base da ponta é importante para o planejamento da sequência de instrumentos que serão utilizados. A precisão da medida fornecida pelo fabricante vai determinar a facilidade de trabalho na clínica, principalmente no que diz respeito à transição de um instrumento para o outro. Devido à dificuldade da manutenção do padrão do posicionamento das limas, nem sempre foi possível aferir esta medida com muita precisão, porém os resultados mostraram baixo desvio padrão e foram considerados satisfatórios.

Foi possível observar também que a haste de fixação não é prensada no intermediário como ocorre nos instrumentos encontrados no mercado. No caso das limas TF[®] a haste de fixação é usinada de forma que a partir dela emergem o intermediário e a parte ativa. Ou seja, o instrumento é completamente de NiTi. Além disto, as marcações feitas no intermediário e o número do diâmetro da ponta são marcados a laser, tentando não gerar ranhuras que poderiam se comportar como concentradores de tensão na superfície do instrumento.

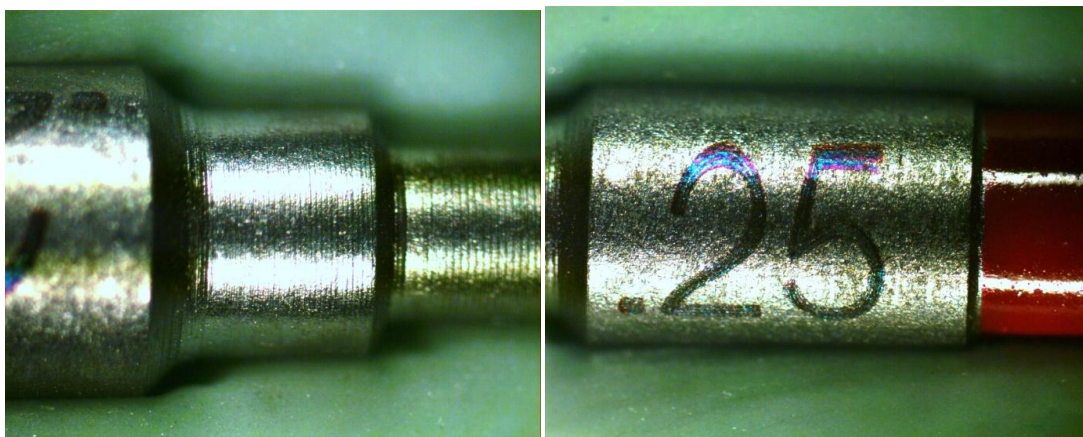


Fig. 20 a) O intermediário é usinado a partir da haste de fixação aumento de 1,6× objetiva 1,0× . b) As marcações do instrumento são feitas a laser.

Segundo o fabricante (TF[®] Technical Buletin 2008) a ausência de outro metal na haste de fixação é interessante, pois evita corrosão galvânica e, além disso, pode-se acrescentar que fica inviável a rotação do intermediário dentro da haste como pode ocorrer com outros instrumentos que possuem a mesma fixada por embricamento mecânico. Foi verificado no atual estudo que o instrumento realmente é composto de uma peça única. A corrosão galvânica não seria um fator muito importante a ser levado em conta devido à vida útil curta do instrumento na clínica. Só teria alguma influência se ficasse estocado por muito tempo e em condições adversas.

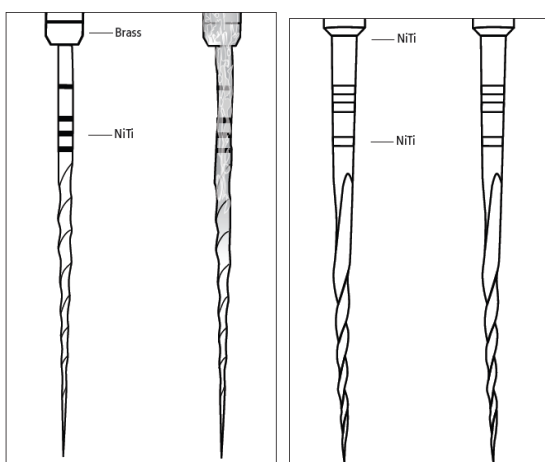


Fig. 21 Corrosão galvânica causada por outro metal na haste de fixação (a). Ausência da corrosão devido a presença da haste de NiTi. TF[®] Technical Buletin 2008.

6.2 Avaliação no Microscópio eletrônico de varredura

Ounsi *et al.* (2008) mencionaram que a seção transversal dos instrumentos fraturados mostra o mesmo aspecto em altas magnificações. Um ponto interessante é a presença de pequenas lacunas distribuídas regularmente no material. Estas lacunas são possivelmente devido ao processo de fabricação, porque quando fundidos os lingotes, a velocidade de difusão dos átomos de Ni para os de Ti é

diferente da que a átomos de Ti migram para o interior do Ni. Isto é conhecido como porosidades de Kirkendall ou efeito de Kinkendall (Tomus *et al.* 2003).

Alapati *et al.* (2005) estudaram 3 instrumentos: ProFile GT[®], ProFile[®] e ProTaper[®] e encontraram em seu estudo os chamados “dimples” circulares, que são microcavidades que surgem da nucleação de microtrincas nas partículas da microestrutura, aspecto clássico observado na superfície de fratura dúctil. Presume-se que isto seja óxido de NiTi (Melton 1990) ou uma interpretação alternativa de fases binárias de NiTi (Goldstein *et al.* 1987). Nas limas ProFile GT[®] os autores encontraram um padrão de fratura transgranular (clivagem), assim como intergranular ao longo dos contornos de grão. Além disso, nos últimos instrumentos citados foram encontradas trincas ao longo eixo do instrumento, ainda não observadas em estudos anteriores. Segundo Kim *et al.* (2010), as limas TF[®] apresentaram um padrão de propagação de trinca diferente dos instrumentos fabricados por torção, porém mais estudos devem ser feitos para verificar a influência dos defeitos longitudinais ao longo eixo do instrumento.

Hong-Sheng *et al.* (2005) reportaram que instrumentos que apresentam padrões de tamanho e distribuição de porosidade similares devem ter sido submetidos a processos de fabricação similares.

Alapati *et al.*(2005), encontraram superfície de fratura do tipo dúctil em instrumentos ProFile[®], típica de instrumentos fabricados em NiTi. Este tipo de fratura ocorre depois de uma significativa deformação permanente. (Dieter 1986). Este resultado corrobora com os estudos de Lopes *et al.* (2001), independentemente do sentido de rotação horário ou anti-horário, a morfologia da superfície fraturada de instrumentos endodônticos de aço inoxidável ou de níquel titânio sempre é do tipo dúctil em ensaios de flexão. Já para Kazemm *et al.* (2000) os instrumentos de aço

inoxidável a fratura é do tipo frágil ao passo que nos instrumentos de níquel-titânio a fratura é dúctil.

A fratura frágil pode ocorrer abruptamente sem deformação permanente (Dieter 1986), o que não gera um alerta sobre a fratura iminente do instrumento (Alapati *et al.* 2005). Porém este fenômeno é inerente aos instrumentos de NiTi e devem ser controlados da melhor maneira possível. Segundo o fabricante a reversão das hélices não irá ocorrer nas limas TF[®] devido à tecnologia da fase-R que promove um módulo de elasticidade superior (TF[®] Technical Buletin 2008).

A análise em altas magnificações ($\times 2500$, $\times 7500$) permite a observação de espaços ou de regiões de separação entre alguns grãos, perda de pequenos grãos, sub-grãos, ou partículas de fase secundária durante o processo de fratura, como observado no estudo de Alapati *et al.* (2005).

Dependendo da microestrutura, módulo de elasticidade e comportamento na deformação permanente de uma liga, as calotas na superfície de fratura indicativas de fratura dúctil vistas ao microscópio com um aumento mais que $1000 \times$, podem ter forma cônica profunda ou rasa (Metals handbook 1987).

De acordo com Kim *et al.* (2010), as limas TF[®] apresentaram uma significativa resistência à fratura por flexão rotativa quando comparadas com outras limas fabricadas pelo método de usinagem, corroborando com os resultados de Gambarini *et al.* (2008) e Laesen *et al.* (2009). Foi afirmado que apesar de similar aparência fractográfica, que indica um mecanismo de fratura similar, instrumentos com abundantes marcas de usinagem parecem ter um maior risco para a fadiga. Entretanto, de acordo com o presente estudo, mesmo apresentando um bom resultado em flexão rotativa, as limas TF[®] poderiam possuir um acabamento

superficial melhor, o que poderia melhorar ainda mais a sua performance clínica em relação à fratura e a sua durabilidade.

O aspecto da superfície encontrado no presente trabalho foi muito semelhante ao encontrado por Kim *et al.* (2010), a pesar de eletropolido pelo fabricante, a superfície não se apresenta perfeitamente lisa, e foi a única que mostrou traços de usinagem como: laminação, aplainamento ou fundição por injeção. Esta observação corrobora com os resultados encontrados neste estudo. Foi observado que no processo de fratura, as marcas de usinagem não contribuem somente para o início da fratura, mas também para o processo de propagação da trinca. As imagens de trinca encontradas nas limas TF[®] e RaCe[®] mostraram um trajeto tortuoso e não linear, diferentemente dos outros instrumentos estudados por Kim *et al.* (2010). Isto pode justificar o maior número de ciclos para que ocorra a fratura nos mesmos. No caso dos usinados, a presença de trincas ao longo das marcas de usinagem pode justificar o menor número de ciclos.

De acordo com Khun *et al* (2001), o estágio de nucleação de trincas é amplamente facilitado pela densidade de defeitos da superfície, portanto, quanto mais bem acabada a superfície, provavelmente maior será o seu número de ciclos no ensaio de flexão rotativa.

Segundo o fabricante o acabamento mantém a integridade estrutural do instrumento e da aresta lateral de corte (TF[®] Tecnical Buletin 2008), porém a superfície observada por Kim *et al.* (2010) e no presente trabalho apresentam defeitos que podem ser melhorados em vista de outros instrumentos já consagrados na literatura.

6.3 Ensaio de flexão em 45°

Segundo Thompson (2000) a transformação de fase das ligas NiTi não mostra alteração macroscópica, exceto pela aplicação de uma força externa. Neste ensaio mecânico foi possível observar no gráfico uma mudança na inclinação das retas que seguiam de certa forma a lei de Hooke. Isto corrobora a informação do autor uma vez que esta mudança de inclinação pode representar graficamente uma evidência da transformação de fase de austenita para martensita nos instrumentos ensaiados. Em sua revisão de literatura o autor apresenta gráficos que possuem grande semelhança com os encontrados neste estudo.

No presente estudo foi possível observar nas curvas dos instrumentos de conicidade 0,04; 0,06 e 0,08 mm/mm uma mudança de inclinação que sugere que ocorreu transformação de fase. Estas forças podem ser extraídas do gráfico no momento da mudança da primeira inclinação. Na primeira inclinação o material está no regime elástico e na segunda inclinação tem-se o regime super-elástico.

Segundo Thompson (2000), o preparo dos canais radiculares promove a transformação martensítica da liga NiTi por tensão. Portanto, os valores de níveis de tensão em que ocorrem as transformações de fase em cada conicidade dos instrumentos encontrados no presente trabalho podem constituir um conjunto de informações importantes para futuros estudos clínicos.

Em sua revisão de literatura Miyai *et al.* (2006) estudaram a relação entre a transformação de fase e as propriedades funcionais de instrumentos endodônticos. Um dos ensaios executados foi a flexão em cantilever promovido por uma nova máquina de teste. Neste estudo foi encontrada uma curva típica relacionada à deflexão e à carga. Eles concluíram que a deformação permanente do NiTi não

excedeu 0,01mm o que significa que o material foi capaz de retomar a sua forma original depois da remoção da carga, o que não ocorreu com uma lima de aço manual utilizada como controle que teve uma deflexão residual de 0,20mm. Porém os autores não relataram a força média da transformação de fase por tensão como no presente estudo, o que seria interessante no âmbito clínico, pois futuros estudos poderão sugerir a utilização de certos instrumentos em regiões específicas dos canais radiculares.

De acordo com Schäfer *et al.* (2003) a seção transversal do instrumento é o principal fator que afeta as propriedades de flexão dos instrumentos. Isto é razoável uma vez que quanto maior a área maior será o volume de metal no núcleo do instrumento. No atual estudo, o fator que influenciou a força máxima para flexionar os instrumentos até 45° foi a conicidade dos instrumentos. A conicidade vai influenciar pelo mesmo motivo a flexibilidade dos instrumentos; portanto, se mantivermos a ponta de um mesmo diâmetro, quanto maior a conicidade menor a flexibilidade como de acordo com os resultados encontrados.

Miyai *et al.* (2006) relataram que o valor da carga para flexão não depende tão somente da seção transversal do instrumento. O valor da carga dos instrumentos EndoWave® foi menor do que a dos instrumentos Hero® e K3®, apesar de os mesmos possuírem quase a mesma seção transversal. A ProTaper® possui um pequeno valor de carga e possui grande área de seção transversal. Vem sendo sugerido que outros fatores, como as características de transformação de fase, podem influenciar na flexibilidade (Yoneyama *et al.* 1993).

Entretanto deve-se ressaltar que o último autor não levou em conta o diâmetro dos instrumentos no centro da curva no momento do seu carregamento máximo. Este diâmetro será ditado pela conicidade do instrumento. Conicidades variadas como as

limas do sistema ProTaper® podem proporcionar flexibilidade em certas regiões do instrumento ao passo que em outras não, de acordo com o projeto do fabricante. Logo, o desenho de projeto do instrumento deve ser levado em conta como um todo, além da influência da propriedade das ligas, assim como já relatado por Onusi *et al.* (2007) na conclusão de seu estudo. Assim, todos estes fatores devem ser considerados para uma avaliação correta da flexibilidade, por isso a morfologia e as propriedades mecânicas de flexão e microdureza Vickers das limas TF® foram investigadas no presente trabalho visando possibilitar futuras comparações.

Segundo Mikay *et al.* (2006) e Hayashi *et al.* (2007), a flexibilidade do instrumento é influenciada pela composição da liga quando ela promove uma transformação em dois estágios. A fase R ou romboboidal possui ótimo efeito memória de forma e superelasticidade, seu módulo de elasticidade de Young é inferior ao da austenita, portanto um instrumento que passe por esta fase será mais flexível. Futuros estudos utilizando DSC poderiam elucidar melhor a influência da fase R na flexibilidade do instrumento.

A comparação de instrumentos com morfologia diferentes certamente irá gerar um viés na pesquisa. No presente estudo foi comparada a flexibilidade de instrumentos com seção transversais iguais, de mesma liga metálica e diâmetro da ponta igual; assim foi possível constatar a influência da conicidade na flexibilidade do instrumento e na transformação de fase de cada grupo de instrumento conicidades (0,04; 0,06 e 0,08 mm/mm).

Khun & Jordan (2002), utilizaram o ensaio de flexão em cantilever para comprovar se havia diferença nas propriedades mecânicas de instrumentos tratados termicamente em diferentes temperaturas, e constataram que o recozimento do material influencia diretamente no comportamento de tensão deformação do

instrumento. Um próximo passo poderia ser a comparação da flexibilidade de um instrumento com mesma morfologia da lima TF[®] porém fabricada pelo processo de usinagem, como por exemplo, os instrumentos K₃.

Yahata et al. (2009), utilizaram o mesmo dispositivo proposto por Miyai et al. (2006) para verificar a flexibilidade de protótipos tratados termicamente. Porém diferentemente deste trabalho, os autores não mencionaram a força média para transformação de fase do instrumento sob tensão.

Conclui-se que o ensaio de flexão em 45° é importante para: determinar a flexibilidade dos instrumentos endodônticos de diferentes marcas e submetidos a diferentes condições externas viabilizando a comparação entre eles e determinar a força média em que ocorre a transformação de fase por tensão.

6.4 Microdureza Vickres

O ensaio foi realizado de acordo com as especificações e as micro-indentações não apresentaram deformações. Os valores obtidos possuíam compatibilidade com limas de NiTi como relatado por Lopes & Elias (2004), ou seja valores médios de 345 HV para limas de NiTi (Limas NiTi- flex). Serene *et al.* (1995) encontrou valores entre 303 e 362 para microdureza de ligas de NiTi utilizadas para confecção de instrumentos endodônticos. No presente estudo o valor médio encontrado foi de 289; ou seja, um valor compatível com o encontrado pelos outros autores.

Segundo Liu et al. (1997), o valor da microdureza dobra em uma amostra totalmente recristalizada. Logo a microdureza possui grande importância para a avaliação dos instrumentos endodônticos se contrapondo ao teste de flexão,

trazendo uma informação mais consistente. Kuhn & Jordan (2002) relacionaram em seu estudo o tratamento térmico, a flexibilidade e a dureza do material testado. Quando a temperatura ultrapassa a temperatura de recristalização ocorre a redução da densidade de discordâncias e dos campos de tensão interna e, assim, a Fase-R não é mais formada. A dissolução de precipitados ricos em Ni aumenta e diminui a temperatura de transformação diminui, aumentando a dureza do material. No âmbito clínico este tratamento não é interessante.

Khun & Jordan (2002) sugeriram um tratamento térmico de aproximadamente 400°C para reduzir o encruamento da usinagem das limas. No caso dos instrumentos TF[®] este encruamento pode ser controlado de maneira melhor, devido à ausência da etapa de usinagem, e ainda assim há um tratamento térmico segundo o fabricante.

O presente trabalho avaliou a microdureza Vickers com o intuito de verificar se o tratamento térmico empregado na fabricação do instrumento iria influenciar na microdureza Vickers, porém isto não ocorreu. Provavelmente devido ao tratamento térmico abaixo da temperatura de recristalização como proposto por Kuhn & Jordan (2002).

7 Conclusões

Foi feita a caracterização das limas TF[®] e com base na metodologia apresentada no presente trabalho foi possível concluir que:

- Quanto à micromorfologia dos instrumentos TF[®], pode-se concluir que o fabricante atendeu satisfatoriamente aos valores preconizados pela norma número 28 da ANSI/ADA.
- A microscopia eletrônica de varredura permitiu a observação de defeitos importantes de fabricação que estão presentes na superfície de acabamento do instrumento, que segundo o fabricante é eletropolido.
- A flexibilidade do instrumento varia de acordo com a conicidade. Quanto maior a conicidade menos flexível o mesmo será. As forças médias para a transformação de fase por tensão dos instrumentos TF[®] de conicidades 0,04; 0,06 e 0,08 mm/mm são respectivamente 100gf, 150 gf e 250 gf.
- O valor da microdureza Vickers das limas TF[®] se mostrou compatível com o dos instrumentos rotatórios de NiTi fabricados através do processo de usinagem.

8 Bibliografia

AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Specification nº 28. Root canal files and reamers, type K for hand use. Amer Dent Ass junho 1998.

ALAPATI SB, BRANTLEY WA, SVEC TA, POWERS JM, NUSSTEN JM, DAEHN GS. SEM observations of nickel-titanium rotary endodontic instruments that fractured during clinical use. J Endod;31:40–3. 2005.

BRADLEY TG, BRANTLEY WA, CULBERTSON BM. Differential scanning calorimetry (DSC) analyses of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontic wires. Am J Orthod Dentofacial Orthop 1996;109:589–97.

BRANTLEY W. A., SVEC T. A., IJIMA M., POWERS J. M., AND T. H. GRENTZER. Differential Scanning Calorimetric Studies of Nickel Titanium Rotary Endodontic Instruments. JOE 2002 agosto, vol. 28, nº. 8: p.567-572.

BRANTLEY W. A., SVEC T. A., IJIMA M., POWERS J. M., AND T. H. RENTZER. Differential Scanning Calorimetric Studies of Nickel- Titanium Rotary Endodontic Instruments after Simulated Clinical Use. JOE 2002, novembro; vol. 28, nº. 11: p.774-778.

BRANTLEY WA. Orthodontic wires. In: Brantley WA, Eliades T, eds. Orthodontic materials: scientific and clinical aspects. Stuttgart: hieme, 2001: 77–103.

BERENDT CJ, YANG J. Endodontic instruments with improved fatigue resistance.

In: International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies; 2006. Pacific Grove, CA: ASM International, 2006.

BUEHLER WH, GILFRICH JV, WILEY RC Effect of low temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. *Journal of Applied Physics* **34**, 1475–7; 1963.

BUEHLER WJ, WANG FE. A summary of recent research on the Nitinol alloys and their potential application in ocean engineering. *Ocean Engineering* **1**, 105–20; 1968.

DIETER GE. Mechanical metallurgy. 3rd ed. New York: McGraw-Hill, 1986:8–10, 254–6, 262–4, 375–80, 390–2, 394–8.

ELIADES G, BRANTLEY WA. Instrumental techniques for study of orthodontic materials. In: Brantley WA, Eliades T, eds. Orthodontic materials: scientific and clinical aspects. Stuttgart: Thieme, 2001:49–76.

ELIAS CN; LOPES HP. Materiais dentários – ensaios mecânicos. 1ª edição. Rio de Janeiro: Livraria Santos Editora; 2007.

ESPOSITO PT, CUNNINGHAM CJ (1995) A comparison of canal preparation with nickel–titanium and stainless steel instruments. *Journal of Endodontics* 21, 173–6.

FUKUDA T, SABURI T, DOI K, NENNO S. *MATER Trans JIM* 1992; 33:271.

FUNAKUBO H, editor. *Shape memory alloys*. New York: Gordon and Breach Science Publishers; 1987.

GAMBARINI G, GRANDE NM ,PLOTINO G, SOMMA F, GARALA M, LUCA M DE, TESTARELLI L. Fatigue Resistance of Engine-driven rotary Nickel-Titanium Instruments Produced by New Manufacturing Methods. *J Endod* 2008;34: 1003–1005.

GOLDSTEIN D, KABACOFF L, TYDINGS J. Stress effects on nitinol phase transformations. *J Metals* 1987;39:19–26.

GUELZOW A, STAMM O, MARTUS P, KIELBASSA AM. Comparative study of six rotary nickeltitanium systems and hand instrumentation for root canal preparation. *Int Endod J* 2005; 38:743–52.

HAYASHI Y, YONEYAMA T, YAHATA Y, et al. Phase transformation behaviour and bending properties of hybrid nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Int Endod J* 2007;40:247– 53.

HONG-SHENG D, JUNG-MOO L, BUP-RO L, SUK-BONG K, TAE-HYUN N.

Processing and microstructure of TiNi SMA strips prepared by cold roll-bonding and annealing of multilayer. *Mater Sci Eng A* 2005; 408:182–9.

In: *Metals handbook*. 9th ed. Vol 12. Fractography. Metals Park, OH: ASM International, 1987:12–71.

JOHNSON E, LLOYD A, KUTTER S, NAMEROW K,. Comparison between a Novel Nickel-Titanium Alloy and 508 Nitinol on the Cyclic Fatigue Life of ProFile 25/.04 Rotary Instruments *JOE*—Volume 34, Number 11, November 2008.

KAZEMM RB, STENMAN E, SPANGBERG LS. A comparison of stainless steel and nickel-titanium H-type instruments of identical design: torsional and bending tests. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 90:500-6; 2000.

KIM H C,YUM J,HUR B, CHEUNG G S P. Cyclic Fatigue and Fracture Characteristics of Ground and Twisted Nickel-Titanium Rotary Files. *J Endod* 2010; 36:147–152.

KOSKIMAKI D, MARCINKOWSKI MJ, Sastri AS. *Trans AIME* 1969;245:1883.

KUHN G, TAVERNIER B, JORDAN L. Influence of structure on nickel-titanium endodontic instruments failure. *J Endod* 2001;27:516–20.

KUHN G, JORDAN L. Fatigue and mechanical properties of nickel–titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics* 28, 716–20 (2002).

LARSEN CM, WATANABE I, GLICKMAN GN, HE J. Cyclic Fatigue Analysis of a New Generation of Nickel Titanium Rotary Instruments. *J Endod* 2009;35:401–403.

LING HC, KAPLOV R. *Metall Trans A*;11:77, 1980.

LIU Y, VAN HUMBEECK J, STALMANS R, DELAEY L. Some aspects of the properties of NiTi shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds* 1997;247:115–21.

LOPES HP, ELIAS CN, SIQUEIRA JR JF, ARAUJO FLHO WR. Fratura por torção de limas endodônticas de aço inoxidável e de níquel-titânio. *Rev Paul Odontol*. 2001; 23:8-12.

LOPES HP, SIQUEIRA JR. *Endodontia Biologia e Técnica*. 2ª edição. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Koogan S.A; 2007.

MADANGOPAL K, SINGH JB. *Acta Mater*; 2000 48:1325.

MIYAI K, EBIHARA A, HAYASHI Y, DOI H, SUDA H, YONEYAMA T Influence of phase transformation on the torsional and bending properties of nickel–titanium rotary endodontic instruments International Endodontic Journal, 39, 119–126, 2006.

MIYAZAKI S, OTSUKA K (1989) Development of shape memory alloys. ISIJ International 29, 353–77.

MIYAZAKI S, WAYMAN CM. Acta Metall 1988;36:18

MELTON KN. Ni-Ti based shape memory alloys. In: Duerig TW, Melton KN, Stöckel D, Wayman CM, eds. Engineering aspects of shape memory alloys. London: Butterworth-Heinemann, 1990:21–35.

NISHIDA M, WAYMAN CM, HONMA T. Metall Trans 1986;17A:1505.

NISHIDA M, WAYMAN CM, CHIBA A. Metallography 1988;21:275.

NISHIDA M, ITAI I, KITAMURA K, CHIBA A, YAMAUCHI K. J Phys IV (ICOMAT-95) 1995: Suppl Phys III, vol. 5: C8-635.

OTSUKA K, OHBA T, MURAKAMI Y. IN: INOUE K, MUKHERJEE K, OTSUKA K, CHEN H, editors. Displacive phase transformations and their applications in materials engineering. Warrendale, PA: TMS; 1998. p. 225.

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

OTSUKA K. Introduction to the R-phase transition. In: Duerig TW, Melton KN, Stockel D, Wayman CM, eds. Engineering aspects of shape memory alloys. London: Butterworth-Heinemann, 1990:36–45.

OUNSI HF, AL-SHALAN T, SALAMEH Z, GRANDINI S, FERRARI M. Quantitative and Qualitative Elemental Analysis of Different Nickel–Titanium Rotary Instruments by Using Scanning Electron Microscopy and Energy Dispersive Spectroscopy JOE — Volume 34, Number 1, January 2008

SALAMONMB, MEICHLE ME, WAYMAN CM. Phys Rev B 1985;31:7306.

SERENE T.P., ADAMS J.D. E SAXENA A.; A Nickel-titanium instruments: applications in endodôntics, Ishyaku EuroAmerica, Inc, St. Louis 1995.

SCHÄFER E, DZEPINA A, Cand Med Dent,a e Danesh G, Münster B. Bending properties of rotary nickel-titanium instruments. ORAL SURGERY ORAL MEDICINE ORAL PATHOLOGY; *Volume 96, Number 6*; 2003

SCHÄFER E ; Root canal instruments for manual use: a review. *Endodontics and Dental Traumatology* 13, 51–64; 1997.

TF Technical Buletin - Part No. 077-3140 Rev. A - 2008. http://www.tfwthrphase.com/images/4468_TechBulletin.pdf

THAYER TA, BAGBY MD, MOORE RN, DE ANGELIS RJ. X-ray diffraction of nitinol orthodontic arch wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1995;107: 604–12.

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

TOMUS D, TSUCHIYA K, INUZUKA M, et al. Fabrication of shape memory TiNi foils via Ti/Ni ultrafine laminates. *Scripta Mater* 2003; 48:489 –94.

WALIA, H.; BRANTLEY, W.A.; GERSTEIN, H. An initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files. *J Endod*, v. 14, n. 7, p. 346-351, Julio 1988.

WANG FE, PICKART SJ, ALPERIN HA Mechanism of the TiNi martensitic transformation and the crystal structures of TiNi-II and iNi-III phases. *Journal of Applied Physics* **43**, 97–112; 1972).

WAYMAN CM, CORNELIS I, SHIMIZU K. *Scripta Metall* 1972;6:115.

WILLIAN D.; CASTELLIER JR. Estrutura dos Sólidos Cristalinos. In: wWillian D.; castellier Jr , *Ciência e engenharia dos materiais uma introdução*. 7ª edição.

Rio de Janeiro –RJ: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A.; 2008.
P. 29-58.

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

YONEYAMA T, DOI H, HAMANAKA H, YAMAMOTO M, KURODA T. Bending properties and transformation temperatures of heat treated Ni–Ti alloy wire for orthodontic appliances. *Journal of Biomedical Research* 27, 399–402; 1993.

ZHOU Y; ZHANG J; FAN G; DING X, SUN J; REN X; OTSUKA K. Origin of 2-stage R-phase transformation in low- temperature aged Ni-rich Ti–Ni alloys. *Acta Materialia* 53 (2005) 5365–5377.