MINISTÉRIO DA DEFESA EXÉRCITO BRASILEIRO DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

IVI COSTA ROCHA DOS SANTOS

INFLUÊNCIA DA ORIENTAÇÃO DOS DEFEITOS E DO ACABAMENTO SUPERFICIAL NA RESISTÊNCIA À FADIGA DE FIOS E INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE NITI

RIO DE JANEIRO 2021

IVI COSTA ROCHA DOS SANTOS

INFLUÊNCIA DA ORIENTAÇÃO DOS DEFEITOS E DO ACABAMENTO SUPERFICIAL NA RESISTÊNCIA À FADIGA DE FIOS E INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE NITI

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador: Carlos Nelson Elias, D.Sc.

Rio de Janeiro 2021

©2021 INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmar ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Santos, Ivi Costa Rocha dos.

Influência da Orientação dos Defeitos e do Acabamento Superficial na Resistência à Fadiga de Fios e Instrumentos Endodônticos de NiTi / Ivi Costa Rocha dos Santos. – Rio de Janeiro, 2021.

77 f.

Orientador: Carlos Nelson Elias.

Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2021.

1. Rugosidade. 2. Resistência à Fadiga. 3. NiTi. 4. Instrumento Endodôntico. i. Elias, Carlos Nelson (orient.) ii. Título

IVI COSTA ROCHA DOS SANTOS

Influência da Orientação dos Defeitos e do Acabamento Superficial na Resistência à Fadiga de Fios e Instrumentos Endodônticos de NiTi

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador: Carlos Nelson Elias.

Aprovado em Rio de Janeiro, 11 de maio de 2021, pela seguinte banca examinadora:

a

Prof. Carlos Nelson Elias - D.C. do IME - Presidente

Dom

Prof. Andersan dos Santos Paula - D.C. do IME

Prof. Alaelson Vieira Gomes - D.C. do IME

Prof. Victor Talarico Leal Vieira - D.C. da UNIGRANRIO

Rio de Janeiro 2021

Este trabalho é dedicado a Deus, a minha família e aos meus amigos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus pais, sempre presentes em cada etapa vencida e que me proporcionaram uma família muito unida e também muito ouriçada. Ao papai que me deu na infância livros e à mamãe que ensinou-me a ler perfeitamente!

Ao meu marido Marcelo pelo apoio nos momentos de tensão, quase constantes, pelo auxílio em alguns trabalhos com a família indo dormir mais de 3h da manhã, inclusive Marina. Meu revisor de texto particular, juntos até bater!

A minha amada filha Marina, razão da minha vida e que me testa a cada dia. Sempre em busca da atenção da mamãe. E que adora ir à "escola"da mamãe. Desculpe pelas inúmeras vezes em que perdi a paciência e que não pude estar ao seu lado como eu gostaria.

Aos meus irmãos e sobrinha, Weena, Gabriel e Júlia, sempre juntos! Weena, minha primeira aluna da vida. Ensinei a escrever o nome da família toda em palitinhos quando ela tinha 4 anos.

Ao professor Carlos Nelson Elias, por me aceitar como sua aluna, pela paciência nos dias inteiros de MEV, a compreensão com as minhas dificuldades e pelas minhas perguntas e muitos comentários. Pelas aulas na disciplina de Ensaios quando comecei a ter contato com a Ciência dos Materiais e aprendi muito.

À professora Andersan dos Santos Paula, por sempre estar disponível a me ajudar. Pelas aulas de Transformações Martensíticas, com a sua didática qualquer aluno consegue absorver a matéria ministrada.

À amiga Dyanni, pela amizade, pela paciência e por me mostrar para que serve uma calculadora científica. Pelas videoconferências intermináveis, acho que a mais longa com duração de 9 horas. Unidas até nos choros e nas risadas.

À amiga Naiara, pela sua amizade espontânea, desde o primeiro período sempre me apoiando, incentivando, ajudando com apoio moral, material didático e dicas.

Aos amigos Aquiles, Tito, Juliana, Carla Fernanda, Charles e Camila, mesmo em grupos de laboratórios diferentes, mas sempre unidos auxiliando uns aos outros nos estudos, nas dúvidas e toques.

Aos professores Hélio Pereira Lopes e Marcelo Sendra Cabreira. Ao professor Marcelo, agradeço pela amizade, pelo incentivo e apoio para ingressar no curso de mestrado quando iniciei a monitoria no curso INCO 25.

Ao professor Victor Talarico, pela amizade e incentivo constante para a realização

deste trabalho.

A todos os professores e funcionários do IME que contribuíram com a minha formação.

Ao Hector, aos colegas de laboratório e aos colegas do curso de pós-graduação.

A todos os amigos e familiares que me apoiaram e me incentivaram nesta jornada do mestrado.

Agradeço à CAPES/PROEX pelo auxílio financeiro através da bolsa de estudos. O meu muito obrigada a todos!!!

"Ensinar é um exercício de imortalidade. De alguma forma continuamos a viver naqueles cujos olhos aprenderam a ver o mundo pela magia da nossa palavra. O professor, assim, não morre jamais... (Rubem Alves)

RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi determinar a influência da orientação dos defeitos e do acabamento superficial na resistência à fadiga de fios e instrumentos endodônticos de NiTi. Foram analisadas amostras de fios ortodônticos de NiTi com diâmetro de 0,40 mm e 25 mm de comprimento sem e com ranhuras em diferentes direções (longitudinais ao longo eixo do fio, 30°, 60° e 90°) e amostras de instrumentos endodônticos de NiTi de 4 marcas comerciais com diâmetro em D0 de 0,25 mm e 25 mm de comprimento. Os resultados das análises de microscopia eletrônica de varredura mostraram que as trincas nos instrumentos nuclearam e propagaram acompanhando a direção dos defeitos superficiais e nos fios ortodônticos as trincas nuclearam e acompanharam as ranhuras previamente preparadas. Os resultados dos ensaios de fadiga e de perfilometria indicaram que os parâmetros com maior influência na nucleação das trincas de fadiga foram: profundidade de vale (V) e rugosidade média (Ra). O grupo dos instrumentos Reciproc Blue apresentou maior resistência à fadiga. Os fios sem ranhuras apresentaram o melhor comportamento em fadiga do que as demais. Todas as superfícies de fratura dos fios e dos instrumentos apresentaram característica de fratura dúctil.

Palavras-chave: Rugosidade. Resistência à Fadiga. NiTi. Instrumento Endodôntico.

ABSTRACT

The aim of this study was to determine the influence of grooves orientation and surface finishing on the fatigue resistance of NiTi orthodontic wires and endodontic instruments. Samples of NiTi orthodontic wires with a diameter of 0.40 mm and 25 mm in length were analyzed with grooves in different directions and samples of endodontic instruments of NiTi of 4 different brands with a D0 diameter of 0.25 mm and a length of 25 mm. The results of the scanning electron microscopy analyze showed that the fatigue cracks nucleation and propagation following the direction of the surface defects in the instruments. In the orthodontic wires, the cracks nucleation followed the grooves made. The profilometry results showed that the valley depth parameter influences the crack nucleation and, Ra parameter influences the fatigue resistance. There was a significant difference in the values of the valley depth and Ra parameters when related to fatigue strength. In the rotational flexion fatigue test, it was observed that the valley depth parameter decreases the fatigue resistance. In the group of instrument samples, the Reciproc Blue instrument showed greater resistance to fatigue than the other brands. In the NiTi wire without grooves showed the best fatigue resistence than the others. All samples of wires and endodontic instruments showed a ductile fracture characteristic.

Keywords: Roughness. Fatigue Resistance. NiTi. Endodontic Instruments.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 –	Possíveis modos de fratura que ocorrem nos materiais, adaptado Garcia, 2010	30
Figura 2 –	Gráfico de DSC da liga do instrumento WaveOne Gold. adaptado Oh	,0
0	et al. A linha em vermelho indica a temperatura ambiente	32
Figura 3 –	Gráfico DSC da liga do instrumento Reciproc Blue, adaptado de Oh et al. A linha em vermelho indica a temperatura ambiente e a linha azul indica a faixa de temperatura de início de transformação da fase B19'.	
	A seta vermelha indica o pico de fase B19'	33
Figura 4 $$ –	Gráfico DSC de amostras do fio Morelli, adaptado de Ferreira, 2016	34
Figura 5 $$ –	Dispositivo empregado nos ensaios de fadiga dos instrumentos com	
	detalhe do instrumento inserido no canal simulado. \ldots \ldots \ldots \ldots	41
Figura 6 –	Tubo de aço com a forma do canal radicular em a. Dispositivo desenvol- vido para o ensaio de flexão rotativa. Mostra-se o detalhe e as dimensões	
	do canal simulado em b	11
Figura 7 $-$	Morfologia da superfície do fio como recebido.(a) antes do ensaio de	
	fadiga. (b) após o ensaio de fadiga	15
Figura 8 $-$	Morfologia da superfície do fio sem ranhuras. (a) após o ensaio de fadiga.	
	(b) superfície fraturada após o ensaio, aumento 1000x	46
Figura 9 –	Morfologia da superfície do fio com ranhuras criadas longitudinalmente.	
	(a) superfície da amostra antes do ensaio de fadiga. (b) superfície	
	fraturada após o ensaio de fadiga	46
Figura 10 –	Morfologia da superfície do fio com ranhuras criadas na direção a $30^\circ,$	
	em relação ao comprimento e após o ensaio de fadiga. (a) após o ensaio	
	de fadiga. (b) superfície fraturada após o ensaio mostrando a direção	
	das ranhuras em relação ao comprimento do fio	17
Figura 11 –	Morfologia da superfície do fio com ranhuras próximas a 60°. (a) super-	
	fície da amostra após do ensaio de fadiga. (b) superfície fraturada após	
	o ensaio	17
Figura 12 –	Morfologia da superfície do fio com ranhuras criadas na direção de 90°,	
	em relação ao comprimento do fio. (a) região da amostra após o ensaio	
	de fadiga e distante do local de fratura. (b) região da amostra após o	
	ensaio de fadiga e próxima ao local de fratura	18
Figura 13 –	Morfologia da superfície de fratura das amostras dos fios após o ensaio de	
	fadiga. (a) fio sem ranhuras e como recebido, (b) ranhuras longitudinais,	
	(c) ranhuras 30° , (d) ranhuras 60° e (e) ranhuras 90° .	18

Figura 14	– Morfologia das superfícies dos instrumentos como recebidos. Aumento	
	500x. (a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB	50
Figura 15	– Morfologias das superfícies dos instrumentos como recebidos. Aumento	
	4000x. (a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB	50
Figura 16	– Morfologia das superfícies dos instrumentos após o ensaio de fadiga	
	interrompido em 50% do tempo médio para a fratura, aumento 2000 x.	
	(a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB	51
Figura 17	– Morfologia das superfícies dos instrumentos após o ensaio de fadiga	
	interrompido em 75% do tempo médio para a fratura. (a) instrumento	
	WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB. Aumento 2000x	51
Figura 18	– Morfologia das superfícies dos instrumentos após os ensaios de fadiga	
	até a fratura. (a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB.	
	Aumento 1000x	52
Figura 19	– Imagem da morfologia da superfície de fratura das amostras dos ins-	
	trumentos. Em (a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d)	
	RPB	53
Figura 20	– Morfologia da superfície do fio no estado como recebido. \ldots	53
Figura 21	– Morfologia da superfície do fio com ranhuras longitudinais	54
Figura 22	– Morfologia da superfície do fio com ranhuras em 30°	54
Figura 23	– Morfologia da superfície do fio com ranhuras em 60°	54
Figura 24	– Morfologia da superfície do fio com ranhuras em 90°	55
Figura 25	– Morfologia da superfície do instrumento WaveOne Gold	55
Figura 26	– Morfologia da superfície do instrumento X1Blue	56
Figura 27	– Morfologia da superfíe do instrumento TDKa	56
Figura 28	– Morfologia da superfície do instrumento RPB	56
Figura 29	– Variação da rugosidade das amostras dos fios. Dados obtidos no perfilô-	
	metro	57
Figura 30	– Variação da rugosidade dos instrumentos quantificada no perfilômetro.	60
Figura 31	– Tamanho médio das trincas das amostras dos fios no ensaio de fadiga	
	interrompido em 50% e em 75% do tempo médio de vida para a fratura.	68
Figura 32	– Tamanho médio das trincas dos instrumentos no ensaio interrompido	
	em fadiga 50% do tempo médio de vida para a fratura e interrompido	
	em 75% do tempo médio para a fratura	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 –	Amostras dos fios ensaiados	37
Tabela 2 –	Subgrupos das amostras dos fios para o ensaio de fadiga $\ .\ .\ .\ .$	38
Tabela 3 –	Grupos dos instrumentos ensaiados	39
Tabela 4 –	Subgrupos dos instrumentos para o ensaio de fadiga	40
Tabela 5 –	Parâmetros estatísticos ANOVA	43
Tabela 6 –	Valores da rugosidade média Ra e Vale das amostras dos fios	57
Tabela 7 $-$	Parâmetros estatísticos ANOVA para os valores de Ra	58
Tabela 8 –	Valor da diferença mínima significativa calculada usando o Teste de	
	Tukey. Análise comparativa do valor de Ra dos fios	58
Tabela 9 –	Parâmetros estatísticos ANOVA para os valores de Profundidade de Vale.	59
Tabela 10 –	Valor da diferença mínima significativa calculada usando o Teste de	
	Tukey. Análise comparativa do valor de Profundidade de Vale dos fios.	59
Tabela 11 –	Valores da rugosidade média Ra e Vale dos instrumentos	60
Tabela 12 –	Parâmetros estatísticos ANOVA para os valores de Ra	61
Tabela 13 –	Valor da diferença mínima significativa calculada usando o Teste de	
	Tukey. Análise comparativa do valor de Ra dos instrumentos. $\ . \ . \ .$	61
Tabela 14 –	Parâmetros estatísticos ANOVA para os valores de Vale	62
Tabela 15 –	Valor da diferença mínima significativa calculada usando o Teste de Tu-	
	key. Análise comparativa do valor de Vale dos instrumentos endodônticos.	62
Tabela 16 –	Tempo médio e desvio padrão dos tempos (segundos) até a fratura das	
	amostras dos fios sem ranhuras (SR), ranhuras longitudinais (RL), com	
	ranhuras em 30° (R30), 45° (R45), 60° (R60) e 90° (R90)	63
Tabela 17 –	Parâmetros estatísticos ANOVA	63
Tabela 18 –	Teste de Tukey dos fios	63
Tabela 19 –	Tempo (segundos) para ocorrer a fratura em fadiga dos instrumentos	64
Tabela 20 –	Parâmetros estatísticos ANOVA para os instrumentos endodônticos $\ .$	64
Tabela 21 –	Resultados do Teste de Tukey dos Instrumentos endodônticos	65
Tabela 22 –	Tamanho médio das trincas das amostras dos fios após o ensaio inter-	
	rompido em 50% e em 75% do tempo médio de vida para a fratura	67
Tabela 23 –	Tamanho médio das trincas dos instrumentos no ensaio interrompido	
	em fadiga 50% e em 75% do tempo de vida médio para a fratura	68

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

IME	Instituto Militar de Engenharia
CFC	Cúbico de face centrado
TCC	Tetragonal de corpo centrado
CM	Controlled memory (memória controlada)
EDM	Electrical Discharge Machining - Eletroerosão
FDA	American Food and Drug Administration - Administração Americana de Alimentos e Medicamentos
SE	Superelasticidade
EMF	Efeito memória de forma
DSC	$\label{eq:calibration} \textit{Differential Scanning Calorimetry} \mbox{-} Calorimetria \mbox{de varredura differencial}$
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
ANOVA	Análise de variância

LISTA DE SÍMBOLOS

α	Nível de significância
A_i	Temperatura de início da transformação da fase austenítica
A_f	Temperatura de fim da transformação da fase austenítica
B2	Austenita
B19'	Martensita
M_i	Temperatura de início da transformação da fase martensítica, B19'
M_f	Temperatura de fim da transformação da fase martensítica, B19'
R_i	Temperatura de início da transformação da fase R
R_f	Temperatura de fim da transformação da fase R
D_0	Diâmetro medido na base da ponta ou guia de penetração do instrumento
D_5	Diâmetro medido a cinco milímetros da ponta ou guia de penetração do instrumento
Ra	Rugosidade média

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
2	OBJETIVOS	19
2.1	OBJETIVO GERAL	19
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
3	REVISÃO DA LITERATURA	20
3.1	LIGAS NITI	20
3.2	TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA	21
3.3	MOVIMENTO RECIPROCANTE	26
3.4	RUGOSIDADE	27
3.5	MECÂNICA DA FRATURA	28
3.6	FADIGA	30
3.7	INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS FABRICADOS COM NITI	35
4	MATERIAIS E MÉTODOS	37
4.1	FIOS E INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS	37
4.2	INSTRUMENTOS UTILIZADOS NO ESTUDO	38
4.3	CARACTERIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE	40
4.4	ENSAIO DE FADIGA DE FLEXÃO E ROTAÇÃO	40
4.5	ANÁLISE ESTATÍSTICA	42
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	45
5.1	CARACTERIZAÇÃO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	
	DOS FIOS E DOS INSTRUMENTOS	45
5.1.1	ANÁLISE NO MEV DAS AMOSTRAS DOS FIOS	45
5.1.2	ANÁLISE NO MEV DOS INSTRUMENTOS	49
5.2	CARACTERIZAÇÃO DA RUGOSIDADE POR PERFILOMETRIA 3D	53
5.2.1	MORFOLOGIA DA SUPERFÍCIE	53
5.2.2	RUGOSIDADE DA SUPERFÍCIE	57
5.3	ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA	62
5.3.1	TAMANHOS DAS TRINCAS NOS FIOS E INSTRUMENTOS APÓS O ENSAIO	
	DE FADIGA	67
6	CONCLUSÃO	71
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	72

REFERÊNCIAS										73
-------------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	----

1 INTRODUÇÃO

No tratamento endodôntico, a anatomia dos canais radiculares exige o uso de instrumentos que possuam flexibilidade e poder de corte para manter a forma original do canal, tenham capacidade de remover o máximo de dentina contaminada e não causem acidentes como perfurações. Em função da metodologia de tratamento, é possível que com a instrumentação para a modelagem do sistema dos canais radiculares ocorra uma melhor irrigação e obturação dos condutos radiculares (1). Entre as diversas melhorias dos materiais usados na fabricação dos instrumentos endodônticos, os de NiTi rotatórios possibilitaram a redução no tempo de limpeza, possibilitaram melhor modelagem dos canais radiculares e redução dos acidentes (2).

Os instrumentos fabricados com as ligas NiTi possuem propriedades diferenciadas em relação às propriedades dos instrumentos de aço inoxidável, entre elas a superelasticidade e o efeito memória de forma. Estas propriedades das ligas NiTi auxiliam a reduzir os acidentes em relação às limas de aço inoxidável que possuem menor flexibilidade e maior rigidez. Entretanto, estes instrumentos rotatórios apresentam falha devido ao acabamento superfical, causando a fratura do instrumento por fadiga ou torção durante a instrumentação do canal radicular (3).

Os fatores que podem levar ao aumento ou diminuição da resistência à fadiga dos instrumentos rotatórios de NiTi são vários, como a temperatura a qual a lima é submetida durante o uso, presença ou não de irrigação como o hipoclorito de sódio, processamento térmico da liga, raio de curvatura do canal, ângulo do canal radicular, torque do motor endodôntico, área da secção transversal, dimensões, forma dos instrumentos e as propriedades metalúrgicas da liga (3, 4).

As ligas NiTi possuem propriedades que são desejáveis para algumas aplicações como biomateriais, entre elas a biocompatibilidade, resistência ao desgaste e corrosão. A superelasticidade e o efeito memória de forma ocorrem por transformações de fase que dependem da temperatura e da tensão aplicada no material. Assim, as ligas NiTi têm sido usadas amplamente como materiais biomédicos (5). Desta forma, é preciso compreender como as falhas deste material ocorrem para minimizá-las e prevení-las.

As falhas inesperadas dos instrumentos rotatórios de NiTi ocorrem por fadiga, torção ou, pela falha mista que é a combinação da fratura por fadiga e torção no uso clínico dos instrumentos. Trabalhos indicam que as falhas por fadiga são mais prevalentes devido à tensão de tração e compressão a qual o instrumento é submetido durante a rotação para o preparo de canais curvos. Inúmeros trabalhos são realizados para avaliar a resistência à fadiga dos instrumentos de NiTi e para indicar sua eficácia no uso clínico (1). A fabricação dos instrumentos com ferramentas que fresam os instrumentos endodônticos a partir de barras criam ranhuras na superfície, as quais são indesejáveis. Estes sulcos criados na usinagem podem ser observados por microscopia e suas dimensões medidas por perfilometria óptica. Os fabricantes dos instrumentos empregam diferentes metodologias para usinar os instrumentos e obtêm diferentes acabamentos superficiais. Alguns instrumentos possuem defeitos de usinagem na direção perpendicular ao longo eixo do fio, outros na direção em 45 e 60° (6).

Estudos que analisam a influência da presença de ranhuras na superfície do material fabricados com ligas NiTi são conflitantes. Alguns autores mostram que há influência no acabamento superficial, os sulcos atuam como concentradores de tensão, dando início a nucleação de trincas e reduzem a resistência à fratura por fadiga. Outros pesquisadores relatam que o acabamento da superfície não influencia na resistência à fadiga (6).

A maioria das patologias que envolvem a polpa dentária e os tecidos perirradiculares são de natureza inflamatória e de etiologia infecciosa. As patologias dentárias não são autorresolutivas com a necessária intervenção do profissional. No tratamento endodôntico são utilizados instrumentos para limpeza e modelagem dos canais radiculares. O mercado de instrumentos endodônticos apresenta uma gama de opções de instrumentos manuais e rotatórios acionados a motor. Conhecer o comportamento mecânico, a previsão da vida, a resistência à fadiga dos instrumentos é de suma importância para o profissional atuar de maneira segura durante o tratamento endodôntico e preservar o elemento dentário. Um acidente, como a fratura de um instrumento no interior do canal radicular, pode inviabilizar a permanência do elemento dentário por não ser possível erradicar a infecção dentária e dificultar o tratamento de restauração dentária adequadamente.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho é comparar a vida em fadiga de amostras de fios ortodônticos de NiTi e de amostras de instrumentos endodônticos de NiTi de 4 marcas comerciais (WaveOne Gold, X1 Blue File, TDKa Files e Reciproc Blue) e relacioná-la com a orientação dos defeitos e do acabamento superficial observado por microscopia eletrônica de varredura.

2.2 Objetivos Específicos

- Determinar a vida em fadiga de fios e instrumentos de NiTi mediante ensaios de flexão rotativa em canal artificial.
- Avaliar por microscopia eletrônica de varredura a nucleação e o crescimento de trincas nos fios e nos instrumentos endodônticos durante o ensaio em flexão rotativa.
- Quantificar a rugosidade superficial dos fios e instrumentos por perfilometria óptica.
- Avaliar a influência e a direção dos defeitos superficiais na vida em fadiga por flexão rotativa.
- Caracterizar por microscopia eletrônica de varredura as modificações superficiais nos fios e instrumentos em função da comparação antes e após os ensaios de fadiga por flexão rotativa.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Ligas NiTi

Em 1963, no Naval Ordinance Laboratory, em Silver Springs, Maryland, EUA, a liga de níquel-titânio baseada no intermetálico NiTi foi desenvolvida por Buehler e Wang(7) e ficou conhecida como NiTiNOL (8), com a possibilidade de apresentar a temperatura ambiente efeito memória de forma ou superelasticidade, em função da sua composição química e histórico termomecânico. As ligas NiTi possuem propriedades que são desejáveis para aplicações como biomateriais, como biocompatibilidade, resistência ao desgaste e corrosão. A superelasticidade e o efeito memória de forma estão associadas às transformações de fase e dependem da temperatura e da tensão aplicada no material (5). Desde então muitos estudos foram desenvolvidos visando a elaboração, processamento e aplicações destas ligas. No que tange a aplicação, uma delas são as ligas utilizadas nos instrumentos endodônticos de NiTi, apresentam uma proporção quase equiatômica de Ni e do Ti e têm baixo módulo de elasticidade. Estas ligas superelásticas apresentam flexibilidade duas a três vezes maior que os aço inoxidáveis. O efeito superelástico ocorre pela transformação de fase de natureza martensítica induzida por ação de solicitação mecânica, isto é, a transformação da austenita para martensita induzida por tensão ao aplicar um carregamento no instrumento. Uma vez removida a tensão, a fase martensítica se transforma em austenita novamente, tanto do ponto vista estrutural como de orientação cristalina. Este ciclo de carregamento e descarregamento do instrumento endodôntico de NiTi dá origem ao ciclo de histerese mecânica (9).

A transformação martensítica é uma transformação de fase adifusional. A composição química da fase mãe e da fase produto é a mesma. Pode-se observar essa transformação nos aços, em outras ligas não ferrosas como por exemplo as ligas NiTi. A transformação martensítica pode ser termoelástica e não termoelástica, em função das características termodinâmicas da transformação relacionadas à magnitude da energia interfacial e à componente de deformação plástica associadas a diferenças de volume entre as estruturas cristalinas da fase mãe e produto que apresentam determinada solução sólida substitucional e/ou intersticial. Na termoelástica a transformação é cristalograficamente reversível por esta apresentar desprezível energia interfacial e componente de deformação plástica, não ocorrendo o mesmo na transformação termoelástica (10).

As ligas NiTi apresentam transformações termoelásticas, assim, quando são submetidas a uma ciclagem termomecânica a partir do campo da fase produto exibem efeito memória de forma, por outro lado quando submetidas a uma ciclagem mecânica a partir do campo da fase mãe exibem superelasticidade. No caso do efeito memória de forma, a martensita quando deformada plasticamente por demaclagem, sem deslizamento de discordância exibe um deformação permanente até que seja aquecida acima do campo de estabilidade da fase mãe e reverte-se completamente neste, e por consequência o material recupera a forma macroscópia e a microestrutura a nível da orientação cristalográfica ponto a ponto da condição de origem antes da formação espontânea da martensita formada e solicitada mecanicamente. Quando a liga encontra-se no campo de estabilidade da fase austenítica, poderá exibir uma outra propriedade funcional chamada de superelasticidade. Assim quando o material austenítico é submetido a uma solicitação mecânica isotermicamente tem-se como resultado a transformação martensítica induzida por tensão não associada a eventos de deslizamentos de discordâncias, e no descarregamento da tensão aplicada recupera a sua forma macro e microestrutural a nível de orientação cristalográfica da austenita inicialmente presente (10).

Os instrumentos de NiTi por apresentarem superelasticidade, necessitam de tensões inferiores as tensões necessárias aos instrumentos de aço inoxidável para serem deformados e assim acompanharem a anatomia interna do sistema de canais radiculares. Na prática clínica isso significa que a ação deste instrumento na parede externa da curva no interior de um canal radicular será menor, causando menos desvios e possibilidades de acidentes no decorrer do tratamento cirúrgico (8).

3.2 Transformação Martensítica

A microestrutura martensita foi observada pela primeira vez no século 19 nos aços pelo metalurgista Adolf Martens que foi homenageado com o seu nome dado a esta nova estrutura. Já a austenita, do aços anteriormente conhecida, foi chamada desta forma em homenagem ao metalurgista inglês Sir William Chandler Roberts-Austen. Quando uma liga é susceptível a transformação martensítica e está situada no campo de estabilidade da estrutura da fase mãe e é resfriada a uma faixa de temperatura mais baixa, com uma taxa de resfriamento em que os átomos não podem se difundir, ocorre o cisalhamento da estrutura cristalina da fase mãe, que se arranja em uma nova fase que recebe o nome de martensita. No entanto atualmente é sabido que existem várias ligas ferrosas e não ferrosas que exibem transformação martensítica, porém nem toda fase mãe de uma liga susceptível a transformação de fase martensítica pode ser denominada de austenita ou fase austenítica e por outro lado toda fase produto é denominada de martensita, acrescida, por vezes, de um sufixo de denominação para diferenciar a fase entre as distintas ligas ferrosas e não ferrosas (10, 11).

A transformação martensítica no aço a partir da austenita com estrutura cúbica de face centrada (CFC) em martensita com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) ou tetragonal de corpo centrado (TCC), ocorre em função do teor de carbono em solução sólida, tendo o seu início e fim nas temperaturas indicadas como M_i e M_f . Os cristais de martensita nos aços, ou ligas ferrosas e não ferrosas passíveis de transformação martensíticas não termoelástica, nucleiam, mas crescem instantaneamente depois de nucleados até encontrar uma barreira para cessar seu crescimento (contornos de grão austenítico e de fase austenita-martensita pré-existente, e interface fase mãe e precipitado ou inclusão). Com a diminuição da temperatura mais cristais de martensita são nucleados e continuam crescendo rapidamente em seguida. Desta forma, como os grãos não crescem ou decrescem por efeito da variação da temperatura, a transformação martensítica nesses materiais é chamada de transformação irreversível, não termoelástica (10).

A transformação martensítica não acontece somente nos aços. Ela acontece em ligas ferrosas e não ferrosas e em alguns grupos de ligas podem apresentar algunas propriedades muito interessantes como a superelasticidade e o efeito memória de forma, por ser uma transformação reversível, termoelástica. Em 1932, Olander, determinou que as ligas de ouro-cádmio (Au – Cd) poderiam ser deformadas plasticamente quando resfriadas e que poderiam retornar à sua forma original quando aquecidas. Em 1938, Greninger e Mooradian perceberam o efeito memória de forma para ligas de cobre-zinco (Cu-Zn) e ligas de cobre-estanho (Cu-Sn). O mesmo efeito pode ser percebido em outras ligas como In –Tl e Cu – Al – Ni. Infelizmente, as aplicações práticas e industriais para essas ligas não avançaram, uma vez que apresentavam um alto custo, dificuldades pela complexidade na fabricação e por apresentarem propriedades mecânicas pouco satisfatórias. Em 1962, quando William Buehler e Frederick Wang descobriram o efeito memória de forma nas ligas NiTi, esta descoberta tornou possível produzir estas ligas que apresentavam menor custo e propriedades mecânicas muito superiores a das outras ligas que apresentavam esse efeito (12), posteriormente também foi constatado que as ligas de NiTi poderiam apresentar superelasticidade.

A transformação martensítica termoelástica diferente da não termoelástica, ela apresenta reversibilidade. Uma vez que não há variação do volume significativo entre as estruturas cristalinas da fase mãe e fase produto como ocorre em grande parte das ligas ferrosas e algumas ligas não ferrosas. Na transformação termoelástica é gerada uma interface, que é um plano em comum entre as fases, denominado plano de hábito, acolhendo apenas distorções elásticas. Interfaces semi-coerentes com grandes distorções de natureza plástica, como nas transformações não termoelásticas, são geradas em função defeitos em linha (discordâncias) que se acomodam no plano de hábito, resultando em uma alta energia de superfície. Estas discordâncias que se fixam na interface entre as duas fases (mãe e produto martensítica), que se caracterizam na deformação plástica introduzida na rede cristalina com o progresso da transformação, inviabilizam o retorno da orientação cristalina original de ponto a ponto ao longo do volume do material quando retorna ao campo de estabilidade da fase mãe (10). Para qualquer transformação de fases (difusional, mista ou adifusional/martensítica) ocorrer se faz necessário que uma determinada fase de uma liga apresente-se instável pelo fato da sua energia ser superior a energia da outra fase. Cada fase cristalina apresenta um volume associado a sua estrutura e composição da solução sólida da liga em questão, como também quando se dá a transformação de fase, a termodinâmica preconiza, a possibilidade de geração de uma energia de interface e componentes de deformação plástica e distorção elástica, para além da energia volumétrica. Nas transformações martensíticas termoelásticas, essas componentes de energia de interface e deformação plástica têm seus valores desprezíveis, ou seja, que tende a zero (10).

A transformação de fase difusional, sob condições de equilíbrio termodinâmico, inicia-se quando em uma temperatura específica as energias livres entres as fases mãe e produto se equilibram. Porém, na transformação de fase adifusional (martensítica), por se tratar de uma transformação com produto metaestável, torna-se impossível o seu início nesta condição de equilíbrio termodinâmico. Com isto, nas transformações adifusionais a variação de energia livre entre as fases mãe e produto precisa alcançar um determinado valor para se ter a força motriz e assim, iniciar a transformação martensítica com determinado grau de superresfriamento abaixo da temperatura de equilíbrio. Para se ter o incremento da fração volumétrica da fase produto faz-se necessário o decréscimo da temperatura do sistema, caracterizando com uma transformação do tipo atérmica. A temperatura onde essa variação de energia dá início a transformação martensítica é chamada de temperatura M_i . A transformação só termina a uma determinada temperatura na qual não é possível haver mais nenhuma formação de martensita, temperatura M_f (10).

Nas transformações martensíticas não termoelásticas, a componente deformação plástica tem um valor considerado. Desta forma, quando ocorre a transformação martensítica, na nucleação e crescimento praticamente instantâneo de cada cristal martensítico há a movimentação com interação e geração de discordâncias que vão distorcer a região ao redor da interface (plano de hábito) entre as fases mãe e produto, impedindo que a transformação reversível cristalograficamente ocorra com a mesma organização atômica da estrutura da fase mãe. Os núcleos de martensita apresentam magnitude de valores altos associadas as energias volumétrica e interfacial, como também componente de deformação plástica e distorção elástica e assim, estes crescem quase que instantaneamente (velocidade próxima a 1/3 da propagação de ondas elásticas nos sólidos) na temperatura de nucleação, fazendo necessário que a temperatura decresça para que novos núcleos sejam formados e cresçam também rapidamente (10).

Nas transformações martensíticas termoelásticas a energia interfacial e a componente associada a deformação plástica têm valores que tendem a zero. Com isso, a componente distorção elástica vai ser suficiente para acomodar a pequena diferença de volume entre a fase mãe e a fase produto. Com isso não há geração de discordâncias para acomodação destas na interface entre o cristal martensítica formado e a fase mãe, resultando em um interface coerente formada por tão somente o plano de hábito entre as estruturas da fase mãe e produto. Com a transformação reversível cristalograficamente, cada grão da fase mãe apresentará a mesma orientação cristalina ponto a ponto anterior a transformação martensítica. Com resfriamento, a temperatura M_i é alcançada ocorrendo a nucleação de cristais de martensita que em função da sua baixa energia somente crescem com o resfriamento gradual no interior dos grãos da fase mãe que foram nucleados (10).

As ligas que apresentam a transformação martensítica termoelástica demonstram uma capacidade memorização da forma. A martensita quando levada à temperatura do campo da fase austenítica, torna-se instável e a transformação inversa da martensita em austenita ocorre. Ou seja, para além de ser possível a reversão cristalográfica da transformação por aquecimento após a formação espontânea (por resfriamento) da martensita, pode-se ter a exibição desta reversão por ciclagem termomecânica (efeito memória de forma) ou térmica (superelasticidade) (10) (12).

O efeito memória de forma acontece quando a liga é submetida a uma solicitação mecânica que leva a uma deformação plástica assistida por movimentação dos contornos das maclas da martensita (denominado de demaclagem) sem deslizamento de discordâncias e esta forma deformada mantém-se. Porém para que a liga volte a ter a sua forma anterior (macro e micro), é preciso que o material seja aquecido até uma faixa de temperatura que seja superior a temperatura Af (campo de estabilidade da fase mãe). Com isso, ocorre a transformação martensítica reversa, da martensita para a fase mãe. Por outro lado, a superelasticidade acontece quando a liga está em uma temperatura acima de Af e submetem-na a uma solicitação mecânica que aparentemente resulta em uma deformação da peça, mas internamente o que se observa é uma transformação martensítica induzida por tensão conjugada a demaclagem da martensita, mas ao se retirar o carregamento imposto, a estrutura martensítica torna-se instável e tem-se a reversão da transformação como a recuperação da forma original (10).

O comportamento não linear exibido na resposta mecânica da superelasticidade das transformações de fase das ligas NiTi, estendendo-se a outras ligas com memória de forma, dificulta que se faça um modelo de comportamento de fadiga através de teorias convencionais. Como foi dito, a componente de deformação plástica juntamente com a energia interfacial nas transformações martensíticas tendem a zero, não sendo consideradas iguais a zero. Assim, na prática em cada ciclo de transformação há a introdução de pequenos defeitos que acaba por diminuir a capacidade de retorno a forma original a cada ciclo mecânico em condição isotérmica, o mesmo ocorre nos ciclos termomecânicos que envolvem o efeito memória de forma. É a fadiga térmica ou mecânica em função do uso do material (10).

A liga NiTi é quase equiatômica, contém aproximadamente 56 %em peso de

Níquel e 44 % em peso de Titânio. As fases associadas a matriz metálica dessa liga são as fases austenítica (B2) e martensítica (B19'), e em alguns casos de presença de tensões residuais faz-se presente a fase intermediária martensítica, denominada fase R. Quando a liga solubilizada é submetida a algum tratamento de envelhecimento, dependendo da temperatura e do tempo de encharque, pode ocorrer a precipitação de Ti₃Ni₄, Ti₂Ni₃ e $TiNi_3$ (em ligas equiatômicas enriquecidas em níquel) ou Ti_2Ni (para ligas ligeiramente ricas em titânio). Os precipitados ricos em níquel metaestáveis ($Ti_4Ni_3 e Ti_2Ni_3$) dificultam a movimentação das discordâncias e fazem com que ocorra a transformação martensítica em temperaturas ou sob tensões distintas quando comparado a condição solubilizada da liga, por favorecer a formação da fase R anterior a B19' na transformação martensítica e a B2 na reversão. Em condições de solicitação mecânica, na ocorrência da superelasticidade, a fase R é formada em tensões inferiores para a formação da martensita B19', em ligas com precipitados metaestáveis enriquecidos em níquel, principalmente o Ti₃Ni₄. A austenita apresenta um módulo de elasticidade de 80 a 90 GPa, a martensita B19' tem um módulo de elasticidade de 30 a 40 GPa, já a fase R exibe um módulo de elasticidade menor que da martensita. Desta forma, é interessante que a liga apresente uma proporção dessa fase R em temperatura corporal quando se deseja a ocorrência da superelasticidade. Na prática existem condições que o intervalo de temperaturas ou tensões de transformação de R e B19' são distintos, e em outros há uma sobreposição parcial entre os intervalos de temperatura ou tensão para estas transformações martensíticas, ou seja, determinadas regiões do material estão ainda transformando-se em fase R enquanto outras já transitam de R para B19'. Da mesma forma que as outras fases austenita e martensita, a fase R também apresenta uma temperatura Ri e Rf, indicando a temperatura de início e fim da transformação da R, que se colocam acima de Mi e Mf, respectivamente, no resfriamento, e abaixo de Ai e Af, respectivamente, no aquecimento. De forma análoga pode-se considerar no caso de transformação induzida por tensão e sua reversa, pode-se indicar as tensões de início e fim para transformações destas fases. (13).

Yu, Qiu e Young(14), notaram que apenas precipitados de Ti₃Ni₄ podem ser encontrados em NiTi rico em Ni quando a liga é envelhecida em uma temperatura inferior a 600 °C e por um período de tempo menor que 48 h. No envelhecimento abaixo de 600 °C, principalmente se observa que a temperatura de envelhecimento influencia o volume de precipitado e o tempo ao qual a liga é envelhecida afeta o tamanho do precipitado, pois o tempo exigido para formação do precipitado Ni₃Ti₂ nestas condições é muito longo. A transformação martensítica em múltiplos estágios ocorre por causa da variação de composição da matriz metálica próxima a interface matriz-precipitado em comparação a regiões mais distintas, quando principalmente da formação do Ti₃Ni₄ em conjunto ou não com alguns precipitados de Ni₃Ti₂ formados durante o envelhecimento. A fase R só acontece em amostras envelhecidas, quando comparada a condição solubilizada, uma vez que o precipitado Ni₄Ti₃ de interface coerente com matriz de NiTi introduz distorções nesta região e inibe da transformação martensítica direta de B2 para B19', ocorrendo a transformação de B2 na fase R e depois em B19'. No entanto, a literatura também destaca a ocorrência da fase R em função da introdução de discordâncias por pequenos percentuais de deformação plástica associada aos deslizamento de discordâncias (15).

As microestruturas, as temperaturas de transformação de fase e as propriedades mecânicas das ligas NiTi são alteradas pelos tratamentos térmicos. Os precipitados formados durante o tratamento térmico aumentam as temperaturas de transformação de fase, além de aumentar o endurecimento por precipitação (14).

Muitos dispositivos biomédicos necessitam de rigorosos requisitos para serem utilizados. Segundo a American Food and Drug Administration (FDA), um stent intravascular necessita de 400 milhões de ciclos antes que a falha por fadiga ocorra. Os materiais de NiTi são submetidos a cargas cíclicas irregulares em tecidos flexíveis. Com os ciclos ocorre a degradação das propriedades do material (fadiga funcional) e danos a sua microestrutura (fadiga estrutural) com a nucleação e crescimento de trincas que causam a fratura por fadiga (16, 17, 18).

O estudo do comportamento das fraturas das ligas com memória de forma auxilia na compreensão e prevenção de suas falhas. A complexidade do comportamento dessas ligas que sofrem transformação martensítica quando submetidas a tensões (plasticidade induzida por tensão) ou, quando atingem temperaturas com valores abaixo de M_i e ou, que sofrem reorientação das variantes martensíticas dificultam um estudo da nucleação e crescimento de trincas por não apresentarem um comportamento linear (5, 10).

3.3 Movimento Reciprocante

O preparo de canais radiculares usando um único instrumento de NiTi rotatório foi proposto em 2008 por Yared, Dagher e Machtou(19). Foi sugerido um sistema que utilizasse um número menor de instrumentos, o que o tornaria mais acessível financeiramente. Por ser recomendado o uso único, a probabilidade de contaminação cruzada seria menor, além de diminuir os riscos de fratura por fadiga e torção do instrumento. No trabalho, o autor preconizou para o tratamento, a necessidade de alcançar todo o comprimento de trabalho com um instrumento manual de menor calibre, aço inoxidável 08. Em seguida foi utilizado um instrumento rotatório associado a um contra-ângulo e um motor que permite o movimento alternado. Onde as rotações no sentido horário e anti-horário foram definidas. Esse movimento alternado de enroscar e desenroscar reduz a incidência de fratura por torção (20).

Esta nova cinemática rotatória reciprocante, baseada no movimento contrabalanceado de Roane (21), tem apresentado resultados superiores dos instrumentos rotatórios contínuos. No movimento recíproco a tensão exercida no instrumento é menor, da mesma forma que o tempo para preparar um canal também é encurtado utilizando o movimento alternado do que o movimento contínuo. Isso sugere que este movimento reciprocante aumenta a vida útil destes instrumentos reduzindo o tempo para realizar o tratamento endodôntico (19, 20, 22).

O pré-alargamento, o *glide path*, o preparo coroa-ápice são métodos que auxiliam a redução da tensão de torção, além de levar a maior tensão exercida para o corpo do instrumento. Instrumentos com alta resistência à torção apresentam um baixo valor de resitência à fadiga e vice-versa (22). O programa Reciproc All apresenta um ângulo de rotação de 150° no sentido anti-horário, movimento em que há o corte da dentina e apresenta um ângulo de 30° no sentido horário para a liberação do instrumento na dentina com uma velocidade média de 300 rpm (23).

O programa WaveOne All apresenta um ângulo de rotação de 170° no sentido anti-horário, movimento de corte da dentina e um ângulo de 50° para liberar o instrumento da dentina, com uma velocidade média de 350 rpm (23, 24).

Os fabricantes dos instrumentos especificam qual o programa a ser utilizado durante a instrumentação do sistema de canais radiculares.

O número de oscilações para completar uma rotação de 360° parece influenciar a vida em fadiga. Quanto maior o número de oscilações, maior a resistência em fadiga, uma vez que a velocidade para completar um giro de 360° deverá ser menor uma vez que ocorre a aceleração e desaceleração do instrumento. A propagação da trinca no instrumento ocorre quando há a tração do material no centro de maior curvatura, em sua parte externa ao raio. Nos estudos é possível notar que o tempo médio para a fratura não é diretamente proporcional ao aumento no número de ciclos até completar um giro de 360° do instrumento uma vez que as velocidades não são também diretamente proporcionais. A cinemática do instrumento influencia a vida em fadiga uma vez que altera velocidade e número de rotações por minuto (25).

Menezes(23) avaliou comparativamente a vida em fadiga de instrumentos endodônticos, quando utilizados nos programas WaveOne All e Reciproc All. O programa Reciproc All, de acordo com a autora, apresentou resultado superior em relação ao tempo de vida em fadiga dos sistemas reciprocantes testados quando comparado ao programa WaveOne All.

3.4 Rugosidade

O acabamento da superfície dos instrumentos, a presença de defeitos influenciam na fratura das limas. Há uma relação entre a nucleação das trincas e a morfologia da superfície dos instrumentos (6) (26) (27) (28).

Alguns autores pesquisaram a rugosidade dos instrumentos antes e após terem sido utilizados na instrumentação de canais radiculares. Yılmaz et al.(2), Uslu, Özyürek e Yılmaz(29), concluíram que após o uso o grupo de limas rotatórias Hyflex EDM havia a presença de trincas e microcavidades enquanto que os instrumenstos Hyflex CM apresentaram uma pequena deformação quantificada por perfilometria óptica na sua superfície. Quanto aos valores de rugosidade média, rugosidade quadrada média e altura de pico a vale, houve diferença significante entre os grupos. Os instrumentos Hyflex EDM apresentaram maiores valores de rugosidade tanto antes quanto após terem sido utilizados do que os instrumentos Hyflex CM. Os instrumentos Hyflex CM apresentaram um aumento estatítico significante na rugosidade da superfície dos instrumentos após o preparo radicular.

Uslu, Özyürek e Yılmaz(29), demonstraram que instrumentos que apresentam valores de parâmetros de rugosidade menores, apresentam maior reistência à fadiga. Desta forma, uma superfície com valores de rugosidade mais altos levam a uma tendência de fratura em fadiga de instrumentos, como também há uma relação com a diminuição da eficiência de corte. Os autores preconizam que descobrir valores dos parâmetros de rugosidade da superfície após a fabricação dos instrumentos e o quanto essa rugosidade se altera após o seu uso é primordial para se atuar com segurança na prática clínica.

3.5 Mecânica da fratura

A fratura por fadiga nos instrumentos ocorre de maneira inesperada sem que o instrumento sofra algum tipo de deformação vísível macroscopicamente. O carregamento cíclico em flexão ocorre por carregamentos repetidos e alternados de tensão de tração e compressão. O ponto de fratura do instrumento acontece na região de maior curvatura. É preciso que a energia para o crescimento da trinca seja superior a energia necessária para romper as ligações atômicas do material (30).

A partir do conhecimento das tensões de carregamento as quais o material é submetido, do conhecimento das propriedades de resistência à fratura do material e os possíveis defeitos que este possui, é possível avaliar o comportamento frente à fratura e como acontece o crescimento da trinca (31).

Todo material apresenta defeitos em sua superfície que podem ser geradas na fabricação, seja na usinagem, ou montagem das peças. Essas trincas ou entalhes funcionam como concentradores de tensão. Essas trincas apresentam um raio na sua ponta. Caso o fator de concentração de tensão aumente, o raio da trinca diminuirá e isso fará com que ela se propague com uma velocidade maior, diferentemente quando esse fator diminui, o raio da trinca aumenta diminuindo a velocidade de propagação da trinca no material (31).

A nucleação de uma trinca em um material está determinada a uma tensão aplicada, e o comportamento desta trinca é influenciado pelas características do material como também, de acordo com tamanho da trinca.

Para se calcular a tensão em uma placa semi-infinita com uma trinca elíptica com um estado plano de tensões, faz-se necessário relacionar a tensão aplicada com o comprimento de trinca, de acordo com a geometria desta placa e sendo uma placa semi-infinita, despreza-se a espessura, de acordo com a Equação 3.1 (32):

$$\sigma = \sqrt{\frac{2.E.\gamma_s}{\pi.a}} \tag{3.1}$$

O valor da tensão é inversamente proporcional à raiz quadrada do tamanho da trinca assim, um aumento de quatro vezes no tamanho da trinca significa reduzir o valor da tensão de fratura à metade. Levando-se em consideração a espessura e estado de deformações grandes, tem-se a Equação 3.2 (32):

$$\sigma = \sqrt{\frac{2.E.\gamma_s}{\pi.a(1-\nu^2)}} \tag{3.2}$$

De acordo com Garcia, Spim e Santos(32), na Equação 3.2, temos:

- E módulo de elasticidade (Pa);
- γ_s energia superficial específica (Pa . M);
- *a* metade do comprimento da trinca (m);
- ν coeficiente de Poisson.

O fator de intensidade de tensão (K) é dependente do carregamento aplicado e da forma geométrica da trinca. Através de K determina-se o quanto de tensão uma trinca causa em um determinado material. Desta forma, foi classificada os modos de fratura de acordo com o deslizamento das superfícies das trincas (32).

Há três tipos de modo de fratura de acordo com a teoria da elasticidade. Cada tipo dependerá de como ocorrerá o deslizamento da superfície das trincas. O modo I, que é o modo de fratura considerado para os fios e instrumentos endodônticos durante o ensaio de flexão rotativa. Ele é considerado como de abertura ou tração. O carregamento aplicado é normal ao plano da trinca, o que leva a uma abertura da trinca. Durante o ensaio de flexão em fadiga, as amostras são submetidas a movimentos cíclicos de tração e compressão. Na Figura 1, pode-se observar os 3 tipos de modo de fatura presentes nos materiais. O modo I é o tipo de fratura mais encontrado na engenharia diária. O modo II, é o modo de cisalhamento ou deslizamento, neste modo o carregamento é aplicado no plano da trinca, causando um deslizamento, e modo III, é o modo de rasgamento, onde o carregamento causa um deslizamento pelo carregamento estar sendo aplicado fora do plano da trinca. O que determina o modo de fratura é a tenacidade à fratura, tensão aplicada, comprimento da trinca, que são dependentes das características e propriedades do material (32).



Figura 1 – Possíveis modos de fratura que ocorrem nos materiais, adaptado Garcia, 2010.

3.6 Fadiga

Os instrumentos rotatórios fabricados com as ligas NiTi apresentam superelasticidade (SE) ou efeito memória de forma (EMF). Estas propriedades reduzem a incidência dos acidentes em relação aos instrumentos de aço inoxidável que são mais rígidos. Entretanto, os instrumentos rotatórios fraturam por fadiga ou torção (3).

A fratura em fadiga flexural acontece em tensões inferiores ao limite de resistência da liga e não apresenta deformações visíveis macroscopicamente.

O processo de usinagem dos instrumentos causa marcas, ranhuras na superfície que funcionam como concentradores de tensão levando à nucleação e crescimento de trincas. Esse processo de formação de trincas pode levar a uma diminuição na resistência à fadiga. Alguns estudos demonstram que tratamentos para diminuir essas marcas na superfície, melhorando o acabamento superficial aumentam a resistência à fadiga. Embora outros autores relatem que defeitos superficiais não influenciem no número de ciclos até a fratura de instrumentos de NiTi (27).

A maioria dos trabalhos compara instrumentos em testes de fadiga, seja em diferentes ângulos de acesso (4), em temperatura corpórea ou temperatura ambiente (2, 33, 34, 35), na presença ou ausência de irrigantes (36) e em diferentes temperaturas desses irrigantes (3), no uso único ou múltiplo dos instrumentos (37, 38).

A comparação de resistência à fadiga de instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi depende de vários fatores como tratamento de superfície, tratamento térmico, tipo de cinemática (movimento rotatório contínuo ou rotatório reciprocante). O movimento reciprocante apresenta cinemática com ângulos variados. Outros fatores são ângulo de curvatura do canal simulado, geometria do instrumento, torque do motor, experiência do operador, vezes em que o instrumento foi usado (20).

A velocidade menor do torque do motor leva a uma vida em fadiga maior uma vez que a rotação completa do instrumento necessitará de um tempo maior (39).

A vida útil dos fios comerciais de NiTi está limitada pela nucleação e crescimento de trincas que ocorre quando o material é submetido a ciclos de tensão trativa, ou, torcido, ou dobrado. Nessas condições podem suportar apenas alguns milhares de ciclos. Quando a mesma liga é submetida a ciclos de compressão, esta pode suportar centenas de milhares de ciclos antes de ocorrer a falha (28).

A fadiga em flexão rotativa por si ocorre quando o instrumento está livre, sem embricar e torcer nas paredes do canal, e sofre tensões cíclicas de compressão e tração alternados. Defeitos na superfície do instrumento funcionam como concentradores de tensão, sítios nos quais as trincas irão nuclear (8).

A superelasticidade e o efeito memória de forma de natureza não linear causado pela transformação de fase é difícil de ser modelado no comportamento em fadiga (5, 17, 40). A diversidade anatômica do sistema de canais radiculares, a variedade de métodos experimentais para comparar a resistência à fadiga, a tensão que o instrumento é submetido frustam a correlação de todos esses fatores (41).

Os pesquisadores estão frequentemente avaliando e comparando a resistência à fadiga dos instrumentos endodônticos (1, 2, 3, 22, 23, 25, 34, 35, 36, 37, 39, 42, 43, 44).

Oh et al.(45) estudaram a resistência à fadiga dos instrumentos WaveOne Gold e Reciproc Blue. Os instrumentos que apresentam austenita (B2) ou, quantidades maiores de B2 ao invés de martensita (B19') irão apresentar uma menor flexibilidade e menor resistência à fadiga. As propriedades mecânicas são diferentes de resistência à flexão e à fadiga uma vez que módulo de elasticidade na fase austenítica é maior que na fase martensítica, o que torna o material menos flexível, mais rígido e duro. Para contornar esses inconvenientes, tratamentos termomecânicos são realizados nas ligas NiTi para que as temperaturas de transformação de fase se modifiquem e que a microestrutura da martensita ou, da fase R ou, ambas, estejam presentes na faixa de temperatura de aplicação dos instrumentos, ou seja, na faixa de temperatura corporal, desta forma, proporcionando uma maior resistência à fadiga.

O resultado de calorimetria diferencial de varredura (DSC) apresentado por Oh et al.(45) mostra, indicado nas figuras, pico único na curva de resfriamento do instrumento WaveOne Gold, nas temperaturas Mi e Mf, picos duplos na curva de resfriamento do instrumento Reciproc Blue e picos duplos nas curvas de aquecimento tanto para os instrumentos WaveOne Gold quanto Reciproc Blue, nas temperaturas que referem-se a reversão das transformações associadas as temperaturas de transformação Ri, Rf, Ai e Af.



Figura 2 – Gráfico de DSC da liga do instrumento WaveOne Gold, adaptado Oh et al. A linha em vermelho indica a temperatura ambiente.

Os autores determinaram que a temperatura Af da WaveOne Gold e da Reciproc Blue foram aproximadamente de 49 ° e 38 ° C, respectivamente. Em temperatura corporal há presente parte da fase martensítica. Importante salientar que a curva representativa de resfriamento no ensaio de DSC da liga do instrumento WaveOne Gold parece não ter sido submetida à temperatura baixa o suficiente para demonstrar o pico de Fase B19'. O pico único na figura indica o pico da fase R como está na figura 2. No gráfico, figura 3, com a curva representando o resfriamento no ensaio de DSC da liga do instrumento Reciproc Blue apresenta picos duplos, mas que não foram identificados como sendo da temperatura Ri e Rf. Os autores ressaltam que a resistência à fadiga depende de outros fatores além da temperatura de transformação de fase, como a dissipação de energia para formar e propagar as trincas, intensidade de tensão e velocidade de propagação das trincas.

Os instrumentos WaveOne Gold, Reciproc Blue e TDKa Files são importados para o Brasil. O transporte pode acontecer de forma aérea ou marítima. Desta maneira, o transporte aéreo implica do material ser trazido no bagageiro das aeronaves que em altitude de cruzeiro é submetido a baixas temperaturas, na faixa próxima a -50 °C. Esta faixa de temperatura está próxima da faixa de início de transformação da fase B19' indicada pela linha azul, na figura 3 do instrumento Reciproc Blue. Quando o instrumento é utilizado em temperatura ambiente, próxima a temperatura de 20 a 25 °C, há a presença de fase B19'e fase R.

Oh et al.(45) indicam na figura 2 haver o pico de fase B19'quando na verdade este é o pico de fase R na curva de resfriamento da liga. Na curva de aquecimento é possível observar o duplo pico, indicando a transformação reversa de B19'em fase R e da fase R em austenita (B2).



Figura 3 – Gráfico DSC da liga do instrumento Reciproc Blue, adaptado de Oh et al. A linha em vermelho indica a temperatura ambiente e a linha azul indica a faixa de temperatura de início de transformação da fase B19'. A seta vermelha indica o pico de fase B19'.

Ferreira(44) no seu trabalho de pesquisa, realizou o ensaio de DSC nos fios Morelli, de NiTi, com diâmetro 0,016" (0,40 mm). A autora identificou as temperaturas de transformação martensítica direta e reversa. Os valores da faixa de temperatura de transformação obtidos no resultado de DSC de acordo com a figura 4 são no resfriamento, Mi aproximadamente de 23,5° C e Mf de - 10° C, já no aquecimento, a temperatura Ai de 9° C e Af 32° C. Na faixa da temperatura ambiente a liga dos fios Morelli é superelástica, há a presença de austenita (no resfriamento a faixa de temperatura de início de transformação martensítica próxima a 23,5° C e no aquecimento a faixa de temperatura final de transformação austenítica próxima a 32° C.

Herbst, Krois e Schwendicke(1), avaliaram os parâmetros pelos quais os instrumentos endodônticos rotatórios são selecionados pelos pesquisadores para testar a resistência à fadiga, e dentre estes parâmetros quais são utilizados para comparação entre os instrumentos selecionados. Os autores seguiram os seguintes critérios: pesquisas comparando a resistência à fadiga de instrumentos acionados a motor seguindo as recomendações dos fabricantes em sistema de canal curvo artificial; estudos comparando no mínimo dois sistemas de instrumentos; número de ciclos de fratura por fadiga relatados ou associados a medidas como o tempo; ensaio de fadiga realizado em equipamento estático. De acordo com Herbst, Krois e Schwendicke(1), foram avaliados os trabalhos de pesquisa publicados no período entre os anos de 1986 e 2017. Neste intervalo de tempo, 441 trabalhos foram detectados onde 85 foram incluídos e 21 excluídos na fase de texto completo. Mais da metade dos trabalhos incluídos foi realizada na Itália, Turquia ou Brasil. O presente estudo segue estes critérios de Herbst, Krois e Schwendicke(1).



Figura 4 – Gráfico DSC de amostras do fio Morelli, adaptado de Ferreira, 2016.

Logsdon et al.(38) fizeram uma pesquisa com 16 perguntas entre cerca de 4.000 membros da Associação Americana de Endodontistas quanto ao uso de instrumentos rotatórios de NiTi e reutilização destes instrumentos. O total de questionários respondidos foi de 957. Aproximadamente 98% dos entrevistados relataram utilizar instrumentos rotatórios de NiTi e 74% dos entrevistados declararam na entrevista reutilizar os instrumentos rotatórios de NiTi.

Serefoglu et al.(37) avaliaram a resistência à fadiga de um instrumento novo e após ser utilizado e reutilizado algumas vezes em casos de retratamento endodôntico. O número de ciclos para a fratura foi avaliado nos instrumentos antes e após ser utilizado pela primeira vez. Não houve diferença estatística entre o número de ciclos para a fratura nos grupos dos instrumentos novos e no grupo dos instrumentos que foram utilizados pela primeira vez em um retratamento. Mas houve grande diferença entre o número de ciclos nos grupos dos instrumentos utilizados pela segunda e terceira vez comparados ao número de ciclos dos instrumentos novos e utilizados apenas uma vez. Entre os grupos utilizados pela segunda e terceira vez não houve diferença estatística entre o número de ciclos para a fratura.

Estes recentes trabalhos indicam que a resistência à fadiga dos instrumentos endodônticos é uma preocupação frequente na prática odontológica.

3.7 Instrumentos endodônticos fabricados com NiTi

As propriedades das ligas NiTi, superelasticidade e efeito memória de forma, despertaram o interesse dos pesquisadores para a fabricação de instrumentos endodônticos. Instrumentos fabricados com aço inoxidável não apresentam flexibilidade adequada para a instrumentação de canais curvos. O uso de instrumentos de diâmetros maiores acabam por causar defeitos e retificação da região curva do canal(8).

Desta forma, Walia et al. em 1988, apresentaram um processo de fabricação de instrumentos a partir de uma liga ortodôntica de Nitinol. Esta liga apresenta um valor de módulo de elasticidade em tração de um quarto a um quinto do valor do módulo de elasticidade do aço inoxidável. O módulo de cisalhamento consequentemente apresenta um valor de 40% do valor do módulo de elasticidade. Isso explica a flexibilidade superior dos instrumentos fabricados com a liga NiTi em relação aos instrumentos de aço inoxidável, como também a maior resistência à fratura torcional pela ductilidade dessa liga que foi observada nas imagens de microscopia eletrônica de varredura (46).

Os instrumentos endodônticos utilizados no estudo foram WaveOne Gold, X1 Blue File, TDKa File e Reciproc Blue. O instrumento WaveOne Gold (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) é utilizado na cinemática rotatória recíproca, utilizando um programa com ângulo de rotação de 170° no sentido anti-horário, movimento de corte da dentina e um ângulo de 50° para liberar o instrumento da dentina (programa WaveOne All), com uma velocidade média de 350 RPM. A sua secção reta transversal tem o formato de um paralelogramo com duas arestas cortantes. A WaveOne Gold é uma atualização da sua anterior WaveOne com um tratamento térmico que confere a cor dourada ao instrumento (23, 41, 47).

O instrumento X1 Blue File (MKLIFE, Rio Grande do Sul, Brasil) pode ser utilizado com a cinemática de movimento rotatório reciprocante tanto no programa WaveOne All quanto no programa Reciproc All. Sua secção reta transversal é triangular com 3 arestas de corte. A superfície do instrumento foi submetido ao tratamento térmico do tipo Blue com controle de memória de forma (23).

O instrumento TDKa Files (Shenzhen Superline Technology Co., Zone, China) é utilizado na cinemática rotatória recíproca, utilizando um programa com ângulo de rotação de 150° no sentido anti-horário, movimento de corte da dentina e um ângulo de 30° para liberar o instrumento da dentina (programa Reciproc All), com uma velocidade média de 300 RPM. Sua secção reta transversal tem a forma semelhante a um S com 2 arestas de corte (23).

O instrumento Reciproc Blue (VDW, Munique, Alemanha) foi melhorado a partir do seu antecessor Reciproc R25, fabricado a partir da liga M-Wire, usando um tratamento térmico que transforma a estrutura da liga que proporciona ao instrumento uma cor azul.
Este instrumento também é utilizado na cinemática rotatória reciprocante. Para isso é utilizado o programa com ângulo de rotação de 150° no sentido anti-horário, movimento de corte da dentina e um ângulo de 30° para liberar o instrumento da dentina (programa Reciproc All), com uma velocidade média de 300 rpm. Sua secção reta transversal tem a forma semelhante a um S com duas arestas cortantes (23, 41, 47).

Os tratamentos térmicos realizados nos instrumentos fabricados com ligas NiTi mostram um aumento da flexibilidade e resistência à fadiga quando comparada com os instrumentos de ligas NiTi convencionais. O valor de microdureza da superfície apresenta menor valor nos instrumentos que não foram tratados termicamente em relação aos que receberam tratamento térmico. As características de superfície dos instrumentos parecem não ser influenciadas pelos tratamentos térmicos (41, 47, 48).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Fios e instrumentos endodônticos

No presente trabalho foram utilizados fios e instrumentos endodônticos de NiTi. Os fios com diâmetro 0.016" (0,40 mm) e classificados como superelásticos em temperatura ambiente foram fornecidos pela empresa Morelli (São Paulo, Brasil) (49).

Os fios foram divididos em 5 grupos com 15 amostras cada. Cada amostra foi cortada com comprimento de aproximadamente 25 mm. Para avaliar a influencia da direção dos defeitos superficiais na resistência à fadiga, foram preparadas ranhuras em 4 direções nos fios (Tabela 1).

As ranhuras nos fios foram preparadas manualmente, e pelo mesmo operador, com uma lixa 220. Um transferidor foi utilizado para a determinação dos ângulos das ranhuras em um modelo de papel para que o fio fosse posicionado e apoiado sobre uma superfície plana para a realização das ranhuras nas diferentes direções, em 30°, 60° e 90°. Já as ranhuras longitudinais foram realizadas na direção ao longo eixo do fio. Após o preparo das ranhuras, as amostras dos fios foram cortadas no tamanho padronizado de 25 mm.

Antes dos ensaios de fadiga e das análises, as amostras foram lavadas no ultrassom por um período de 8 minutos com acetona.

Grupo	Amostras ensaiadas	Número de amostras
1	Como recebidas	15
2	Com ranhuras longitudinais	15
3	Com ranhuras a 30° em relação ao comprimento do fio	15
4	Com ranhuras a 60° em relação ao comprimento do fio	15
5	Com ranhuras a 90° em relação ao comprimento do fio	15

Tabela 1 – Amostras dos fios ensaiados.

No presente trabalho as amostras foram separadas com as seguintes siglas:

- SR Sem Ranhuras;
- RL Ranhuras Longitudinais;
- R30 Ranhuras 30° em relação ao comprimento;
- R60 Ranhuras 60° em relação ao comprimento;

• R90 - Ranhuras 90° em relação ao comprimento.

Inicialmente, um primeiro subgrupo de amostras foi submetido até à fratura por fadiga rotativa e determinou-se o tempo médio para ocorrer a fratura. A seguir, o segundo subgrupo foi submetido à fadiga rotativa com a interrupção do ensaio em 50% e o terceiro subgrupo com interrupção em 75% do tempo médio de fratura do primeiro grupo. Os 3 subgrupos com 5 amostras são, mostrados na Tabela 2.

Subanupa	Amostras dos	Número
Subgrupo	fios ensaiados	de amostras
А	Até a fratura por fadiga	5
В	Submetido ao carregamento cíclico	5
	ate 50% da vida media Submetido ao carregamento cíclico	
\mathbf{C}	até 75% da vida média	5

Tabela 2 – Subgrupos das amostras dos fios para o ensaio de fadiga

4.2 Instrumentos utilizados no estudo

No presente trabalho foram utilizadas amostras de instrumentos endodônticos de NiTi com as designações comerciais WaveOne Gold (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça), X1 Blue File (MKLIFE, Rio Grande do Sul, Brasil), TDKa Files (Shenzhen Superline Technology Co., Zone, China) e Reciproc Blue (VDW, Munique, Alemanha).

Os instrumentos endodônticos foram rotacionados no interior do canal com o movimento alternado no sentido horário e antihorário, de acordo com a orientação do fabricante. O movimento alternado, também chamado de movimento reciprocante, o motor utilizado foi o VDW Silver Reciproc (GmbH, Munich, Alemanha) que apresenta duas programações reciprocantes:

- programa WaveOne All: o motor rotaciona o instrumento em 170° no sentido antihorário para o corte da dentina, seguido pela rotação horária em 50° para liberar o instrumento da dentina, na velocidade de 350 RPM;

- programa Reciproc All: o motor rotaciona o instrumento em 150° no sentido antihorário para o corte da dentina seguido pela rotação horária de 30° para liberar o instrumento da dentina, na velocidade de 300 RPM.

Os instrumentos WaveOne Gold foram ensaiados na cinemática rotatória reciprocante, seguindo instruções do fabricante com o uso da programação WaveOne All. O diâmetro inicial dos instrumentos é de 0,25 mm, com comprimento de 25 mm e conicidade 0,07 mm. A sua secção reta transversal tem a forma de um paralelogramo com duas arestas cortantes. (23, 41, 47). Os instrumentos X1 Blue File foram ensaiados no programa WaveOne All, seguindo as instruções do fabricante, possuem diâmetro na ponta inicial de 0,25 mm, com comprimento de 25 mm e conicidade 0,06 mm. A secção reta transversal é triangular com 3 arestas de corte.

Os instrumentos TDKa Files foram ensaiados no programa Reciproc All, de acordo com a recomendação do fabricante. Apresentam diâmetro na ponta de 0,25 mm, com comprimento de 25 mm e conicidade 0,08 mm. Sua secção reta transversal tem a forma semelhante a um S com 2 arestas de corte.

Os instrumentos Reciproc Blue foram ensaiados no programa Reciproc All, de acordo com a recomendação do fabricante. O diâmetro na ponta do instrumento é de 0,25 mm, com comprimento de 25 mm e conicidade 0,08 mm. A secção reta transversal tem a forma semelhante a um S com duas arestas cortantes.

No presente trabalho foram testados 40 instrumentos de NiTi, todos com 25 mm de comprimento e com diâmetro da ponta da parte de trabalho D_0 0,25 mm. Os instrumentos foram divididos em 4 grupos com 10 amostras cada, conforme indicado na Tabela 3.

Grupo	Instrumento	Fabricante	Número
Grupo	msuumento	Fabricante	de Amostras
		Maillefer Instruments	
1	WaveOne	Holding Sarl	10
1	Gold	(Chemin du Verger, 3,	10
		CH-1338 Ballaigues - Suíça)	
		MKLIFE Medical and	
		Dental Products Brasil	
0	V1 Dhua Eila	(Rua Dr. Deoclécio Pereira, 476,	10
Z	AI DIUE FIIE	Porto Alegre,	10
		Rio Grande do Sul,	
		cep: 91040-470, Brasil)	
		Shenzhen Superline	
3	TDKa Files	Technology Co.	10
		(5F-8F Bldg. A, Zone, China)	
		VDW GmbH	
4	Reciproc Blue	(Bayerwaldstr. 15, D - 81737,	10
		Munchen, Germany)	

Tabela 3 – Grupos dos instrumentos ensaiados

Para uma melhor leitura as amostras foram separadas nas seguintes siglas:

- WOG WaveOne Gold;
- X1Blue X1 Blue File;
- TDKa TDKa Files;

• RPB – Reciproc Blue.

Cada grupo de instrumentos foi subdividido em 3 subgrupos conforme a Tabela 4.

Subanupa	Instrumentes Engelades	Número
Subgrupo mistrumentos Ensalados		de amostras
А	Até a fratura por fadiga	5
В	Submetido ao carregamento	3
D	cíclico até 50% da vida média	0
С	Submetido ao carregamento	9
U	cíclico até 75% da vida média	Δ

Tabela 4 – Subgrupos dos instrumentos para o ensaio de fadiga.

4.3 Caracterização da superfície

Duas amostras de cada grupo dos fios e dos instrumentos foram selecionadas aleatoriamente e analisadas no MEV (Field Emission Gun FEI Quanta FEG) disponível no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME. As amostras foram analisadas antes e após o ensaio de fadiga. Da mesma forma, as rugosidades de duas amostras de cada grupo de instrumentos e fios foram quantificadas com o perfilômetro óptico antes do ensaio de fadiga. Empregou-se o perfilômetro sem contato Zygo New View 7100 (Zygo Co, Laurel Brook Road, Midlefield, CT 06455 – USA) disponível no Laboratório de Biomateriais do IME. Foram quantificados os parâmetros Ra (rugosidade média) e profundidade dos Vales.

4.4 Ensaio de fadiga de flexão e rotação

Para avaliar o comportamento mecânico, os fios e os instrumentos foram submetidos a temperatura ambiente ao ensaio de fadiga de rotação em um canal de aço inoxidável com a forma semelhante a do canal radicular. O dispositivo do ensaio (Figura 5) foi desenvolvido pela equipe do Laboratório de Biomateriais do IME. O canal simulado de aço inoxidável foi idealizado e utilizado por Lopes et al., 2010 (50).

A metodologia do ensaio de fadiga em flexão foi validada e aplicada em estudos do Grupo de Biomateriais (48), (50). Não existem padrões internacionais, normas ou especificações para que se possa avaliar a resistência à fadiga de instrumentos rotatórios endodônticos.

O dispositivo utilizado simula o emprego clínico dos instrumentos endodônticos permitindo ou não movimentos verticais e a rotação contínua ou a rotação alternada simultânea dos instrumentos no interior do canal simulado. No presente trabalho não foram realizados movimentos verticais.

O canal simulado é fixado em uma morsa que compõe o dispositivo de ensaios, figura 5a. A porção reta do canal deve coincidir com o eixo longitudinal dos instrumentos acoplados ao motor, figura 5b.



Figura 5 – Dispositivo empregado nos ensaios de fadiga dos instrumentos com detalhe do instrumento inserido no canal simulado.



Figura 6 – Tubo de aço com a forma do canal radicular em a. Dispositivo desenvolvido para o ensaio de flexão rotativa. Mostra-se o detalhe e as dimensões do canal simulado em b.

O canal simulado de aço inoxidável (Figura 6) na forma de tubo possui um furo com diâmetro interno de 1,4 mm, comprimento total de 19 mm, segmento curvo com raio de 6 mm e comprimento de 9 mm na região curva. A rotação dos instrumentos e fios foi realizada com o motor VDW Silver Reciproc (GmbH, Munich, Alemanha) e contra-ângulo VDW 6:1 (Sirona Dental Systems GmbH, Bensheim, Alemanha) disponíveis no Laboratório de Biomateriais do IME.

O torque selecionado no motor para o ensaio de fadiga dos fios foi de 120 g.cm e a velocidade de 500 rpm. O subgrupo A do grupo de amostras dos fios e dos instrumentos foi submetido ao ensaio de flexão rotativa até a fratura. Com base no tempo médio de fratura de cada subgrupo, o ensaio do subgrupo B foi interrompido com 50% do tempo de fratura e o subgrupo C o ensaio foi interrompido com 75% do tempo de fratura.

Após o ensaio de fadiga fez-se a análise da superfície no MEV. Nas amostras que foram submetidas a 50% e 75% da vida em fadiga procurou-se analisar a presença de trincas e os seus tamanhos na região relativa a D_5 (5 mm da ponta do fio). A região D_5 corresponde à distância da saída do canal simulado ao centro de curvatura. A maior concentração de tensão no fio durante o ensaio de fadiga ocorre no centro de curvatura do canal.

Nos ensaios de fadiga dos instrumentos o motor foi programado para ser usado nas funções Wave One All para os instrumentos do grupo 1 e do grupo 2. Os instrumentos dos grupos 3 e 4 foram ensaiados na função Reciproc All. Conforme o manual do motor, os ângulos de rotação no modo reciprocante não podem ser modificados pelo operador.

Para as análises dos fios e dos instrumentos no MEV amostras foram selecionadas aleatoriamente. As amostras foram analisadas como recebidos e após o ensaio de fadiga até a fratura e em 50% e 75% da vida em fadiga. Os instrumentos foram analisados na região próxima a D_5 . A observação antes do ensaio teve como objetivo verificar o acabamento superficial.

4.5 Análise Estatística

Os resultados de flexão rotativa, rugosidade média (Ra) e profundidade de Vale foram submetidos a duas metodologias de análise estatística: Análise de Variância (ANOVA) e teste de Tukey. A ANOVA examina os dados para constatar se há diferença significativa entre as médias dos resultados, realizados com nível de significância de 5%. Tanto os fios sem ranhuras (como recebido), com ranhuras longitudinais e com ranhuras em 30°, 60° e 90°, quanto os instrumentos endodônticos WaveOne Gold, X1 Blue File, TDKa Files e Reciproc Blue, foram avaliados estatisticamente. A Tabela 5 são apresentados os parâmetros estatísticos usados durante a análise de variância.

Neste método, o parâmetro F calculado é comparado com o F crítico (teste do F) para avaliar se existe igualdade entre as médias dos valores analisados. Quando o valor de F calculado for superior ao do F crítico (valor tabelado) pode-se concluir que as médias

Causas de variação	GL	\mathbf{SQ}	QM	F	Fc
Tratamentos	SQTr	k-1	QMT	QMT/QMR	Tabela F
Resíduos	SQR	k(r-1)	QMR		
Total	SQT	kr-1			

Tabela 5 – Parâmetros estatísticos ANOVA.

dos valores analisados não são iguais com nível de significância de 5% (51, 52).

Sendo:

- GL n^o de graus de liberdade;
- SQ soma dos quadrados;
- MQ Quadrado Médio;
- k n^o de tratamentos (tipos de ranhuras ou instrumentos);
- $r n^{o}$ de repetições do tratamento;
- k 1 n° de graus de liberdade do tratamento;
- k(r 1) n^o de graus de liberdade do resíduo;
- $(kr 1) n^{\circ}$ total de graus de liberdade.
- SQTr Soma dos quadrados do Tratamento;
- SQR Soma dos quadrados do resíduo (SQR = SQTo SQT);
- SQT Soma dos quadrados total
- QMT Quadrado médio dos tratamentos (QMT = SQT / (k-1));
- QMR Quadrado médio do resíduo (QMR = SQR / k(r 1));

Nas Equações 4.1 e 4.2, são apresentadas as equações matemáticas usadas nos cálculos de SQTr e SQT, respectivamente.

$$SQTr = \frac{\sum (Valor DeCada Tratamento)^2}{r} - \frac{\left(\sum (Valor Da Propriedade)\right)^2}{n}$$
(4.1)

$$SQT = \sum (Valor DeCada Tratamento)^2 - \frac{\left(\sum (Valor Da Propriedade)\right)^2}{n}$$
(4.2)

O Teste de Tukey foi aplicado para verificar a diferença mínima significativa do comportamento entre as amostras testadas, Equação 4.3. Com este teste é possível rejeitar ou não a hipótese de igualdade com 95% de confiança.

$$d.m.s = q.\sqrt{\frac{QMR}{r}} \tag{4.3}$$

Sendo:

- q amplitude total (valor tabelado), a qual eé função do grau de liberdade (GL) do resíduo e do nuémero de tratamentos;
- QMR quadrado médio do resíduo
- r número de repetições de cada tratamento.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização por Microscopia Eletrônica de Varredura dos fios e dos instrumentos

As morfologias dos fios como recebidos e com ranhuras antes e após os ensaios de fadiga são mostradas nas Figuras 7 a 13.

5.1.1 Análise no MEV das amostras dos fios

As morfologias dos fios como recebidos são mostradas nas Figuras 7 e 8.

Na Figura 7.a é possível observar a presença de defeitos, e possivelmente a presença de partículas de inclusão na superfície. Pode-se observar na Figura 7.b que a superfície de fratura apresenta características do tipo dúctil. Após o ensaio de fadiga as amostras dos fios foram analisadas a distância de 300 μ m da superfície de fratura, como indicado na figura pela dupla seta em verde.



Figura 7 – Morfologia da superfície do fio como recebido.(a) antes do ensaio de fadiga. (b) após o ensaio de fadiga.

Mostra-se na Figura 8.a a morfologia da superfície do fio após o ensaio de fadiga até a fratura, pode-se observar a presença de grande número de trincas nucleadas e com crescimento em duas direções preferenciais. Na Figura 8.b pode-se observar que a superfície do fio apresenta trincas próximas ao local de fratura. Nesta imagem do fio como recebido, as trincas apresentam um padrão em zigue-zague, as setas na figura indicam as trincas. Este padrão foi observado também por Lopes et al.(53) e Vieira(54) em superfícies eletropolidas. É possível verificar que a superfície fraturada tem característica dúctil. Como era esperado, o tempo de vida em fadiga das amostras do fio sem ranhuras foi maior que as amostras dos fios com ranhuras.



Figura 8 – Morfologia da superfície do fio sem ranhuras. (a) após o ensaio de fadiga. (b) superfície fraturada após o ensaio, aumento 1000x.

Possivelmente, as trincas nos fios mostradas na Figura 7, foram nucleadas em inclusões logo abaixo da superfície, vazios e partículas de segunda fase. As trincas também foram, nucleadas em defeitos oriundos da usinagem. Após a nucleação de uma trinca, não é possível eliminá-la. O crescimento das trincas depende da tensão de carregamento imposta ao material. Em tração as trincas nucleadas aumentam de tamanho de acordo com a deformação plástica e intensidade das tensões normais. Em compressão ocorre o oposto, as tensões normais reduzem o crescimento das trincas. O crescimento das trincas em tração e compressão é um processo irreversível. Com o crescimento das trincas, elas podem coalescer (31).



Figura 9 – Morfologia da superfície do fio com ranhuras criadas longitudinalmente. (a) superfície da amostra antes do ensaio de fadiga. (b) superfície fraturada após o ensaio de fadiga.

Mostra-se na Figura 9.a, a superfície da amostra com as ranhuras criadas na direção longitudinal e os defeitos superficiais antes do ensaio de fadiga. Na Figura 9.b, pode-se observar a superfície da amostra do fio fraturado após o ensaio de fadiga. As setas indicam as trincas na direção das ranhuras.



Figura 10 – Morfologia da superfície do fio com ranhuras criadas na direção a 30°, em relação ao comprimento e após o ensaio de fadiga. (a) após o ensaio de fadiga.
(b) superfície fraturada após o ensaio mostrando a direção das ranhuras em relação ao comprimento do fio.

Na Figura 10.a são mostradas as ranhuras na direção de 30° em relação ao comprimento do fio. Pode-se observar as trincas próximas ao local da fratura após o ensaio de fadiga. Na Figura 10.b pode-se observar as trincas nucleadas na direção das ranhuras.



Figura 11 – Morfologia da superfície do fio com ranhuras próximas a 60°. (a) superfície da amostra após do ensaio de fadiga. (b) superfície fraturada após o ensaio.

Mostra-se na Figura 11.a a morfologia da superfície da amostra com ranhuras próximas à direção 60° (aumento 1500x). Pode-se observar que as trincas na superfície da amostra cresceram na direção das ranhuras. As setas indicam a direção de crescimento das trincas. Na parte inferior da figura 11.b é possível observar as trincas na direção das ranhuras e, a ausência de trincas na região que não foram criadas ranhuras. O padrão de crescimento das trincas é em zigue-zague como visto nas amostras sem ranhuras. Esta imagem confirma a análise de que as trincas acompanham a direção dos defeitos de superfície.

Na figura 12.a a superfície de fratura da amostra com ranhuras criadas na direção de 90° em relação ao comprimento do fio. Pode-se observar que as trincas foram nucleadas no interior das ranhuras em direção 90° na superfície da amostra do fio. Pode-se observar na figura 12.b a superfície de fratura.



Figura 12 – Morfologia da superfície do fio com ranhuras criadas na direção de 90°, em relação ao comprimento do fio. (a) região da amostra após o ensaio de fadiga e distante do local de fratura. (b) região da amostra após o ensaio de fadiga e próxima ao local de fratura.



Figura 13 – Morfologia da superfície de fratura das amostras dos fios após o ensaio de fadiga. (a) fio sem ranhuras e como recebido, (b) ranhuras longitudinais, (c) ranhuras 30°, (d) ranhuras 60° e (e) ranhuras 90°.

O presente estudo foi realizado em amostras de fios ortodônticos de NiTi, superelásticos em temperatura ambiente, com ranhuras em direções diferentes. Os resultados das análises das amostras dos fios após os ensaios de fadiga mostraram que as trincas nas amostras que não tinham ranhuras apresentaram padrão de crescimento em zigue-zague, diferentes das outras amostras com ranhuras. As amostras com ranhuras apresentaram crescimento das trincas na direção das ranhuras. Não houve propagação de trincas em direção diferente da ranhura, corroborando com resultados de trabalhos de outros pesquisadores que analisaram o crescimento de trincas em instrumentos endodônticos, entre eles Yilmaz et al.(2), Lopes et al.(6), Lopes e Siqueira(8), Pham e Vo(26), Uslu, Özyürek e Yilmaz(29), Lopes et al.(27). Macroscopicamente, as amostras dos fios não apresentaram deformação plástica e as superfícies de fratura apresentaram características de fratura dúctil, figura 13.

5.1.2 Análise no MEV dos instrumentos

Mostra-se nas Figuras 14 a 19 as morfologias da superfície dos instrumentos antes e após os ensaios de fadiga.

Pode-se observar nas Figuras 14 e 15 as morfologias representativas do acabamento superficial dos instrumentos antes dos ensaios de fadiga. É possível observar a presença de marcas das ferramentas de usinagem nas arestas de corte e no interior dos canais helicoidais dos diferentes instrumentos. Nas Figuras, a letra (a) indica o instrumento WaveOne Gold (WOG), (b) X1 Blue File (X1Blue), (c) TDKa Files (TDKa) e (d) Reciproc Blue (RPB).

Na Figura 14 são mostradas as morfologias das superfícies dos instrumentos como recebidos. Pode-se observar que todos os instrumentos apresentam defeitos de acabamento superficiais. O instrumento mostrado na Figura 14.b, X1Blue, apresenta aparentemente por comparação, maior densidade de irregularidade na aresta de corte. O instrumento TDKa (Figura 14.c), apresenta comparativamente com as outras amostras dos instrumentos um maior número de defeitos nas faces das hélices.

Mostra-se na Figura 15 com aumento 4000x, as morfologias das superfícies dos instrumentos WOG (Figura 15.a) e RPB (Figura 15.d), os quais apresentaram o melhor acabamento superficial. Entre as quatro marcas comerciais os instrumentos RPB apresentaram o melhor acabamento superficial. O instrumento da marca comercial X1Blue (Figura 15.b) apresentou microcavidades com maiores dimensões na superfície da parede da haste de corte. O instrumento da marca comercial TDKa (Figura 15.c) apresentou a aresta de corte com maior deformação plástica e superfície da parede da haste de corte com pior acabamento superficial.

Pode-se observar na Figura 16 a presença de trincas em todos os instrumentos em que os ensaios foram interrompidos em 50% do tempo de vida em fadiga. No instrumento WOG, Figura 16.a foi possível observar que a aresta de corte está deformada com a presença de trincas. O mesmo ocorreu com o instrumento X1Blue, Figura 16.b e com o instrumento TDKa, Figura 16.c. O instrumento RPB Figura 16.d apresentou trincas na superfície da haste de corte e ausência de trincas nas arestas de corte.



Figura 14 – Morfologia das superfícies dos instrumentos como recebidos. Aumento 500x. (a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB



Figura 15 – Morfologias das superfícies dos instrumentos como recebidos. Aumento 4000x. (a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB

Pode-se observar na Figura 17 as morfologias das superfícies dos instrumentos WOG (a), TDKa (c) e RPB (d) após a interrupção do ensaio de fadiga em 75 % da vida média de fratura. Comparando-se as morfologias deste grupo de instrumentos com os que os ensaios foram interrompidos em 50% da vida em fadiga (Figura 16), pode-se observar que houve maior deformação plástica das arestas de corte e a presença de trincas. O instrumento X1Blue (Figura 17b) apresenta a superfície irregular em relação à imagem



Figura 16 – Morfologia das superfícies dos instrumentos após o ensaio de fadiga interrompido em 50% do tempo médio para a fratura, aumento 2000x. (a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB.



Figura 17 – Morfologia das superfícies dos instrumentos após o ensaio de fadiga interrompido em 75% do tempo médio para a fratura. (a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB. Aumento 2000x.

dos outros instrumentos (indicada pelos círculos em verde).

Após os ensaios de fadiga, todos os instrumentos apresentaram maior número de defeitos na superfície em relação aos instrumentos como recebidos. Desta forma, com o carregamento induzido durante o ensaio, os defeitos superficiais nos instrumentos foram concentradores de tensão que propiciaram a nucleação, crescimento e propagação de trincas (26). Estes resultados corroboram com outras pesquisas Yılmaz et al.(2), Uslu, Özyürek e Yılmaz(29) que mediram a rugosidade da superfície dos instrumentos antes e após a instrumentação de canais radiculares e concluíram que há aumento da rugosidade na superfície após o uso do instrumento.

Mostra-se na Figura 18 as morfologias dos instrumentos WOG (Figura 18.a), X1Blue (Figura 18.b), TDKa (Figura 18.c) e RPB (Figura 18.d). É possível observar a presença de trincas na região da superfície do instrumento próximas à superfície de fratura. A fratura de todos os instrumentos foi do tipo dúctil. Nos aumentos analisados foram observadas poucas trincas nos instrumentos X1Blue (Figura 18.b) e RPB (Figura 18.d).



Figura 18 – Morfologia das superfícies dos instrumentos após os ensaios de fadiga até a fratura. (a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB. Aumento 1000x.

O processo de fabricação dos instrumentos endodônticos cria na superfície ranhuras de diferentes dimensões que atuam como concentradores de tensão e locais preferenciais para a nucleação das trincas (27). As ranhuras na superfície observadas nos instrumentos orientam a direção e crescimento das trincas de fadiga. As trincas invariavelmente acompanharam a orientação das ranhuras criadas pela ferramenta de fabricação dos instrumentos (26). Importante salientar que foram analisados instrumentos com diâmetro em D0 iguais (0,25 mm), mesmo comprimento, 25 mm e conicidade semelhantes. Contudo, os instrumentos apresentam tratamentos térmicos diferentes, secção reta transversal distintas assim como o acabamento superficial diferentes entre si. Após os ensaios de fadiga, todos os instrumentos apresentaram trincas na direção das ranhuras de usinagem e nos fios o crescimento das trincas ocorreu na direção das ranhuras produzidas.



Figura 19 – Imagem da morfologia da superfície de fratura das amostras dos instrumentos. Em (a) instrumento WOG, (b) X1Blue, (c) TDKa e (d) RPB

5.2 Caracterização da rugosidade por perfilometria 3D

5.2.1 Morfologia da superfície

Mostra-se nas Figuras 20 a 24 as imagens da superfície dos fios obtidas com o perfilômetro 3D. Pode-se observar a presença de rugosidade em todas as amostras.



Figura 20 – Morfologia da superfície do fio no estado como recebido.

Pode-se observar na Figura 20 que o fio como recebido possui rugosidade na forma de ranhuras (a rugosidade segue o padrão de trefilação). A média dos valores de Ra (0,149 μ m) e Vale (-1,681 μ m) das amostras dos fios como recebidos foram menores em relação às demais amostras (Tabela 6).

Na Figura 21 é possível observar a rugosidade de um fio com ranhuras longitudinais. Tanto a média do valor de Ra $(0.515 \ \mu m)$ quanto a média do valor de profundidade de



Figura 21 – Morfologia da superfície do fio com ranhuras longitudinais.



Vale $(-3,584 \ \mu m)$ foi o terceiro menor entre as amostras dos fios (Tabela 6).

Figura 22 – Morfologia da superfície do fio com ranhuras em 30°.

Pode-se observar na Figura 22 a rugosidade de um fio com ranhuras em 30°. Os valores da média de Ra (0,579 μ m) e profundidade de Vale (-5,828 μ m) foram os maiores entre as amostras dos fios (Tabela 6).



Figura 23 – Morfologia da superfície do fio com ranhuras em 60° .

Na Figura 23 pode-se observar a rugosidade do fio com ranhuras em 60°. A média do valor de Ra $(0.518 \ \mu m)$ quantificado é o segundo maior valor entre os fios, mas semelhante

ao valor de Ra $(0,515 \ \mu m)$ das amostras com ranhuras longitudinais. Assim como a média do valor da profundidade de Vale $(-3,704 \ \mu m)$ tem o segundo maior valor em relação às demais amostras dos fios, mas relativamente próximo do valor de profundidade de vale das amostras com ranhuras longitudinais (Tabela 6).



Figura 24 – Morfologia da superfície do fio com ranhuras em 90° .

Pode-se observar na Figura 24 a rugosidade na direção das ranhuras em 90°. A média do valor de Ra (0,499 μ m) foi a segunda menor. A média do valor da profundidade de Vale (-3,059 μ m) foi a segunda menor (Tabela 6).



Figura 25 – Morfologia da superfície do instrumento WaveOne Gold.

Nas Figuras 25 a 28 são mostradas as morfologias das superfícies dos instrumentos obtidas com o rugosímetro por perfilometria 3D. Todas as amostras apresentaram elevada rugosidade. Na Tabela 11 são apresentados os parâmetros da rugosidade dos instrumentos.

Mostra-se na Figura 25 a morfologia da superfície a rugosidade do instrumento WaveOne Gold. Neste instrumento o valor quantificado de Ra $(0,591 \ \mu m)$ foi o maior valor entre os instrumentos analisados. O valor de Vale (-3,501 $\ \mu m$) foi o que apresentou maior valor dos instrumentos analisados (Tabela 11).

Pode-se observar na Figura 26 a rugosidade da amostra do instrumento X1Blue. O valor de Ra (0,398 μ m) foi o terceiro maior valor e profundidade de Vale (-2,342 μ m)



Figura 26 – Morfologia da superfície do instrumento X1Blue.

foi o segundo maior maior valor, mas muito próximo do valor de profundidade de vale do instrumento TDKa (Tabela 11).



Figura 27 – Morfologia da superfíe do instrumento TDKa.

Mostra-se na Figura 27 a rugosidade do instrumento TDKa. O valor de Ra (0,370 μ m) foi o segundo menor entre as amostras dos instrumentos. O valor profundidade de Vale (-2,307 μ m) foi o segundo menor entre as amostras dos instrumentos analisados.



Figura 28 – Morfologia da superfície do instrumento RPB.

Mostra-se na Figura 28 a morfologia e a rugosidade do instrumento RPB. O valor de Ra (0,298 μ m) foi o menor valor entre as amostras analisadas. A profundidade de Vale (-2,099 μ m) também o menor valor encontrado entre as amostras dos instrumentos analisados (Tabela 11).

5.2.2 Rugosidade da superfície

Mostra-se na Tabela 6 os valores dos parâmetros da rugosidade média Ra e Vale das amostras dos fios com e sem ranhuras. Observação, SR: fio sem ranhuras; RL: fio com ranhuras longitudinais; R30: fio com ranhuras em 30°; R60: fio com ranhuras em 60°; R90: fio com ranhuras em 90°.

Amostras fios	Ra (µm)	%DPR	Vale (μ m)	%DPR
SR	$0,\!149$	$15,\!57$	-1,681	22,71
RL	0,515	$3,\!43$	-3,584	$26,\!85$
R30	0,579	$18,\!93$	-5,828	$44,\!37$
R60	0,518	$6,\!59$	-3,704	20,84
R90	$0,\!499$	$5,\!02$	-3,059	$1,\!04$

Tabela 6 – Valores da rugosidade média Ra e Vale das amostras dos fios.

Mostra-se na Figura 29 a variação dos parâmetros de rugosidade Ra (rugosidade média) e dos Vales.



Figura 29 – Variação da rugosidade das amostras dos fios. Dados obtidos no perfilômetro.

Analisando-se a relação entre a rugosidade média (Ra) com o tempo até a fratura das amostras dos fios, pode-se observar que existe uma relação inversa em todas as amostras. A amostra que apresentou o maior valor de Ra foi a amostra com ranhuras em 30° e a mesma apresenta o menor tempo para a fratura em fadiga (Tabelas 6 e 16).

Os valores da profundidade de Vale das amostras dos fios também apresentaram essa relação inversa com o tempo até a fratura das amostras (Tabelas 6 e 16). A relação

inversa está relacionada ao fato que os defeitos na superfície são concentradores de tensão e influenciam na nucleação de trincas. O resultado do tempo de fratura da amostra em 30° foi o menor encontrado e o valor de profundidade de vale foi o maior entre as amostras dos fios. As amostras dos fios sem ranhuras apresentaram o menor valor de profundidade de Vale e tiveram o melhor comportamento em fadiga como era esperado.

Pela análise de variância (ANOVA) dos valores de Ra, Tabela 7, pode-se comprovar que o valor de F calculada (118,4) é maior que o valor tabelado F crítico (2,87). Quando o valor de F calculado for superior ao F crítico pode-se concluir que a média de Ra dos fios são diferentes, com nível de significância de 5%.

Causas de variação	GL	\mathbf{SQ}	QM	F	Fc
Tratamentos	4	$0,\!59$	$0,\!15$	118,4	$2,\!87$
Resíduos	20	0,03	0,00125		
Total	24	$0,\!62$			

Tabela 7 – Parâmetros estatísticos ANOVA para os valores de Ra.

Na Tabela 8 são mostrados os valores de d.m.s. (diferença mínima significativa) calculadas pelos teste de Tukey.

Tabela 8 – Valor da diferença mínima significativa calculada usando o Teste de Tukey. Análise comparativa do valor de Ra dos fios.

	\mathbf{SR}	\mathbf{RL}	R30	R60	R90
\mathbf{SR}		0,366	$0,\!429$	0,369	0,349
\mathbf{RL}	0,366		0,063	0,003	0,016
$\mathbf{R30}$	$0,\!430$	0,063		$0,\!060$	$0,\!080$
$\mathbf{R60}$	0,369	0,003	0,060		0,019
R90	$0,\!350$	0,017	$0,\!080$	0,019	

Para interpretar os dados de d.m.s obtidos no teste Tukey e mostrados na Tabela 8, deve-se considerar o encontro da coluna com a linha. O valor de d.m.s indica se há diferença significativa no parâmetro Ra entre os dois grupos, o valor de d.m.s. calculado foi de 0,05. Desta forma, valores de d.m.s acima de 0,05 indicam que a diferença entre as médias dos dois grupos é significativa. Os dados da Tabela 8 indicam que as amostras com ranhuras apresentam valores superiores a 0,349 (valor maior que o d.m.s. calculado) quando comparados com o grupo SR. Isto significa que todas as amostras com ranhuras, independente da direção da ranhura, quando comparadas as médias de Ra com o grupo sem ranhuras, há diferença significativa entre as médias. Comparando d.m.s das amostras RL com R60 não se observa diferença significativa de d.m.s, indicando que possuem Ra semelhantes estatisticamente. Com base nos valores da diferença mínima significativa (d.m.s) calculada pelo teste de Tukey (Tabela 8), pode-se verificar que; a) existe diferença nos valores de Ra entre os fios ortodônticos do grupo SR em relação aos demais grupos; b) não existe diferença significativa no valor de Ra entre os grupos de fio com ranhuras com

exceção do grupo de amostras R30. Considerando que há diferença significativa entre as amostras com ranhuras apenas para o grupo R30 com as demais, é possível considerar que a influência de Ra na vida em fadiga foi semelhante, visto que não há diferença estatística entre as médias de Ra das outras amostras com ranhuras (RL, R60 e R90). Logo, havendo diferença na resistência à fadiga entre as amostras com ranhuras, este comportamento pode estar associado à direção das ranhuras e o valor de profundidade de vale.

Do mesmo modo que os valores de Ra, os valores de profundidade de Vale dos fios ortodônticos foram avaliados estatisticamente com o auxílio da análise de variância (ANOVA), Tabela 9. Comparando o valor F calculada (5,57) e o valor de F crítico (2,87) nota-se que a hipótese das médias dos Vales das amostras testadas são diferentes com nível de significância de 5%.

Causas de variação	GL	\mathbf{SQ}	$\mathbf{Q}\mathbf{M}$	\mathbf{F}	Fc
Tratamentos	4	44,66	$11,\!16$	$5,\!57$	$2,\!87$
Resíduos	20	40,06	2,00315		
Total	24	84,72			

Tabela 9 – Parâmetros estatísticos ANOVA para os valores de Profundidade de Vale.

Em seguida, o teste de Tukey apresentou d.m.s. igual a 1,87 para os valores de Vale encontrados nas amostras dos fios ortodônticos. Abaixo, na Tabela 10, pode-se observar a relação entre o d.m.s. de cada amostra.

Tabela 10 – Valor da diferença mínima significativa calculada usando o Teste de Tukey. Análise comparativa do valor de Profundidade de Vale dos fios.

	SR	\mathbf{RL}	R30	R60	R90
\mathbf{SR}		$1,\!899$	$4,\!143$	2,019	$1,\!374$
\mathbf{RL}	1,899		2,244	$0,\!120$	$0,\!524$
$\mathbf{R30}$	4,143	$2,\!244$		2,124	2,768
$\mathbf{R60}$	2,019	$0,\!120$	2,124		$0,\!644$
R90	$1,\!375$	$0,\!524$	2,768	$0,\!644$	

Analisando os dados obtidos pelo teste de Tukey sobre os valores de profundidade de Vale, Tabela 10, há semelhanças com teste realizado para os valores de Ra, Tabela 8. Novamente, a amostra R30 apresentou diferença significativa quando comparada com as outras amostras.

A mesma abordagem estatística aplicada aos fios ortodônticos foi replicada aos instrumentos WOG, X1Blue, TDKa e RPB. Logo abaixo, estão apresentados na Tabela 11 os valores médios de Ra e profundidade de Vale de cada instrumento assim com respectivos valores de desvio padrão relativo.

Mostra-se na Tabela 11 e na Figura 30, os dados obtidos da rugosidade dos instrumentos.

Instrumentos	Ra (μ m)	%DPR	Vale (μ m)	%DPR
WOG	0,591	$19,\!29$	-3,501	$36,\!27$
X1Blue	0,398	$3,\!49$	-2,342	22,01
TDKa	0,370	$14,\!21$	-2,307	$34,\!89$
RPB	0,298	$14,\!58$	-2,099	$31,\!63$

Tabela 11 – Valores da rugosidade média Ra e Vale dos instrumentos.



Figura 30 – Variação da rugosidade dos instrumentos quantificada no perfilômetro.

Os resultados obtidos na quantificação da rugosidade das amostras dos fios e dos instrumentos apresentaram uma relação com os resultados obtidos no ensaio de fadiga. Os ensaios obtidos mostram que o parâmetro Ra é um fator determinante para a nucleação de trincas. Trabalhos anteriores mostram que ocorre aumento da rugosidade média na superfície de instrumentos após serem utilizados clinicamente (Uslu, Özyürek e Yılmaz(29)).

AlRahabi e Atta(55) compararam as morfologias das superfícies de instrumentos WOG e RPB utilizando microscopia eletrônica de varredura e microscopia de força atômica. Um perfilador de superfície em nanoescala tridimensional foi usado para avaliar as superfícies do instrumento antes e depois da instrumentação do canal radicular. Os valores da rugosidade encontrados nos instrumentos WOG foram maiores do que nos instrumentos RPB. Os autores afirmam terem encontrado microtrincas na superfície do instrumento RPB e regiões com pequenas trincas superficiais nos instrumentos WOG. Esta diferença de valores na rugosidade dos instrumentos e a presença de trincas superficiais na superfície do instrumento WOG podem justificar o menor tempo em fadiga dos instrumentos WOG em relação ao instrumento RPB.

A usinagem é um método utilizado para fabricação de instrumentos de NiTi e que provoca a formação de defeitos oriundos das marcas das ferramentas, ranhuras, tornando-se pontos potenciais para que as trincas sejam nucleadas, reduzindo a vida em fadiga do instrumento. Instrumentos com menores valores de rugosidade superficial apresentam maior resistência à fadiga. As técnicas de fabricação dos instrumentos e o polimento após a usinagem diminuem a rugosidade e aumentam a resistência à fadiga. Outro fator é que o aumento da rugosidade reduz a eficiência de corte do instrumento, aumentando também as chances da fratura ocorrer (55).

Aplicada a Análise de variância (ANOVA) sobre os valores de RA dos instrumentos, Tabela 12, observe que o valor do F calculado (34,51) é maior que o valor tabelado F crítico (3,24). Portanto, é possível afirmar que a hipótese das médias de Ra dos instrumentos endodônticos serem estatisticamente iguais é falsa com nível de significância de 5%.

Causas de variação	GL	\mathbf{SQ}	$\mathbf{Q}\mathbf{M}$	F	Fc
Tratamentos	3	$0,\!24$	$0,\!08$	$34,\!51$	3,24
Resíduos	16	$0,\!04$	0,00234		
Total	19	$0,\!28$			

Tabela 12 – Parâmetros estatísticos ANOVA para os valores de Ra.

A partir do teste de Tukey, constatou-se que a diferença mínima significativa (d.m.s) nos valores de Ra dos instrumentos endodônticos é igual a 0,06. A seguir, Tabela 13, é apresentada a relação entre o d.m.s. de cada instrumento analisado.

Tabela 13 – Valor da diferença mínima significativa calculada usando o Teste de Tukey. Análise comparativa do valor de Ra dos instrumentos.

	WOG	X1Blue	TDKa	RPB
WOG		0,197	0,227	0,296
X1Blue	0,197		0,030	$0,\!099$
TDKa	0,227	0,030		0,069
RPB	0,296	0,1	0,069	

Pelos valores de d.m.s. apresentados na Tabela 13 comparando linhas com colunas mostra-se o valor de d.m.s. de dois grupos. Pode-se afirmar que há diferença significativa entre os instrumentos RPB e WOG. Considerando os dados apresentados pela tabela 11, esta diferença entre as médias de Ra entre as marcas RPB e WOG pode ser atribuída a baixa rugosidade do instrumento RPB comparada as demais marcas, principalmente, ao instrumento WOG que possui maior valor de Ra. Além disso, o teste de Tukey revela que não existe diferença estatística entre a médias de Ra dos instrumentos X1Blue e TDKa.

Similarmente, os valores de profundidade de Vale dos instrumentos endodônticos foram analisados estatisticamente pela metodologia ANOVA e Teste de Tukey. Na Tabela 14, tem-se que o valor F calculado (7,62) é maior que o F crítico (3,24). Consequentemente, rejeita-se a hipótese das médias de profundidade de Vale dos instrumentos endodônticos serem iguais com nível de significância de 5%.

Causas de variação	GL	\mathbf{SQ}	$\mathbf{Q}\mathbf{M}$	\mathbf{F}	Fc
Tratamentos	3	$11,\!63$	$3,\!88$	$7,\!62$	$3,\!24$
Resíduos	16	8,14	0,50869		
Total	19	19,77			

Tabela 14 – Parâmetros estatísticos ANOVA para os valores de Vale.

A partir do teste de Tukey, constatou-se que a d.m.s. nos valores de Vale dos instrumentos endodônticos é igual a 0,96. A seguir, Tabela 15, é apresentada a relação entre o d.m.s. de cada instrumento analisado.

Tabela 15 – Valor da diferença mínima significativa calculada usando o Teste de Tukey. Análise comparativa do valor de Vale dos instrumentos endodônticos.

	WOG	X1Blue	TDKa	RPB
WOG		1,268	1,288	2,136
X1Blue	1,268		0,020	0,868
TDKa	1,288	0,020		0,848
RPB	2,136	0,868	$0,\!848$	

Na Tabela 15, os instrumentos RPB e WOG apresentam diferença significativa entre as médias dos valores de profundidade de Vale. Na Tabela 11 é mostrada os valores médios de Vale, em que o instrumento RPB possui o menor valor. Em contrapartida, o instrumento WOG apresentou o maior valor de profundidade de vale (Tabela 11), sendo este valor muito discrepante também em relação as amostras X1Blue e TDKa que não demonstraram diferença significante (0,02) entre si, segundo o teste de Tukey.

5.3 Ensaios de Fadiga por Flexão Rotativa

Na Tabela 16 são apresentados os tempos de vida dos fios nos ensaios de fadiga por flexão rotativa. Além disso, cada amostra foi avaliada sobre seu tempo de vida médio e a Percentagem de Desvio Padrão Relativo (%DPR).

Analisando os dados apresentados na Tabela 16, pode-se observar que o tempo médio para ocorrer a fratura entre os fios variaram com a direção das ranhuras. Os fios com ranhuras com angulação de 30° tiveram uma menor resistência à fadiga por flexão rotativa que as demais amostras. Além disso, aparentemente, as amostra RL e R60 apresentaram comportamento em fadiga semelhantes. As amostras R90 e SR apresentaram os maiores tempos até a fratura das amostras.

Tempo até a fratura (s)	\mathbf{SR}	\mathbf{RL}	R30	R60	R90
Fio 1	139	72	43	73	118
Fio 2	87	89	82	107	106
Fio 3	104	102	59	80	87
Fio 4	141	109	38	62	109
Fio 5	157	45	60	84	125
Média	$125,\!6$	83,4	56,4	81,2	109
%DPR	$23,\!07$	30,80	30,62	20,52	13,21

Tabela 16 – Tempo médio e desvio padrão dos tempos (segundos) até a fratura das amostras dos fios sem ranhuras (SR), ranhuras longitudinais (RL), com ranhuras em 30° (R30), 45° (R45), 60° (R60) e 90° (R90).

Os resultados das análises de variância (ANOVA) mostrados na Tabela 17 indicaram que os resultados para a estatística F calculada (7,95) é maior que o valor tabelado do F crítico (2,87). Com base neste resultado pode-se afirmar que com o nível de significância de 5%, que a hipótese das médias de tempo até a fratura dos fios são diferentes. Em outras palavras, a ANOVA comprovou estatisticamente que o tempo até a fraturas dos fios está diretamente relacionado à direção das ranhuras.

Tabela 17 – Parâmetros estatísticos ANOVA.

Causas de variação	GL	\mathbf{SQ}	$\mathbf{Q}\mathbf{M}$	\mathbf{F}	Fc
Tratamentos	4	$15065,\!84$	3766, 46	$7,\!95$	$2,\!87$
Resíduos	20	$9478,\!40$	$473,\!92$		
Total	24	$24544,\!24$			

O teste de Tukey das médias dos tempos de fratura dos fios foi realizado para analisar a possível diferença mínima significativa e a relação entre os tempos de cada amostra. O d.m.s. calculado foi de 28,72.

Tabela 18 – Teste de Tukey dos fios.

	SB	B L	R 30	B60	B 00
	DIC	IUL	100	1000	1050
\mathbf{SR}		44,2	71,2	46,4	$18,\! 6$
\mathbf{RL}	44,2		27	2,2	$25,\!6$
R30	71,2	27		$24,\!8$	$52,\!6$
$\mathbf{R60}$	46,4	2,2	24,8		$27,\!8$
R90	$18,\! 6$	$25,\!6$	$52,\!6$	$27,\!8$	

Com base nos dados mostrados na Tabela 18, pode-se afirmar com nível de significância de 5% que a amostra R30 apresenta diferença significativa (71,2) em comparação com o grupo controle (SR). Considerando que o grupo controle (fios sem ranhuras - SR) exibiu o melhor desempenho nos ensaios de fadiga, este resultado confirma que as amostras R30, entre as demais, teve o menor tempo até a fratura em fadiga por flexão rotativa. Porém, ao analisar o valor de d.m.s. (28,72), observa-se que a amostra R30 não possui diferença significativa em relação às amostras RL e R60, da mesma forma que o grupo controle (SR) e R90. Mas, principalmente, as amostras RL e R60 apresentam resultados semelhantes quanto ao tempo de fratura.

Na Tabela 19 são apresentados os tempos até a fratura dos instrumentos endodônticos de NiTi após o ensaio de fadiga por flexão rotativa. Inicialmente, é possível observar que o instrumento RPB apresentou o maior tempo para ocorrer a fratura no ensaio de fadiga e o menor desvio padrão percentual entre os instrumentos ensaiados. Este resultado era esperado visto que na literatura são inúmeros os artigos em que este instrumento apresenta melhor comportamento em relação aos demais nos ensaios de fadiga. Por outro lado, o instrumento WOG teve o menor tempo até à fratura e o segundo menor valor de desvio padrão. Já o instrumento X1Blue, apresentou o segundo menor tempo à fratura, enquanto que o instrumento TDKa conseguiu o segundo maior tempo de resistência à fratura.

Tempo até	WaveOne	X1Blue File	TDKa	Reciproc
a fratura (s)	Gold	MkLife	File	Blue
Instrumento 1	101	144	83	317
Instrumento 2	100	142	180	396
Instrumento 3	65	47	179	339
Instrumento 4	71	122	62	401
Instrumento 5	68	138	160	283
Média	81	118	132	347
%DPR	19,25	24,27	36,54	11,82

Tabela 19 – Tempo (segundos) para ocorrer a fratura em fadiga dos instrumentos.

Com exceção da amostra RPB, o tempo médio até a fratura das demais amostras não apresentaram diferenças acentuadas. Entretanto, assim com pode ser visto na Tabela 20,0 valor de F calculado (37,33) foi maior que o valor de F crítico (3,24). Desta forma, rejeita-se a hipótese de que as médias são iguais com nível de significância de 5%.

Causas de variação	GL	\mathbf{SQ}	$\mathbf{Q}\mathbf{M}$	\mathbf{F}	\mathbf{Fc}
	~				~ ~ /

Tabela 20 – Parâmetros estatísticos ANOVA para os instrumentos endodônticos.

Causas de variação	\mathbf{GL}	\mathbf{SQ}	$\mathbf{Q}\mathbf{M}$	F,	FС
Tratamentos	3	216733,00	72244,33	37,33	3,24
Resíduos	16	$30964,\!80$	1935,3		
Total	19	$247697,\!80$			

Foi aplicado o teste de Tukey para os dados em questão, como pode ser visto na Tabela 21.

O valor de d.m.s. é 58,98. Pode-se afirmar com nível de confiança 95%, que não existe diferença significativa na resistência à fadiga entre os instrumentos WOG, X1Blue ou TDKa, como apresentado na Tabela 21.

	WOG	X1Blue	TDKa	RPB
WOG		$37,\!6$	51,8	266,2
X1Blue	$37,\!6$		14,2	$228,\! 6$
TDKa	$51,\!8$	14,2		214,4
RPB	266,2	$228,\! 6$	$214,\!4$	

Tabela 21 – Resultados do Teste de Tukey dos Instrumentos endodônticos.

Os instrumentos TDKa File e X1 Blue File apresentaram desempenho intermediário no ensaio de fadiga quando comparados ao desempenho do instrumento WOG e RPB.

O número de ciclos até a fratura (NFC) dos instrumentos reciprocantes pode ser calculado com base na seguinte Equação 5.1:

$$NFC = \frac{RPM.t_{fratura}}{60} \tag{5.1}$$

A resistência à fadiga de uma amostra de fio ou de um instrumento rotatório depende do números de ciclos de tensão em tração e compressão até a fratura. O número de ciclos é cumulativo e é calculado através do tempo transcorrido até que a fratura aconteça multiplicado pela velocidade de rotação. Este comportamento depende da deformação da amostra durante o ensaio.

Considerando a posição dos fios e instrumentos no canal simulado, a deformação é calculada pela Equação 5.2:

$$\varepsilon = \frac{r}{R} \tag{5.2}$$

Onde R é o raio do canal (6,0 mm) e r é o raio do fi
o (0,20 mm). Com base nesta equação a deformação é 3,33%

Resultado da deformação = 3,33%

A tensão nos instrumentos ou fios no interior de canal será dada pela Equação 5.3 :

$$\sigma = E.\varepsilon = E.\frac{r}{R} \tag{5.3}$$

Considerando que o sistema está submetido à flexão, Equação 5.4:

$$\sigma = \frac{M.C}{I} \tag{5.4}$$

Para o fio redondo o momento (M) é dado pela Equação 5.5:

$$M = \frac{E.I}{\rho} = \frac{E.I}{r+R} \tag{5.5}$$

Onde ρ é o raio de curvatura somado ao raio do instrumento. Considerando que o fio é redondo, substituindo o momento de inércia na Equação 5.5 tem-se o valor do

momento na Equação 5.6, que combinado com a Equação 5.5 tem-se a tensão normal aplicada no ensaio (Equação 5.7):

$$M = \frac{\pi . E. d^4}{32(2R+r)}$$
(5.6)

$$\sigma = \frac{M.d}{2I} = \frac{\pi . E.d^4}{32(2R+r)} = \frac{E.d}{2(R+d)}$$
(5.7)

Supondo que o módulo de elasticidade da austenita da liga NiTi varia entre 76 e 83 GPa e da martensita entre 28 e 40 GPa. O fabricante especifica que o fio é superelástico na temperatura ambiente, ou seja a estrutura cristalina é austenítica, sendo confirmada pelo ensaio de DSC realizado por Ferreira(44). O cálculo foi realizado em repouso, fazendo referência à condição de partida, fase austenítica antes de submetê-la a uma solicitação mecânica. Considerando o módulo de elasticidade de 76 GPa, o momento calculado será 0,0154 N.mm e a tensão normal 2,37 MPa. A Norma ASTM F2063 especifica que a resistência mecânica da liga NiTi para aplicação biomédica deve ter resistência à tração superior a 551 MPa e ductilidade maior que 15%. Nos cálculos as tensões de tração na região convexa do fio é significativamente inferior ao limite de resistência em tração. Portanto, o processo de fratura ocorreu com a nucleação, crescimento e coalescimento de trincas de fadiga com os instrumentos e os fios no regime elástico.

O resultado do tempo para resistência à fadiga das amostras ensaiadas do instrumento RPB foi superior às amostras dos outros instrumentos e das amostras dos fios ensaiados. A secção reta transversal do instrumento influencia na resistência à fadiga (56). Instrumentos com área de secção reta menor apresentam um comportamento melhor que os de área de secção reta transversal maior. O instrumento RPB apresenta área de secção reta transversal em forma de S além de apresentar também conicidade de 8%, enquanto que o instrumento WOG apresenta conicidade de 7%. Este comportamento superior do instrumento RPB também pode ser explicado pelo tratamento térmico diferente entre essas ligas. RPB recebe um tratamento Blue, diferente do WOG que recebe um tratamento Gold. Os instrumentos foram ensaiados na temperatura ambiente. Zhang, Cheung e Zheng(56) e De-Deus et al.(57) concluíram que para a resistência à fadiga é mais importante a secção reta transversal do instrumento do que a sua conicidade.

Todos os instrumentos ensaiados neste trabalho foram submetidos à cinemática rotatória reciprocante à esquerda. O movimento reciprocante pode ser realizado em dois programas: WaveOne All e Reciproc All, de acordo com a recomendação do fabricante. Os dois movimentos perfazem 360° em três ciclos reciprocantes. O primeiro programa realiza 170° para a esquerda, com um alívio de 50° para a direita. No segundo programa, o instrumento é girado para a esquerda 150° com um alívio de 30° para a direita.

Menezes(23) no seu trabalho avaliou a diferença na resistência à fadiga desses movimentos e constatou que o movimento Reciproc All realizado nos instrumentos ensaiados permitiu que o instrumentos tivessem uma resistência à fadiga maior do que quando foram ensaiados na programação WaveOne All. A resistência maior se deve à cinemática reciprocante que induz menor número de carregamentos nos instrumentos. A diferença na resistência à fadiga nos diferentes movimentos reciprocantes pode ser mais um fator a justificar a maior resistência à fadiga do instrumento RPB comparativamente aos instrumentos WOG.

Os instrumentos foram ensaiados de acordo com a recomendação do fabricante para o movimento rotatório reciprocante. Os instrumentos RPB e TDKa foram ensaiados na programação Reciproc All e os instrumentos WOG e X1Blue foram ensaiados na programação WaveOne All. Os instrumentos ensaiados neste último movimento, Reciproc All, apresentaram maior resistência à fadiga que os instrumentos ensaiados no programa WaveOne All. Este resultado está de acordo com o que a autora Menezes(23) concluiu na sua pesquisa.

De acordo com Bahia, Gonzalez e Buono(9), os ciclos de tração e compressão aos quais o instrumento é submetido quando em flexão rotativa, o atrito que se opõe a sua torção, o raio e ângulo de curvatura do canal radicular, principalmente o raio, uma vez que a componente tensão de tração é inversamente proporcional ao parâmetro raio, definem as deformações com flexão de tensão acima de 5% nos instrumentos utilizados na cinemática rotatória contínua. Realizar o tratamento endodôntico utilizando a cinemática rotatória reciprocante é mais seguro por haver um menor esforço na região de curvatura máxima do canal, especialmente no programa Reciproc All. A rotação recíproca também é uma estratégia para uma maior resistência à fadiga.

5.3.1 Tamanhos das trincas nos fios e instrumentos após o ensaio de fadiga

Mostra-se na Tabela 22 os tamanhos médios das trincas das amostras dos fios nos ensaios interrompidos em 50% e em 75% do tempo médio para a fratura.

Tamanho médio trincas (µm)	\mathbf{SR}	RL	R30	R60	R90
50%	19,24	4,82	81,41	17,1	26,49
$\% \mathrm{DPR}$	48,96	32,36	52,78	$17,\!84$	45,30
75%	29,79	$19,\!41$	87,18	$45,\!05$	42,43

24,20

%DPR

Tabela 22 – Tamanho médio das trincas das amostras dos fios após o ensaio interrompido em 50% e em 75% do tempo médio de vida para a fratura.

Com base nos resultados obtidos pode-se observar que a presença de defeitos na superfície dos instrumentos influencia na vida em fadiga. Os instrumentos que apresen-

30,09

3,80

45,34

30,30



- Figura 31 Tamanho médio das trincas das amostras dos fios no ensaio de fadiga interrompido em 50% e em 75% do tempo médio de vida para a fratura.
- Tabela 23 Tamanho médio das trincas dos instrumentos no ensaio interrompido em fadiga 50% e em 75% do tempo de vida médio para a fratura.

Tamanho médio trincas (μm)	WOG	X1Blue	TDKa	RPB
50%	$15,\!12$	$15,\!64$	163, 19	$32,\!29$
%DPR	$24,\!80$	$47,\!44$	72,04	$15,\!30$
75%	$53,\!59$	$5,\!35$	$103,\!87$	41,83
%DPR	$15,\!41$	$21,\!12$	26,76	$27,\!87$



Figura 32 – Tamanho médio das trincas dos instrumentos no ensaio interrompido em fadiga 50% do tempo médio de vida para a fratura e interrompido em 75% do tempo médio para a fratura.

taram morfologia da superfície mais homogênea foram os da marca comercial RPB. Os instrumentos da marca WOG, X1Blue e TDKa apresentam superfície mais heterogênea. Este resultado vai ao encontro com os dados da literatura (Lopes et al.(6)) os quais mostram que os instrumentos que apresentam melhor acabamento superficial e menor número de defeitos apresentam maior resistência mecânica. É importante mencionar que os instrumentos são utilizados na prática clínica obrigatoriamente ou, em solução salina ou, hipoclorito de sódio ou, clorexidina (gel ou solução) e/ou outras soluções, que interferem na corrosão (3, 4).

A nucleação de trincas ocorreu em todos os instrumentos em 50% de vida em fadiga como observado na Figura 16. Essa nucleação está associada à presença de defeitos superficiais e ao fato das trincas estarem localizadas nas arestas ou faces das hélices do instrumento. Na Figura 16 (16.a, 16.b e 16.c) é possível observar que as arestas apresentam trincas nas arestas de corte, diferente da micrografia 16.d que apresenta trincas em parede. As arestas dos instrumentos apresentam deformação plástica com o uso, tornando-se áreas concentradoras de tensão somando-se aos defeitos encontrados nos instrumentos como recebidos.

Nos instrumentos testados em 75% de vida em fadiga observou-se a presença de trincas, Figura 17.d se estendendo da região de parede até à aresta. Observa-se também a presença significativa de microtrincas na Figura 17.b. Observa-se que as arestas dos instrumentos, Figura 17.a e 17.c, apresentam maior desgaste do que as arestas dos instrumento da Figura 16d.

As trincas observadas podem ser explicadas pelo acabamento superficial dos instrumentos. As microtrincas encontradas nos instrumentos X1Blue foram nucleadas nas ranhuras e defeitos de fabricação. As microtrincas foram encontradas em toda a região próxima a D_5 , região crítica e que sofreu maior solicitação mecânica no ensaio de flexão rotativa por ser o centro da curvatura do canal simulado. As microtrincas foram nucleadas, cresceram e coalesceram nesta região, provocando a falha do instrumento, mesmo apresentando um menor tamanho médio de trincas.

O instrumento RPB foi o que apresentou maior resistência à fadiga no ensaio de flexão rotativa. Este instrumento apresentou melhor acabamento superficial.

Os instrumentos TDKa e X1Blue apresentaram desempenho intermediário durante o ensaio de fadiga quando comparado ao desempenho do instrumento WOG e RPB. Sendo justificado por apresentarem maior número de irregularidades no acabamento superficial.

As análises de microscopia eletrônica de varredura demonstraram que as trincas de instrumentos não polidos ocorriam ao longo das ranhuras da usinagem, tal como foi observado neste presente trabalho. Tanto as trincas das ranhuras realizadas nos fios, quanto as trincas dos instrumentos observadas ao microscópio eletrônico de varredura acompanham a direção das ranhuras. Da mesma forma, as amostras de fios sem ranhuras apresentaram um padrão de trincas em zigue-zague, tal qual os instrumentos eletropolidos do estudo de Zupanc, Vahdat-Pajouh e Schäfer(58) exibiram o mesmo padrão. A maioria das pesquisas concluiu que a resistência à fadiga de instrumentos eletropolidos é maior do que a exibida pelos instrumentos não eletropolidos (27) (50) (53) (58) (23).

Os instrumentos e os fios foram produzidos por diferentes fabricantes, significando

que as características das possíveis partículas de inclusões (dimensões, distribuição e quantidade) são diferentes, influenciando no comportamento mecânicos. Para controlar o crescimento de trincas é necessário conhecer o fator de intensidade de tensão (K) na ponta da trinca. Para barras redondas o valor de K foi proposto por James e Mills(59). A Equação 5.8, foi proposta para permitir calcular a força e a tensão necessárias considerando a presença de trincas curtas (dimensões inferiores a 500 µm).

$$\frac{K}{\sigma\sqrt{\pi a}} = 0,926 - 1,771\left(\frac{a}{D}\right) + 26,421\left(\frac{a}{D}\right)^2 + 78,481\left(\frac{a}{D}\right)^3 + 87,911\left(\frac{a}{D}\right)^4$$
(5.8)

Segundo Tobushi et al.(60) α e β são obtidos experimentalmente. Para NiTi e β = 0,235, valor inteiro a 0,5 é válido para a maioria dos metais. Quando ϵ é entre 0,8 e 1 % ou Nf = 104 - 105, a curva ϵ a versus Nf do ensaio de fadiga tem uma curva acentuada. Quando ϵ é menor que 0,8 o valor de Nf aumenta significativamente e a curva passa a ser assintótica na direção horizontal. A região em que ϵ é menor que 0,8, corresponde à fratura.

Os resultados das curvas de DSC realizado por Oh et al. (45), figura 2, demonstram que a liga do instrumento WOG na curva de resfriamento na faixa de temperatura ambiente se apresenta abaixo da faixa de temperatura de Rf, indicando a fase R. Na curva de aquecimento a liga se apresentou na faixa de temperatura ambiente entre as temperaturas de início e final de transformação da fase R. A faixa de temperatura ambiente está próxima da faixa de temperatura de início de transformação em fase R. Este material é importado para o Brasil e possivelmente pode ser submetido a temperaturas baixas, entretanto, não foi possível identificar no gráfico o pico de fase B19', desta forma, é provável que haja na curva de aquecimento maior quantidade de fase B19'do que fase R. Já o resultado do DSC realizado na liga do instrumento RPB segundo Oh et al.(45), figura 3, na curva de resfriamento em temperatura ambiente, a liga se apresenta na faixa de temperatura abaixo de Rf. Da mesma forma, este material é importado para o Brasil e possivelmente pode ser submetido a temperaturas baixas o suficiente para alcançar o pico de fase B19'como pode ser observado no gráfico do instrumento RPB. Na curva de aquecimento, a faixa de temperatura ambiente está entre as temperaturas de início e fim da fase R, estando mais próxima da faixa de temperatura de Rf indicando provavelmente, uma maior quantidade de fase R que a fase B19'. Assim, este resultado de DSC pode explicar um dos motivos do melhor desempenho do instrumento RPB. Ele apresenta uma quantidade de fase R maior que o instrumento WOG. A fase R como já foi explicitado, apresenta módulo de elasticidade menor que da fase B19', proporcionando uma maior flexibilidade, resistência à fadiga e menor velocidade de propagação da trinca na fase R em relação à fase martensítica.

6 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos no presente trabalho pode-se concluir que:

- 1. As trincas de fadiga nucleiam nas ranhuras superficiais e crescem na direção das ranhuras e o valor dos parâmetros de rugosidade Ra e a profundidade do Vale são fatores preponderantes em relação à direção das ranhuras.
- 2. Os fatores que influenciam na vida em fadiga dos instrumentos endodônticos são o tratamento térmico da liga, movimento no qual o instrumento é acionado, acabamento superficial, raio do canal a ser tratado e secção reta transversal do instrumento.
- 3. As amostras dos instrumentos Reciproc Blue apresentaram melhor resistência à fadiga em flexão rotativa quando acionado no movimento Reciproc All e apresenta menores valores de rugosidade Ra e profundidade de Vale em relação às amostras dos outros instrumentos estudados.
- 4. As análises estatísticas ANOVA e teste de Tukey realizadas para as análises de rugosidade Ra e profundidade de Vale das amostras dos fios e das amostras dos instrumentos endodônticos demonstraram que as amostras de fio R30 e as amostras de instrumento WOG apresentam os maiores valores de rugosidade, Ra e profundidade de vale em seus grupos amostrais.
- 5. Através do ensaio de fadiga por flexão rotativa das amostras dos fios pode-se constatar estatisticamente, com nível de significância de 5%, que o tempo até a fratura das amostras varia com a direção das ranhuras e o sem ranhuras tem maior tempo médio de vida em fadiga.
- 6. O teste de Tukey indicou que as amostras dos fios com ranhuras em 30° apresentam a menor resistência à fadiga em comparação as demais amostras.
- 7. As amostras dos instrumentos Reciproc Blue possuem maior resistência à fadiga que as demais amostras dos instrumentos testados, com significante diferença de tempo até a fratura comparados às demais amostras.
- 8. O teste de Tukey mostrou que não há diferença significativa no tempo de fratura em fadiga entre as amostras dos instrumentos WOG, X1Blue e TDKa.
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- 1. Padronizar a preparação das ranhuras para produzir uma quantificação de rugosidade semelhante entre as amostras, sem que haja diferença estatística entre elas.
- 2. Realizar os ensaios de flexão rotativa das amostras dos fios e dos instrumentos na mesma programação reciprocante.
- 3. Realizar a quantificação da rugosidade antes e após o ensaio de flexão rotativa.
- 4. Utilizar as mesmas amostras nas etapas do ensaio em 50% e 75% da vida em fadiga para avaliar o crescimento de trincas nos diferentes tempos do ensaio em flexão rotativa.
- 5. Realizar o ensaio das amostras em temperatura corporal para comparar com o ensaio realizado em temperatura ambiente.
- 6. Realizar os ensaios de DSC e DRX nas amostras dos fios e instrumentos.

REFERÊNCIAS

1 HERBST, S. R.; KROIS, J.; SCHWENDICKE, F. Comparator choice in studies testing endodontic instrument fatigue resistance: A network analysis. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 45, n. 6, p. 784–790, 2019.

2 YILMAZ, K.; USLU, G.; GÜNDOĞAR, M.; ÖZYÜREK, T.; GRANDE, N. M.; PLO-TINO, G. Cyclic fatigue resistances of several nickel-titanium glide path rotary and reciprocating instruments at body temperature. *International endodontic journal*, Wiley Online Library, v. 51, n. 8, p. 924–930, 2018.

3 SHEN, Y.; HUANG, X.; WANG, Z.; WEI, X.; HAAPASALO, M. Low environmental temperature influences the fatigue resistance of nickel-titanium files. *Journal of endodontics*, Elsevier, v. 44, n. 4, p. 626–629, 2018.

4 PEDULLÀ, E.; ROSA, G. R. M. L.; VIRGILLITO, C.; RAPISARDA, E.; KIM, H.-C.; GENERALI, L. Cyclic fatigue resistance of nickel-titanium rotary instruments according to the angle of file access and radius of root canal. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 46, n. 3, p. 431–436, 2020.

5 HAGHGOUYAN, B.; JAPE, S.; BAXEVANIS, T.; KARAMAN, I.; LAGOUDAS, D. C. Stable crack growth in niti shape memory alloys: 3d finite element modeling and experimental validation. *Smart Materials and Structures*, IOP Publishing, v. 28, n. 6, p. 064001, 2019.

6 LOPES, H. P.; ELIAS, C. N.; VIEIRA, M. V.; VIEIRA, V. T.; SOUZA, L. C. de; SANTOS, A. L. dos. Influence of surface roughness on the fatigue life of nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Journal of endodontics*, Elsevier, v. 42, n. 6, p. 965–968, 2016.

7 BUEHLER, W. J.; WANG, F. E. A summary of recent research on the nitinol alloys and their potential application in ocean engineering. *Ocean Engineering*, Elsevier, v. 1, n. 1, p. 105–120, 1968.

8 LOPES, H.; SIQUEIRA, J. Endodontia-Biología e Técnica. Sao Paulo: Ed. [S.l.]: Elsevier, 2015.

9 BAHIA, M.; GONZALEZ, B.; BUONO, V. Fatigue behaviour of nickel-titanium superelastic wires and endodontic instruments. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Wiley Online Library, v. 29, n. 7, p. 518–523, 2006.

10 PAULA, A. d. S. Tratamentos termomecânicos de ligas do sistema ni-ti. FCT-UNL, 2006.

11 KAUFFMAN, G. B.; MAYO, I. The story of nitinol: the serendipitous discovery of the memory metal and its applications. *The chemical educator*, Springer, v. 2, n. 2, p. 1–21, 1997.

12 JANI, J. M.; LEARY, M.; SUBIC, A.; GIBSON, M. A. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials & Design (1980-2015)*, Elsevier, v. 56, p. 1078–1113, 2014.

13 ALMEIDA, B. C. d. *Caracterização de ligas NiTi após tratamentos térmicos*. Tese (Doutorado) — Brasil, 2019.

14 YU, H.; QIU, Y.; YOUNG, M. L. Influence of ni4ti3 precipitate on pseudoelasticity of austenitic niti shape memory alloys deformed at high strain rate. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 804, p. 140753, 2021.

15 OTSUKA, K.; REN, X. Physical metallurgy of ti-ni-based shape memory alloys. *Progress in materials science*, Elsevier, v. 50, n. 5, p. 511–678, 2005.

16 EGGELER, G.; HORNBOGEN, E.; YAWNY, A.; HECKMANN, A.; WAGNER, M. Structural and functional fatigue of niti shape memory alloys. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 378, n. 1-2, p. 24–33, 2004.

17 FIGUEIREDO, A. M.; MODENESI, P.; BUONO, V. Low-cycle fatigue life of superelastic niti wires. *International Journal of Fatigue*, Elsevier, v. 31, n. 4, p. 751–758, 2009.

18 SONG, D.; KANG, G.; KAN, Q.; YU, C.; ZHANG, C. Damage-based life prediction model for uniaxial low-cycle stress fatigue of super-elastic niti shape memory alloy microtubes. *Smart Materials and Structures*, IOP Publishing, v. 24, n. 8, p. 085007, 2015.

19 YARED, G.; DAGHER, F. B.; MACHTOU, P. Cyclic fatigue of profile rotary instruments after clinical use. *International Endodontic Journal*, Wiley Online Library, v. 33, n. 3, p. 204–207, 2000.

20 GAVINI, G.; CALDEIRA, C. L.; AKISUE, E.; CANDEIRO, G. T. de M.; KAWAKAMI, D. A. S. Resistance to flexural fatigue of reciproc r25 files under continuous rotation and reciprocating movement. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 38, n. 5, p. 684–687, 2012.

21 ROANE, J. B.; SABALA, C. L.; DUNCANSON, M. G. The "balanced force" concept for instrumentation of curved canals. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 11, n. 5, p. 202–211, 1985.

22 YOU, S.-Y.; BAE, K.-S.; BAEK, S.-H.; KUM, K.-Y.; SHON, W.-J.; LEE, W. Lifespan of one nickel-titanium rotary file with reciprocating motion in curved root canals. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 36, n. 12, p. 1991–1994, 2010.

23 MENEZES, C. G. d. Resistência em fadiga cíclica de instrumentos reciprocantes fabricados com ligas de niquel-titânio submetidas a diferentes tratamentos térmicos. Dissertação (Mestrado) — Brasil, 2019.

24 CAMPOS, F. d. A. T.; SILVA, C. d. A. M.; AGUIAR, J. P.; VIEIRA, A. P. d. S. B.; FERREIRA, J. M. C.; FERREIRA, M. F. Sistemas rotatórios e reciprocantes na endodontia. *Revista Campo do Saber*, v. 4, n. 5, 2019.

25 GAMBARINI, G.; RUBINI, A. G.; SUDANI, D. A.; GERGI, R.; CULLA, A.; ANGE-LIS, F. D.; CARLO, S. D.; POMPA, G.; OSTA, N.; TESTARELLI, L. Influence of different angles of reciprocation on the cyclic fatigue of nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of endodontics*, Elsevier, v. 38, n. 10, p. 1408–1411, 2012.

26 PHAM, K. V.; VO, C. Q. A new method for assessment of nickel-titanium endodontic instrument surface roughness using field emission scanning electronic microscope. *BMC Oral Health*, BioMed Central, v. 20, n. 1, p. 1–7, 2020.

27 LOPES, H. P.; ELIAS, C. N.; VIEIRA, V. T.; MOREIRA, E. J.; MARQUES, R. V.; OLIVEIRA, J. C.; DEBELIAN, G.; SIQUEIRA, J. F. Effects of electropolishing surface treatment on the cyclic fatigue resistance of biorace nickel-titanium rotary instruments. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 36, n. 10, p. 1653–1657, 2010.

28 RACEK, J.; ŠITTNER, P. Environmental fatigue of superelastic niti wire with two surface finishes. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Elsevier, v. 111, p. 104028, 2020.

29 USLU, G.; ÖZYÜREK, T.; YILMAZ, K. Comparison of alterations in the surface topographies of hyflex cm and hyflex edm nickel-titanium files after root canal preparation: a three-dimensional optical profilometry study. *Journal of endodontics*, Elsevier, v. 44, n. 1, p. 115–119, 2018.

30 MALDANER, M. Obtenção do fator de intensidade de tensão pelo método da função de Green local modificado. Dissertação (Mestrado) — Brasil, 2009.

31 MEDINA, J. A. H. Avaliação de previsões de fratura elastoplástica. PUC-RJ, 2014.

32 GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. d. Ensaios dos materiais.-[reimpr.]. *Rio de Janeiro: LTC*, 2010.

33 VASCONCELOS, R. A. de; MURPHY, S.; CARVALHO, C. A. T.; GOVINDJEE, R. G.; GOVINDJEE, S.; PETERS, O. A. Evidence for reduced fatigue resistance of contemporary rotary instruments exposed to body temperature. *Journal of endodontics*, Elsevier, v. 42, n. 5, p. 782–787, 2016.

34 STAFFOLI, S.; GRANDE, N. M.; PLOTINO, G.; ÖZYÜREK, T.; GÜNDOĞAR, M.; FORTUNATO, L.; POLIMENI, A. Influence of environmental temperature, heat-treatment and design on the cyclic fatigue resistance of three generations of a single-file nickel-titanium rotary instrument. *Odontology*, Springer, v. 107, n. 3, p. 301–307, 2019.

35 PLOTINO, G.; GRANDE, N.; TESTARELLI, L.; GAMBARINI, G.; CASTAGNOLA, R.; ROSSETTI, A.; ÖZYÜREK, T.; CORDARO, M.; FORTUNATO, L. et al. Cyclic fatigue of reciproc and reciproc blue nickel-titanium reciprocating files at different environmental temperatures. 2018.

36 SHEN, Y.; QIAN, W.; ABTIN, H.; GAO, Y.; HAAPASALO, M. Effect of environment on fatigue failure of controlled memory wire nickel-titanium rotary instruments. *Journal of endodontics*, Elsevier, v. 38, n. 3, p. 376–380, 2012.

37 SEREFOGLU, B.; KURT, S. M.; KAVAL, M. E.; GÜNERI, P.; DEMIRCI, G. K.; ÇALIŞKAN, M. K. Cyclic fatigue resistance of multiused reciproc blue instruments during retreatment procedure. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 46, n. 2, p. 277–282, 2020.

38 LOGSDON, J.; DUNLAP, C.; ARIAS, A.; SCOTT, R.; PETERS, O. A. Current trends in use and reuse of nickel-titanium engine-driven instruments: A survey of endodontists in the united states. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 46, n. 3, p. 391–396, 2020.

39 YARED, G.; DAGHER, F. B.; MACHTOU, P. Cyclic fatigue of profile rotary instruments after clinical use. *International Endodontic Journal*, Wiley Online Library, v. 33, n. 3, p. 204–207, 2000.

40 SILVA, J. D.; RESENDE, P. D.; GARCIA, P. R.; LOPES, N. I. A.; SANTOS, L. A.; BUONO, V. T. L. Fatigue resistance of dual-phase niti wires at different maximum strain amplitudes. *International Journal of Fatigue*, Elsevier, v. 125, p. 97–100, 2019.

41 POVEDA, L. M. Avaliação da resistência à fadiga cíclica flexural dos instrumentos Reciproc Blue e WaveOne Gold. Dissertação (Mestrado) — Universidade de São Paulo, 2017.

42 LOPES, H. P.; VIEIRA, M. V.; ELIAS, C. N.; GONÇALVES, L. S.; JR, J. F. S.; MOREIRA, E. J.; VIEIRA, V. T.; SOUZA, L. C. Influence of the geometry of curved artificial canals on the fracture of rotary nickel-titanium instruments subjected to cyclic fatigue tests. *Journal of endodontics*, Elsevier, v. 39, n. 5, p. 704–707, 2013.

43 LOPES, H. P.; ELIAS, C. N.; FERREIRA, L. M.; SOUZA, L. C. de; LOPES, W. S.; SILVA, E. J.; VIEIRA, V. T.; SOUZA de. Influence of surface grooves orientation on the cyclic fatigue resistance of niti wire. *Dental Press Endodontics*, v. 11, n. 1, p. 40–45, 2021.

44 FERREIRA, L. M. Fratura por fadiga de instrumentos endodônticos de aço inoxidável e de níquel-titânio. Dissertação (Mestrado) — Brasil, 2016.

45 OH, S.; KUM, K.-Y.; KIM, H.-J.; MOON, S.-Y.; KIM, H.-C.; CHANIOTIS, A.; PERINPANAYAGAM, H.; PEDULLÁ, E.; CHANG, S. W. Bending resistance and cyclic fatigue resistance of waveone gold, reciproc blue, and hyflex edm instruments. *Journal of Dental Sciences*, Elsevier, 2019.

46 WALIA, H.; BRANTLEY, W. A.; GERSTEIN, H. An initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 7, n. 14, p. 346–351, 1988.

47 KESKIN, C.; INAN, M. D.; KELEş, A. Cyclic fatigue resistance of reciproc blue, reciproc, and waveone gold reciprocating instruments. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 43, n. 8, p. 1360–1363, 2017.

48 DE-DEUS, G.; SILVA, E. J. N. L.; VIEIRA, V. T.; BELLADONNA, F. G.; ELIAS, C. N.; PLOTINO, G.; GRANDE, N. M. Blue thermomechanical treatment optimizes fatigue resistance and flexibility of the reciproc files. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 43, n. 3, p. 462–466, 2017.

49 SAPATA, V.; SAPATA, D.; GURGEL, J.; NETO, A.; RAMOS, A. Dsc analysis and evaluation of forces released on deactivation of 0.40-mm (0.016") orthodontic thermoactivated niti wires: An in vitro study. *Journal of dental research, dental clinics, dental prospects*, TUOMS PRESS, v. 14, p. 12–18, 2020.

50 LOPES, H. P.; BRITTO, I. M.; ELIAS, C. N.; OLIVEIRA, J. C. M. de; NEVES, M. A.; MOREIRA, E. J.; JR, J. F. S. Cyclic fatigue resistance of protaper universal instruments when subjected to static and dynamic tests. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*, Elsevier, v. 110, n. 3, p. 401–404, 2010.

51 NASCIMENTO, L. Caracterização Do Compósito Epóxi-fibra De Malva Para Emprego Em Blindagem Balística Multicamada. Tese (Doutorado) — Tese de Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais no ..., 2017. 52 COSTA, U. Comportamento Balístico de blindagem multicamada com cerâmica frontal e Compósito de matriz epóxi reforçada com fibras de curauá funcionalizadas com óxido de grafeno. Tese (Doutorado) — Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais no Instituto Militar de Engenharia, 2019.

53 LOPES, H. P.; ELIAS, C. N.; VIEIRA, V. T.; MOREIRA, R. V. M.; OLIVEIRA, J. C. M. de; DEBELIAN, G.; SIQUEIRA, J. F. Effects of electropolishing surface treatment on the cyclic fatigue resistance of biorace nickel-titanium rotary instruments. *Journal of Endodontics*, Elsevier, v. 36, n. 10, p. 1653–1657, 2010.

54 VIEIRA, V. T. L. *Flexibilidade e resistência à fadiga de instrumentos endodônticos de NiTi*. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, 2013.

55 ALRAHABI, A. M. K.; ATTA, R. M. Surface nanoscale profile of waveone, waveone gold, reciproc, and reciproc blue, before and after root canal preparation. *Odontology*, Springer, v. 107, n. 4, p. 500–506, 2019.

56 ZHANG, E.-W.; CHEUNG, G. S.; ZHENG, Y.-F. Influence of cross-sectional design and dimension on mechanical behavior of nickel-titanium instruments under torsion and bending: a numerical analysis. *Journal of endodontics*, Elsevier, v. 36, n. 8, p. 1394–1398, 2010.

57 DE-DEUS, G.; VIEIRA, V. T. L.; SILVA, E. J. N. da; LOPES, H.; ELIAS, C. N.; MOREIRA, E. J. Bending resistance and dynamic and static cyclic fatigue life of reciproc and waveone large instruments. *Journal of endodontics*, Elsevier, v. 40, n. 4, p. 575–579, 2014.

58 ZUPANC, J.; VAHDAT-PAJOUH, N.; SCHÄFER, E. New thermomechanically treated niti alloys–a review. *International endodontic journal*, Wiley Online Library, v. 51, n. 10, p. 1088–1103, 2018.

59 JAMES, L.; MILLS, W. Review and synthesis of stress intensity factor solutions applicable to cracks in bolts. *Engineering Fracture Mechanics*, Elsevier, v. 30, n. 5, p. 641–654, 1988.

60 TOBUSHI, H.; HACHISUKA, T.; YAMADA, S.; LIN, P.-H. Rotating-bending fatigue of a tini shape-memory alloy wire. *Mechanics of Materials*, Elsevier, v. 26, n. 1, p. 35–42, 1997.