

**MINISTÉRIO DA DEFESA  
EXÉRCITO BRASILEIRO  
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA  
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

**LÍGIA MARTINS FERREIRA**

**FRATURA POR FADIGA DE INSTRUMENTOS  
ENDODÔNTICOS DE AÇO INOXIDÁVEL E DE NÍQUEL-  
TITÂNIO**

Rio de Janeiro

2017

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**LÍGIA MARTINS FERREIRA**

**FRATURA POR FADIGA DE INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE  
AÇO INOXIDÁVEL E DE NÍQUEL-TITÂNIO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Carlos Nelson Elias – D. C.

Co-orientador Prof. Hélio Pereira Lopes – D. C.

Rio de Janeiro

2017

c2016

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, microfilmар 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).

620.1 Ferreira, Lígia Martins

F383f Fratura por fadiga de instrumentos endodônticos de aço inoxidável e de níquel-titânio / Lígia Martins Ferreira; orientada por Carlos Nelson Elias; Hélio Pereira Lopes – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2016.

138p.: il.

Dissertação (Mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2016.

1. Curso de Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. Endodontia. I. Elias, Carlos Nelson. II. Lopes, Hélio Pereira. III. Título. IV. Instituto Militar de Engenharia.

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**LÍGIA MARTINS FERREIRA**

**FRATURA POR FADIGA DE INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE  
AÇO INOXIDÁVEL E DE NÍQUEL-TITÂNIO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Carlos Nelson Elias – D. C.

Co-orientador: Hélio Pereira Lopes – D. C.

Aprovada em 07 de fevereiro de 2017 pela seguinte Banca Examinadora:

---

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

---

Prof<sup>a</sup>. Andersan dos Santos Paula – D.C. do IME

---

Prof. Daniel Jogaib Fernandes – D.C. do IME

---

Prof. Hélio Pereira Lopes – D.C. da UNESA

---

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

Rio de Janeiro

2017

Aos meus pais, **Ronaldo** e **Dalva**, principais incentivadores da minha jornada e pelo amor incondicional. Às minhas irmãs, **Clarice** e **Laura**, amigas e parceiras de vida. Ao meu namorado **Luiz**, pelo companheirismo, incentivo e paciência nessa fase. Aos primos, **Júlia** e **Marcelo**, pela amizade e acolhida em sua casa. Amo vocês!

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente ao **professor Carlos Nelson Elias**, pela orientação sábia e competente. Obrigada pela paciência, compreensão e principalmente por todo conhecimento transmitido durante o curso, fundamental para o meu crescimento.

Ao **professor Hélio Pereira Lopes**, pela transmissão de conhecimentos, gentileza e carinho. Obrigada pela oportunidade de convivência mais próxima.

Ao **professor Marcelo Sendra Cabreira**, e a toda equipe do curso de pós-graduação em Endodontia INCO 25, pelos conhecimentos compartilhados, pela amizade e por acreditarem em meu potencial na época de monitoria, me incentivando a iniciar o mestrado.

Ao **professor Victor Talarico Leal Vieira**, pela amizade e constante incentivo na realização desse trabalho.

Ao **Daniel Jogaib Fernandes**, pelo profissionalismo e pelas ideias que contribuíram para um trabalho melhor.

Aos professores **Andersan dos Santos Paula** e **Édio Pereira Lima Júnior** pela ajuda na realização de ensaios.

A todos os professores do IME que contribuíram com a minha formação em ciência dos materiais.

À seção de criogenia do IME pelo fornecimento de nitrogênio líquido para a realização do trabalho, em especial ao **Irani Guedes Matoso**.

Aos amigos **Hector**, **Leonardo** e **Joel** pela convivência descontraída e presteza no trabalho. Sem a alegria deles, completar essa etapa seria mais difícil e sem graça.

Aos alunos da pós-graduação **Danilo**, **Gabriel**, **Ramón** e **Rodolfo** pela ajuda durante a realização do trabalho.

Aos amigos e companheiros de estudo do IME, em especial às amigas **Ana Caroline Crema** e **Fabiana Santos**, pela parceria durante nossa caminhada. Obrigada pela disponibilidade e amizade que levarei para a vida toda!

A todos os amigos e familiares que apoiaram e me incentivaram nessa etapa, acreditaram em meu potencial e se sacrificaram de alguma forma para que eu estivesse aqui hoje.

Por fim, meu agradecimento ao CNPq pelo auxílio financeiro que possibilitou a realização desse trabalho.

## SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES .....	10
LISTA DE TABELAS .....	14
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS.....	16
LISTA DE SIGLAS .....	19
<b>1</b> <b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>22</b>
<b>2</b> <b>PROPOSIÇÃO</b> .....	<b>25</b>
2.1      Objetivo Geral .....	25
2.2      Objetivos específicos .....	25
<b>3</b> <b>REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>26</b>
3.1      Ligas metálicas utilizadas nos instrumentos endodônticos.....	26
3.1.1    Ligas de aço inoxidável .....	26
3.1.2    Ligas de NiTi .....	28
3.2      Instrumentos endodônticos .....	31
3.2.1    Instrumentos endodônticos de aço inoxidável .....	31
3.2.2    Instrumentos endodônticos de NiTi.....	32
3.2.3    Instrumentos endodônticos comerciais .....	34
3.3      Fratura dos instrumentos endodônticos.....	37
3.3.1    Fratura por torção .....	38
3.3.2    Fratura por fadiga dos instrumentos endodônticos .....	40
3.3.3    Fatores que influenciam na fratura dos instrumentos endodônticos .....	43
<b>4</b> <b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>52</b>
4.1      Material .....	52
4.2      Ensaio de flexão em cantiléver .....	53
4.3      Ensaio de microdureza Vickers (HV).....	54
4.4      Espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (Energy Dispersive Spectrometry – EDS).....	54
4.5      Difração de Raios-X (DRX) .....	54
4.6      Calorimetria diferencial de varredura (Differential Scanning Calorimetry - DSC)..	55

4.7	Perfilômetro óptico.....	56
4.8	Ensaio de fadiga por flexão rotativa.....	57
4.9	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	60
4.10	Análise estatística.....	61
<b>5</b>	<b>RESULTADOS.....</b>	<b>62</b>
5.1	Ensaio de flexão em cantiléver .....	62
5.2	Ensaio de microdureza Vickers (HV).....	64
5.3	Espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS) .....	65
5.4	Difração de raios X (DRX).....	66
5.5	Calorimetria diferencial de varredura (DSC).....	69
5.6	Perfilômetro óptico.....	72
5.7	Ensaio de fadiga por flexão rotativa.....	75
5.8	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	77
5.8.1	Grupo de amostras do ensaio de fadiga I .....	77
5.8.2	Grupo de fadiga II .....	86
<b>6</b>	<b>DISCUSSÃO.....</b>	<b>92</b>
6.1	Ensaio de flexão em cantiléver .....	92
6.2	Ensaio de microdureza Vickers (HV).....	95
6.3	Espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS) .....	97
6.4	Difração de raios-X (DRX) .....	98
6.5	Calorimetria diferencial de varredura (DSC).....	99
6.6	Perfilômetro óptico.....	101
6.8	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	107
<b>7</b>	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>110</b>
<b>8</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b> Erro! Indicador não definido.	
<b>9</b>	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>113</b>
<b>9</b>	<b>APÊNDICES.....</b>	<b>118</b>
9.1	APÊNDICE 1: Relatórios dos ensaios de flexão em 45° .....	119



9.2	APÊNDICE 2: Tabela com valores de microdureza Vickers para cada endentação	126
9.3	APÊNDICE 3: Testes estatísticos microdureza Vickers .....	126
9.4	APÊNDICE 4: Fichas cristalográficas utilizadas na análise de DRX: Inox CCC, Inox CFC e NiTi austenítica, respectivamente. ....	127
9.5	APÊNDICE 5: Tabelas de valores de Ra obtidos por perfilometria óptica: .....	133
9.6	APÊNDICE 6: Testes de normalidade dos dados de Ra: .....	134
9.7	APÊNDICE 7: Relatórios dos ensaios de fadiga grupo I: .....	136
9.8	APÊNDICE 8: Testes de normalidade dos dados do ensaio de fadiga: .....	138

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 3.1	Morfologia dos instrumentos tipo K de aço inoxidável analisados no presente trabalho: (a) K-FlexoFile e (b) Flexicut CCcord .....	34
FIG. 3.2	Morfologia dos instrumentos tipo K analisados no presente trabalho (a) K-Nitiflex e (b) K-NiTi-VDW, ambos de NiTi .....	35
FIG. 3.3	Morfologia dos instrumentos de NiTi RaCe analisados no presente trabalho .....	35
FIG. 3.4	Fratura por imobilização da ponta do instrumento: (a) Torção no sentido horário com reversão do sentido das hélices em relação ao sentido original. (b) Torção no sentido anti-horário com diminuição do passo das hélices .....	38
FIG. 3.5	Ângulos de curvatura iguais e raios de curvatura diferentes. Pruett et al., (1997) ..	44
FIG. 4.1	Dispositivo utilizado nos ensaios de flexão em 45°. Vieira (2013) .....	51
FIG. 4.2	Dispositivo utilizado nos ensaios de flexão rotativa .....	56
FIG. 4.3	(a) canal artificial; (b) placa metálica; (c) parafuso para união entre canal e placa; (d) desenho esquemático do canal artificial utilizado no ensaio mecânico .....	57
FIG. 4.4	(a) contra-ângulo Sirona; (b) peça que acopla instrumentos endodônticos; (c) parafuso que prende instrumento/fio à peça; (d) chave de parafusamento; (e) instrumento endodôntico manual; (f) peça de acoplamento dos fios; (g) fio .....	57
FIG. 5.1	Variação dos valores médios das forças (gf) necessárias para flexionar os instrumentos endodônticos estudados em 21°, 37° e 45° .....	61
FIG. 5.2	Representação gráfica dos valores médios das forças (gf) necessárias para flexionar os fios em 21°, 37° e 45° .....	61

FIG. 5.3	Difratogramas dos instrumentos endodônticos de NiTi analisados. Picos e seus respectivos índices de Miller e grupo espacial Pm-3m na nomenclatura de Hermman-Mauguin, (a) Maillefer; (b) Morelli; (c) RaCe e (d) VDW .....	65
FIG. 5.4	Difratograma dos instrumentos de aço inoxidável. Picos e seus respectivos grupos espaciais Fm-3m (austenita) e Im-3m (ferrita) na nomenclatura de Hermman-Mauguin, sendo (a) Maillefer; (b) Morelli e (c) VDW.....	66
FIG. 5.5	Curva de DSC das amostras de NiTi dos instrumentos Maillefer .....	67
FIG. 5.6	Curva de DSC das amostras de NiTi dos fios Morelli .....	67
FIG. 5.7	Curva de DSC das amostras de NiTi dos instrumentos RaCe .....	68
FIG. 5.8	Curva de DSC das amostras de NiTi dos instrumentos VDW .....	68
FIG. 5.9	Imagem perfilometria óptica dos fios Morelli de aço inoxidável e de NiTi analisados .....	71
FIG. 5.10	Imagem perfilometria óptica dos instrumentos de aço inoxidável e de NiTi analisados .....	72
FIG. 5.11	Morfologia da superfície dos instrumentos endodônticos analisados (a) Maillefer de aço inoxidável; (b) VDW de aço inoxidável; (c) FKG RaCe de NiTi; (d) Maillefer de NiTi e (e) VDW de NiTi. Aumento de 500x .....	76
FIG. 5.12	Morfologia da superfície dos instrumentos endodônticos analisados (a) Maillefer de aço inoxidável; (b) VDW de aço inoxidável; (c) FKG RaCe de NiTi; (d) Maillefer de NiTi e (e) VDW de NiTi em aumento de 1000x .....	78
FIG. 5.13	Morfologia da superfície dos fios de aço inoxidável com as diferentes ranhuras produzidas em laboratório: (a) ranhuras em 90° em relação ao comprimento; (b) em 45° com seu longo eixo; (c) longitudinal ao seu longo eixo e (d) sem ranhuras com um aumento de 500x .....	79

FIG. 5.14 Morfologia da superfície dos fios de NiTi: (a) ranhuras em 90° com seu longo eixo; (b) em 45° com seu longo eixo; (c) longitudinal ao seu longo eixo e (d) sem ranhuras com um aumento de 500x .....	80
FIG. 5.15 Morfologia da superfície dos instrumentos de aço inoxidável após fratura por fadiga com aumento de 500x: (a) instrumento Maillefer; (b) instrumento VDW .....	81
FIG. 5.16 Morfologia da superfície dos instrumentos de NiTi após fratura por fadiga com aumento de 500x: (a) instrumento FKG RaCe; (b) instrumento Maillefer; (c) instrumento VDW .....	82
FIG. 5.17 Morfologia dos fios de aço inoxidável com aumento de 500x. (a) fio com ranhuras a 90° com seu longo eixo; (b) fio com ranhuras a 45° com seu longo eixo; (c) fio com ranhuras longitudinais; (d) fio sem ranhuras .....	83
FIG. 5.18 Morfologia da superfície dos fios de NiTi com aumento de 500x após ensaio de fadiga. (a) fio com ranhuras a 90° com seu longo eixo; (b) fio com ranhuras a 45° com seu longo eixo; (c) fio com ranhuras longitudinais; (d) fio sem ranhuras .....	84
FIG. 5.19 Morfologia dos instrumentos endodônticos de aço inoxidável com aumento de 5000x após 25%, 50% e 75% do tempo de vida em fadiga dos instrumentos da marca Maillefer e VDW .....	85
FIG. 5.20 Morfologia dos instrumentos endodônticos de NiTi com aumento de 2500x após 25%, 50% e 75% do tempo de vida em fadiga dos instrumentos da marca Maillefer, RaCe e VDW .....	86
FIG. 5.21 Morfologia dos fios de aço inoxidável e de NiTi com aumento de 2500x após 25, 50 e 75% do tempo para ocorrer a fratura por fadiga nos fios com ranhuras em 90° .....	88
FIG. 5.22 Morfologia dos fios de aço inoxidável e de NiTi com aumento de 2500x após 25, 50 e 75% do tempo para ocorrer a fratura por fadiga nos fios com ranhuras em 45° .....	88

FIG. 5.23 Morfologia dos fios de aço inoxidável e de NiTi com aumento de 2500x após 25, 50 e 75% do tempo para ocorrer a fratura por fadiga nos fios com ranhuras longitudinais .....	89
FIG. 5.24 Morfologia dos fios de aço inoxidável e de NiTi com aumento de 2500x após 25, 50 e 75% do tempo para ocorrer a fratura por fadiga nos fios sem ranhuras .....	89
FIG. 6.1 Flecha versus distância de aplicação da mesma carga para o ensaio de flexão pelo método engastado para geometrias de seção transversal triangular, quadrada e circular com áreas iguais .....	91
FIG. 6.2 Representação dos valores médios das forças (gf) necessárias para flexionar um fio de aço inoxidável e suas regiões distintas: I deformação elástica e II deformação plástica do material .....	92
FIG. 6.3 Representação gráfica dos valores médios das forças (gf) necessárias para flexionar um fio de NiTi, com três regiões com comportamentos distintos: I deformação elástica da fase austenítica; II transformação da austenita em martensita por TMIT e III comportamento elastoplástico do material totalmente martensítico .....	93
FIG. 6.4 (a) Impressão microdureza Vickers perfeita, com os lados do losango paralelos. Amostra Morelli de aço inoxidável. (b) Impressão microdureza Vickers imperfeita, com as faces do quadrilátero côncavas. Amostra Morelli de NiTi .....	96

## LISTA DE TABELAS

- TAB. 3.1 Composição química das ligas de aço inoxidável recomendados para a fabricação de instrumentos endodônticos .....25
- TAB. 5.1 Média dos valores da força (gf) para flexão em 45° dos instrumentos estudados, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas iguais indicam que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos ....62
- TAB. 5.2 Média dos valores da força (gf) para flexão em 45° dos fios estudados, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos .....62
- TAB. 5.3 Média dos valores da microdureza Vickers dos instrumentos (I) e fios (F) estudados, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos .....63
- TAB. 5.4 Média da percentagem química obtida por EDS das amostras de NiTi .....63
- TAB. 5.5 Média da percentagem química obtida por EDS das amostras de aço inoxidável ..64
- TAB. 5.6 Valores das temperaturas de transformação obtidos nos ensaios de DSC.....69
- TAB. 5.7 Média dos valores de Ra ( $\mu\text{m}$ ) dos fios de aço inoxidável, desvio padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos .....70
- TAB. 5.8 Média dos valores encontrados para Ra ( $\mu\text{m}$ ) dos fios de NiTi, desvio padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos .....70

TAB. 5.9 Média dos valores de Ra dos instrumentos endodônticos. As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos .....	73
TAB. 5.10 Média dos valores no número de ciclos para a fratura por fadiga ( $N_f$ ) dos fios Morelli NiTi com diferentes acabamentos superficiais, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos .....	74
TAB. 5.11 Média do número de ciclos para fratura a por fadiga ( $N_f$ ) dos fios Morelli de aço inoxidável com diferentes acabamentos superficiais, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos .....	74
TAB. 5.12 Média do número de ciclos para fratura em fadiga ( $N_f$ ) dos instrumentos endodônticos, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos .....	75
TAB. 6.1 Média da percentagem química (%peso) obtida por EDS das amostras de aço inoxidável e as preconizadas do aço austenítico AISI 301 .....	97
TAB. 6.2 Resultado dos ensaios de fadiga, perfilometria óptica, flexão em 45°, DRX e DSC dos instrumentos endodônticos. As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatística entre os grupos .....	103
TAB. 6.3 Resultado dos ensaios de fadiga, perfilometria óptica, flexão em 45°, DRX e DSC dos fios de aço inoxidável. As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatística entre os grupos .....	103
TAB. 6.4 Resultado dos ensaios de fadiga, perfilometria óptica, flexão em 45°, DRX e DSC dos fios de NiTi. As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatística entre os grupos .....	104

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

### ABREVIATURAS

$A_f$	-	Austenite finish (temperatura do final da transformação austenítica)
$A_s$	-	Austenite start (temperatura de início da transformação austenítica)
ANOVA-		Análise de Variância
B2	-	Nomenclatura cristalográfica para estrutura cúbica de corpo centrado
B2'	-	Nomenclatura cristalográfica para estrutura romboédrica
B19	-	Nomenclatura cristalográfica para estrutura ortorrômbica
B19'	-	Nomenclatura cristalográfica para estrutura monoclínica
CCC	-	Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado
CFC	-	Estrutura cristalina cúbica de face centrada
CM	-	Controlled memory (memória controlada)
CS	-	Estrutura cristalina cúbica simples
CsCl	-	Cloreto de Césio
CV	-	Coefficiente de variação
D0	-	Diâmetro medido na base da ponta do instrumento
D13	-	Diâmetro medido a treze milímetros da ponta do instrumento
D16	-	Diâmetro medido no final da parte de trabalho do instrumento
D3	-	Diâmetro medido a três milímetros da ponta do instrumento
D5	-	Diâmetro medido a cinco milímetros da ponta do instrumento
D8	-	Diâmetro medido a oito milímetros da ponta do instrumento
DP	-	Desvio-padrão
DRX	-	Difração de Raios-X
DSC	-	Differential Scanning Calorimetry (Calorimetria Diferencial de Varredura)
EDS	-	Energy Dispersive Spectroscopy (Espectroscopia por Dispersão de Energia)
EMF	-	Efeito Memória de Forma
F	-	Fio
HC	-	Estrutura cristalina hexagonal compacta
HF	-	Ácido fluorídrico
$HNO_3$	-	Ácido nítrico
HV	-	Hardness Vickers (Dureza Vickers)



I	-	Instrumento
K	-	Kerr
$K_{IA}$	-	Fator de intensidade de tensão crítico na porção austenítica do material
$K_{IC}$	-	Fator de intensidade de tensão crítico utilizado nos metais convencionais
$K_{IM}$	-	Fator de intensidade de tensão crítico na porção martensítica do material
MEV	-	Microscópio Eletrônico de Varredura
$M_f$	-	Martensite finish (temperatura de início da transformação martensítica)
$M_s$	-	Martensite start (temperatura do final da transformação martensítica)
MIT	-	Martensita induzida por tensão
Mn	-	Manganês
MnS	-	Sulfeto de manganês
Mo	-	Molibdênio
MO	-	Microscopia Óptica
NBR	-	Norma da Associação Brasileira de Normas Técnicas
$N_f$	-	Número de ciclos até a fratura
R	-	Nomenclatura cristalográfica para estrutura romboédrica
Ra	-	Roughness average (rugosidade aritmética)
SE	-	Superelasticidade
SNK	-	Teste estatístico Student-Newman-Kells
TC	-	Estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado
$Ti_3Ni_4$	-	Precipitado metaestável com estrutura romboédrica das ligas de NiTi ricas em Ni
TM	-	Transformação martensítica
TMIT	-	Transformação martensítica induzida por tensão
TR	-	Transformação reversa
TTT	-	Diagrama transformação-tempo-temperatura
X	-	Média

## SÍMBOLOS

Al	-	Alumínio
C	-	Carbono
Cr	-	Cromo
Cu	-	Cobre

Fe - Ferro  
N - Newton  
NiTi - Níquel-Titânio  
Ni - Níquel  
p - Probabilidade referente à estatística analítica  
S - Enxofre  
Si - Silício  
Ti - Titânio

## LISTA DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ADA	American Dental Association
AISI	American Iron and Steel Institute (Instituto Americano do Ferro e do Aço)
EUA	Estados Unidos da América
IME	Instituto Militar de Engenharia (Rio de Janeiro, Brasil)

## RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi determinar a influência das características superficiais na fratura por fadiga em aço inoxidável e NiTi. Foram analisados instrumentos endodônticos de seção transversal triangular, tamanho ISO 40 e comprimento 25 mm e fios de NiTi com diâmetro de 0,40 mm e diferentes acabamentos superficiais (sem ranhura, com ranhuras a 90°, a 45° e longitudinais). Os resultados mostraram que houve diferença significativa na flexão em cantiléver, microdureza Vickers, no  $N_f$  em flexão rotativa, na morfologia de fratura e na Ra entre as amostras. As amostras de NiTi são mais flexíveis, com menor HV, maior resistência à flexão rotativa e pior acabamento superficial. Nos resultados das análises por EDS não foi observada diferença significativa na composição química entre grupos da mesma liga. As análises por DRX revelaram que as amostras de aço inoxidável apresentam fases austenítica e ferrítica e as de NiTi são exclusivamente austeníticas à temperatura ambiente. A análise de DSC das amostras de NiTi confirmou o encontrado no DRX. Houve diferença significativa no parâmetro de rugosidade Ra das amostras, exceto entre os instrumentos endodônticos de aço inoxidável. No ensaio de flexão rotativa foi observado que a presença de ranhuras superficiais afeta negativamente na resistência à fadiga ( $N_f$ ) e as ranhuras em 90° são mais prejudiciais, seguidas das em 45°. O ensaio de fadiga de um segundo grupo de amostras foi interrompido em 25, 50 e 75% do  $N_f$  para avaliar a influência dos defeitos superficiais na evolução das trincas. Pode-se observar que o mecanismo de fratura depende da liga e do tipo de acabamento superficial. Amostras de aço inoxidável deformam mais plasticamente antes da fratura e têm a tendência de propagação de trincas em “zig-zag”. Nas amostras de NiTi sem polimento eletrolítico a propagação das trincas de fratura acompanha os defeitos superficiais. Após a fratura as amostras sem defeitos superficiais apresentaram menor número de trincas, as quais apresentaram crescimento à 45° com eixo longitudinal. Nos fios com trincas em 90° e 45° há tendência à nucleação precoce e propagação acelerada das trincas nos defeitos superficiais. Fios com ranhuras longitudinais e sem ranhuras tendem a ter fratura intergranular e possuem vida em fadiga maior que os demais. Além da presença e profundidade dos defeitos superficiais, sua direção influencia significativamente na vida em fadiga dos instrumentos endodônticos.

## ABSTRACT

The objective of this work was to determine the influence of surface morphology on fatigue fracture of stainless steel (SS) and NiTi. Endodontic instruments with a triangular cross section of ISO 40 and length 25 mm and wires with diameter equal to 0.40 mm with different surface finishes (no grooves, grooves at 90°, 45° and longitudinals) of both alloys were analyzed. Comparing different alloys, there was a significant difference in flexion in cantilever, Vickers microhardness, Nf in rotational flexion, fracture morphology and Ra. NiTi samples were more flexible, with lower HV, more resistant to rotary bending and worse surface finish than SS. EDS analysis results showed no significant difference in chemical composition among groups of the same alloy. The XRD analyzes revealed that the SS samples have austenitic and ferritic phases and the NiTi samples are exclusively austenitic at room temperature. The DSC analysis of NiTi samples confirmed that found in XRD. There was a significant difference in the Ra of almost all the samples, except between the endodontic instruments of stainless steel. In the rotational flexion test the Nf was determined for each group and it was found that the presence of superficial grooves negatively affects the fatigue strength, with grooves at 90° the most harmful, followed by at 45°. Longitudinal grooves affected Nf. The fatigue test was stop at 25, 50 and 75% of Nf and the influence of surface defects in the evolution of cracks was evaluated. It has been found that the fracture mechanism changed among alloys and the surface finish morphology. Stainless steel samples deform more plastically before fracture and the cracks tend to propagate like zigzag. In samples of NiTi without electrolytic polishing the propagation accompanies the surface defects. Samples without defects have a reduced number of cracks, nucleating few and small cracks at 45° with the long axis. Wires with cracks at 90° and 45° there is a tendency for early nucleation and accelerated propagation of cracks along superficial defects. Wires with longitudinal grooves and without grooves tend to have intergranular fracture and have a longer fatigue life than the others. In addition to the presence and depth of surface defects, its direction significantly changes the fatigue life of endodontic instruments.

## 1 INTRODUÇÃO

Os instrumentos endodônticos são fabricados com aço inoxidável austenítico ou com ligas de níquel-titânio (NiTi) com diferentes composições químicas e estados termomecânicos.

Os instrumentos de aço inoxidável são extremamente eficientes para o cateterismo inicial dos canais radiculares atrésicos devido a sua maior resistência à flambagem, o que permite avançar com facilidade quando pressionados no sentido apical. Nestes casos são utilizados instrumentos de pequeno diâmetro, os quais são flexíveis o suficiente para acompanhar a curvatura do canal e seguir o caminho da luz do canal até o ápice. Os instrumentos de aço inoxidável são mais utilizados para instrumentação de canais retos ou com grandes raios de curvatura. Entre as vantagens dos instrumentos de aço inoxidável destacam-se o seu baixo custo e a maior capacidade de corte. Estes instrumentos com maior diâmetro são inadequados para o preparo de canais com menor raio de curvatura, uma vez que não acompanham a curvatura anatômica. A alta rigidez do aço inoxidável faz com que os instrumentos tendam a manter sua forma original durante a instrumentação. Esta característica promove uma modelagem inadequada do canal, com remoção excêntrica de dentina. O preparo do canal é mais crítico na região após o centro do raio de curvatura do canal, podendo levar ao insucesso do tratamento endodôntico. Devido às suas limitações clínicas, esses instrumentos têm sido utilizados concomitantemente aos de NiTi.

Os instrumentos de NiTi revolucionaram a endodontia devido às suas propriedades mecânicas. Possuem maior flexibilidade que os instrumentos de aço inoxidável, oferecendo condições mais adequadas ao preparo dos canais, mantendo sua forma e conseqüentemente gerando uma menor incidência de complicações e iatrogenias, como transporte do canal, formação de degraus, zips e perfurações, principalmente em canais curvos e/ou atresiadados (WALIA, BRANTLEY & GERSTEIN, 1988; PECORA, *et al.*, 2002; LOPES *et al.*, 2010; SHEN, *et al.*, 2011)

Apesar das vantagens da utilização dos instrumentos endodônticos de NiTi na instrumentação de canais radiculares com anatomia complexa, esses instrumentos apresentam um elevado risco de fratura quando utilizado em canais curvos, sendo essa a maior preocupação do operador durante sua utilização, pois pode comprometer o prognóstico do

tratamento (LOPES, *et al.*, 2010). O fragmento remanescente no interior do canal impede a limpeza e modelamento adequado do canal, dificultando sua adequada obturação posterior. A remoção do fragmento é difícil, trabalhosa e aumenta o risco de perfurações radiculares e desvios na trajetória original do canal. Além disso, para que o fragmento seja removido necessita-se de maior ampliação dos canais, podendo levar a desgastes dentinários excessivos e fragilização da raiz dentária (COHEN, GLASSMAN & MOUNCE, 2005)

A cinemática de acionamento mais comum dos instrumentos endodônticos é o de rotação contínua no interior do canal radicular. Um instrumento introduzido em um canal curvo recebe a resistência das paredes dentinárias e é forçado a flexionar-se para acompanhar a anatomia radicular. Com a rotação e a flexão, os instrumentos ficam submetidos a tensões alternadas de tração e compressão, induzindo a nucleação de trincas na superfície do instrumento. A cada giro completo no interior do canal ocorre um ciclo de tração-compressão no instrumento fazendo com que as trincas cresçam em forma de incremento. As tensões máximas nos instrumentos ocorrem no centro da curvatura do canal. As modificações microestruturais e a nucleação de trincas são imperceptíveis clinicamente, fazendo com que a propagação ocorra lentamente até ter um tamanho crítico e o material rompa-se de forma súbita e inesperada.

A falta de deformação plástica prévia à fratura dificulta a identificação do momento ideal de descarte do instrumento. O mais recomendado é o descarte dos instrumentos após um uso, mas seu custo elevado faz com que sua reutilização seja comum na prática odontológica. A utilização de mais de um instrumento endodôntico na preparação dos canais dificulta a identificação do tempo de vida do instrumento e consequente momento ideal para descartá-lo (YOU *et al.*, 2010).

Diversos fatores podem influenciar nas propriedades do instrumento, entre eles: a geometria, o processo de fabricação e acabamento superficial. Os instrumentos de NiTi, em função da sua superelasticidade, geralmente são confeccionados por usinagem. Esse processo de fabricação gera maior número de defeitos de acabamento superficial do que pelo método de torção, método geralmente utilizado para confecção de instrumentos de aço inoxidável. A presença desses defeitos altera negativamente o comportamento mecânico dos instrumentos endodônticos, principalmente em relação à capacidade de corte e à resistência à fratura por fadiga. Outro aspecto negativo da fabricação por usinagem é que os grãos são cortados, reduzindo significativamente a resistência à fratura por torção e à flambagem (LOPES *et al.*, 2010; THOMPSON 2000, NAKAGAWA, 2011).

É de grande importância que o cirurgião-dentista conheça as propriedades dos instrumentos com os quais trabalha, para tirar o máximo proveito dos mesmos e diminuir o número de insucessos por falhas do operador. Assim sendo, este trabalho tem como objetivo avaliar o comportamento mecânico de instrumentos endodônticos de três diferentes marcas de aço inoxidável e de NiTi com geometrias, diâmetros e conicidades semelhantes. Foram realizadas comparações das propriedades dos instrumentos, entre elas: composição química das ligas, fases presentes, flexibilidade, acabamento superficial, microdureza, resistência a fadiga e os mecanismos de fratura. O objetivo é fornecer ao cirurgião-dentista informações sobre a fratura dos instrumentos para permitir a escolha adequada para cada caso na clínica endodôntica e sugerir aos fabricantes, mudanças no processo de fabricação que influenciam na falha dos instrumentos e propor possíveis soluções para as mesmas.

Como inúmeras variáveis influenciam nas propriedades dos instrumentos endodônticos, mesmo que comparemos instrumentos com características semelhantes, uma pequena diferença entre elas pode influenciar no resultado dos ensaios. Em consequência, no presente trabalho foram avaliadas as propriedades de instrumentos com dimensões semelhantes e determinada a influência da rugosidade superficial em fios de aço inoxidável e de NiTi. O acabamento dos fios foi alterado com uso de lixas para isolar apenas essa variável e analisar a influência da rugosidade na fratura e na vida em fadiga por flexão rotativa.



## 2 PROPOSIÇÃO

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Determinar a influência das características superficiais na fratura por fadiga por flexão rotativa em instrumentos endodônticos e fios metálicos de aço inoxidável e NiTi.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Analisar a flexibilidade das amostras mediante ensaio de flexão.
- Analisar a microdureza Vickers.
- Caracterizar a composição química por EDS
- Caracterizar as fases cristalinas das ligas por DRX.
- Analisar a temperatura de transição martensítica nas amostras de NiTi por DSC.
- Analisar a rugosidade superficial dos instrumentos e fios por interferometria.
- Determinar a resistência à fadiga por flexão rotativa dos instrumentos endodônticos e fios submetidos a ensaios de rotação em canal dentário artificial.
- Avaliar a nucleação e o crescimento de trincas nos instrumentos endodônticos e nos fios durante flexão rotativa.
- Avaliar a influência e a direção de defeitos superficiais e a vida em fadiga por flexão rotativa.
- Caracterizar a morfologia da fratura por flexão rotativa.

### 3 REVISÃO DE LITERATURA

#### 3.1 LIGAS METÁLICAS UTILIZADAS NOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS

##### 3.1.1 LIGAS DE AÇO INOXIDÁVEL

As ligas de aço inoxidável são ligas ferrosas com baixo teor de carbono e com teor de cromo (Cr) acima de 11%p. A adição do cromo à liga fornece um caráter protetor à corrosão. A resistência à corrosão é aumentada pela adição de níquel (Ni) e molibdênio (Mo) (GENTIL, 2011). Os aços inoxidáveis podem ser classificados de acordo com a microestrutura predominante à temperatura ambiente em austeníticos, ferríticos, martensíticos e endurecíveis por precipitação.

No caso dos aços, a martensita é uma fase metaestável e não aparece no diagrama Fe-C. Ela é resultante de uma transformação adifusional ocasionada pelo resfriamento rápido da fase austenítica. Neste caso, a estrutura FCC da austenita transforma-se na forma de agulhas ou placas com estrutura tetragonal de corpo centrado (TC), cúbica de corpo centrado ou hexagonal compacta (HC), dependendo da temperatura e composição química. Essa mudança de fase no estado sólido é decorrente do cisalhamento da estrutura por movimentação ordenada dos átomos, de forma tão rápida que não há tempo de ocorrer difusão dos átomos de C e dos elementos de liga, que ficam retidos na sua estrutura cristalina. Essa transformação é conhecida como transformação martensítica (TM) (ANUSAVICE, 2005; PAULA, 2006).

Em qualquer microestrutura de aço, os elementos de liga podem substituir os átomos de ferro nas posições cristalinas, com exceção de átomos muito pequenos como o C, Mn, O, H e B, que ocupam os espaços intersticiais da célula unitária (ELIAS & LOPES, 2007). Os teores de Cr e Ni são os principais responsáveis pela determinação da microestrutura presente nos aços.

Os aços inoxidáveis austeníticos são os mais resistentes à corrosão devido aos seus altos teores de Cr e às adições de Ni. São não magnéticos, podendo ser facilmente distinguíveis dos martensíticos e ferríticos. Eles são indicados para a fabricação dos instrumentos endodônticos

e seus percentuais químicos variam de acordo com o fabricante. As ligas de aço inoxidável austenítico recomendadas para a fabricação de instrumentos endodônticos são das séries AISI (American Iron and Steel Institute) 301, 302 e 303, conforme especificação nº29 da ANSI/ADA (AMERICAN DENTAL ASSOCIATION, 1976) por possuírem boa resistência à corrosão e à fratura, grande tenacidade e dureza.

Os aços inoxidáveis da série 300 são austeníticos, não magnéticos, com estrutura CFC, compostos basicamente de Fe, Cr e Ni. A composição química das ligas preconizadas para a fabricação dos instrumentos endodônticos está resumida na TAB. 3.1.

TAB. 3.1 Composição química das ligas de aço inoxidável recomendados para a fabricação de instrumentos endodônticos.

	<b>Composição química</b>		
	<b>Tipo ASTM (AISI)</b>		
	<b>301</b>	<b>302</b>	<b>303</b>
<b>Cromo (Cr)</b>	17% ± 1%	18% ± 1%	18% ± 1%
<b>Níquel (Ni)</b>	7% ± 1%	9% ± 1%	9% ± 1%
<b>Manganês (Mn)</b>	Máximo 2%	Máximo 2%	Máximo 2%
<b>Silício (Si)</b>	Máximo 1%	Máximo 1%	Máximo 1%
<b>Carbono (C)</b>	Máximo 0,15%	Máximo 0,15%	Máximo 0,15%
<b>Enxofre (S)</b>	-	-	Mínimo 0,15%

O Cr adicionado à liga é o responsável pela formação de uma camada de óxido passiva em sua superfície que dá ao aço o caráter inoxidável. O cromo em contato com o oxigênio forma uma película de óxido de cromo ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) aderido à superfície do material que o protege de possíveis agentes agressivos, proporcionando a resistência à corrosão (GENTIL, 2011; OIYE, 2003).

O Ni presente na composição do aço auxilia na formação da camada passiva, aumentando a resistência à corrosão e ao calor. Além disso, a presença do Ni aumenta o campo de estabilidade da austenita, em função do percentual adicionado a estrutura cristalina CFC é estável à temperatura ambiente. O Ni também aumenta a ductilidade da liga, sua resistência mecânica e soldabilidade (OIYE, 2003). Pequenas quantidades de manganês (Mn) estabilizam a fase austenítica.

O silício (Si) atua de maneira análoga ao Cr, aumentando a resistência à corrosão da liga e aumentando o campo ferrítico (OIYE, 2003).

O S é normalmente considerado uma impureza. O S reage com o Mn e forma inclusões de sulfeto de manganês (MnS) que reduz a resistência à corrosão da liga, principalmente a corrosão por pites. Em alguns casos o S é adicionado como elemento de liga para melhorar a usinabilidade do aço (OIYE, 2003),

As propriedades mecânicas dos aços são sensíveis ao teor de carbono (C). Ele é utilizado para aumentar a resistência mecânica e dureza dos aços inoxidáveis. Os aços inoxidáveis recomendados para a fabricação de instrumentos endodônticos possuem baixo teor de C para evitar a sensitização. A sensitização é associada à formação de carbonetos de cromo nos contornos de grão devido a difusão do C da matriz e do Cr das regiões circunvizinhas para os contornos de grão. Isso faz com que as regiões vizinhas aos contornos de grão possuam uma menor concentração de Cr, favorecendo a corrosão nessas regiões (corrosão intergranular) (BATISTA, 2002 apud GOMES, 2010).

### 3.1.2 LIGAS DE NITI

A liga de NiTi é uma liga com memória de forma. O termo liga com memória de forma refere-se a um grupo de materiais que após terem sido deformados, voltam a forma inicial quando submetidos a um procedimento termomecânico apropriado. As ligas com memória de forma apresentam duas características peculiares, que são o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE) (PAULA, 2006; THOMPSON, 2000). Essas duas propriedades, EMF e SE, estão interligadas entre si e estão associadas à transformação martensítica (TM). A liga de NiTi é polimórfica, apresentando duas estruturas cristalinas, austenita (B2) e martensita (B19') e o efeito memória de forma envolve transformações e reversões de fases entre essas estruturas (THOMPSON, 2000).

A transformação de fase nas ligas NiTi pode ser induzida por tensão ou por variação térmica e é semelhante a que ocorre nos aços. No NiTi a estrutura austenítica possui aspectos estruturais de CCC, mas como é uma solução sólida intermetálica, sua estrutura é mais próxima da estrutura cúbica simples (CS), semelhante à do Cloreto de cério (CsCl). A austenita é a fase estável em temperaturas elevadas. Com o resfriamento ocorre a TM, ou seja, a austenita transforma-se em martensita. Essa transformação ocorre em uma faixa de temperatura. Durante o resfriamento, a partir de uma temperatura crítica, *martensite start*

( $M_s$ ), começa a haver transformação espontânea para a microestrutura martensítica, até que ao atingir a temperatura *martensite finish* ( $M_f$ ), na qual o material encontra-se totalmente martensítico, (MACHADO, 2002; OTSUKA & WAYMAN, 1998; PAULA, 2006). Normalmente, a transformação não é total permanecendo um percentual de austenita, o qual é e chamada de austenita retida (MACHADO, 2002).

A transformação da estrutura da austenita para martensita ocorre por cisalhamento, com formação da estrutura monoclinica. Essa transformação ocorre devido a busca por estabilidade da estrutura cristalina e afeta apenas a microestrutura, formando cristais de martensita auto-acomodados, altamente maclados internamente, com pequena ou nenhuma alteração macroscópica. Essa estabilidade depende da temperatura e da tensão em que o material se encontra (OTSUKA & WAYMAN, 1998; PAULA, 2006).

A fase martensítica apresenta maior elasticidade do que a fase austenítica, sendo facilmente deformável, atingindo grandes percentuais de deformação com tensões relativamente baixas (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010). Quando é aplicada uma tensão, a deformação da martensita ocorre pela migração dos contornos de maclas, reorientando as variantes da martensita na direção da força aplicada, aumentando algumas regiões de macla e diminuindo outras. Quando a tensão é removida, essa orientação preferencial das maclas permanece e o material se mantém deformado. Com o aquecimento ocorre a transformação reversa (TR), onde a martensita deformada retorna para a fase austenítica, assim o material retorna ao seu tamanho e forma originais. A TR ocorre em uma faixa de temperatura, assim como a TM, tendo uma temperatura onde se inicia a transformação da martensita em austenita, *austenite start* ( $A_s$ ), e uma temperatura em que toda o material está com estrutura austenítica, *austenite finish* ( $A_f$ ). Esse é o efeito da memória de forma (MAGALHÃES, 2010; PAULA, 2006).

A forma original a ser “lembrada” é criada pelo aquecimento acima da temperatura de transformação, para que o material esteja totalmente austenítico e seja mantido nessa temperatura por um período de tempo suficiente. Para ligas de NiTi, em função da composição, é preciso um tratamento térmico de duração de uma hora a 500°C.

A maior parte dos materiais metálicos apresenta um comportamento elástico em que a deformação até certo limite é proporcional à força aplicada, com uma relação conhecida por Lei de Hooke. Nos casos dos aços, a deformação elástica é normalmente definida como até 0,2% de seu comprimento inicial. Quando a lei de Hooke passa a não ser mais válida, falamos que a força excede o limite de escoamento e o material passa a sofrer deformação plástica

permanente (ANUSAVICE, 2005; ELIAS & LOPES, 2007). Embora a deformação apresentada pelas ligas com memória de forma seja temporária, ela não é uma deformação verdadeiramente plástica, nem é estritamente elástica. Nesses casos chamamos de deformação termoelástica, podendo chegar a 8% sem que haja deformação residual permanente.

A outra característica especial das ligas de NiTi é a superelasticidade, que é a capacidade de recuperação de deformações muito além do limite elástico convencional apenas pela retirada da tensão que lhe deu origem, sem a necessidade de aquecimento (PAULA, 2006). Esse fenômeno é observado quando a liga de NiTi encontra-se em uma temperatura acima da temperatura de transformação, onde somente a austenita é estável na ausência de tensões. Nessas condições, quando submetida a um carregamento mecânico há inicialmente uma resposta elástica, até aproximadamente 2% de deformação. A partir desse nível, a austenita vai tornando-se instável e, em busca de estabilidade, começa a transformar-se em martensita. Essa TM que surge pela aplicação de um carregamento forma uma martensita denominada de martensita induzida por tensão (MIT), tipo de martensita diferente da induzida por alteração de temperatura. A MIT é uma martensita não maclada, preferencialmente orientada de acordo com a tensão aplicada. Essa transformação continua até que toda a estrutura cristalina da liga seja formada por martensita. Uma vez que somente uma variante martensítica é formada, ocorre um alongamento. Ao descarregarmos, a liga apresenta uma recuperação elástica e depois ocorre o início da TR até certo ponto, onde o descarregamento passa a ocorrer no limite elástico, e a austenita torna-se novamente a fase estável (MACHADO, 2002; OTSUKA & WAYMAN, 1998; PAULA, 2006)

Uma liga é denominada superelástica ou com efeito memória de forma de acordo com a característica apresentada à temperatura ambiente, mas a princípio ambos os efeitos podem ser observados numa mesma amostra, dependendo da temperatura de trabalho e dos processos termomecânicos pelos quais a liga foi submetida (PAULA, 2006).

A temperatura de transformação é extremamente sensível ao percentual de Ni da liga. Ligas NiTi ricas em Ti alteram pouco sua temperatura de transformação. Pequenas variações nos percentuais de Ni das ligas ricas em Ni alteram drasticamente sua temperatura de transformação. As ligas de NiTi ricas em Ti geralmente possuem temperatura de transformação acima da temperatura ambiente, e as ligas ricas em Ni a temperatura de transformação situa-se abaixo da temperatura ambiente (PAULA, 2006; OTSUKA & REN, 2005).

A transformação da austenita (B2) para martensita (B19') pode ocorrer de forma direta, como explicado anteriormente ou em duas ou múltiplas etapas. Algumas ligas de NiTi durante a transformação austenita-martensita podem apresentar uma fase martensítica intermediária trigonal com distorção romboédrica (R ou B2') ou ortorrômbica (B19), e a seguir a sequência  $B2 \leftrightarrow R/B2' \leftrightarrow B19'$  ou  $B2 \leftrightarrow B19 \leftrightarrow B19'$  (MACHADO, 2002; OTSUKA & REN, 2005; PAULA, 2006).

A fase R aparece em certas condições: formação de precipitados de  $Ti_3Ni_4$  por envelhecimento de uma liga enriquecida com Ni; substituição parcial do Ni pelo Fe ou Al em ligas com baixo percentual de Ni; ou formação de discordâncias através de trabalho a frio seguido de tratamento térmico (MIYAZAKI & OTSUKA, 1986). Os precipitados e as discordâncias geram tensão na rede cristalina, suprimindo a transformação para B19' e viabilizando a formação da fase intermediária R (VIEIRA, 2013; OTSUKA & REN, 2005).

A fase B19 também ocorre quando parte do Ni da liga NiTi é substituído por Cu, fazendo com que a TM ocorra em duas etapas (OTSUKA & REN, 2005).

## 3.2 INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS

### 3.2.1 INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE AÇO INOXIDÁVEL

Os instrumentos endodônticos foram criados por Edward Maynard, em 1838, idealizado a partir de uma mola de relógio. Sua principal função era remover o tecido pulpar do interior dos canais para eliminar a dor (LEONARDO & LEONARDO, 2002).

Em 1889, Auguste Maillefer fundou a Fabrique D'Instruments Dentaires em Baillaigues, Suíça, produzindo extirpa-polpas em diversos tamanhos (SAQUY & PÉCOR, 1996).

Em 1915, os instrumentos tipo K foram desenvolvidos pela Kerr Manufacturing Company (EUA) a partir da torção de um fio de aço carbono de seção quadrada, de modo a produzir espiras (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010).

Com o passar dos anos, percebeu-se que apenas remover o tecido pulpar propiciava o alívio da dor, mas os condutos radiculares vazios tornavam-se um possível nicho a ser colonizado por bactérias, sendo um ambiente propício à instalação de infecções. O

desenvolvimento das pesquisas relacionadas à microbiologia gerou uma maior preocupação com a limpeza dos canais radiculares com auxílio de meios químicos, surgindo o conceito de limpeza químico-mecânica dos canais radiculares. Com isso houve a necessidade da padronização dos métodos de limpeza, bem como dos instrumentos utilizados para tal.

Em 1962, a Associação Americana de Endodontia aceitou as sugestões feitas por INGLE & LEVINE (1958) na tentativa de padronizar os instrumentos, sendo criada a escala de numeração para os instrumentos atuais (GUERISOLI, SOUZA NETO & PÉCORÁ, 1999; NAKAGAWA, 2011; MORGENTAL, 2012).

Atualmente, todos os instrumentos endodônticos manuais são fabricados seguindo especificações internacionais (ADA 1977), com cabo colorido, com marcação da numeração correspondente ao diâmetro do instrumento em D0; comprimento da parte ativa com 16 mm; e comprimento total (21, 25 ou 31 mm) e conicidade de 0,2 mm/mm a partir da ponta (ALMEIDA, 2008).

O aço carbono foi substituído pelo aço inoxidável na fabricação dos instrumentos endodônticos devido às suas propriedades superiores, principalmente relacionadas à resistência à corrosão. Essa propriedade nos instrumentos endodônticos é importantíssima, visto que os agentes químicos auxiliares utilizados no tratamento endodôntico podem ser altamente corrosivos, a exemplo do hipoclorito de sódio (NAKAGAWA, 2011; MORGENTAL, 2012).

### 3.2.2 INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE NITI

Ao final dos anos 1980, houve um avanço significativo na fabricação de instrumentos em endodontia. Em 1988, Walia, Brantley & Gerstein, confeccionaram o primeiro instrumento endodôntico em NiTi, a partir de um fio de seção circular submetido a processo de usinagem. Esses instrumentos mostraram-se de duas a três vezes mais flexíveis que os instrumentos de aço inoxidável, adaptando-se melhor à anatomia dos canais radiculares curvos e possuindo maior resistência à fratura por torção. Essa elevada flexibilidade está relacionada a duas propriedades especiais da SE e EMF. Somadas à essas características, a elevada resistência à corrosão e biocompatibilidade fazem com que a liga de NiTi seja amplamente utilizada na



confeção de instrumentos endodônticos (SERENE, ADAMS & SAXENA, 1995; THOMPSON, 2000; PAULA, 2006).

Segundo LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010 a superelasticidade é o grande diferencial das ligas de NiTi em relação às de aço inoxidável na fabricação dos instrumentos endodônticos, mais do que o próprio efeito memória de forma. Por possuírem maior capacidade de deformação, acompanham com maior facilidade a curvatura do canal radicular e exercem menor força contra a parede dentinária externa da curva de um canal radicular, reduzindo as chances de erros na conformação do canal e produzindo menores índices de deslocamento apical, quando comparados aos instrumentos de aço inoxidável (CHEUNG & LIU, 2009; LOPES *et al.*, 2010; NAKAGAWA, 2011; SERENE, ADAMS & SAXENA, 1995; THOMPSON, 2000; YOU *et al.*, 2010).

A liga de NiTi mais utilizada na fabricação de instrumentos endodônticos são as binárias NiTi ricas em níquel (Ni) (SERENE, ADAMS & SAXENA, 1995; THOMPSON, 2000; OTSUKA & WAYMAN, 1998), exibindo na maioria das vezes características superelásticas à temperatura ambiente. Isso significa que esses instrumentos possuem a austenita B2 como fase estável em sua temperatura de trabalho, próxima à temperatura corporal. Ao utilizarmos esses instrumentos em canais curvos, a alta tensão exercida sobre o instrumento pelas paredes dentinárias induz uma transformação da fase B2 para B19'. Ao removermos a força aplicada por completo, a martensita B19' se torna instável, ocorrendo a transformação reversa (TR), ou seja, a B19' transforma-se novamente em B2, fazendo com que o instrumento retome sua forma original por completo (PAULA, 2006; THOMPSON, 2000).

Quando temos a martensita B19' como fase estável à temperatura de trabalho, temos o que chamamos de efeito memória de forma. Instrumentos endodônticos com EMF são conhecidos na Odontologia como instrumentos com memória controlada (controlled memory - CM).

Esses instrumentos, quando utilizados em canais curvos, a tensão exercida pelas paredes dentinárias sobre o instrumento deforma-o e, ao término da instrumentação, o instrumento permanece deformado, só retornando à forma original após aquecimento pelo ciclo de autoclavagem ou por qualquer outro tipo de aquecimento que ultrapasse a temperatura de transformação e propicie a TR (PAULA, 2006; THOMPSON, 2000).

Na década de 1990, logo após o surgimento dos instrumentos manuais das ligas de NiTi, começaram a surgir também os instrumentos de NiTi acionados a motor (GUERISOLI, SOUZA NETO & PÉCORA, 1999; PEREIRA, *et al.*, 2012; SHEN, *et al.*, 2011).

Devido à maior elasticidade e resistência à deformação plástica dos instrumentos de NiTi foi possível a criação de instrumentos de maior conicidade, facilitando a obtenção de um preparo cônico contínuo, melhorando o alisamento radicular e reduzindo as chances de formação de degraus e perfurações mesmo em canais com maior grau de complexidade (LOPES, *et al.*, 2008; LOPES, *et al.*, 2010; YOU *et al.*, 2010). Outra vantagem relacionada ao acionamento a motor é o menor tempo de trabalho necessário para a instrumentação, proporcionando maior conforto ao paciente e praticidade ao operador (CHEUNG & LIU, 2009; LOPES *et al.*, 2010; NAKAGAWA, 2011; PEREIRA, *et al.*, 2012; THOMPSON, 2000; YOU *et al.*, 2010).

Apesar destas vantagens advindas do acionamento a motor, esse tipo de acionamento faz com que esses instrumentos falhem de uma forma diferente, de forma brusca e inesperada, que é a falha por fadiga. (LOPES & ELIAS, 2001b; LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010; SHEN *et al.*, 2011). Esse tipo de falha é um fator preocupante devido à sua alta incidência e pelo seu caráter imprevisível, uma vez que o instrumento pode sofrer fratura dentro de seu limite elástico, sem antes apresentar qualquer sinal de deformação plástica macroscópica (LOPES *et al.*, 2010; NAKAGAWA, 2011; PEREIRA, 2012).

### 3.2.3 INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS COMERCIAIS

A maioria dos instrumentos comercializados é do tipo K de seção reta transversal triangular. Esses instrumentos são versáteis e amplamente utilizados na Endodontia. Instrumentos tipo K podem ser utilizados em movimento de limagem ou de alargamento e são produzidos em aço inoxidável ou NiTi, por torção ou usinagem. Sua parte de trabalho possui 16 mm de comprimento e conicidade de 0,02 mm/mm a partir da ponta. Possuem numeração entre 6 e 140. Essa numeração é correspondente ao diâmetro da ponta (D0) em centésimos de milímetro. Os cabos são de plástico coloridos conforme a padronização ISO (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010).

Esses instrumentos tipo K podem ser fabricados com seções transversais quadrangulares ou triangulares. Instrumentos com seção transversal quadrangular apresentam ângulo interno da aresta lateral de corte de 90°, e os triangulares de 60°. Instrumentos de seção reta triangular

resistem a um menor torque até a fratura por torção, mas suportam um maior ângulo de rotação até a fratura por torção (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010)

Instrumentos de seção reta transversal triangular, por apresentarem menor momento de inércia, são mais flexíveis que os quadrangulares, acompanhando melhor a forma original do canal radicular durante a instrumentação. Devido a isso são identificados com a denominação Flex. A flexibilidade dos instrumentos tipo K também é influenciada pelas dimensões do instrumento e por sua liga, sendo os de NiTi mais flexíveis que os de aço inoxidável. Quanto às dimensões, quanto menor o diâmetro do instrumento, mais flexível ele é (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010).

K-FlexoFile (Maillefer, Suíça), FIG. 3.1 (a), e Flexicut CCcord (VDW, Alemanha), FIG. 3.1(b), são instrumentos tipo K fabricados por torção de uma haste de aço inoxidável com seção reta transversal triangular (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010).

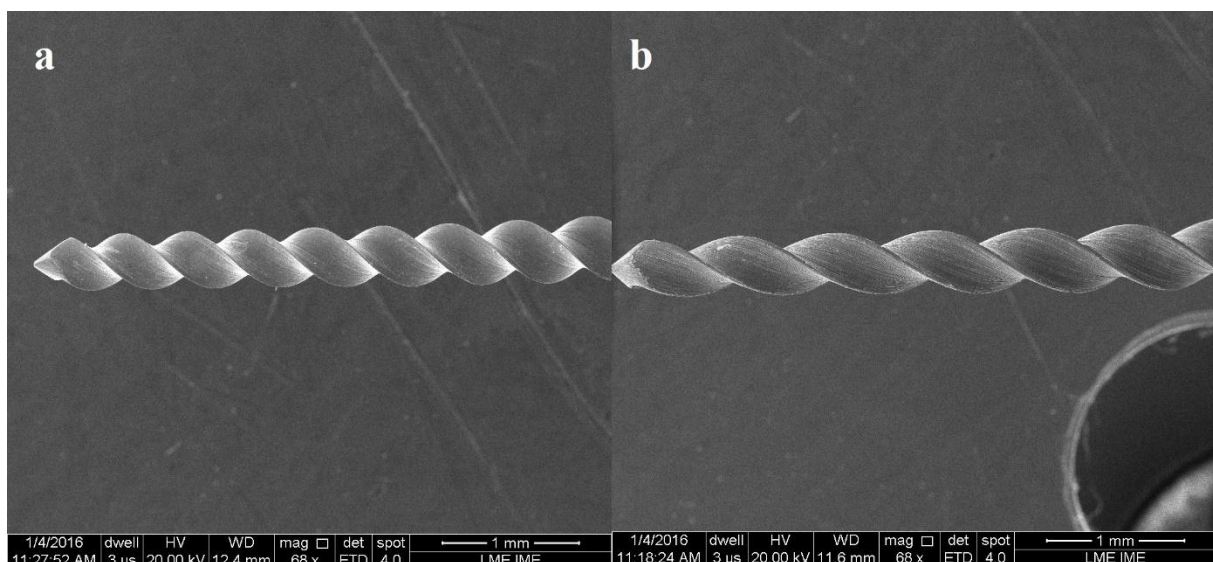


FIG. 3.1 Morfologia dos instrumentos tipo K de aço inoxidável analisados no presente trabalho: (a) K-FlexoFile e (b) Flexicut CCcord.

Instrumentos K-Nitiflex (Maillefer, Suíça), FIG. 3.2 (a), e K-NiTi-VDW (VDW, Alemanha), FIG. 3.2 (b) também são instrumentos tipo K e possuem geometria semelhante a dos instrumentos K-Flexofile e Flexicut CCcord. São confeccionados por usinagem de um fio de NiTi de seção reta transversal circular. Devido ao método de fabricação diferente esses instrumentos possuem pior acabamento superficial que os confeccionados por torção (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010).

Instrumentos FKG RaCe (FKG Dentaire, Suíça) são instrumentos confeccionados por usinagem de um fio de NiTi de seção reta circular. A seção reta transversal desses

instrumentos é quadrangular para os instrumentos de nº 15 e conicidade 0,02 mm/mm. Os outros diâmetros e conicidades possuem seção transversal triangular, como os outros instrumentos analisados no presente trabalho. Apesar dos instrumentos RaCe utilizados no estudo possuírem mesma conicidade, diâmetro inicial e seção reta transversal que os outros instrumentos analisados, eles possuem geometria um pouco diferente. RaCe é a sigla de Reamer with alternating Cutting edges, traduzindo, alargador com arestas de corte alternadas. Suas arestas de corte são dispostas alternadamente na direção oblíqua, formando as hélices de corte e paralelas ao eixo longitudinal do instrumento (FIG. 3.3). Essa geometria foi selecionada para evitar o efeito de rosqueamento do instrumento no interior do canal radicular, evitando a imobilização do instrumento e possível fratura por torção. Com intuito de diminuir os defeitos superficiais provocados pela usinagem e conseqüentemente melhorar seu comportamento mecânico, esses instrumentos passam por um processo de tratamento eletroquímico (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010).

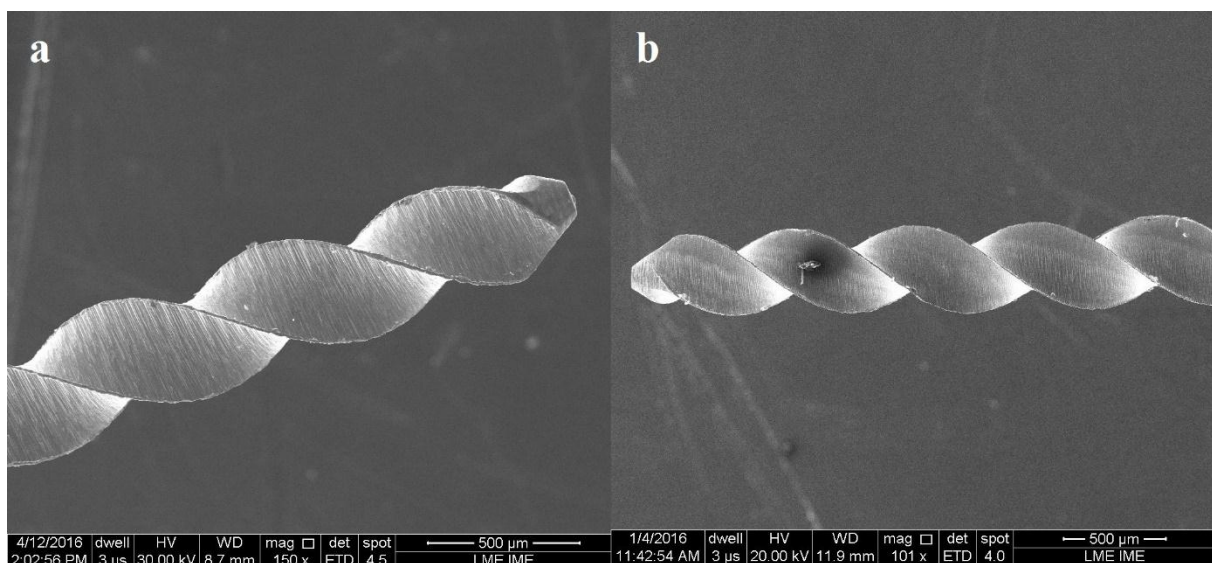


FIG. 3.2 Morfologia dos instrumentos tipo K analisados no presente trabalho (a) K-Nitiflex e (b) K-NiTi-VDW, ambos de NiTi.

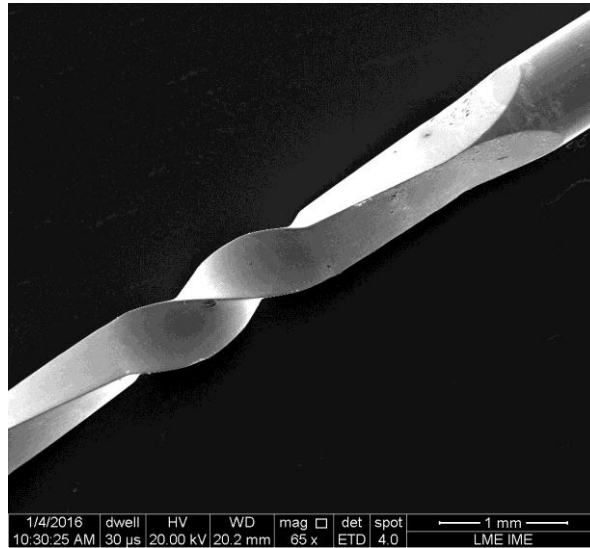


FIG. 3.3 Morfologia dos instrumentos de NiTi RaCe analisados no presente trabalho.

### 3.3 FRATURA DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS

As fraturas dos instrumentos podem ser classificadas em função do estado de tensão aplicado ao material, como fraturado tipo por clivagem ou por cisalhamento. A fratura por clivagem ocorre quando há tensões trativas, como o caso da fadiga, e a fratura por cisalhamento, por tensões cisalhantes, como em torção. Tensões compressivas podem induzir a nucleação de trincas, mas não o crescimento das mesmas para causar fratura (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA JR., 2000).

Outra classificação possível da fratura dos instrumentos é quanto às características morfológicas da superfície de fratura, podendo ser dúctil ou frágil. A primeira apresenta superfície de fratura com microcavidades hemisféricas ou alongadas e na frágil a superfície é lisa e brilhante (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA JR., 2000).

A fratura de instrumentos endodônticos de NiTi pode ocorrer por torção, fadiga em flexão rotativa, ou uma combinação das duas (CHEUNG, 2005; CHEUNG, 2009; SATTAPAN, *et al.*, 2000). Flambagem, embora menos comum também pode causar a fratura de instrumentos endodônticos (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA JR., 2000).

A fadiga tem sido uma grande preocupação em engenharia há mais de 100 anos, uma vez que cerca de 90% das fraturas de componentes metálicos ocorrem por fadiga (LABOSSIERE, 2007). A maioria dos autores relata que o mecanismo de falha mais comum dos instrumentos

endodônticos também é a fratura devido à fadiga (CHEUNG *et al.*, 2005; LOPES *et al.*, 2010).

Já Sattapan *et al.* 2000, analisando lateralmente a superfície de fratura dos instrumentos, constataram em experimento que as fraturas por torção representavam 55,7% das falhas dos instrumentos enquanto 44,3% eram causadas por fadiga por flexão rotativa.

Lopes, Elias & Siqueira Jr. (2000) afirmam que torção é o principal responsável por fratura dos instrumentos endodônticos, mas que a incidência de fratura por flexão rotativa é baixa em instrumentos manuais, mas elevada nos acionados a motor.

Segundo Shen & Cheung (2013) a falha por torção como condição única de tensão raramente ocorre clinicamente. Em situações clínicas reais os instrumentos rotatórios estão sujeitos a diferentes cargas, sendo a fratura provavelmente devido à combinação dos esforços repetitivos de flexão combinados às tensões de torção. Segundo os autores, instrumentos previamente submetidos a cargas de fadiga à flexão rotativa tendem a falhar a um torque menor do que instrumentos não submetidos à tensão de fadiga. Se invertermos a ordem dos esforços também há influência. A torção do instrumento previamente ao ensaio de fadiga também interfere no número de ciclos necessários para que a fratura ocorra, mesmo quando a torção prévia ocorre abaixo do limite elástico do material. Esse comportamento é provavelmente relacionado à geração de defeitos superficiais durante a carga de torção, que podem atuar como sítios de concentração de tensão que vão favorecer a nucleação de trincas durante o movimento rotatório no interior do canal.

Lopes e Elias (2001b) afirmam que a combinação de flexão alternada e torção é mais severa do que a torção isolada.

Barbosa *et al.* (2008) concluíram em um experimento que, quando o instrumento é submetido aos dois tipos de tensão, torção e de fadiga por flexão rotativa, um após o outro, a superfície de fratura apresenta as características morfológicas que variam com o tipo de tensão aplicado por último.

### 3.3.1 FRATURA POR TORÇÃO

Durante o avanço do instrumento endodôntico no interior do canal radicular, sua ponta pode ficar imobilizada em alguma região. A fratura torção (torque) ocorre com a imobilização

de uma extremidade do instrumento e aplicação de um momento de rotação na outra extremidade (cabo ou haste de fixação) para induzir a rotação. Geralmente a fratura ocorre no ponto de imobilização (LOPES & ELIAS, 2001; LOPES & ELIAS, 2001b; LOPES, ELIAS & SIQUEIRA JR., 2000; PARK, SU-YOUNG, *et al.*, 2010; SHEN & CHEUNG, 2013).

Quanto menor a diferença entre o diâmetro do instrumento e do canal radicular, maior a área de contato e maior o atrito entre os mesmos, fazendo com que seja necessário um maior torque para girar o instrumento e promover a instrumentação (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA JR., 2000).

Com a torção acima do limite de escoamento do material, ocorre inicialmente uma deformação plástica do instrumento, que varia de acordo com o sentido de rotação do mesmo. Quando o instrumento é submetido ao torque acima desse limite em sentido horário ocorre a reversão das hélices em relação ao seu sentido original (anti-horário), FIG. 3.4(a). Nesses casos há a indução de tensões compressivas simultâneas ao fenômeno de flambagem (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA JR., 2000b).

Na torção em sentido contrário ocorre a redução do passo das hélices a partir do ponto de imobilização, FIG. 3.4 (b). Isso ocorre devido a tensões trativas no sentido do eixo do instrumento criadas durante a torção do instrumento (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA JR., 2000b).

O ângulo de rotação máxima até a fratura é maior na torção no sentido horário que no anti-horário (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA JR., 2000b; LOPES *et al.*, 2001).

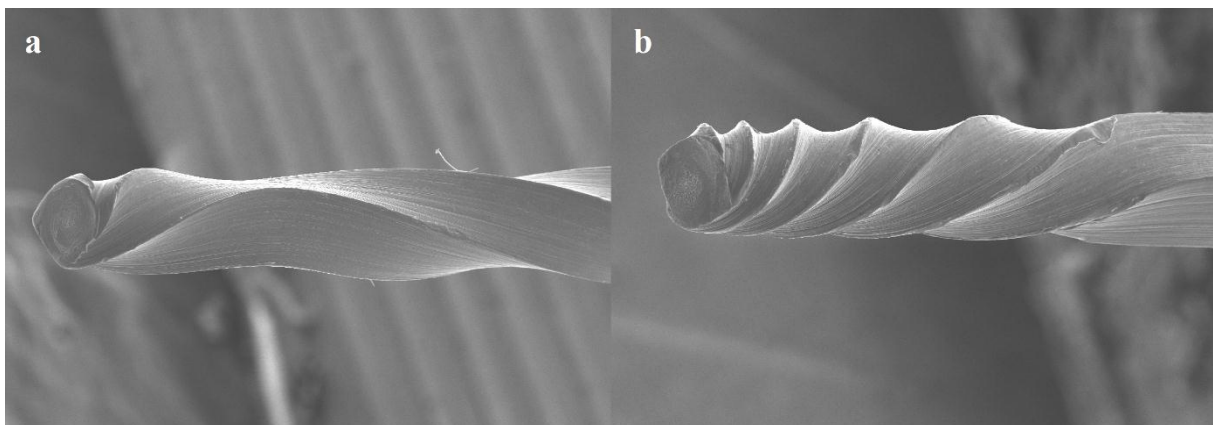


FIG. 3.4 Fratura por imobilização da ponta do instrumento: (a) Torção no sentido horário com reversão do sentido das hélices em relação ao sentido original. (b) Torção no sentido anti-horário com diminuição do passo das hélices.

Instrumentos de seção reta transversal reta quadrangular suportam maior ângulo de rotação até a fratura do que instrumentos de seção reta triangular de mesmo diâmetro e

conicidade (LOPES, *et al.*, 2000 in Análise de Falhas de Instrumentos Endodônticos Rotatórios de Ni -Ti em Odontologia)

Instrumentos fraturados por torção comumente apresentam deformação plástica na região de fratura, diferente dos instrumentos fraturados por fadiga. Independente da liga metálica e do processo de fabricação a superfície de fratura apresenta aspecto plano e perpendicular ao longo eixo do instrumento, com características morfológicas do tipo dúctil e microcavidades (LOPES & ELIAS, 2001).

Em instrumentos tipo K de aço inoxidável fabricados por torção, ao serem rotacionados à direita, dependendo do diâmetro do segmento imobilizado, podem ter trincas longitudinais na região de reversão do sentido das hélices. Essas trincas são provavelmente iniciadas em inclusões não-metálicas existentes no fio máquina de origem. Essas trincas crescem com a continuidade do carregamento, causando a falha do instrumento com característica de fratura dilacerada (LOPES & ELIAS, 2001).

### 3.3.2 FRATURA POR FADIGA DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS

A fratura por fadiga dos instrumentos ocorre por clivagem. Esse tipo de fratura é controlado pela tensão de tração aplicada perpendicularmente ao plano de fratura. É denominada também de fratura catastrófica, devido à sua alta velocidade de propagação e pode ocorrer sob tensões inferiores à correspondente a de escoamento do material (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA JR., 2000).

Fadiga de um metal é o processo de ruptura progressiva do material devido ao efeito cumulativo de repetidas tensões abaixo do limite normalmente tolerado (limite de escoamento). A falha por fadiga dos instrumentos tem aparência macroscópica similar à fratura frágil, apresentando superfície plana e perpendicular ao longo eixo de tensão, sem a presença de estrição, porém o mecanismo de fratura por fadiga ocorre de forma bem diferente da frágil, podendo ser dividida em três estágios:

Estágio I - devido à cinemática característica dos instrumentos endodônticos rotatórios, ao girar no interior de um canal curvo sofrem flexão, ficando sujeitos a basicamente dois tipos de “esforços” nessa região, que variam alternadamente em tração e compressão. Esse estágio corresponde ao modo microscópico de nucleação da trinca. A trinca tem comprimento da



ordem do tamanho de grão e é muito sensível a diferenças locais de microestrutura como presença de partículas de segunda fase, mudanças de direção dos planos cristalográficos e contornos de grão. Nesse estágio as tensões cisalhantes são as mais importantes na propagação das trinca, propagando-se inicialmente paralelamente ao plano de máxima tensão cisalhante. As tensões provocam mudanças microestruturais cumulativas, nucleando uma trinca microscópica, seguida de propagação cristalográfica (LABOSSIERE, 2007; GARCIA, SPIM & SANTOS, 2012; SHIGLEY, 2005; ROSA, 2002; SOUZA, 1982). Segundo Souza, (1982), a nucleação de trincas superficiais depende da intensidade de encruamento da liga.

Estágio II – o material pode ser considerado homogêneo, sendo relevantes as propriedades mecânicas médias do material, e as diferenças a nível metalúrgico são de menor importância. Quem controla o crescimento da trinca nessa etapa são as tensões de tração. O movimento cíclico faz com que a microtrinca se propague de forma perpendicular às tensões de tração que agem no material, formando uma nova área de fratura a cada ciclo, somando-se a anterior tomando um maior tamanho, podendo agora ser vista no microscópio eletrônico. A propagação da trinca forma superfícies onduladas que podem ter bandas leves conhecidas como marcas de praia. O nível de solitação do material influencia na transição de um estágio de propagação para outro. Quanto maior a solitação exercida ao material, mais rapidamente ocorre essa transição, ou seja, a microtrinca passa para o estágio II de propagação com um menor tamanho, as tensões trativas tem maior influência em sua propagação (LABOSSIERE, 2007; GARCIA, SPIM & SANTOS, 2012; SHIGLEY, 2005; ROSA, 2002; SOUZA, 1982).

Estágio III – quando a trinca atinge o comprimento crítico em que o material remanescente não suporta as cargas, ocorre a fratura por sobrecarga de tração a qual é rápida. Essa região correspondente ao estágio III e apresenta aparência característica de fratura dúctil com a formação de microcavidades (LABOSSIERE, 2007; GARCIA, SPIM & SANTOS, 2012; SHIGLEY, 2005; ROSA, 2002; SOUZA, 1982).

A deformação do material na ponta da trinca influencia na sua propagação (SOUZA, 1982).

Em instrumentos de aço inoxidável, o dobramento e a deformação plástica causam o encruamento da liga metálica, produzindo alterações na sua microestrutura e reduzindo sua plasticidade. Carregamentos alternados em regime de deformação plástica devem ser evitados na prática endodôntica, uma vez que a sua continuidade produz trincas na região de dobramento que se propagam até a fratura (LOPES & ELIAS, 2001).

Materiais que sofrem transformação martensítica induzida por tensão (TMIT) tem comportamento mecânico diferenciado dos materiais convencionais. A tensão na ponta da trinca pode induzir modificação microestrutural na região adjacente, como a TMIT ou uma reorientação da martensita, fazendo com que haja uma distribuição de tensões diferente da convencional em materiais metálicos. Isso faz com que o estudo do mecanismo de fratura nesses materiais seja ainda mais complexo, já que cada fase apresentará propriedades diferentes (VIEIRA, 2013).

Teorias para prever a evolução de trincas, como a de Griffith não podem ser aplicadas para ligas de NiTi devido às transformações de fases. Para os materiais convencionais calcula-se  $K_{IC}$ , que define quando uma trinca se torna instável e se propaga até a fratura. Nas ligas de NiTi teremos dois valores, um referente à região austenítica ( $K_{IA}$ ) e outro referente à região martensítica ( $K_{IM}$ ). Materiais que sofrem TMIT possuem tenacidade melhorada porque a fratura ocorre na região martensítica transformada, sendo válido o fator  $K_{IM}$  (MALETTA et al., 2009).

As trincas por fadiga nucleiam-se a partir de um ponto de concentração de tensão. A intensidade da concentração de tensão varia mesmo em amostras teoricamente idênticas. Além disso, a velocidade de propagação das trincas também varia muito. Como consequência existe uma grande variação no tempo vida em fadiga de corpos-de-prova idênticos ensaiados com uma mesma carga. Por essa razão foram desenvolvidos procedimentos estatísticos para interpretar os dados de fadiga dos materiais que apresentam transformação de fase induzida por tensão (LABOSSIÈRE, 2007).

A falha por fadiga pode ser classificada em dois tipos, de alto ciclo e de baixo ciclo. A falha por fadiga de baixo ciclo está associada a altos níveis de tensão e necessita de um pequeno número de ciclos ( $N_f$ ) para que ocorra a fratura ( $1 < N_f < 10^3$ ). A fratura por fadiga de alto ciclo, onde o material é submetido a baixas tensões é necessário um grande número de ciclos até que ocorra a fratura ( $N_f > 10^3$ ) (SHIGLEY *et al.*, 2005). Outros autores afirmam que esse limite entre fratura de baixo e alto ciclo é  $10^4$  (LOPES, 2008).

Instrumentos endodônticos sofrem fratura de baixo ciclo, devido às altas tensões a que são submetidos. Isso faz com que esses instrumentos possuam uma vida em fadiga da ordem de segundos (LOPES *et al.*, 2010; NAKAGAWA, 2011; PEREIRA, 2012).

### 3.3.3 FATORES QUE INFLUENCIAM NA FRATURA DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS

Vários fatores podem influenciar na velocidade de nucleação e/ou na propagação de trincas, como tensões residuais, temperaturas elevadas, ciclagem térmica (esterilização), meios corrosivos a que são submetidos e a ciclagem de alta frequência. Características relacionadas ao material (composição) e aos instrumentos (tamanho, forma, método de manufatura, tratamentos térmicos e acabamento superficial) também influenciam no tempo para ocorrer a nucleação e o crescimento de trincas (SHIGLEY, *et al.*, 2005; NAKAGAWA, 2011; LOPES *et al.*, 2010).

Um dos primeiros parâmetros considerados está relacionado à composição química dos instrumentos. Instrumentos de aço inoxidável são mais resistentes à flambagem e à flexão em cantiléver que os de NiTi devido ao seu maior módulo de elasticidade, ou seja, à sua maior rigidez (SOARES, 2012). Vários estudos relatam que instrumentos de NiTi são extremamente mais flexíveis que os de aço inoxidável (WALIA, BRANTLEY & GERSTEIN, 1988; PECORA, *et al.*, 2002; LOPES, ELIAS & SIQUEIRA JR., 2010; SHEN, *et al.*, 2011), o que os torna mais resistentes à fratura por fadiga (SHEN, *et al.*, 2011).

O tipo de movimento ao qual o instrumento endodôntico é submetido também é um fator que exerce influência no seu tempo de vida em fadiga. A utilização de sistemas de instrumentação acionados a motor tem aumentado devido a agilidade proporcionada por eles ao tratamento endodôntico, gerando mais conforto ao paciente e facilitando a prática do endodontista.

Existem dois tipos de acionamento a motor, o rotatório e o reciprocante. Na instrumentação rotatória o instrumento é girado continuamente no sentido horário. A cinemática da instrumentação reciprocante é diferente, o instrumento é girado alternadamente no sentido anti-horário e horário, sendo o ângulo no sentido anti-horário maior que no sentido horário. Nela, ao contrário do acionamento rotatório contínuo, os instrumentos cortam quando girados no sentido anti-horário e o ângulo de torção nesse sentido é menor que o limite elástico do instrumento, evitando que o instrumento deforme plasticamente e frature por torção.

Diversos autores afirmam que o movimento recíproco gera menores tensões no instrumento que o movimento rotatório contínuo, fazendo com que esses instrumentos

resistam mais à fratura por fadiga, necessitando de um maior número de ciclos para que ocorra a fratura (CASTELLÓ-ESCRIVÁ, ALEGRE-DOMINGO & FAUSMATOSES, 2012; GAMBARINI, *et al.*, 2012; GAVINI, CALDEIRA & AKISUE, 2012; YOU *et al.*, 2010). Segundo Shen & Cheung (2013) há uma inter-relação entre torção e fadiga, um afetando o outro negativamente quando coexistentes.

Quanto ao meio em que o instrumento é utilizado, peças que operam em meio corrosivo possuem resistência a fadiga reduzida. Isso se deve à formação de rugosidades ou à cavitação da superfície por material corrosivo. Devido ao fato da corrosão e o tensionamento ocorrerem ao mesmo tempo, não há limite de fadiga, ou seja, com o tempo qualquer peça falhará quando sujeita à tensões repetidas em meio corrosivo, independente da tensão aplicada (SHIGLEY, *et al.*, 2005).

Meios corrosivos associados à tensão cíclica aceleram a velocidade de propagação da trinca por fadiga e a tensão cíclica acelera a corrosão do metal. Os pits de corrosão produzem alta concentração localizada de tensões, formando trincas que se propagam rapidamente. Ensaios de fadiga conduzidos no vácuo ou com os corpos de prova submersos em óleo resultam em um limite de fadiga ligeiramente maior que os ensaios realizados em contato com o ar (SOUZA, 1982).

Pites de corrosão e as trincas atuam como concentradores de tensão e deixam a superfície da trinca em contato com o meio corrosivo. Isso deve ser considerado visto que grande parte dos endodontistas utiliza hipoclorito de sódio, substância altamente corrosiva, como meio auxiliar na limpeza e desinfecção de canais radiculares (LOPES *et al.*, 2010; SOUZA, 1982).

Em relação à anatomia do canal, a incidência de fratura dos instrumentos é maior nas curvaturas dos canais radiculares. A fratura por fadiga ocorre devido aos esforços repetidos de tração e compressão a que os instrumentos são sujeitos quando flexionados e rotacionados na região de curvatura máxima do canal (GAMBARINI *et al.*, 2008)

Na maioria das situações em que ocorre fratura dos instrumentos durante o tratamento, o fragmento fraturado fica alojado no interior do canal radicular, o que representa um problema, dificultando a limpeza, conformação e obturação do canal, comprometendo assim o resultado do tratamento endodôntico. Por esse motivo deve ser evitada ao máximo, sendo essencial o conhecimento do efeito dos parâmetros de curvatura dos canais na vida à fadiga dos instrumentos (SANTOS, 2014).

A intensidade máxima da tensão de tração e compressão impostas na região de flexão do instrumento durante a instrumentação de um canal depende do raio e do ângulo de curvatura,

do comprimento do arco, do diâmetro do instrumento e da posição da curvatura do canal (LOPES *et al.*, 2011).

Pruett (1997) definiu a geometria da curvatura do canal através de dois parâmetros: raio e ângulo de curvatura. Raio de curvatura é o raio de um círculo que coincide com o trajeto do canal na sua parte mais curva. Ele representa quão severa é a curvatura, como ilustrado na FIG. 3.5. Ângulo de curvatura é o ângulo formado entre os dois pontos de tangenciamento entre esse círculo e o canal. Na FIG. 3.5 pode-se observar que ângulos de curvatura iguais podem apresentar raios diferentes.

O raio de curvatura é o parâmetro relacionado à curvatura dos canais que exerce maior influência no comportamento mecânico dos instrumentos. Quanto menor o raio, mais abrupta é a curvatura e maior a tensão aplicada no instrumento endodôntico. Consequentemente maior a deformação sofrida por ele e menor o número de ciclos suportados por ele até a fratura (NECCHI, *et al.*, 2010; PRUETT, *et al.*, 1997).

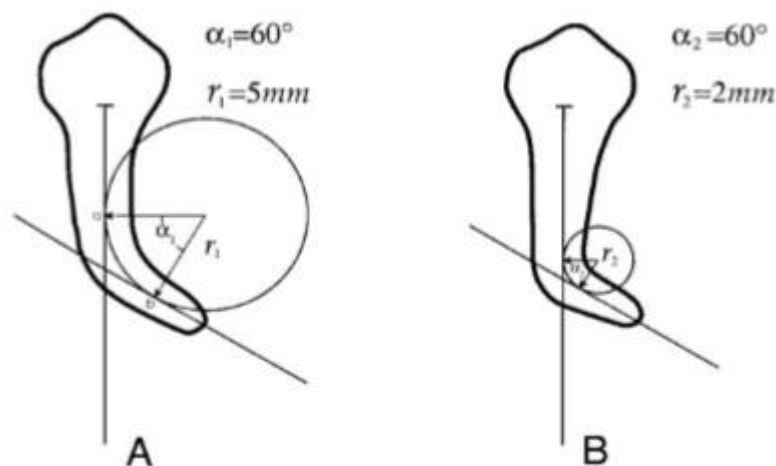


FIG. 3.5 Ângulos de curvatura iguais e raios de curvatura diferentes.  
Pruett *et al.*, (1997)

Um aumento do ângulo de curvatura produz pequenos incrementos de deformação. Outro parâmetro importante a ser considerado na anatomia do canal é a posição da curvatura ao longo do canal. Quando mais cervical for a curvatura, maior a deformação sofrida pelo instrumento e maior o risco de fratura do mesmo (LOPES, *et al.*, 2011; NECCHI, *et al.*, 2010; AMERICAN ASSOCIATION OF ENDODONTISTS, 2008). Esta variação relacionada à posição da curvatura deve-se principalmente à variação do diâmetro da seção transversal dos instrumentos. Na região mais cervical do canal os instrumentos endodônticos possuem seção

transversal maior devido a conicidade progressiva a partir da ponta. Esse aumento na seção transversal aumenta a rigidez do material e diminui sua resistência à fratura por fadiga de baixo ciclo, ou seja, instrumentos de maior diâmetro e conicidade suportam um menor número de ciclos antes de ocorrer à fratura (LOPES & ELIAS, 2001b; LOPES *et al.*, 2008).

A conicidade dos instrumentos endodônticos é expressa como o aumento do diâmetro a cada milímetro que se distancia da ponta em direção ao cabo do instrumento (COHEN & HARGREAVES, 2011).

Quanto maior o volume da parte útil do corpo de prova, menor será sua resistência à fadiga, pois maior será a chance de formação de trincas e a consequente ruptura (SOUZA, 1982). Esse maior volume aumenta as tensões trativas e compressivas induzidas no instrumento durante o movimento de rotação alternada (LOPES & ELIAS, 2001b)

Apesar do maior risco de fratura por fadiga, instrumentos de maior diâmetro e conicidade proporcionam uma maior rapidez na instrumentação, muitas vezes sendo necessário um único instrumento na preparação dos canais. Outra vantagem é sua maior resistência à fratura por torção.

Com a tendência de enfatizar a necessidade do controle de infecções cruzadas e do aumento da demanda por um tratamento endodôntico com instrumento de uso único, descartável após o uso, a quantidade de fratura desses instrumentos provavelmente tem uma tendência a diminuir. A melhora das propriedades dos materiais, graças a esforços dos fabricantes, ajuda a reduzir esse índice ainda mais (SHEN & CHEUNG, 2013).

A maioria dos instrumentos possui conicidade padronizada, o aumento do diâmetro desses instrumentos aumenta determinado valor a cada milímetro que se distancia da ponta, com exceção dos instrumentos Protaper que possuem conicidade variável ao longo do seu comprimento. A conicidade variável é uma das alternativas de diminuir a incidência de fratura por torção, pois diminui as chances de travamento do instrumento no interior do canal (SANTOS, 2014). Instrumentos com padronização ISO aumentam 0,02 mm a cada mm da ponta, instrumentos rotatórios costumam ter um aumento maior a cada mm, normalmente entre 0,04 e 0,08 mm.

Ângulo de corte (positivo, neutro, negativo), geometria da seção transversal do instrumento, configuração da ponta, comprimento do ângulo helicoidal das lâminas de corte e acabamento superficial também influenciam na resistência à fadiga nos instrumentos endodônticos.

O acabamento superficial também é um fator que influencia na fratura dos instrumentos endodônticos. Ele está diretamente relacionado ao método de fabricação do instrumento, que pode ser por torção ou por usinagem.

Os instrumentos de aço inoxidável podem ser produzidos por usinagem ou torção de um fio metálico de seção transversal quadrada ou triangular (LOPES *et al.*, 2010).

A superelasticidade, que caracteriza a liga NiTi, dificulta a manutenção de uma espiral com geometria estável por torção (SANTOS, 2014; THOMPSON, 2000). Isso dificulta o processo de fabricação dos instrumentos endodônticos. Hastes piramidais de seção triangular de NiTi até podem ser submetidas a deformação plástica por torção caso a liga passe por um tratamento térmico que mantenha sua estrutura na fase-R, mas esse processo não é comumente realizado, sendo na maioria das vezes fabricados por usinagem (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010; VIEIRA, 2013).

O lingote da liga de NiTi passa por diversos processos termomecânicos antes da usinagem propriamente dita (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010; THOMPSON, 2000).

Primeiramente são confeccionados fios metálicos cilíndricos por trefilação ou conformação. Durante o processo de trefilação, defeitos existentes na matriz são transferidos para o fio em forma de defeitos no acabamento superficial do mesmo. Para que o instrumento tenha conicidade o fio cilíndrico passa por um processo de usinagem para gerar a forma cônica circular ou piramidal que futuramente será a parte de trabalho dos instrumentos (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010).

Para a obtenção da forma helicoidal cônica da parte de trabalho, a parte do fio metálico que passou por usinagem pode ser torcida no regime plástico ou novamente usinada. Na confecção por torção, a haste metálica utilizada deve ter sido usinada de forma piramidal de seção reta transversal triangular ou quadrada. Essa haste é imobilizada por uma de suas extremidades e deformada plasticamente por torção à esquerda até que as arestas laterais da haste piramidal formem hélices no sentido anti-horário e as paredes dão origem aos canais helicoidais (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010).

A confecção por usinagem é feita a partir do fio metálico. Nesse caso é utilizada a haste cônica circular que passa por um processo denominado de roscamento externo, que consiste num processo mecânico de usinagem para a confecção de um ou mais canais helicoidais, cujas arestas vão formar as hélices do instrumento (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010).

Por ser um processo mais complexo, a usinagem produz mais defeitos superficiais nos instrumentos que o método de torção (LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010; MAGALHÃES, 2010; SERENE, ADAMS & SAXENA, 1995; THOMPSON, 2000).

Além da quantidade de defeitos, o método de fabricação do instrumento endodôntico influencia também na característica desses defeitos. As ranhuras acompanham o sentido de corte da ferramenta empregada no processo usinagem. Conseqüentemente, instrumentos confeccionados por torção possuem defeitos longitudinais advindos da trefilação do fio metálico e instrumentos confeccionados por usinagem possuem ranhuras perpendiculares ao longo eixo do instrumento advindas do roscamento externo.

Os defeitos superficiais dos instrumentos endodônticos alteram negativamente seu comportamento mecânico. As rebarbas na parte ativa do instrumento diminuem sua capacidade de corte e as ranhuras na superfície do instrumento atuam como concentradores de tensão e potenciais iniciadores de microtrincas, diminuindo sua resistência a fratura por fadiga. (CHEUNG, *et al.*, 2005; LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010; NAKAGAWA, 2011; THOMPSON, 2000). A tensão máxima sofrida pelo corpo-de-prova ocorre na sua superfície, como consequência, a maioria das trincas que levam a falha por fadiga tem início nessa região. Pequenos defeitos introduzidos na superfície da peça tornam-se potenciais pontos concentradores de tensão e mais prováveis pontos de início de trincas por fadiga (GARCIA, SPIM & SANTOS, 2012; ROSA, 2002). Superfícies mal-acabadas funcionam como microentalhes perceptíveis apenas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Existem controvérsias sobre as teorias de fratura por fadiga dos instrumentos endodônticos, a respeito da nucleação e propagação das trincas de fadiga, devido à dificuldade de observação das mesmas e a variedade de mecanismos que determinam a ruptura do metal..

De modo geral os estudos mostram que a presença de ranhuras na superfície dos instrumentos atua como fator de concentração de tensão, diminuindo a resistência a fratura por fadiga (GARCIA, SPIM & SANTOS, 2012; LOPES, *et al.* 2016) reduzindo o número de ciclos necessários para que ocorra a fratura por fadiga ( $N_f$ ) dos instrumentos endodônticos (ANDERSON, PRICE & PARASHOS, 2007; LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010; LOPES, *et al.* 2016).

No entanto, alguns autores relatam que o acabamento superficial não influencia na resistência do instrumento a fratura por fadiga (CHEUNG, SHEN & DARVELL, 2007; BARBOSA, 2008).



Segundo Rosa (2002) a influência do acabamento superficial é grande na fadiga de alto ciclo, em especial para materiais de alta resistência, enquanto que na fadiga a baixos ciclos ela é desprezível. Assim, materiais que possuem maior resistência a fratura necessitam de melhor acabamento superficial para que não percam boa parte do seu potencial de resistência à fadiga (ROSA, 2002; SOUZA, 1982)

A tensão cisalhante máxima ocorre em 45 graus com o longo eixo da amostra, sendo esse o sentido da propagação no estágio I enquanto que no estágio II o sentido de propagação das trincas é perpendicular às tensões trativas, que ocorrem no eixo longitudinal do material (BEER, 1995).

Instrumentos com melhor acabamento superficial resistem mais a falha por fadiga. Devido a isso, alguns fabricantes passaram a utilizar o polimento eletrolítico para remoção de defeitos superficiais. O processo envolve o tratamento eletroquímico, onde o instrumento endodôntico atua como o ânodo. A solução eletrolítica é normalmente uma combinação de ácidos. Uma baixa corrente elétrica provoca a remoção de defeitos de superfície do instrumento (PARASHOS & MESSER, 2006). A superfície resultante do polimento dos instrumentos de NiTi possui uma quantidade menor de defeitos superficiais, diminuindo os locais potenciais concentradores de tensão com intuito de aumentar a resistência à fadiga. Os fabricantes dos instrumentos da marca *RaCe* (FKG Dentaire, Suíça), afirmam que o polimento eletrolítico reduz a falha por fadiga dos instrumentos.

O estudo realizado por Lopes, *et al.* (2010b) analisaram a influência do tratamento superficial por polimento eletrolítico no número de ciclos à fratura por fadiga de instrumentos de NiTi *BioRaCe* (FKG Dentaire, Suíça). Foram ensaiados instrumentos com e sem eletropolimento até a fratura. Os resultados do estudo corroboraram com o afirmado pelos fabricantes, concluindo que a qualidade do acabamento superficial de um instrumento pode influenciar significativamente a resistência à fadiga cíclica, aumentando o número de ciclos necessários para ocorrer a fratura.

Lopes, *et al.* (2016) em seu estudo chegaram a uma conclusão semelhante. Eles avaliaram a influência de ranhuras superficiais de instrumentos de NiTi *BioRaCe* (KFG Dentaire, Suíça). Instrumentos com e sem tratamento superficial com polimento eletrolítico foram avaliados através de um perfilômetro óptico por interferometria. A avaliação foi realizada com intuito de quantificar a rugosidade dos dois tipos de instrumentos e depois ensaiados em flexão rotativa até a fratura por fadiga. A análise no perfilômetro mostraram que os instrumentos que receberam polimento eletrolítico possuíam ranhuras menos profundas que

os não-polidos. No teste de fadiga os instrumentos polidos suportaram um número significativamente maior que os não-polidos, mostrando que a profundidade das ranhuras superficiais afeta a resistência à fratura dos instrumentos. Quanto menor a ranhura, maior o número de ciclos necessários para o instrumento fraturar. Esse trabalho é mais completo que o anterior uma vez avalia dados quantitativos de rugosidade. No trabalho de Lopes *et al.* (2010b) a rugosidade foi analisada apenas visualmente em MEV.

Santos (2014) também concluiu em sua pesquisa que o tratamento superficial por polimento eletrolítico influencia positivamente a resistência à fadiga dos instrumentos endodônticos. A eliminação de defeitos superficiais provenientes da usinagem em instrumentos HyFlex 20/.06 e 20/.04 dificulta a nucleação de trincas, aumentando a resistência à fratura por fadiga dos instrumentos.

Já Barbosa *et al.* (2008) obtiveram resultados diferentes. Segundo eles o polimento eletrolítico não aumentou a resistência mecânica de instrumentos endodônticos K3 de NiTi. Neste estudo o polimento dos instrumentos foi realizado pelos autores e não pelo fabricante. Analisando as imagens da MEV disponibilizadas no estudo, não é possível observar diferença significativa na qualidade do acabamento superficial dos instrumentos polidos e não-polidos, ou seja, nesse caso o polimento eletrolítico parece não ter afetado significativamente o acabamento superficial dos instrumentos, o que pode explicar o fato do resultado conflitante com os demais ensaios em relação à influência do polimento eletrolítico na resistência à fadiga por flexão. A análise quantitativa da rugosidade teria sido útil nesse caso para avaliar se o polimento eletrolítico foi ou não efetivo nesse caso.

Uma superfície mal-acabada contém irregularidades que atuam como se fossem um entalhe, aumentando a concentração de tensões, resultando em tensões residuais que tendem a diminuir a resistência à fadiga do material. Essa dependência entre acabamento superficial e fadiga é devido ao fato de as fraturas por fadiga terem início na superfície do metal. O tipo de carga usada no ensaio (flexão ou torção) ocasiona tensões máximas na superfície. A influência do acabamento superficial é maior em materiais que apresentam maior limite de resistência à fadiga, ou seja, a sensibilidade ao entalhe também é influenciada pelo limite de resistência (SOUZA, 1982)

Além das condições da amostra, variáveis associadas às condições do ensaio como tensões, velocidade de variação das tensões, temperatura e meio também influenciam nos resultados. A velocidade do ensaio não tem grande influência na resistência à fadiga dos aços

para o mesmo tipo de solicitação em ensaios de laboratório (até  $10^4$  ciclos por minuto). Com frequências mais altas, há um pequeno aumento no limite de fadiga (SOUZA, 1982).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 MATERIAL

Foram analisados cinco tipos de instrumentos endodônticos de seção transversal triangular, de três marcas comerciais diferentes: dois de aço inoxidável comercializados pelos fabricantes como austeníticos e confeccionados por torção: FlexoFile (Dentsply/Maillefer, Suíça) e FlexCut CC-Cord (VDW, Alemanha); dois de NiTi indicados pelos fabricantes como superelásticos à temperatura ambiente, confeccionados por usinagem e sem polimento eletrolítico: NiTiFlex (Dentsply/Maillefer, Suíça) e NiTiFile (VDW, Alemanha); e um de NiTi também indicado como superelástico à temperatura ambiente e confeccionado por usinagem, mas com posterior polimento eletrolítico da superfície: RaCe (FKG, Suíça). Para atingir os resultados esperados, foram utilizados neste estudo 16 instrumentos de cada fabricante, todos com mesmo diâmetro  $D_0$  igual a 0,40 mm, conicidade 0,02 mm/mm e com 25 mm de comprimento.

Foram utilizados também dois tipos de fios de seção transversal circular, um de aço inoxidável e outro de NiTi indicado como superelástico à temperatura ambiente pelo fabricante (Morelli, Brasil) com diâmetros de 0,016" (0,40 mm). Para atingir os resultados esperados, foram utilizados 80 amostras de cada fio, cada uma com 30 mm de comprimento. As 80 amostras foram divididas em 4 grupos de 20 amostras cada, da seguinte maneira:

Grupo 1 - Fios sem ranhuras: os fios foram ensaiados como recebidos, sem nenhuma ranhura.

Grupo 2 - Fios com ranhuras a 90°: os fios foram fixados por uma das extremidades em uma haste giratória com velocidade de 250 rpm e, com uma lixa de granulação 60, foram preparadas ranhuras em 90° com seu longo eixo por 5 segundos.

Grupo 3 - Fios com ranhuras 45°: procedimento semelhante ao grupo 2 mas ranhuras foram preparadas em 45° com seu longo eixo por 5 segundos a 250 rpm. Para obtenção das ranhuras em 45° a lixa foi tracionada em sentido longitudinal, enquanto a haste girava.

Grupo 4 – Fios com ranhuras longitudinais: os fios foram fixados e lixados 10 vezes no sentido longitudinal.

## 4.2 ENSAIO DE FLEXÃO EM CANTILÉVER

A flexibilidade de 10 amostras de cada instrumentos endodônticos e 10 amostras dos fios como recebidos (sem ranhuras) foram avaliados por meio de ensaio de flexão em 45° conforme a norma número 28 da ADA (ELIAS & LOPES, 2007). Os ensaios foram realizados na máquina de ensaio universal EMIC DL10000, disponível no Laboratório de Ensaios Mecânicos do IME, com célula de carga de 20 N. Com o ensaio determinou-se a variação da força para flexionar as amostras até 45°. Mostra-se na FIG. 4.1 o dispositivo usado para o ensaio de flexão. O cabo do instrumento foi ficado em uma morsa e a 3,0 mm da ponta foi fixado um fio nylon, o qual foi tracionado. A tração do fio de nylon foi interrompida com a flexão do instrumento em 45°. Para o ensaio de flexão dos fios, a distância entre as morsas e o ponto de fixação do fio foi de 16 mm para se obter o mesmo comprimento de flexão dos instrumentos. Durante os ensaios o programa Tesc versão 3.04 registrou o diagrama força (gf) x deslocamento (mm), a força em três ângulos, 21, 37 e 45°, e o deslocamento nesses três pontos, 5, 10 e 13 mm respectivamente.

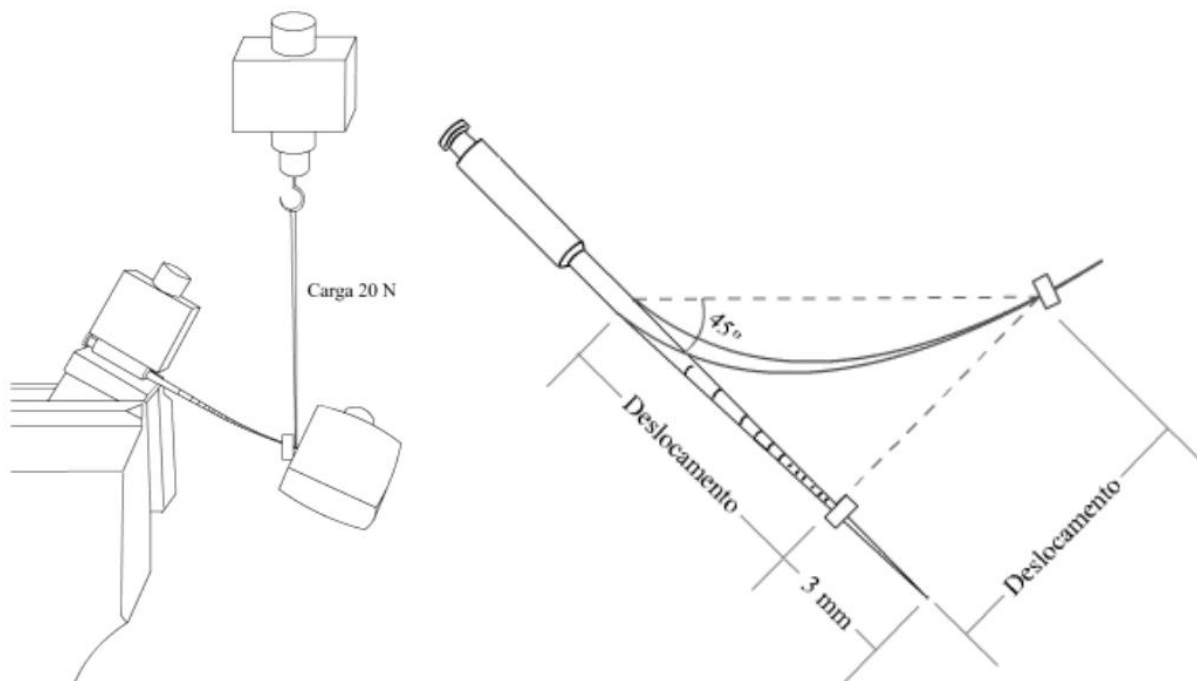


FIG. 4.1 Dispositivo usado no ensaio de flexão em 45°. Vieira (2013)

#### 4.3 ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS (HV)

Para a realização do ensaio de HV foi utilizado um microdurômetro Micromet 2003 (Bueler, Lake Bluff IL EUA), disponível no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto Militar de Engenharia, foram observadas as recomendações contidas na Norma ABNT NBR-6672. A carga de 200 gf foi aplicada durante 15 segundos, produzindo uma impressão microscópica em forma de um losango regular no material, avaliada com aumento de 40 vezes. Foram feitas 5 endentações por amostra, cujas diagonais foram medidas e a microdureza Vickers calculada pelo próprio aparelho. As amostras foram embutidas em resina acrílica autopolimerizante incolor JET (Artigos Odontológicos Clássico Ltda – Campo Limpo Paulista – SP, Brasil) vertido em matriz de PVC (Tigre DN 40 NBR 5688) sobre uma placa de vidro. Após o embutimento, as amostras foram fixadas para se obter superfícies planas. Para o lixamento foram utilizadas lixas d'água Norton de granulação 200, 400, 600, 1200 e 2000 fixadas em lixadeira metalográfica motorizada. Após o fixamento fez-se o polimento com pano embebido em suspensão de alumina a 0,5  $\mu\text{m}$  em politriz metalográfica mecanizada, seguida de lavagem com água corrente e álcool.

#### 4.4 ESPECTROSCOPIA DE RAIOS-X POR DISPERSÃO DE ENERGIA (ENERGY DISPERSIVE SPECTROMETRY – EDS)

A composição química dos instrumentos foi analisada de forma semi-quantitativa por EDS com emprego da microsonda Noram acoplada ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Para tal, foram analisadas 5 amostras, sendo selecionados 2 áreas de cada amostra, totalizando 10 análises por grupo.

#### 4.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

A análise por difração de raios-X foi realizada em configuração foco linha com o difratômetro PANalytical X'Pert Pro. O feixe foi gerado por um tubo de cobalto. Com filtro

de ferro, tensão de 45 kV e corrente elétrica de 40 mA. O detector do equipamento foi um PIXcel, fabricado pela PANalytical. As amostras foram justapostas e fixadas em uma placa de vidro e fixadas no porta amostras com o auxílio de uma fita adesiva dupla-face. As amostras não sofreram qualquer preparação como lixamento. O ângulo de varredura foi de 35 a 160 graus, com passe de 0,0295 graus e 60 segundos de aquisição.

#### 4.6 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY - DSC)

Os ensaios de DSC foram realizados no Laboratório de Biomateriais do IME. O equipamento utilizado foi um DSC-60 (Shimadzu, Kyoto, Japão), com a utilização de atmosfera protetora. As amostras de NiTi foram cortadas cuidadosamente para diminuir o encruamento do material, de modo a obter pequenos segmentos de aproximadamente 5 mm. Antes da realização do ensaio esses segmentos foram imersos em uma solução de 45% de água (H<sub>2</sub>O), 45% de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) e 10% de ácido fluorídrico (HF) por um período de 10 a 20 minutos para decapagem e lavadas com água corrente. A decapagem é importante para remover óxidos e a camada superficial afetada pelo encruamento que ocorre durante o corte das amostras. Para que a decapagem seja eficiente a massa das amostras deve ser reduzida em no mínimo 30% da massa original. Os segmentos foram pesados em balança eletrônica de alta precisão antes e depois da decapagem (OHAUS Adventurer modelo AR3130, importada por Toledo do Brasil, São Bernardo do Campo, SP) limpos com álcool, secos e colocados em um cadinho de alumínio sem tampa. A massa das amostras analisadas variou entre 6 e 10 mg. A referência foi um cadinho de alumínio vazio. Todas as amostras foram preparadas seguindo os mesmos procedimentos. As taxas de aquecimento e resfriamento foram fixadas em 10°C/min e as temperaturas mínimas e máximas do ensaio foram fixadas em -40°C e 70°C. Para evitar condensação de água e oxidação do material, a câmara de aquecimento foi preenchida com nitrogênio através de módulo controlador de fluxo (FC-60, Shimadzu, Kyoto, Japão) fixado em 35 mL/min.

O ensaio foi iniciado em 70°C e mantido nessa temperatura por 5 minutos para estabilização. Após a estabilização da temperatura em 70°C foi adicionado o nitrogênio líquido no equipamento. O resfriamento até a temperatura fixada em -40°C foi feito à uma

taxa de  $-10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Após manutenção por 5 minutos na temperatura mínima houve novo aquecimento à uma taxa de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até a  $70^{\circ}\text{C}$ . O processo foi realizado duas vezes para cada amostra.

As curvas obtidas foram analisadas com uso do software (TA-60WS, Shimadzu, Kyoto, Japão) para determinar as temperaturas de transformação martensítica inicial e final ( $M_s$  e  $M_f$ ) e de transformação reversa inicial e final ( $A_s$  e  $A_f$ ).

#### 4.7 PERFILÔMETRO ÓPTICO

A caracterização da qualidade do acabamento da superfície dos instrumentos foi determinada quantitativamente pela medida da rugosidade superficial dos instrumentos endodônticos e dos fios. Os parâmetros da rugosidade foram determinados com uso do perfilômetro óptico 7100 Profilometer (Zygo Co, Middlefield, CT). Este equipamento permite a medida tridimensional com precisão utilizando a técnica por interferometria. As variações da profundidade medidas foram de até 0,1 nm. Foram avaliadas 3 amostras escolhidas aleatoriamente de cada grupo antes do ensaio de fadiga. As amostras foram analisadas em três regiões diferentes para avaliação da rugosidade superficial. Esse tipo de ensaio é não destrutivo, rápido e não precisa de nenhuma preparação da amostra, apenas que a superfície esteja limpa.

A perfilometria óptica por interferometria foi utilizada com o objetivo de quantificar os parâmetros da rugosidade superficial das amostras. Essa técnica utiliza as propriedades da propagação da luz para comparar o trajeto óptico entre a superfície analisada e uma superfície de referência. Uma fonte luminosa incide sobre a amostra e a luz é refletida pela superfície (feixe de medição) em conjunto com um feixe de referência refletido de um espelho de referência. Quando a distância percorrida pela luz é a mesma entre o feixe de medição e o feixe de referência ocorre uma interferência construtiva. Uma interferência destrutiva ocorre quando os comprimentos dos feixes são diferentes, formando faixas escuras conhecidas como franjas de interferência de luz. As diferenças na distância percorrida pela luz que incide na amostra são decorrentes das variações da morfologia da superfície da mesma. Esses feixes são focados por uma câmera digital, que traduz em áreas claras as interferências construtivas e como áreas escuras as interferências destrutivas. Cada transição entre claro e escuro



representa a metade de um comprimento de onda de diferença entre o percurso da amostra e da referência. Sabendo-se o comprimento de onda utilizado, é possível calcular a diferença de altura ao longo da superfície analisada e, a partir dessas medidas, é formada uma figura tridimensional da superfície medida.

É muito importante focar adequadamente a amostra, pois o perfilômetro óptico verifica o material verticalmente e, à medida que o material passa pelo plano focal, a interferência é criada.

Com o perfilômetro óptico é possível quantificar os parâmetros para avaliar a rugosidade. Nesse estudo foram analisadas as rugosidades médias ( $R_a$  – roughness average) das amostras. Esse é o parâmetro mais utilizado para avaliação da rugosidade superficial e é a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas de afastamento dos pontos de perfil de rugosidade em relação à linha média. Por ser um valor médio pode não indicar diretamente o estado da superfície, sendo algumas vezes indicados outros parâmetros de rugosidade. Uma das utilizações desse parâmetro é quando a superfície apresenta sulcos de usinagem bem orientados, como é o caso nas amostras estudadas. Além disso, é o parâmetro recomendado pela ABNT para avaliação da rugosidade.

#### 4.8 ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA

Este ensaio foi realizado à temperatura ambiente com emprego de um dispositivo desenvolvido pela equipe do Laboratório de Biomateriais do IME (FIG. 4.2).

Para o ensaio de fadiga foi utilizado o motor VDW Silver Reciproc (VDW GmbH, Munich, Alemanha) com contra-ângulo VDW 6:1 (Sirona Dental Systems GmbH, Bensheim, Alemanha) e um canal artificial. O canal artificial mostrado na FIG. 4.3 foi confeccionado por fresagem computadorizada (Fresa computadorizada CNC TRAVIS – DMCJ Inspeções Ltda., Campo Grande, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) a partir de um bloco metálico de aço inoxidável AISI 316L. Uma placa metálica do mesmo material, FIG. 4.3 (b), foi parafusada em frente ao canal para evitar que o instrumento desloque para fora durante o ensaio. O canal possui 20 mm de comprimento total, permite a inserção do instrumento instalado no motor em um eixo coincidente com a direção da parte reta do canal e sua livre rotação do instrumento no seu interior. Seu centro de curvatura fica a uma distância de 4,71 mm da ponta (D0), portanto o

ponto crítico para fratura dos instrumentos fica a aproximadamente 5 mm da ponta (D5), conforme desenho esquemático, FIG. 4.3 (d).



FIG. 4.2 Dispositivo utilizado nos ensaios de flexão rotativa.

Para o acoplamento dos fios e dos instrumentos que não possuem encaixe para utilização com acionamento a motor ao contra-ângulo foi necessária a utilização de duas peças adaptadoras, uma para acoplamento dos instrumentos endodônticos, FIG. 4.4 (b), e outra para os fios FIG. 4.4 (f), conforme ilustrado na FIG. 4.4. Ambos foram confeccionados especialmente para a realização dos ensaios. Eles possuem um parafuso, FIG. 4.4 (c) que, ao ser apertado com uma chave especial, FIG. 4.4 (d), prende a amostra na posição desejada.

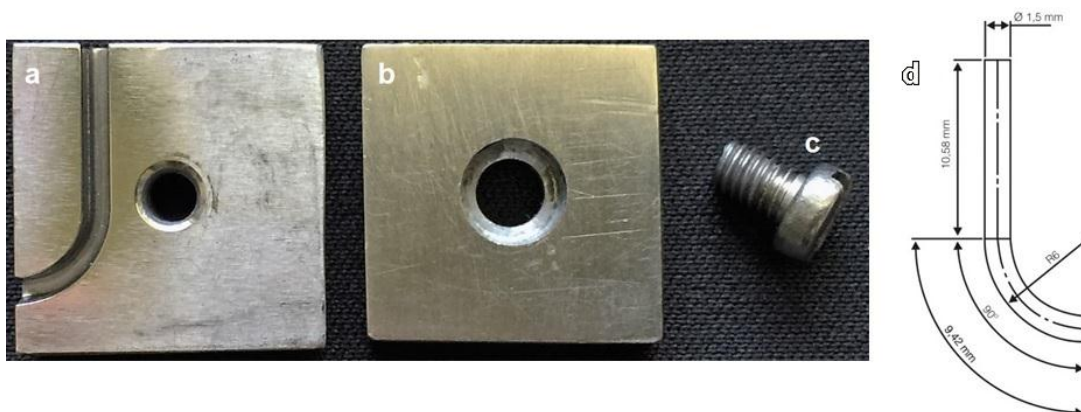


FIG. 4.3 (a) canal artificial; (b) placa metálica; (c) parafuso para união entre canal e placa; (d) desenho esquemático do canal artificial utilizado no ensaio mecânico.

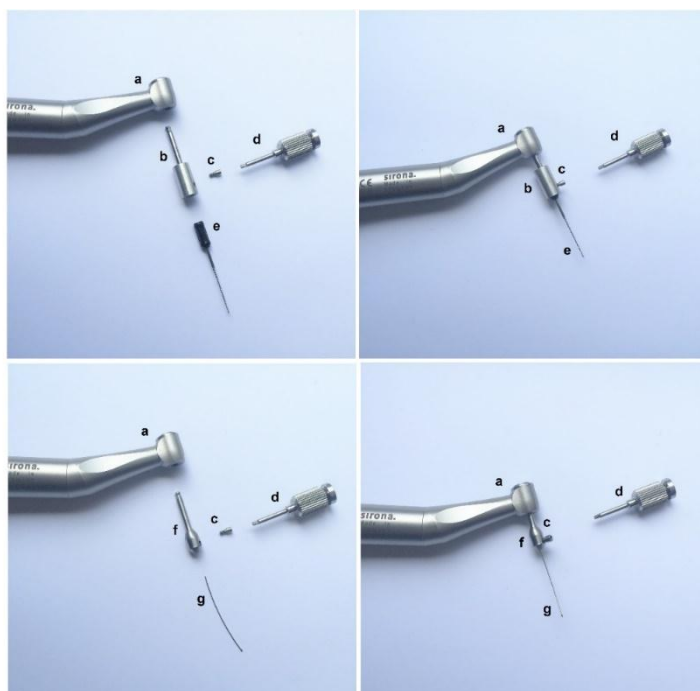


FIG. 4.4 (a) contra-ângulo Sirona; (b) peça que acopla instrumentos endodônticos; (c) parafuso que prende instrumento/fio à peça; (d) chave de parafusamento; (e) instrumento endodôntico manual; (f) peça de acoplamento dos fios; (g) fio.

O canal artificial foi fixado na morsa do dispositivo de ensaio (FIG. 4.2) de modo que a parte reta do canal ficasse coincidente com o eixo longitudinal da amostra instalada no motor.

Para o ensaio de rotação foram utilizadas duas metodologias que variaram com o tempo de fratura. As amostras foram divididas em dois grupos:

Grupo de Fadiga I: 6 amostras de cada instrumento endodôntico e 10 amostras de cada grupo de fio foram ensaiada até a ruptura, para se determinar o número médio de ciclos até a ruptura em condições mais próximas possíveis da prática clínica. Esse valor foi utilizado no grupo de fadiga II. O torque utilizado para os ensaios foi de 120 gcm e a velocidade foi de 250 rpm para fios de aço inoxidável, 300 rpm para instrumentos endodônticos e 420 rpm para fios de NiTi. A velocidade diferente para cada tipo de amostra não interfere nos resultados e foi utilizada apenas para fins práticos. Foram utilizadas velocidades diferentes apenas para fins práticos, uma vez que o tempo para fratura por fadiga varia muito entre os grupos analisados.

Grupo de Fadiga II: após determinar o  $N_f$  médio para cada grupo de amostras, 10 amostras de cada grupo foram ensaiadas no mesmo dispositivo até 25%, 50% e 75% desse valor. Entre um ensaio e outro as amostras foram analisadas no MEV. As mesmas amostras

foram utilizadas para continuar o ensaio de fadiga até a fratura para a avaliação das modificações superficiais geradas pelo ensaio na superfície das amostras e analisar a propagação desses defeitos. Foram utilizados os mesmos torques e velocidades utilizados no grupo de fadiga I.

#### 4.9 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As amostras do grupo I de fadiga foram analisadas em dois momentos:

- Antes do ensaio de fadiga: três amostras de cada tipo foram selecionadas aleatoriamente para análise das características de acabamento superficial e presença de possíveis defeitos existentes que poderiam influenciar na resistência à fadiga. Nos fios em que foram confeccionadas ranhuras superficiais, essa etapa foi essencial caracterizar a morfologia dos defeitos confeccionados.
- Após o ensaio de fadiga: três amostras de cada grupo, selecionadas aleatoriamente, foram analisadas para avaliação da propagação das trincas até a fratura, caracterização da morfologia de fratura e avaliação da quantidade e tamanho das trincas geradas durante o ensaio.

Todas as 10 amostras do grupo II foram analisadas em 3 momentos:

- Após 25% do  $N_f$ ;
- Após 50% do  $N_f$ ;
- Após 75% do  $N_f$ ;

Todas as amostras foram analisadas na região próxima a 5 mm da ponta, região coincidente com o centro de curvatura do canal, local com maior concentração de tensão durante o ensaio de fadiga e mais provável ponto de fratura. As amostras foram marcadas para que fossem analisadas sempre na mesma área. Essa análise foi realizada para verificar a nucleação e propagação de trincas, bem como qualificar o padrão da propagação/crescimento das trincas de fadiga. Após os ensaios, as superfícies de fratura foram analisadas para determinar o ponto de início da fratura, caracterizar a morfologia e determinar o tipo de fratura.

#### 4.10 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Foram realizados testes de normalidade Kolmogorov-Smirnov. Quando o  $p > 0,05$  a distribuição é considerada normal. Quando  $p < 0,05$  a distribuição dos resultados não possui normalidade.

Os grupos que apresentaram distribuição normal foram analisadas utilizando-se o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA), considerando um intervalo de confiança de 95%. Os grupos que não apresentaram distribuição normal foram analisadas por um método não paramétrico, o teste Kruskal-Wallis. Ambos os testes foram complementados com o teste de comparações múltiplas Student-Newman-Kells (SNK).

## 5 RESULTADOS

### 5.1 ENSAIO DE FLEXÃO EM CANTILÉVER

As amostras do mesmo grupo se comportaram de forma semelhante. Os resultados completos dos ensaios de flexão em cantiléver estão apresentados no APÊNDICE 9.1.

As amostras de NiTi apresentaram comportamento típico de materiais com superelasticidade, com platô no gráfico força X deflexão representando a TMIT.

Os resultados dos ensaios das amostras de aço inoxidável mostram que esses instrumentos endodônticos não apresentam comportamento elástico em flexão até 45°. A primeira inclinação da curva representa a região de deformação elástica, onde há uma proporção entre força aplicada e a deformação. Acima de um determinado carregamento essa proporção não existe indicando região com deformação plástica.

Os valores médios da força (gf) para flexionar os 10 instrumentos de cada marca comercial são mostrados na FIG. 5.1 e resumidos na TAB. 5.1. Os dados foram analisados estatisticamente e constatou-se que não houve diferença estatisticamente significativa entre a força necessária para flexionar os instrumentos de NiTi das diferentes marcas comerciais. Quanto aos instrumentos de aço inoxidável, os instrumentos da marca VDW foram mais rígidos, necessitando de maior força para serem flexionados que os instrumentos da marca Maillefer. Os instrumentos de aço inoxidável necessitaram de uma força entre 117% e 371% maior que os instrumentos de NiTi para serem flexionados em 45°.

Os fios analisados foram ensaiados como recebidos. Os valores médios da força necessária para flexioná-los a 45° estão representados na FIG. 5.2 e resumidos na TAB. 5.2. Assim como nos instrumentos, houve diferença significativa entre a força necessária para flexionar os fios de NiTi e de aço inoxidável. Os fios de aço inoxidável necessitaram de uma força para flexionar em 45° entre 126% e 232% maior que os fios de NiTi.

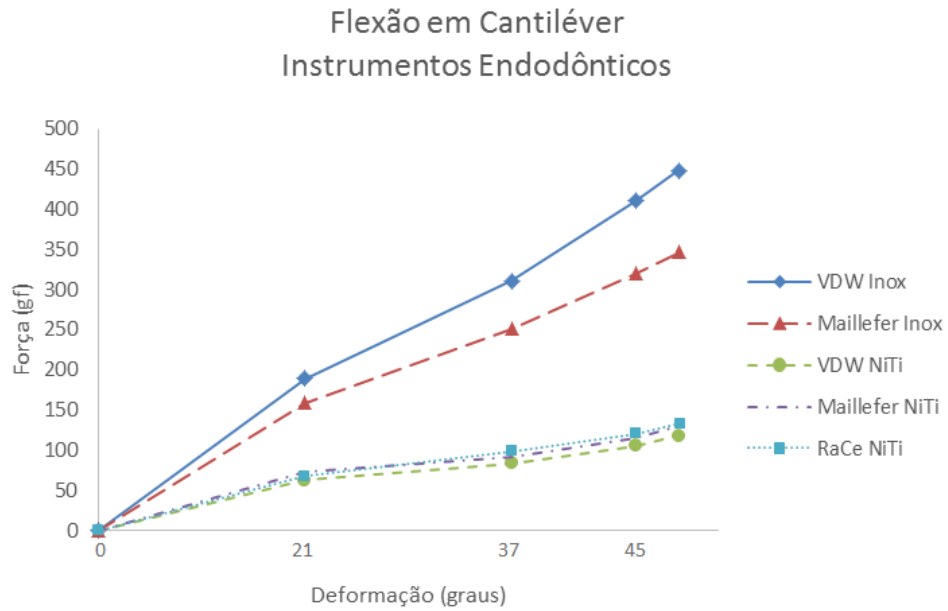


FIG. 5.1 Variação dos valores médios das forças (gf) necessárias para flexionar os instrumentos endodônticos estudados em 21°, 37° e 45°.

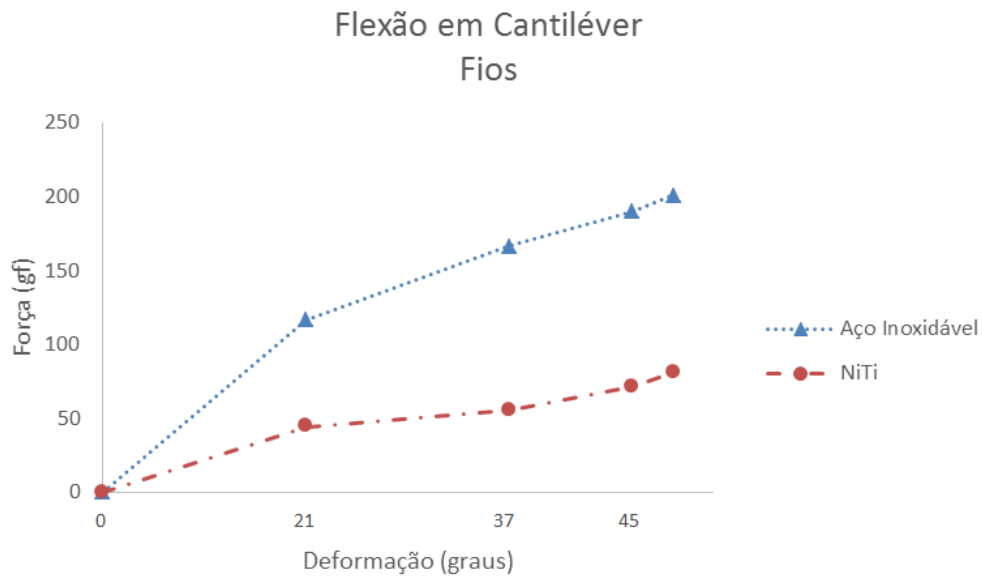


FIG. 5.2 Representação gráfica dos valores médios das forças (gf) necessárias para flexionar os fios em 21°, 37° e 45°.

TAB. 5.1 Média dos valores da força (gf) para flexão em 45° dos instrumentos estudados, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas iguais indicam que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos.

<b>Instrumentos Endodônticos</b>					
	NiTi			Aço inoxidável	
	RaCe	Maillefer	VDW	Maillefer	VDW
<b>Média</b>	120,5 <sup>A</sup>	115,3 <sup>A</sup>	105,2 <sup>A</sup>	320,1 <sup>B</sup>	410,4 <sup>C</sup>
<b>DP</b>	9,7	7,9	3,8	16,7	29,3
<b>CV</b>	0,08	0,07	0,04	0,05	0,07

TAB. 5.2 Média dos valores da força (gf) para flexão em 45° dos fios estudados, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos.

<b>Fios</b>		
	NiTi	Aço inoxidável
<b>Média</b>	71,13 <sup>A</sup>	189,9 <sup>B</sup>
<b>DP</b>	2,9	13,0
<b>CV</b>	0,04	0,07

Não foi possível comparar os resultados encontrados nos fios e nos instrumentos, uma vez que possuem geometrias diferentes.

## 5.2 ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS (HV)

As médias dos resultados obtidos da microdureza Vickers estão apresentados na TAB. 5.3. Os valores de cada endentação encontram-se no APÊNDICE 9.2.

Os dados obtidos a partir dos ensaios microdureza Vickers foram analisados estatisticamente pelo teste paramétrico One-Way ANOVA (Análise de variância de um fator) a com nível de significância de 95%. Foram feitos os testes de Bonferrone, Scheffe e Tukey, vide APÊNDICE 9.3.

Em todos os testes houve diferença significativa entre a microdureza Vickers das amostras de aço inoxidável e as de NiTi, sendo o valor da dureza das amostras de aço inoxidável de 45% a



99% maior que das amostras de NiTi. Entre as amostras de NiTi não houve diferença significativa entre as diferentes marcas comerciais. Já entre as amostras de aço inoxidável, a amostra VDW mostrou-se significativamente mais dura que a amostra Morelli.

TAB. 5.3 Média dos valores da microdureza Vickers dos instrumentos (I) e fios (F) estudados, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significante entre as amostras.

	Microdureza Vickers						
	Aço Inoxidável			NiTi			
	Morelli (F)	Maillefer (I)	VDW (I)	Morelli (F)	Maillefer (I)	VDW (I)	RaCe (I)
<b>Média</b>	533 <sup>A</sup>	560,2 <sup>AB</sup>	587,8 <sup>B</sup>	341,2 <sup>C</sup>	325,8 <sup>C</sup>	320,4 <sup>C</sup>	347,2 <sup>C</sup>
<b>DP</b>	8,9	18,8	28,8	3,0	9,7	6,3	10,0
<b>CV</b>	0,02	0,03	0,05	0,01	0,03	0,02	0,03

### 5.3 EDS

O limite de detecção foi de aproximadamente 1%. Os valores médios da composição química semi-quantitativa obtidos por EDS das amostras de NiTi estão apresentados na TAB. 5.4:

TAB. 5.4 Média da percentagem química obtida por EDS das amostras de NiTi.

Amostras de NiTi	Composição Química			
	% peso		% atômica	
	Ti	Ni	Ti	Ni
<b>Maillefer</b>	45,78	54,22	50,86	49,14
<b>Morelli</b>	44,38	55,62	49,45	50,55
<b>RaCe</b>	45,09	54,91	50,17	49,83
<b>VDW</b>	46,29	53,71	51,38	48,62

Os valores médios da composição química semi-quantitativa obtidos por EDS das amostras de aço inoxidável estão apresentados na TAB. 5.5:

TAB. 5.5 Média da percentagem química obtida por EDS das amostras de aço inoxidável.

Amostras Aço Inoxidável	Composição Química											
	% peso						% atômica					
	C	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	C	Si	Cr	Mn	Fe	Ni
Maillefer	2,49	0,75	16,99	1,18	71,26	7,33	10,28	1,34	16,5	1,12	64,45	6,31
Morelli	1,98	0,33	17,35	1,26	72,03	7,07	8,35	0,59	17,18	1,23	66,45	6,2
VDW	1,58	0,61	16,72	2,46	71,51	7,12	6,86	1,14	16,73	2,33	66,63	6,31

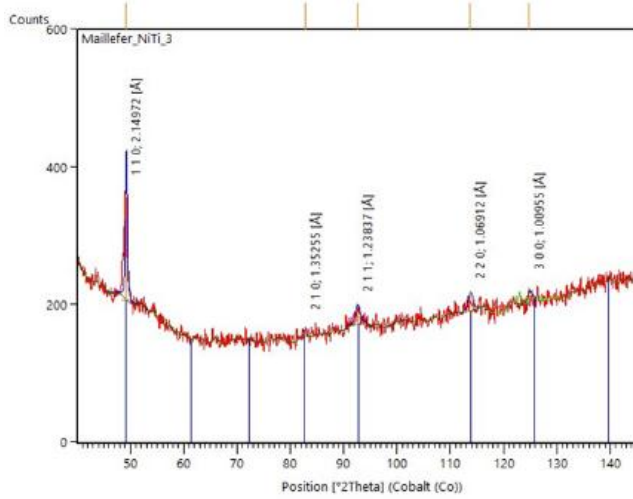
Não houve variação na composição química das amostras analisadas, não podendo afirmar que há diferença significativa entre elas, devido ao erro do equipamento.

#### 5.4 DRX

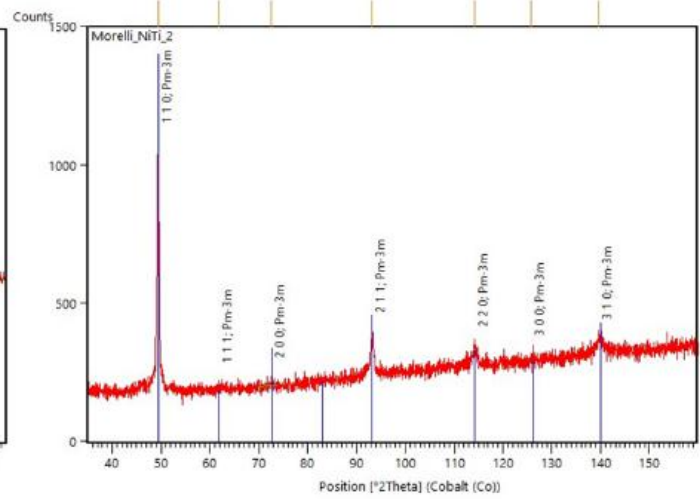
Os resultados das análises de difração de raios X mostram as fases presentes em cada amostra à temperatura ambiente. As fichas cristalográficas utilizadas para análise das possíveis fases presentes estão apresentadas no APÊNDICE 9.4.

Os difratogramas das amostras de NiTi evidenciaram a presença de picos típicos da austenita B2 (grupo espacial Pm-3m na nomenclatura de Hermman-Mauguin) em todas as amostras. Não foram encontrados picos da martensita tipo B19' (grupo espacial P21/m) em nenhuma das amostras analisadas. Portanto, as amostras são exclusivamente austeníticas à temperatura ambiente. Na FIG. 5.3 são mostrados os difratogramas obtidos das amostras de NiTi, contendo os picos de maior intensidade da fase B2.

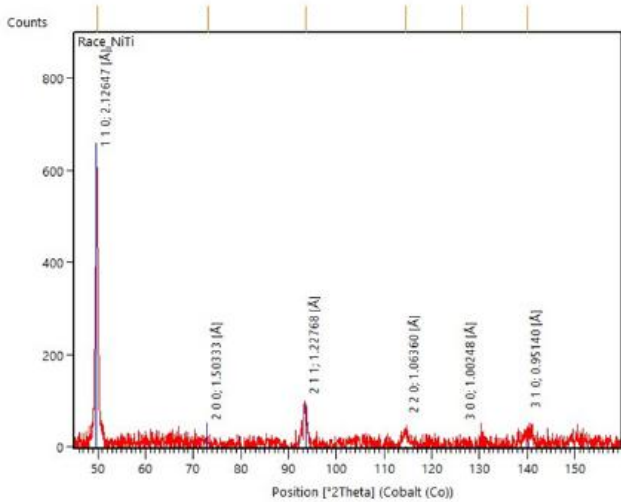
Os difratogramas das amostras de aço inoxidável evidenciaram picos típicos de austenita (CFC, grupo espacial Fm-3m na nomenclatura de Hermman-Mauguin) e picos típicos de ferrita (CCC, grupo espacial Im-3m na nomenclatura de Hermman-Mauguin) em todas as amostras. Nenhuma das amostras é portanto exclusivamente austenítica à temperatura ambiente.



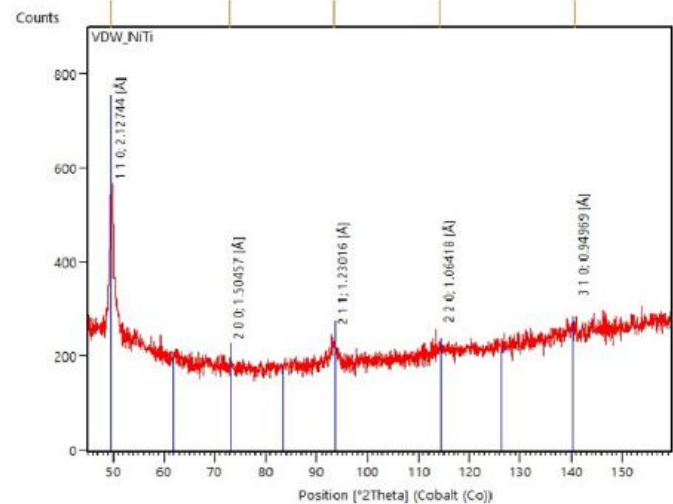
**(a) Maillefer**



**(b) Morelli**

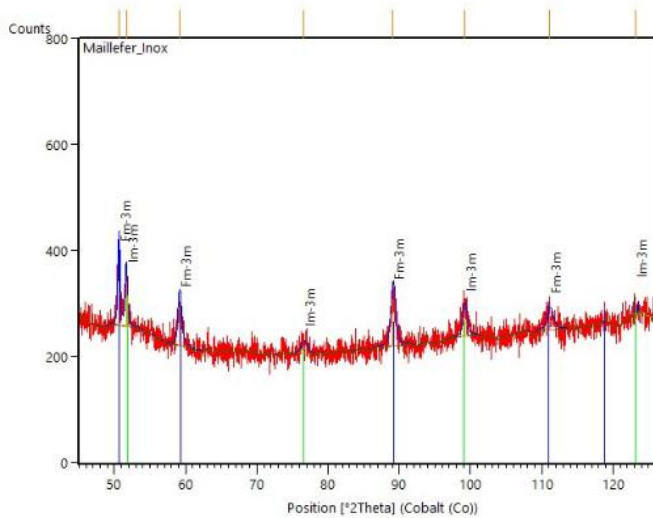


**(c) RaCe**

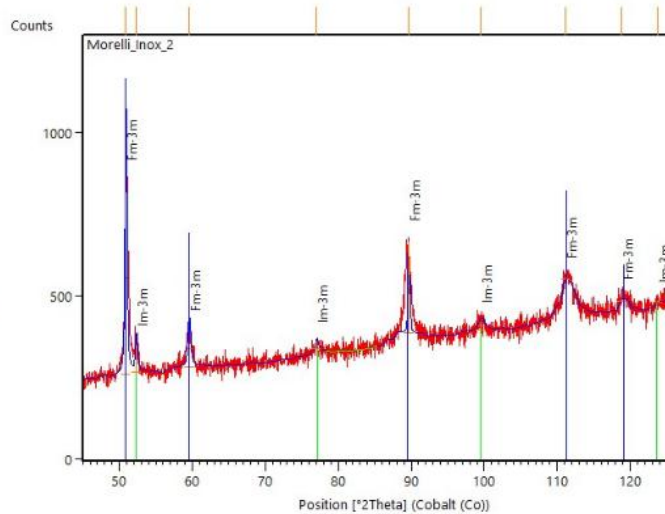


**(d) VDW**

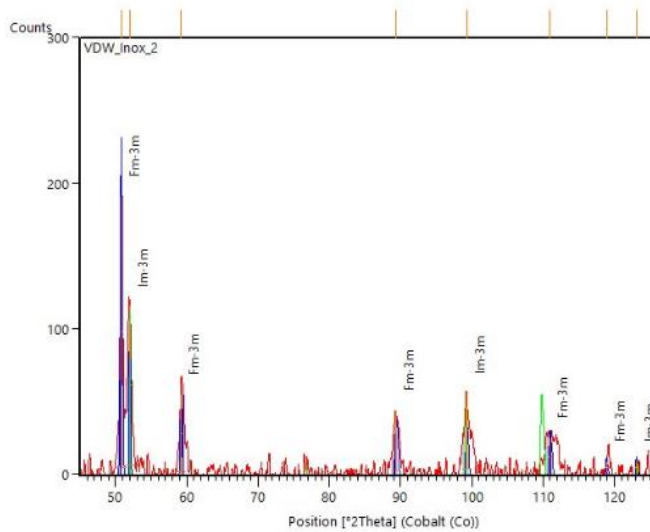
FIG. 5.3 Difractogramas dos instrumentos endodônticos de NiTi analisados. Picos e seus respectivos índices de Miller e grupo espacial Pm-3m na nomenclatura de Hermman-Mauguin, (a) Maillefer; (b) Morelli; (c) RaCe e (d) VDW.



**(a) Maillefer**



**(b) Morelli**



**(d) VDW**

FIG. 5.4 Difratoograma dos instrumentos de aço inoxidável. Picos e seus respectivos grupos espaciais Fm-3m (austenita) e Im-3m (ferrita) na nomenclatura de Hermman-Mauguin, sendo (a) Maillefer; (b) Morelli e (c) VDW.

## 5.5 DSC

Estas análises foram efetuadas com o intuito de identificar as temperaturas das transformações direta e reversa nas amostras de NiTi. Foram realizados ciclos térmicos entre  $-40^{\circ}\text{C}$  e  $70^{\circ}\text{C}$  e taxas de aquecimento/resfriamento de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

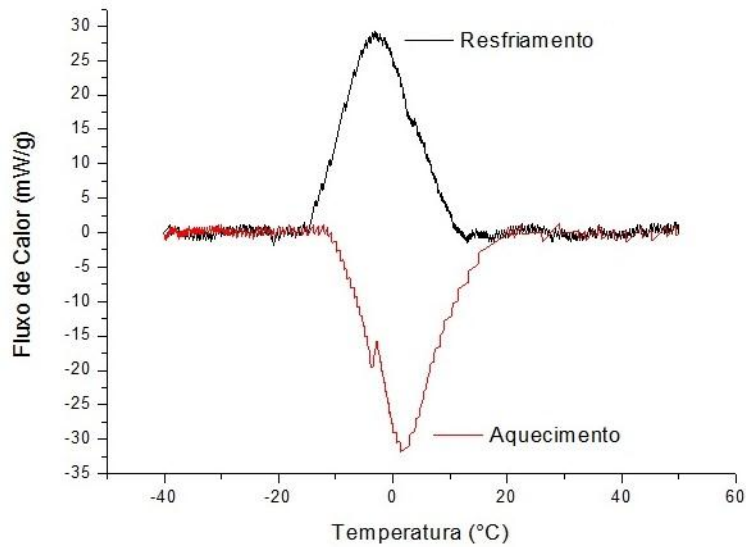


FIG. 5.5 Curva de DSC das amostras de NiTi dos instrumentos Maillefer.

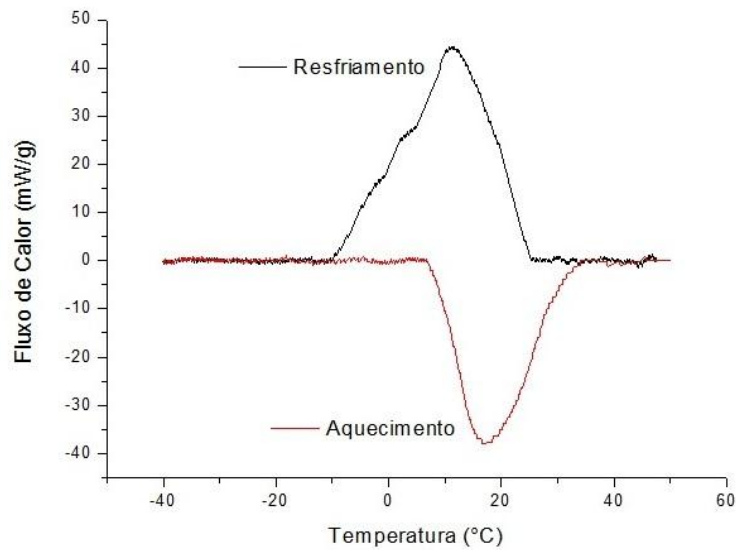


FIG. 5.6 Curva de DSC das amostras de NiTi dos fios Morelli.

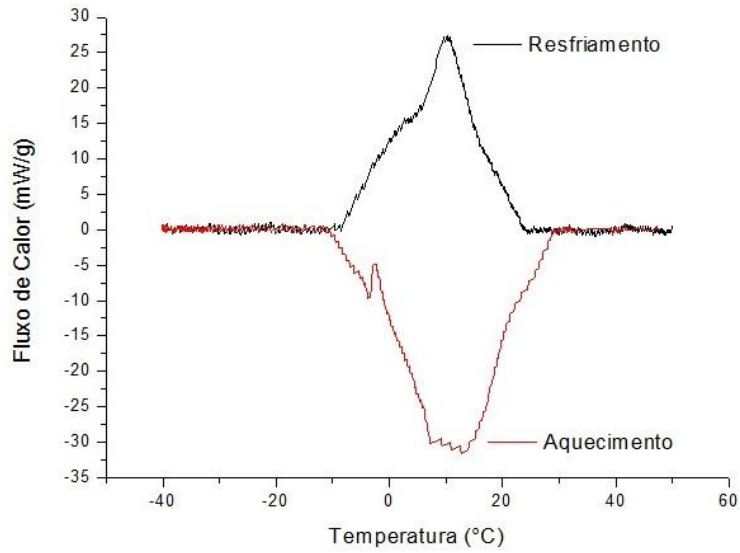


FIG. 5.7 Curva de DSC das amostras de NiTi dos instrumentos RaCe.

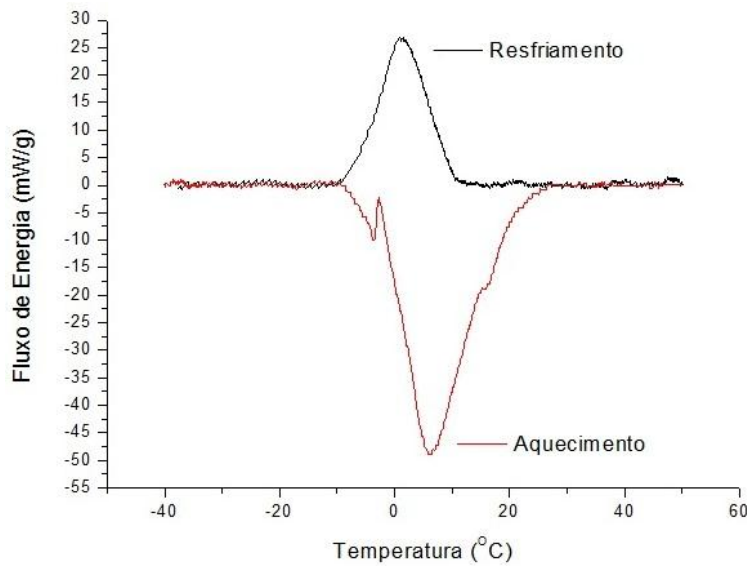


FIG. 5.8 Curva de DSC das amostras de NiTi dos instrumentos VDW.

Nos ensaios de DSC foram efetuadas duas corridas para cada amostra com o objetivo de aliviar possíveis tensões residuais. Este procedimento evita que as tensões residuais influenciem nos resultados. Os resultados analisados foram os da segunda corrida de cada amostra.

Para melhorar o sinal seria importante aumentar o volume da amostra. Apesar de termos utilizado o limite de 10 mg do aparelho, imposto pelos manuais dos equipamentos. Esse limite refere-se a amostras de menor densidade, como polímeros. No caso de metais, como possuem maior densidade, amostras com até 10 mg são insuficientes para produzir um sinal adequado.

Mostra-se nas FIG. 5.5 a 5.8 os resultados de DSC para as amostras analisadas. As curvas foram traçadas após o tratamento da linha base no Origin 8.0. Nos gráficos, os picos representam transformações endotérmicas ou exotérmicas durante o aquecimento e resfriamento, respectivamente. A energia pode ser quantificada pela área gerada entre o pico e linha base.

Pode-se observar que as curvas obtidas nos ensaios durante o aquecimento de todas as amostras houve a sobreposição de dois picos distintos durante o aquecimento, cada um representando uma transformação exotérmica distinta. Essas duas transformações possuem uma faixa de temperatura coincidente, onde as duas transformações ocorrem simultaneamente. Como a temperatura de  $R_s$  é menor que a  $A_s$  é possível supor que o início do pico representa a temperatura  $R_s$ . Seguindo a mesma hipótese, a temperatura de fim do pico refere-se a  $A_f$  uma vez que ela ocorre em temperaturas maiores que a  $R_f$ . Para determinar as temperaturas  $A_s$  e  $R_f$  foi necessária a deconvolução de cada curva de aquecimento em duas curvas distintas, separando os dois fenômenos.

Na TAB. 5.6 são apresentadas as temperaturas de início e fim da transformação de fases após tratamento da linha base e cálculo da integral da curva relacionada ao pico de transformação. A temperatura de início da transformação foi adotada como 1% da transformação e a temperatura final aquela em que ocorreu 99% da transformação.

TAB. 5.6 Valores das temperaturas de transformação obtidos nos ensaios de DSC.

	<i>Resfriamento (°C)</i>		<i>Aquecimento (°C)</i>			
	$M_s$	$M_f$	$R_s$	$R_f$	$A_s$	$A_f$
<b>Maillefer</b>	9,7	-14,0	-9,0	?	?	21,0
<b>Morelli</b>	23,4	-3,3	-	-	8,8	32,2
<b>RaCe</b>	21,9	-7,6	-2,4	?	?	23,0
<b>VDW</b>	9,9	-8,5	-5,9	?	?	22,4

## 5.6 PERFILÔMETRO ÓPTICO

Os valores de Ra obtidos estão relacionados no APÊNDICE 9.5. A análise estatística dos valores de Ra mostrou que todos os grupos apresentam distribuição normal, vide APÊNDICE 9.6. As médias desses valores para cada grupo de aço inoxidável estão descritas na TAB. 5.7 e dos grupos de NiTi na TAB. 5.8. A rugosidade produzida nos fios, apesar de ter sido seguida uma padronização, mostrou-se significativamente diferente para as diferentes ranhuras, tanto nas amostras de aço inoxidável, quanto nas de NiTi, conforme podemos analisar na FIG. 5.9. Comparando o mesmo tipo de ranhura nos fios de aço inoxidável e de NiTi, as ranhuras dos fios de aço inoxidável foram sempre mais profundas que as dos fios de NiTi. Comparando as ranhuras no mesmo tipo de fio, as ranhuras longitudinais foram mais profundas, seguidas das ranhuras em 45°. As ranhuras em 90° foram as que apresentaram menor Ra médio, tanto nos fios de aço inoxidável como nos de NiTi.

TAB. 5.7 Média dos valores de Ra ( $\mu\text{m}$ ) dos fios de aço inoxidável, desvio padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significante entre os grupos.

<b>Dados da rugosidade obtidos por interferometria dos fios de aço inoxidável</b>						
	<b>Liga</b>	<b>Marca</b>		<b>Ra (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>DP</b>	<b>CV</b>
<b>Fios</b>	<b>Aço Inoxidável</b>	<b>Morelli</b>	<b>90°</b>	0,63 <sup>A</sup>	0,05	0,08
			<b>45°</b>	0,81 <sup>B</sup>	0,25	0,31
			<b>Longitudinal</b>	1,05 <sup>C</sup>	0,24	0,22
			<b>Sem ranhura</b>	0,09 <sup>D</sup>	0,01	0,17

TAB. 5.8 Média dos valores encontrados para Ra ( $\mu\text{m}$ ) dos fios de NiTi, desvio padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significante entre os grupos.

<b>Dados da rugosidade obtidos por interferometria dos fios de NiTi</b>						
	<b>Liga</b>	<b>Marca</b>		<b>Ra (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>DP</b>	<b>CV</b>
<b>Fios</b>	<b>NiTi</b>	<b>Morelli</b>	<b>90°</b>	0,42 <sup>A</sup>	0,09	0,21
			<b>45°</b>	0,55 <sup>B</sup>	0,10	0,18
			<b>Longitudinal</b>	0,68 <sup>C</sup>	0,07	0,10
			<b>Sem ranhura</b>	0,10 <sup>D</sup>	0,02	0,17



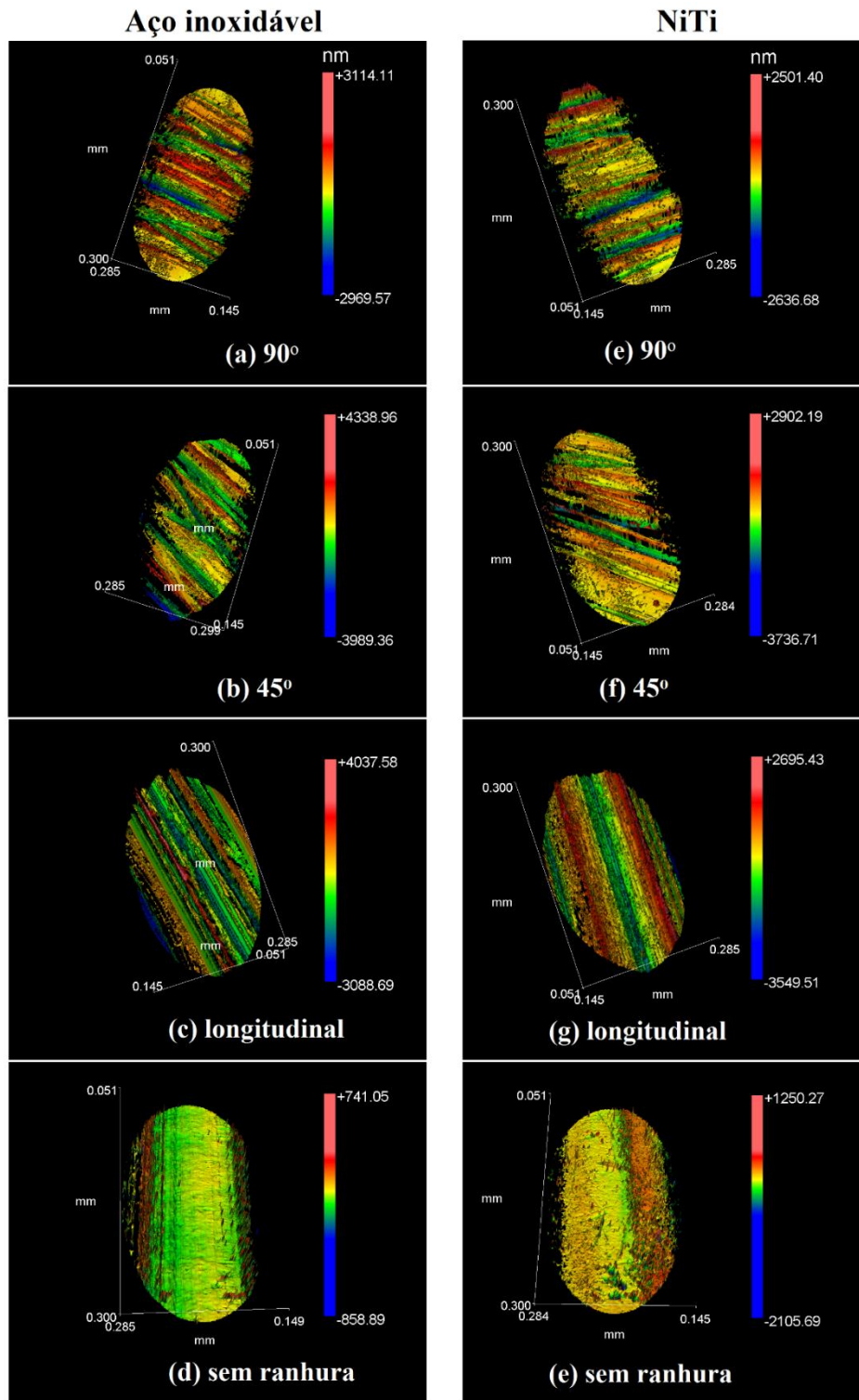


FIG. 5.9 Imagem perfilometria óptica dos fios Morelli de aço inoxidável e de NiTi analisados

Na FIG. 5.10 são mostradas imagens obtidas por perfilometria óptica dos instrumentos analisados:

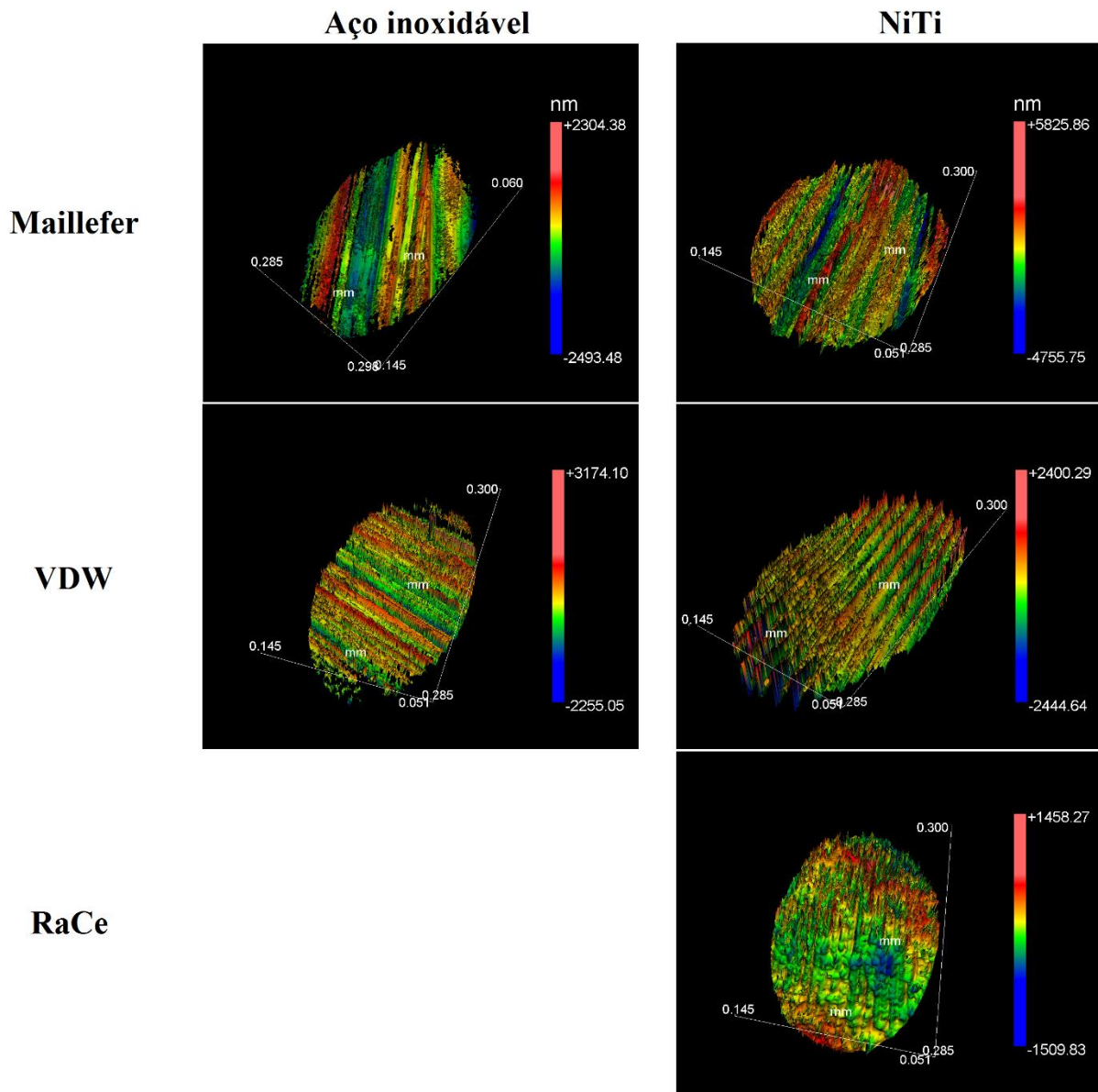


FIG. 5.10 Imagem perfilometria óptica dos instrumentos de aço inoxidável e de NiTi analisados.

A média dos valores de Ra obtidos para os instrumentos endodônticos são apresentadas na TAB. 5.9. Pode-se constatar que existe diferença significativa no valor de Ra entre as marcas comerciais de instrumentos endodônticos analisados. Apenas entre os instrumentos de aço inoxidável não houve diferença estatisticamente significante nesse parâmetro.

TAB. 5.9 Média dos valores de Ra dos instrumentos endodônticos. As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos.

<b>Dados da rugosidade obtidos por interferometria</b>					
<b>Instrumentos Endodônticos</b>	<b>Liga</b>	<b>Marca</b>	<b>Ra (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>DP</b>	<b>CV</b>
	<b>Aço Inoxidável</b>	<b>Maillefer</b>	0,32 <sup>A</sup>	0,05	0,14
		<b>VDW</b>	0,39 <sup>A</sup>	0,08	0,20
	<b>NiTi</b>	<b>Maillefer</b>	0,70 <sup>B</sup>	0,10	0,14
		<b>VDW</b>	0,49 <sup>C</sup>	0,15	0,30
		<b>RaCe</b>	0,22 <sup>D</sup>	0,06	0,26

As análises estatística dos dados da rugosidade dos instrumentos endodônticos, dos fios com ranhuras semelhantes, dos instrumentos de aço inoxidável, dos fios com ranhuras longitudinais, dos instrumentos de NiTi e dos fios com ranhuras em 90°, mostraram que existe diferença estatisticamente significativa para quase todas as comparações. Apenas nas comparações entre instrumentos de NiTi da marca Maillefer e fios de aço inoxidável com ranhuras em 90°, bem como entre fios de NiTi com ranhuras a 90° e instrumentos de NiTi VDW não houve diferença estatística de Ra.

## 5.7 ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA

O ensaio de fadiga até a fratura (Grupo I) dos instrumentos endodônticos e dos fios foi realizado para determinar o número médio de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ). Os resultados obtidos nos ensaios mecânicos de fadiga dos fios Morelli de NiTi com diferentes tipos de ranhuras estão resumidos na TAB. 5.10. Os ensaios foram realizados a uma velocidade de 420 rpm e torque de 120 gcm.

Os resultados obtidos nos ensaios de fadiga até a fratura foram utilizados para determinar o número médio de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ). Os resultados deste primeiro ensaio foram utilizados para avaliar no MEV as variações morfológicas das diferentes amostras nos tempos 25, 50 e 75% do  $N_f$ . Após o ensaio de fadiga até à fratura foi analisado o padrão de crescimento e propagação das trincas, bem como determinada a influência dos defeitos superficiais nesse processo.

TAB. 5.10 Média dos valores no número de ciclos para fratura por fadiga ( $N_f$ ) dos fios Morelli NiTi com diferentes acabamentos superficiais, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos.

<b>Fadiga Grupo I - Fios Morelli NiTi</b>				
	<b>Ranhura 90°</b>	<b>Ranhura 45°</b>	<b>Ranhura longitudinal</b>	<b>Sem ranhura</b>
	$N_f$	$N_f$	$N_f$	$N_f$
<b>Média</b>	424,9 <sup>A</sup>	625,8 <sup>B</sup>	1225 <sup>C</sup>	1776,6 <sup>D</sup>
<b>DP</b>	49,5	114,3	279,7	314,4
<b>CV</b>	0,12	0,18	0,23	0,18

Os resultados obtidos no ensaio mecânico de fadiga ( $N_f$ ) dos fios Morelli de aço inoxidável com diferentes tipos de ranhuras são apresentados na TAB. 5.11. Os ensaios foram realizados com de 250 rpm e torque de 120 gcm.

TAB 5.11 Média do número de ciclos para a fratura por fadiga ( $N_f$ ) dos fios Morelli de aço inoxidável com diferentes acabamentos superficiais, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos.

<b>Fadiga Grupo I - Fios Morelli Aço Inoxidável</b>				
	<b>Ranhura 90°</b>	<b>Ranhura 45°</b>	<b>Ranhura longitudinal</b>	<b>Sem ranhura</b>
	$N_f$	$N_f$	$N_f$	$N_f$
<b>Média</b>	36,3 <sup>A</sup>	41,9 <sup>B</sup>	71,5 <sup>C</sup>	74,9 <sup>C</sup>
<b>DP</b>	5,0	4,7	7,2	7,7
<b>CV</b>	0,14	0,11	0,10	0,10

Os resultados dos ensaios de fadiga ( $N_f$ ) dos instrumentos endodônticos são apresentados na TAB. 5.12. Os ensaios foram realizados a uma velocidade de 300 rpm e torque de 120 gcm. Os resultados de cada ensaio de fadiga são apresentados no APÊNDICE 9.7 e os testes de normalidade no APÊNDICE 9.8.

TAB. 5.12 Média do número de ciclos para a fratura por fadiga ( $N_f$ ) dos instrumentos endodônticos, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatisticamente significante entre os grupos.

	<b>Fadiga Grupo I - Instrumentos Endodônticos</b>				
	<b>NiTi</b>			<b>Aço inoxidável</b>	
	<b>VDW</b>	<b>RaCe</b>	<b>Maillefer</b>	<b>VDW</b>	<b>Maillefer</b>
	<b><math>N_f</math></b>	<b><math>N_f</math></b>	<b><math>N_f</math></b>	<b><math>N_f</math></b>	<b><math>N_f</math></b>
<b>Média</b>	455 <sup>A</sup>	456,7 <sup>A</sup>	275 <sup>B</sup>	115,8 <sup>C</sup>	139,2 <sup>C</sup>
<b>DP</b>	223,3	72,4	84,6	35,7	26,7
<b>CV</b>	0,49	0,16	0,31	0,31	0,19

Os diferentes instrumentos de aço inoxidável apresentaram resultados semelhantes no ensaio de fadiga, não havendo diferença significativa entre eles. Já entre os instrumentos de NiTi houve diferença significativa entre os instrumentos Maillefer e os demais instrumentos. Os resultados dos instrumentos VDW foram altamente dispersos, resultando em desvio-padrão e coeficiente de variação elevados.

## 5.8 MEV

### 5.8.1 GRUPO DE AMOSTRAS DO ENSAIO DE FADIGA I

O grupo I (ensaio até a fratura) das amostras após o ensaio de fadiga foi analisado no MEV em dois momentos, antes do ensaio e após a fratura. Na análise dos instrumentos antes do ensaio foi possível analisar a morfologia do acabamento superficial das amostras e identificar a presença de defeitos. A FIG. 5.11 mostra a superfície dos instrumentos endodônticos analisados: (a) Maillefer de aço inoxidável; (b) VDW de aço inoxidável; (c) FKG RaCe de NiTi; (d) Maillefer de NiTi; e (e) VDW de NiTi em aumento de 500x. Comparando as imagens podemos observar que os instrumentos FKG RaCe (FIG. 5.11 (c)) são os que possuem o melhor acabamento superficial. Esses instrumentos passam por um processo de polimento eletrolítico da superfície com o objetivo de diminuir as ranhuras provenientes da usinagem.

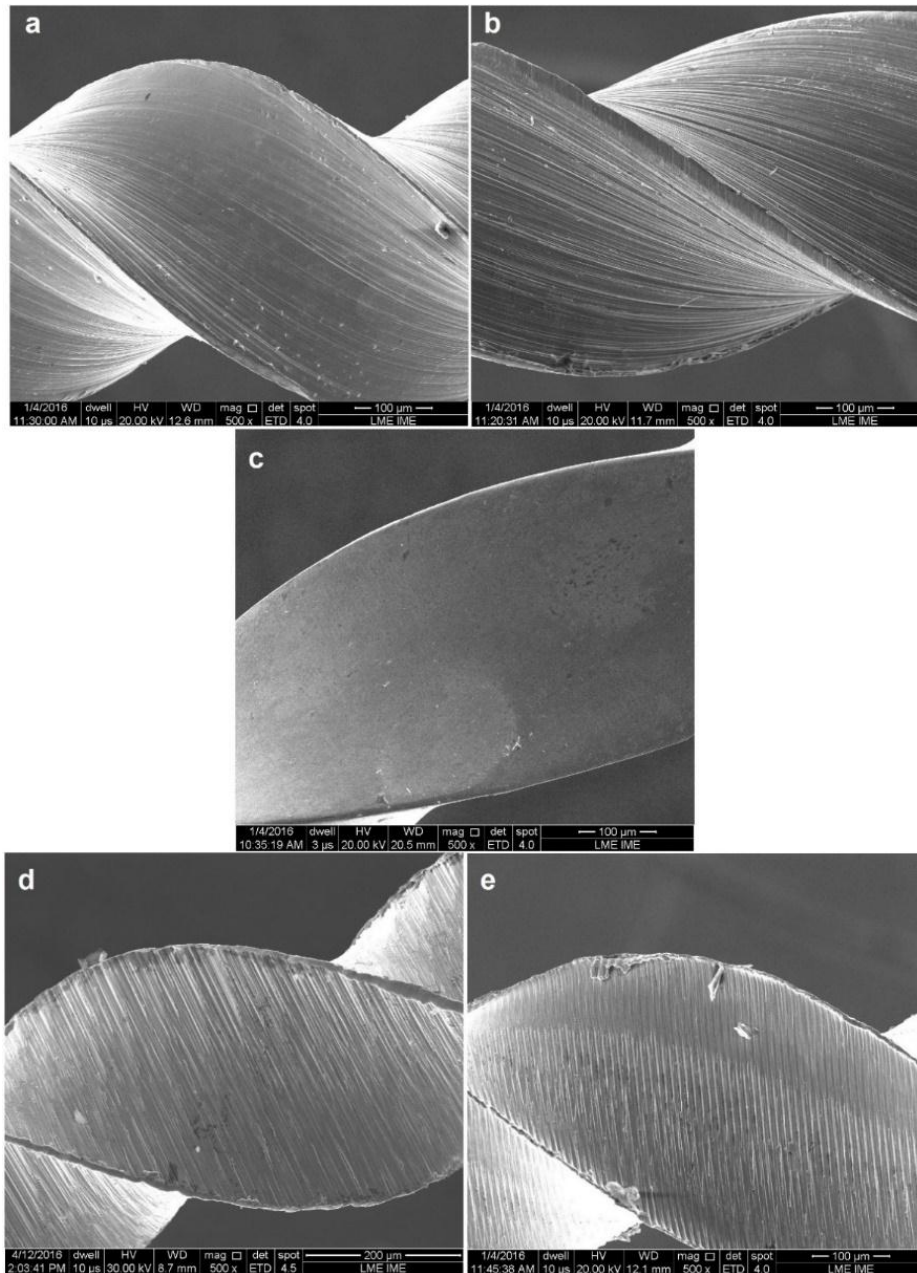


FIG. 5.11 Morfologia da superfície dos instrumentos endodônticos analisados (a) Maillefer de aço inoxidável; (b) VDW de aço inoxidável; (c) FKG RaCe de NiTi; (d) Maillefer de NiTi e (e) VDW de NiTi. Aumento de 500x.

Nas análises das morfologias das superfícies com aumento de 500x verificou-se que existe diferença na direção das ranhuras entre os instrumentos de aço inoxidável (FIG. 5.11 (a) e (b)) e de NiTi sem polimento eletrolítico (FIG. 5.11 (d) e (e)). Esta diferença é decorrente do processo de fabricação dos instrumentos. Os de aço inoxidável são confeccionados a partir da torção de uma haste metálica com seção transversal triangular produzida por trefilação. Com a torção são

formadas as hélices. Os defeitos superficiais desses instrumentos são advindos do processo de trefilação da barra de aço antes da torção. Já os instrumentos de NiTi, devido a sua superelasticidade não são confeccionados por torção, e sim por usinagem de uma barra de seção circular. A usinagem produz defeitos mais pronunciados e na direção perpendicular ao longo eixo do instrumento, direção que favorece a nucleação e propagação de trincas de fadiga.

Analisando as superfícies dos instrumentos com maior aumento (1000x) (FIG. 5.12), pode-se perceber qualitativamente a profundidade das ranhuras. Os instrumentos de aço inoxidável (FIG. 5.12 (a) e (b)) apresentam melhor acabamento superficial em relação aos instrumentos de NiTi sem polimento eletrolítico.

Comparando os instrumentos de aço inoxidável, os da marca Maillefer apresentam defeitos superficiais menos pronunciados que os instrumentos da marca VDW. Comparando o acabamento superficial dos instrumentos de NiTi, ocorre o contrário: os instrumentos Maillefer possuem ranhuras mais pronunciadas, seguidos dos instrumentos VDW. Os instrumentos da marca FKG RaCe possuem visivelmente melhor acabamento superficial que os demais, confirmado pela perfilometria por interferometria (Seção 5.6).

A análise dos fios antes do ensaio de fadiga foi fundamental para identificar os defeitos na superfície dos fios herdados do processo de fabricação. A FIG. 5.13 mostra a superfície dos fios de aço inoxidável e a FIG. 5.14 a superfície dos fios de NiTi, com as diferentes ranhuras produzidas em laboratório: (a) ranhuras em 90° em relação ao eixo longitudinal; (b) em 45° com o eixo; (c) longitudinal ao seu longo eixo e (d) sem ranhuras, com aumento de 500x.

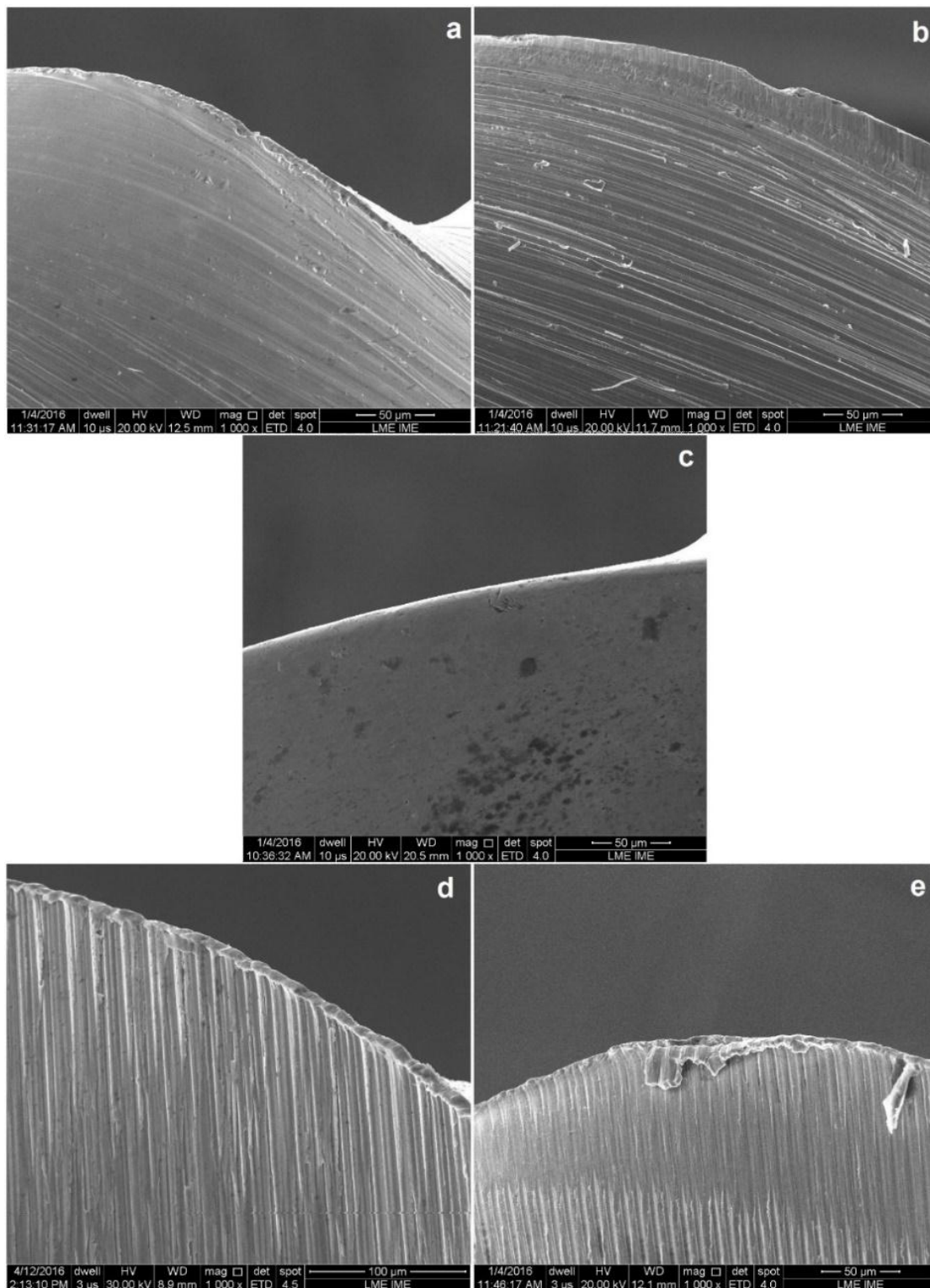


FIG. 5.12 Morfologia da superfície dos instrumentos endodônticos analisados (a) Maillefer de aço inoxidável; (b) VDW de aço inoxidável; (c) FKG RaCe de NiTi; (d) Maillefer de NiTi e (e) VDW de NiTi em aumento de 1000x.



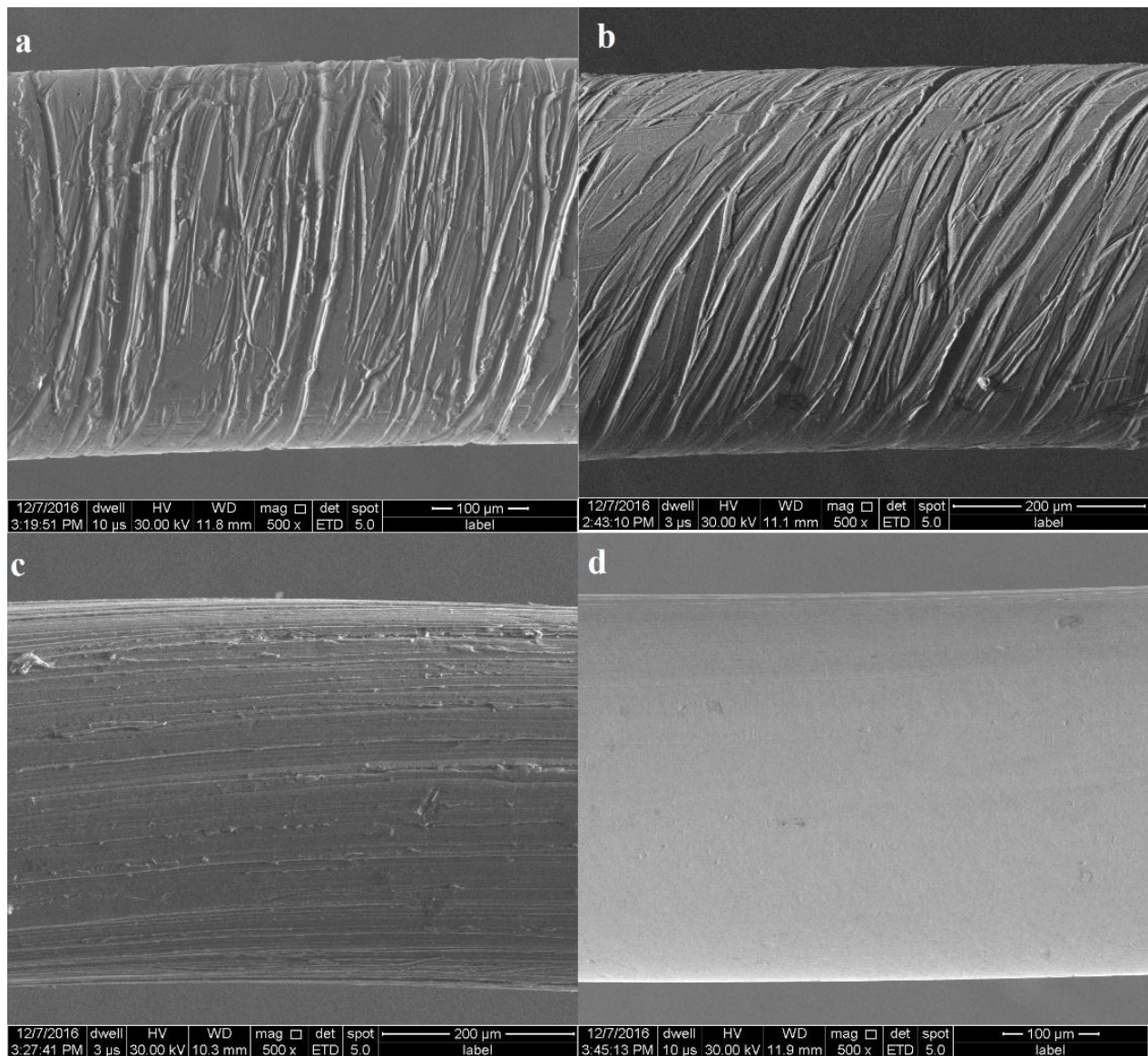


FIG. 5.13 Morfologia da superfície dos fios de aço inoxidável com as diferentes ranhuras produzidas em laboratório: (a) ranhuras em  $90^\circ$  em relação ao comprimento; (b) em  $45^\circ$  com seu longo eixo; (c) longitudinal ao seu longo eixo e (d) sem ranhuras com um aumento de 500x.

Quanto à direção das ranhuras, pode-se observar que estão bem orientadas com o proposto. Quanto à profundidade das ranhuras, o objetivo proposto foi que as diferentes ranhuras apresentassem profundidades semelhantes. Ao analisarmos as imagens, as profundidades são diferentes, apesar da padronização no processo de confecção das mesmas. Os fios com ranhuras a  $90^\circ$  com seu longo eixo apresentaram ranhuras com menor profundidade que os fios com

ranhuras longitudinais e os com ranhuras a 45°. Essa diferença nas ranhuras foi quantificada com o perfilômetro (Seção 5.8).

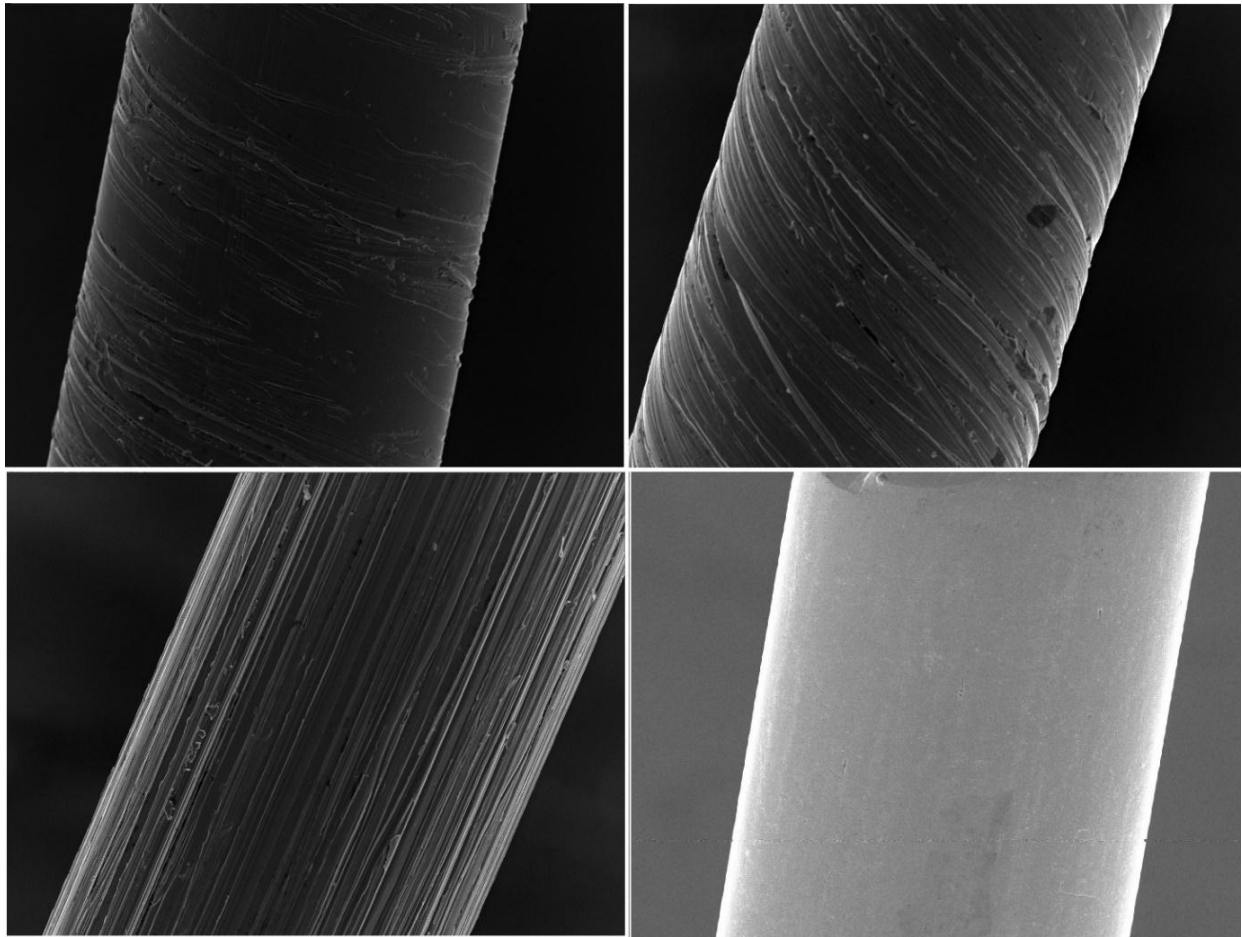


FIG. 5.14 Morfologia da superfície dos fios de NiTi: (a) ranhuras em 90° com seu longo eixo; (b) em 45° com seu longo eixo; (c) longitudinal ao seu longo eixo e (d) sem ranhuras. Aumento de 500x.

As análises das superfícies de fratura dos instrumentos mostraram o padrão de propagação das trincas e o tipo de fratura que ocorre. A fratura dos instrumentos de aço inoxidável possui características macroscópicas e microscópicas do tipo de fratura dúctil, com elevada deformação plástica antes da fratura (FIG. 5.15). As trincas nesses instrumentos tendem a propagar-se na direção dos defeitos preexistentes, ou seja, na direção do comprimento do instrumento, propagando-se em “zig-zag”. Nos instrumentos Maillefer, FIG. 5.15 (a), houve maior tendência das trincas apresentarem a propagação acompanhando os defeitos superficiais do que nos instrumentos VDW de aço inoxidável, FIG. 5.12 (b).

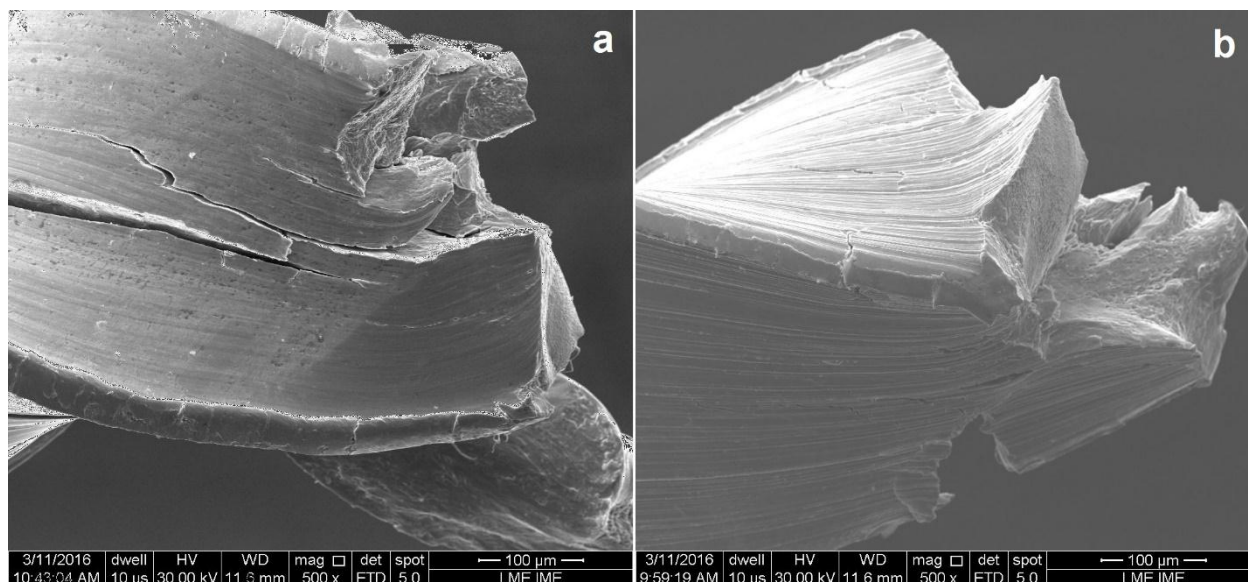


FIG. 5.15 Morfologia da superfície dos instrumentos de aço inoxidável após fratura por fadiga com aumento de 500x: (a) instrumento Maillefer; (b) instrumento VDW.

Analisando as imagens dos instrumentos endodônticos de NiTi após fratura, FIG. 5.16, pode-se observar que as características da fratura nesses instrumentos são diferentes das que ocorrem nos instrumentos de aço inoxidável, possuindo características microscópicas de fratura dúctil sem deformação plástica macroscópica.

O instrumento endodôntico FKG RaCe, FIG. 5.16 (a), apresentaram melhor acabamento superficial com poucas trincas de fadiga após fratura. Os instrumentos de NiTi que não foram submetidos ao polimento eletrolítico apresentam trincas perpendiculares ao longo eixo do instrumento. Os instrumentos Maillefer, FIG. 5.16 (b) e VDW, FIG. 5.16 (c), apresentaram número elevado de trincas nucleadas e acompanhando a direção dos defeitos superficiais pré-existent.

As morfologias das superfícies dos fios de aço inoxidável após a fratura por fadiga são mostradas nas FIG. 5.17 e dos fios de NiTi na FIG. 5.18.

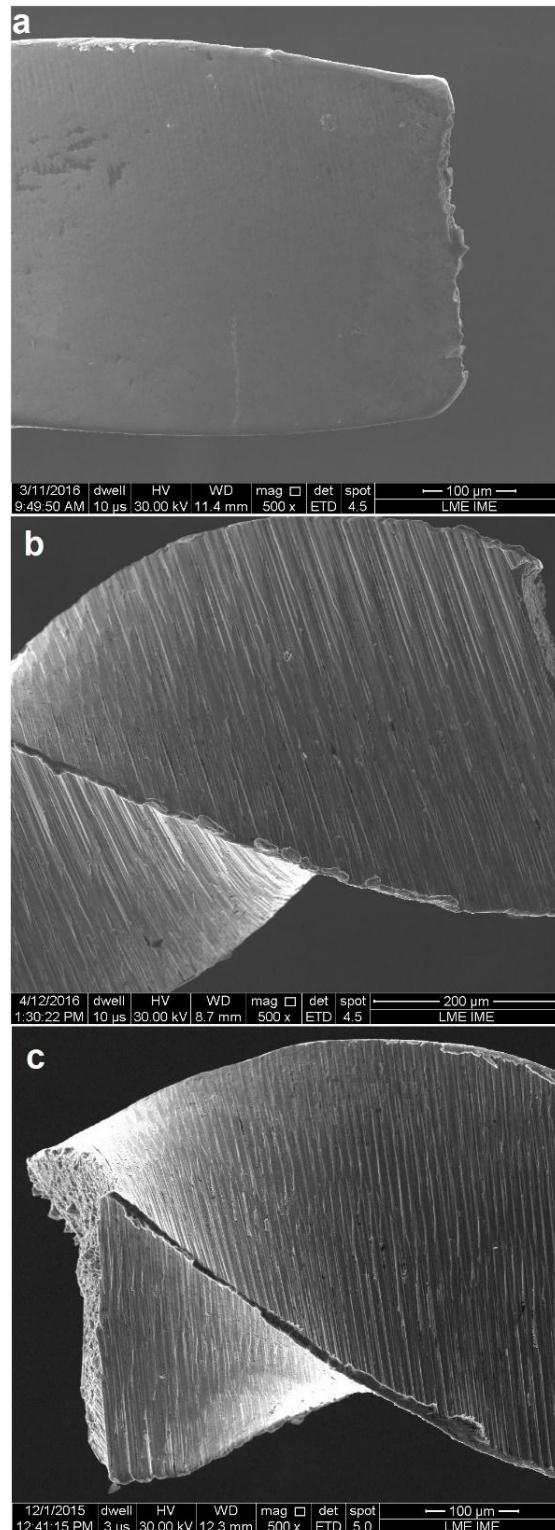


FIG. 5.16 Morfologia da superfície dos instrumentos de NiTi após fratura por fadiga com aumento de 500x: (a) instrumento FKG RaCe; (b) instrumento Maillefer; (c) instrumento VDW.

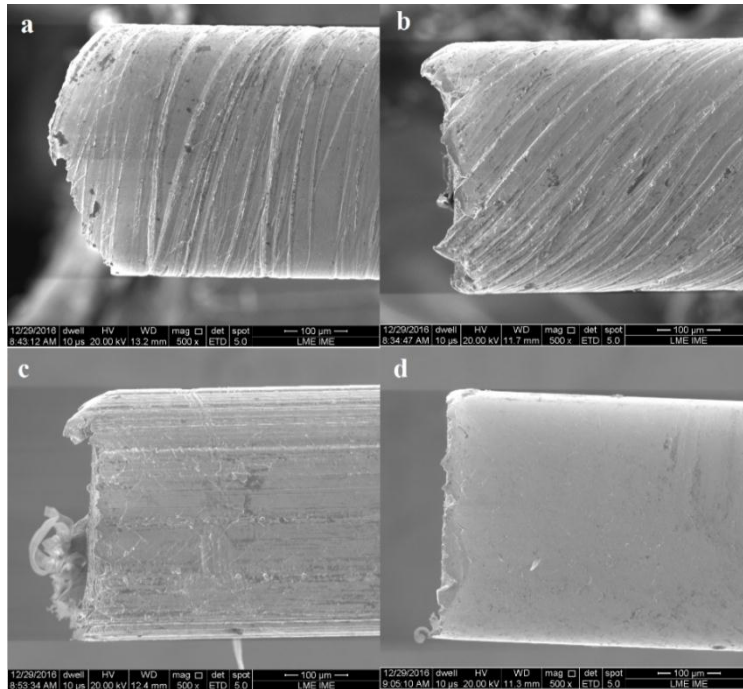


FIG. 5.17 Morfologia dos fios de aço inoxidável com aumento de 500x. (a) fio com ranhuras a 90° com seu longo eixo; (b) fio com ranhuras a 45° com seu longo eixo; (c) fio com ranhuras longitudinais; (d) fio sem ranhuras.

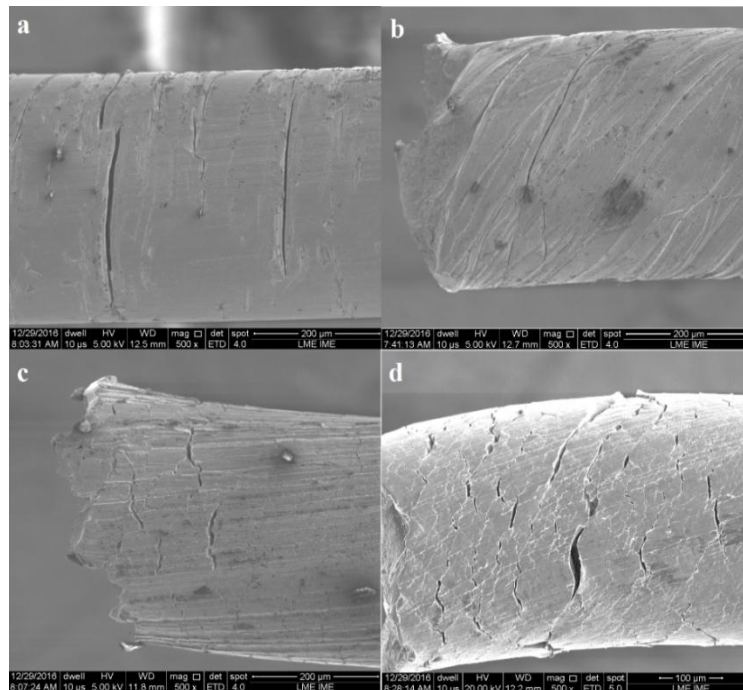


FIG. 5.18 Morfologia da superfície dos fios de NiTi com aumento de 500x após ensaio de fadiga. (a) fio com ranhuras a 90° com seu longo eixo; (b) fio com ranhuras a 45° com seu longo eixo; (c) fio com ranhuras longitudinais; (d) fio sem ranhuras.

Analisando as FIG. 5.17 e 5.18 pode-se observar que as ranhuras em 45° e 90° favorecem a propagação das trincas. Estas amostras apresentaram menor número de trincas, mas de maior tamanho. Nos fios sem ranhuras e com ranhuras longitudinais ocorre a nucleação de diversas trincas, mas todas apresentam menor tamanho, indicando que algumas possuem crescimento preferencial.

## 5.8.2 GRUPO DE FADIGA II

As amostras do grupo II após os ensaios de fadiga foram analisadas no MEV em três momentos, após 25%, 50% e 75% dos tempos médios para a fratura determinados nos ensaios do grupo I.

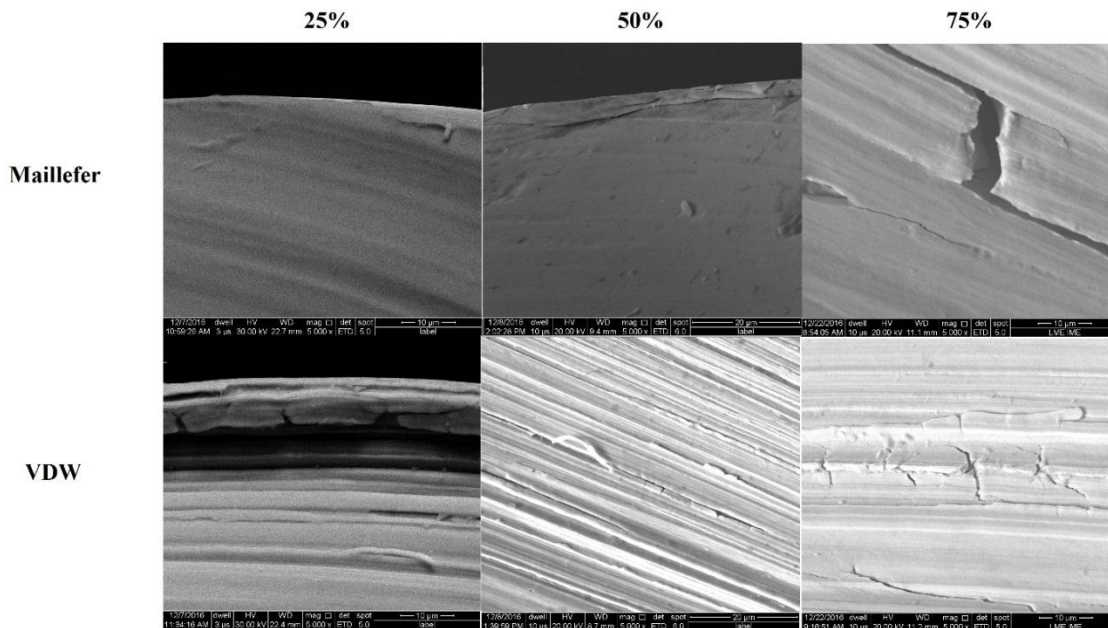


FIG. 5.19 Morfologia dos instrumentos endodônticos de aço inoxidável com aumento de 5000x após 25%, 50% e 75% do tempo de vida em fadiga dos instrumentos da marca Maillefer e VDW.

Na figura 5.19 são mostradas as superfícies dos instrumentos de aço inoxidável nos tempos 25, 50 e 75% de vida em fadiga. Analisando as morfologias dos instrumentos após 25 e 50% do tempo de vida em fadiga é possível verificar que as amostras não apresentam trincas. A partir de

75% do  $N_f$  são observadas trincas longas com propagação na forma de “zig-zag” nos instrumentos Maillefer. Nos instrumentos VDW foram observadas várias trincas nucleadas na direção perpendicular às ranhuras.

Na figura 5.20 são mostradas as morfologias das superfícies dos instrumentos de NiTi com aumento de 2500x após a interrupção do ensaio em 25, 50 e 75% do tempo de vida em fadiga. É possível verificar que os instrumentos não apresentam trincas em 25% do tempo em fadiga. Em 50% do  $N_f$  são observadas trincas perpendiculares ao longo eixo do instrumento com propagação no sentido das ranhuras. Comparando o tamanho das trincas nas figuras em 50 e 75%, pode-se constatar que aumentando o tempo do ensaio em 25% de  $N_f$  as trincas crescem 28,9% nos instrumentos Maillefer, 38,3% nos instrumentos RaCe e 87,1% nos instrumentos VDW.

Assim como foi visto na análise dos instrumentos de aço inoxidável fraturados no grupo de fadiga I (FIG. 5.15), as trincas dos instrumentos Maillefer apresentaram maior tendência à propagação na direção das ranhuras superficiais que nos instrumentos VDW.

Os resultados das análises das morfologias dos instrumentos após os diferentes tempos em relação a  $N_f$  mostraram que nos instrumentos endodômicos RaCe a taxa de nucleação das trincas é baixa, mesmo após grande número de ciclos em flexão rotativa. O maior número de trincas foi observado na região de maior concentração de tensões, coincidente com o centro do raio de curvatura do canal artificial. Essas trincas são menores que as encontradas nos instrumentos Maillefer e VDW de mesma liga. Grande parte da superfície permanece inalterada. A propagação de apenas uma trinca foi suficiente para a fratura do material. Este fenômeno pode ser associado ao bom acabamento superficial desses instrumentos. Nos instrumentos de NiTi sem eletropolimento da superfície (Maillefer e NiTi) há um elevado número de trincas nucleadas nos defeitos superficiais pré-existentes.

Mostra-se na FIG. 5.21 a morfologia dos fios de aço inoxidável e de NiTi com ranhuras em 90° em relação ao eixo longitudinal, nos tempos 25, 50 e 75% da sua vida em fadiga. É possível observar que em 25% do tempo de vida em fadiga já é possível ver a presença de trincas extensas acompanhando os defeitos superficiais em ambos os fios. O mesmo pode ser observado na FIG. 5.22 que mostra os fios de aço inoxidável e de NiTi com ranhuras em 45°, nos mesmos tempos de vida e aumento. Assim como o observado no grupo I de fadiga, ranhuras em 45° e 90° favorecem a propagação das trincas. Apesar de serem nucleadas menor número de trincas, elas apresentam

maior propagação que nos fios com ranhuras longitudinais (FIG. 5.23) ou sem ranhuras (FIG. 5.24).

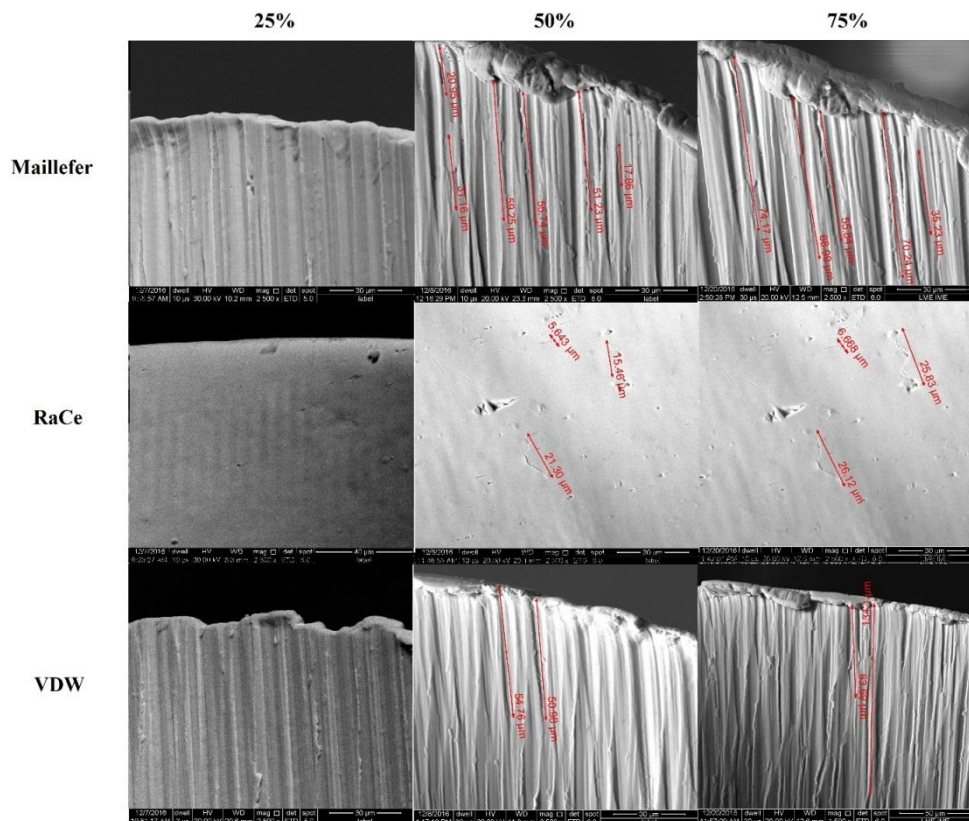


FIG. 5.20 Morfologia dos instrumentos endodônticos de NiTi com aumento de 2500x após 25%, 50% e 75% do tempo de vida em fadiga dos instrumentos da marca Maillefer, RaCe e VDW.

Mostra-se na FIG. 5.23 as superfícies dos fios de aço inoxidável e de NiTi com ranhuras longitudinais após 25, 50 e 75% de seu  $N_f$ . Pode-se observar que os fios com este tipo de ranhura nucleiam inúmeras microtrincas perpendiculares aos defeitos superficiais, resultando uma superfície altamente irregular e elevada deformação plástica. As microtrincas são nucleadas nos contornos de grão, formando degraus na superfície. As trincas apresentam propagação intergranular, principalmente nos fios de NiTi. O mecanismo de fratura destes fios é diferente do que ocorre nos fios com ranhuras em  $90^\circ$  e  $45^\circ$ . Nos fios com ranhuras longitudinais é observado um grande número de pequenas trincas que crescem na forma intergranulares. Nos fios com ranhuras em  $90^\circ$  e  $45^\circ$  é formado maior número de trincas que acompanham os defeitos superficiais.



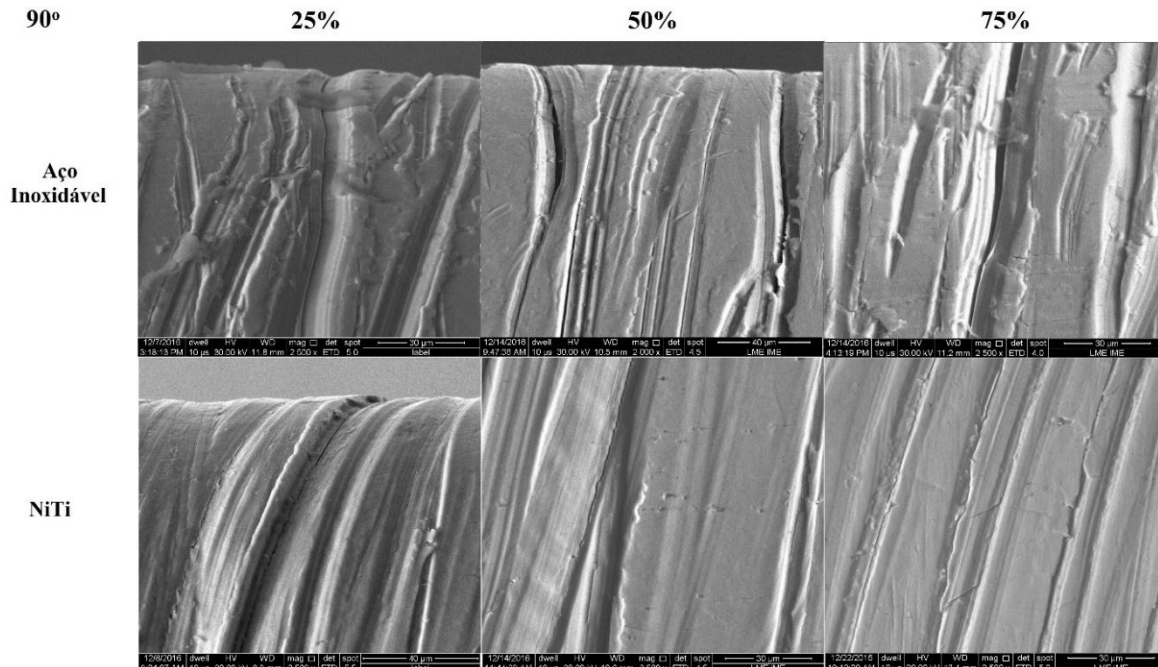


FIG. 5.21 Morfologia dos fios de aço inoxidável e de NiTi com aumento de 2500x após 25, 50 e 75% do tempo para ocorrer fratura por fadiga nos fios com ranhuras em 90°.

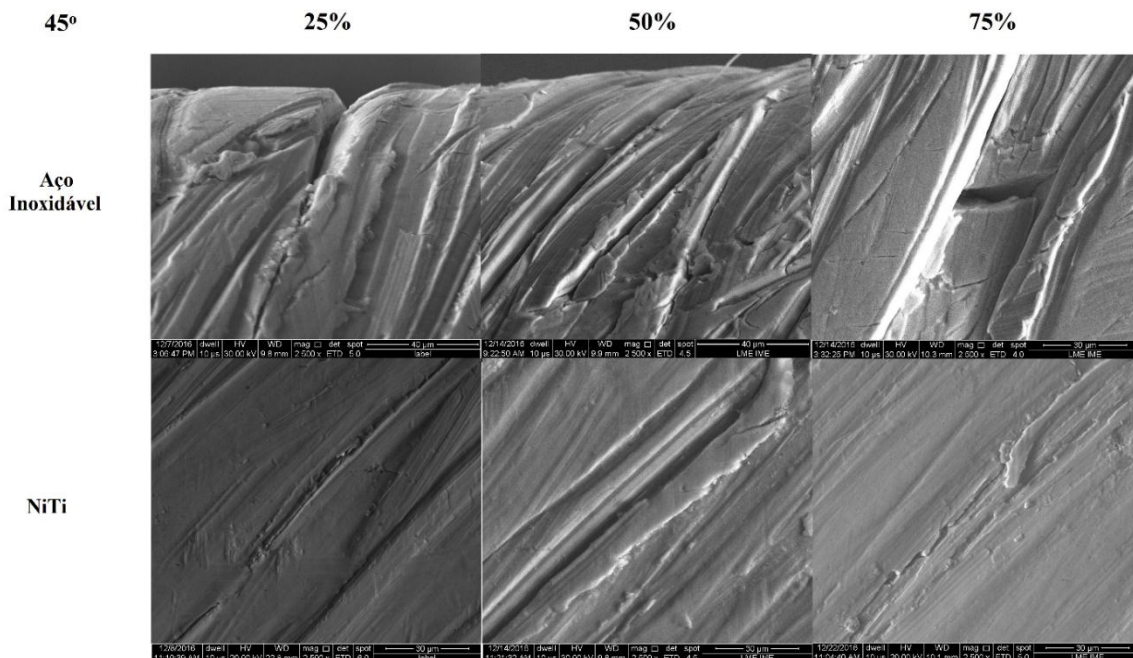


FIG. 5.22 Morfologia dos fios de aço inoxidável e de NiTi com aumento de 2500x após 25, 50 e 75% do tempo para ocorrer fratura por fadiga nos fios com ranhuras em 45°.

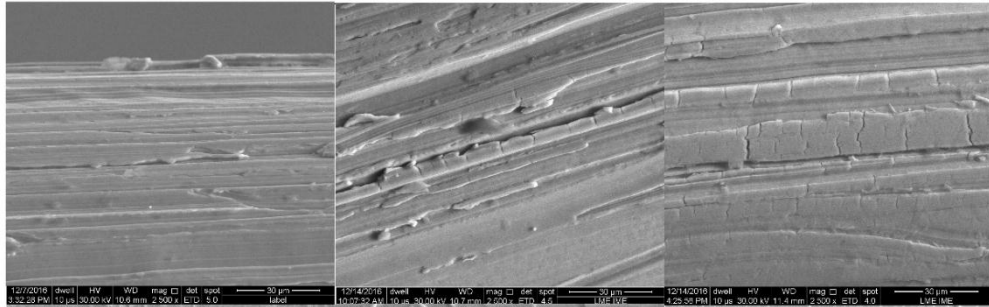
Longitudinal

25%

50%

75%

Aço  
Inoxidável



NiTi

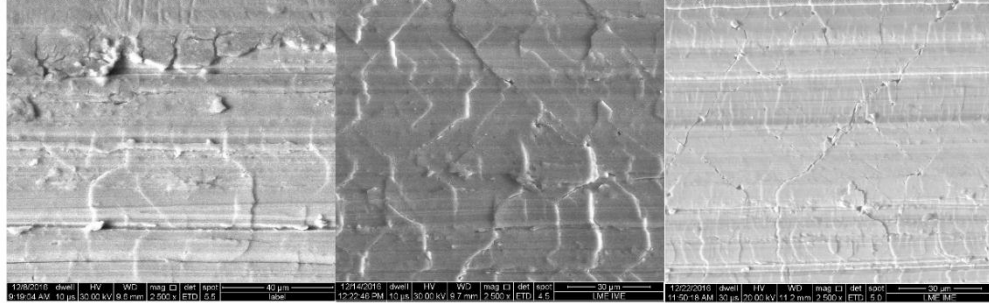


FIG. 5.23 Morfologia dos fios de aço inoxidável e de NiTi com aumento de 2500x após 25, 50 e 75% do tempo para ocorrer fratura por fadiga nos fios com ranhuras longitudinais.

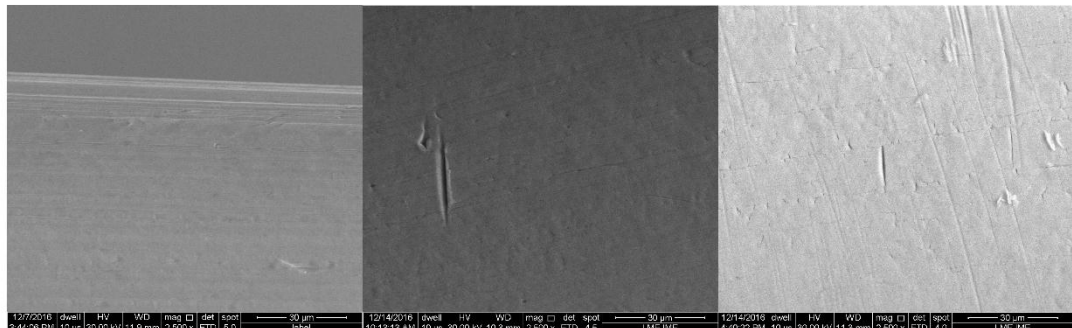
Sem ranhura

25%

50%

75%

Aço  
Inoxidável



NiTi

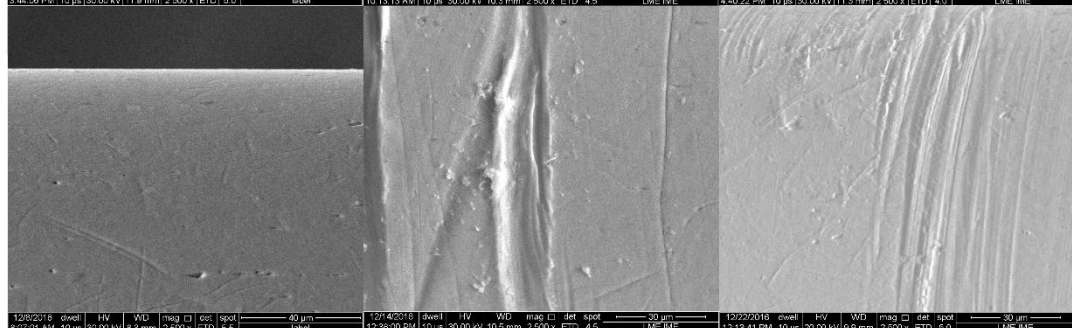


FIG. 5.24 Morfologia dos fios de aço inoxidável e de NiTi com aumento de 2500x após 25, 50 e 75% do tempo para ocorrer fratura por fadiga nos fios sem ranhuras.

Na FIG. 5.24 são mostradas as morfologias dos fios de aço inoxidável e de NiTi sem ranhuras, após 25, 50 e 75% de sua vida em fadiga com aumento de 2500x. Nos fios de NiTi, devido ao maior número de ciclos para ocorrer a fratura ( $N_f$ ), houve uma deformação decorrente do atrito do fio com o canal metálico artificial. Em ambos os fios houve a nucleação de poucas trincas em relação aos fios com ranhuras. Somente a partir de 50% da vida em fadiga é possível encontrar trincas pequenas e isoladas na superfície dos fios.

## 6 DISCUSSÃO

### 6.1 ENSAIO DE FLEXÃO EM CANTILÉVER

Os valores obtidos nesse ensaio permitem a análise do efeito dos diferentes parâmetros (tratamentos térmicos, composição química, condições ambientais e acabamento superficial) no comportamento do material em flexão.

A geometria da seção transversal de um instrumento influencia na sua flexibilidade. A FIG. 6.1 mostra um gráfico comparando a rigidez de barras de acordo com a forma de suas seções transversais. Nele podemos observar que barras com mesma área da seção transversal possuem comportamentos diferentes em flexão. Barras de seção triangular são mais rígidas que barras de seção quadrada, que, por sua vez, são mais rígidas que as de seção circular com mesma área da seção reta transversal (GARCIA, 2012).

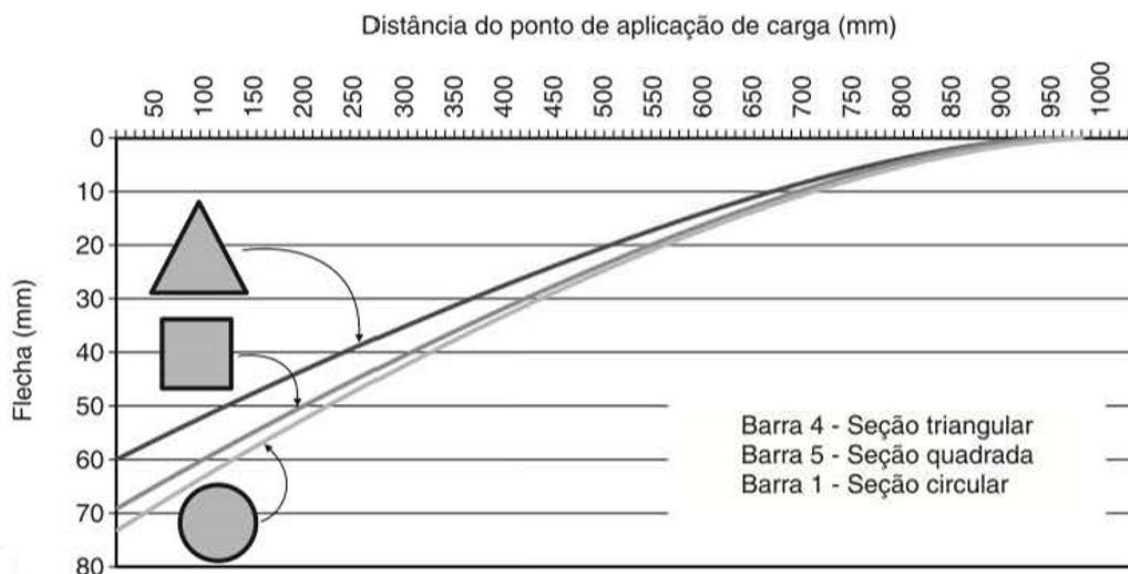


FIG. 6.1 Flecha versus distância de aplicação da carga para o ensaio de flexão pelo método engastado para geometrias de seção transversal triangular, quadrada e circular com áreas da seção transversal iguais. Garcia (2012).

Comparando o comportamento dos instrumentos endodônticos de mesmo diâmetro e conicidade, mas com seções transversais diferentes, os de seção triangular são mais flexíveis que os de seção quadrangular. Isso se deve a área da seção transversal desses instrumentos, que é bem menor em instrumentos de mesmo número com seção transversal triangular. Esse

resultado corroborou com os obtidos por Schafer & Tepel (2001), segundo os quais a forma e a área da seção reta transversal são os principais fatores que influenciam na flexibilidade de um instrumento endodôntico.

Instrumentos de mesmo número e seções transversais diferentes possuem áreas das seções transversais diferentes num mesmo ponto. A área da seção transversal em D0 de um instrumento número 40, por exemplo, com seção triangular é de aproximadamente  $0,07 \text{ mm}^2$  enquanto a de um instrumento de mesmo número com seção transversal quadrada, é de  $0,16 \text{ mm}^2$ . Quanto menor a área da seção reta transversal, maior a flexibilidade dos instrumentos endodônticos.

Ainda relacionado à geometria dos instrumentos, o estudo de Lopes *et al.*, 2005 verificou que o comprimento dos instrumentos endodônticos influencia na flexibilidade do instrumento, sendo a carga necessária para flexionar os instrumentos inversamente proporcional ao comprimento dos instrumentos endodônticos.

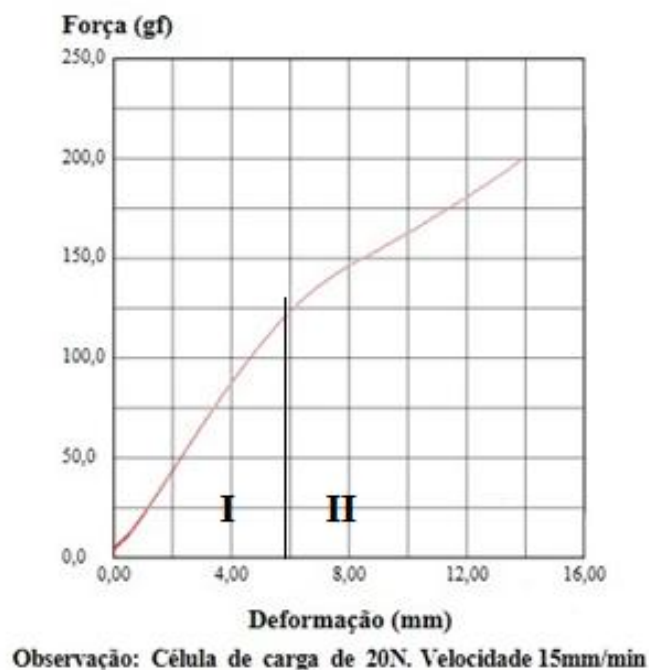


FIG. 6.2 Representação dos valores médios das forças (gf) necessárias para flexionar um fio de aço inoxidável e suas regiões distintas: I deformação elástica e II deformação plástica do material.

A FIG. 6.2 mostra a curva representativa obtida no ensaio de flexão em cantiléver de um fio de aço inoxidável. As amostras de aço inoxidável apresentaram um comportamento elástico apenas no início do ensaio de flexão em 45°. Tanto os fios quanto os instrumentos, no início do ensaio deformaram de forma proporcional à força aplicada, o que é representado graficamente pela primeira inclinação da curva (região I, na FIG. 6.2). Essa região representa a deformação elástica. Quando essa proporção deixa de existir, a força aplicada extrapola o limite de escoamento do material, ou seja, a partir desse ponto o material passa a sofrer deformação plástica, representada no gráfico uma segunda inclinação da curva (região II, na FIG. 6.2).

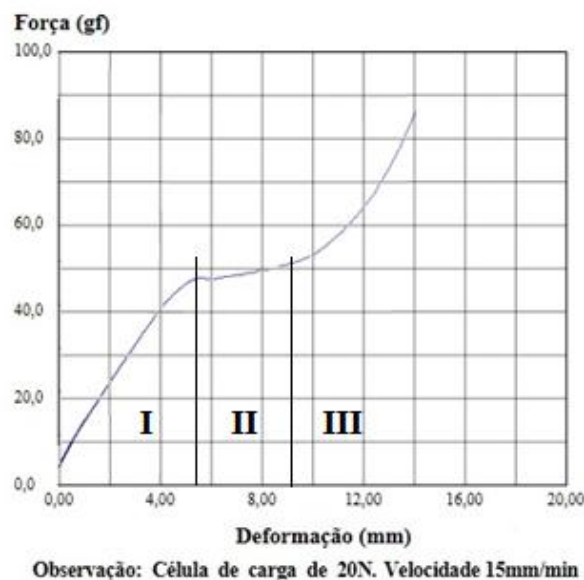


FIG. 6.3 Representação gráfica dos valores médios das forças (gf) necessárias para flexionar um fio de NiTi, com três regiões com comportamentos distintos: I deformação elástica da fase austenítica; II transformação da austenita em martensita por TMIT e III comportamento elastoplástico do material totalmente martensítico.

Na FIG. 6.3 é apresentada a curva representativa obtida no ensaio em flexão dos fios de NiTi. As amostras de NiTi comportam-se de maneira distinta em flexão em cantiléver em relação as de aço inoxidável. Os gráficos da flexão em cantiléver desses materiais mostram curvas típicas de materiais com superelasticidade, com três regiões com comportamentos distintos. Cada região representa um fenômeno distinto. A primeira parte da curva representa a porção de deformação elástica da fase austenítica (região I da FIG. 6.3). A região II, que muitas vezes chega a ser um platô com tensão constante representa a transformação da austenita em martensita por TMIT. A região III é representada por uma segunda inclinação da

curva que representa a deformação da martensita. Nessa região todo o material está martensítico e a curva representa seu comportamento elastoplástico (VIEIRA, 2013; ZURBITU, 2009).

Os instrumentos de NiTi necessitaram de uma força entre 57,1 a 76,9% menor que os instrumentos de aço inoxidável para serem flexionados em 45°. O mesmo comportamento foi observado com os fios de NiTi que necessitaram de menor força para serem flexionados em 45° em relação aos de aço inoxidável. A força para flexionar os fios de NiTi foi entre 41,8 e 66,4% menor que os fios de aço inoxidável. Não foi possível comparar os resultados encontrados nos ensaios dos fios e instrumentos, uma vez que eles possuem geometrias diferentes. Como as amostras apresentam seções retas transversais diferentes (triangulares nos instrumentos endodônticos e circulares nos fios), a maior flexibilidade das amostras de NiTi é decorrente do menor módulo de elasticidade da liga, que é de 75 a 80% menor que o do aço inoxidável (SERENE, 1995; LOPES, ELIAS & MOREIRA, 2004).

Esperava-se que os instrumentos de mesma liga e marcas comerciais diferentes não tivessem diferença significativa nos resultados de flexão em 45°. Foi o que ocorreu entre os instrumentos de NiTi, mas entre os de aço inoxidável houve diferença significativa entre as marcas Maillefer e VDW. Os instrumentos endodônticos da marca Maillefer são mais flexíveis, necessitando de uma força entre 11,6 a 31% menor para serem flexionados em 45°. Essa diferença entre as marcas não foi observada por Lopes, Elias & Moreira (2004), que compararam as duas marcas comerciais e obtiveram resultados semelhantes para as duas marcas. Em sua pesquisa concluíram que a força necessária para flexionar os instrumentos Maillefer em 45° era de  $256,2 \pm 14$  gf e para os instrumentos VDW o valor era de  $266 \pm 15,5$  gf, contra os  $320,1 \pm 16,7$  e  $410,4 \pm 29,3$  encontrados nessa pesquisa.

No mesmo trabalho Lopes, Elias & Moreira (2004) ensaiaram também instrumentos de NiTi número 40 da marca Maillefer. Nesse estudo necessitaram de  $127 \pm 19,6$  gf para flexão dos mesmos em 45°, resultado semelhante ao encontrado no presente estudo ( $115,3 \pm 7,9$  gf).

## 6.2 ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS (HV)

Uma das definições de dureza está baseada na resistência à deformação permanente e está diretamente relacionada a ligação atômica. Basicamente a dureza pode ser avaliada a partir da capacidade do material em resistir ao risco, à deformação plástica ou ao desgaste.

Neste trabalho foi utilizada a microdureza devido ao pequeno tamanho das amostras. O ensaio de microdureza Vickers utiliza um penetrador de diamante com forma da ponta piramidal de base quadrada com ângulo de  $136^\circ$  entre as faces opostas. Esse ensaio diferencia-se do ensaio de dureza Vickers apenas pela carga utilizada, que é bem menor na primeira, igual ou menor que 1 kgf, enquanto para a dureza fica entre 1 a 120 kgf. Para a microdureza a força pode ser ajustada desde 0,1 kgf a 1 kgf, por um tempo normalmente entre 10 e 15 segundos. A carga e o tempo são estimados de acordo com a espessura e a natureza do material que terá sua dureza quantificada pelo tamanho da marca produzida no material. Normalmente, a carga escolhida para aço inoxidável e de níquel-titânio é de 0,2 kgf e aplicada durante 15 segundos. A dureza Vickers é calculada a partir da média dos comprimentos das diagonais das endentações. O valor da dureza pode ser dado em HV,  $N/mm^2$  ou  $kgf/mm^2$ .

Para se comparar os valores obtidos nos testes de dureza de amostras diferentes é importante que eles tenham sido feitos com a mesma carga e que esta tenha sido aplicada durante o mesmo tempo.

A preparação da amostra para medida de dureza deve ser feita de forma muito cuidadosa devido à impressão deixada no material ser da ordem microscópica. Os corpos de prova foram embutidos em resina epóxi formando um bloco com as duas faces paralelas para evitar deslizamentos do mesmo durante a penetração do endentador. Outra característica muito importante é que a face onde está a amostra deve estar com um lixamento e polimento criterioso para eliminar toda e qualquer ranhura superficial na amostra. As marcas geradas pelo ensaio são muito pequenas, imperceptíveis a olho nu, fazendo com que esse ensaio seja caracterizado como não destrutivo. No entanto, no presente trabalho houve necessidade de embutimento e lixamento da amostra, tornando-o destrutivo.

Uma impressão perfeita possui todos os lados paralelos, formando um losango regular (FIG. 6.4 a). Materiais muito moles podem formar uma impressão com bordas irregulares, como ocorreu nas amostras de NiTi (FIG. 6.4 b). Nesse caso a marca representará valores de dureza menores que deveriam e as faces do losango são côncavas. Em muitos metais, quando uma força externa excede certa intensidade, a rede cristalina é alterada produzindo uma deformação permanente. Porém nas ligas NiTi ocorre uma transformação martensítica induzida por tensão. A imperfeição na endentação nesse caso é decorrente da TMIT (FIG. 6.4 (b)). Pode ocorrer também em caso de materiais muito duros em que ocorrerá o oposto, ou seja, as faces do quadrilátero serão convexas e o valor da dureza será maior que o real, o que não ocorreu em nenhuma das amostras



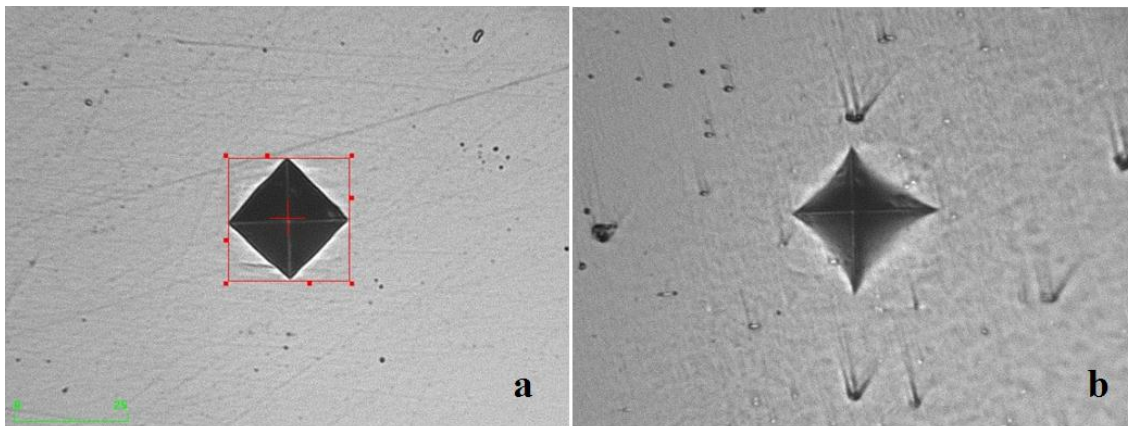


FIG. 6.4 (a) Impressão microdureza Vickers perfeita, com os lados do losango paralelos. Amostra Morelli de aço inoxidável. (b) Impressão microdureza Vickers imperfeita, com as faces do quadrilátero côncavas. Amostra Morelli de NiTi.

Os valores de microdureza encontrados no presente trabalho estão de acordo com os citados por Serene, Adams & Saxena (1995) no que fiz respeito às amostras de NiTi. Segundo esses autores, uma haste de NiTi possui microdureza Vickers entre 303 e 362. Os valores obtidos no presente trabalho foram entre 321 e 359, vide APÊNDICE 9.2. Já sobre os valores de microdureza Vickers de hastes de aço inoxidável, os valores encontrados neste trabalho (521 a 616 HV) foram acima dos citados pelos autores, (342 a 522 HV).

### 6.3 EDS

A composição química semi-quantitativa das amostras foram analisadas de forma não destrutiva em pequenas regiões. Este procedimento permite que sejam identificadas as composições químicas das fases (ELIAS, 2000). O limite de detecção usado foi da ordem de 1%, variando de acordo com os elementos químicos da análise e com o tempo de contagem.

O tipo de equipamento utilizado permitiu a análise química de regiões em escala microscópica e estudo da variação da composição química.

Comparando os dados encontrados no presente trabalho com os valores das composições químicas dos materiais preconizados pela Norma ASTM F138 para a confecção dos instrumentos endodônticos, pode-se perceber que a concentração de carbono das amostras analisadas (entre 1,58 e 2,49%p) é superior a preconizada (máximo 0,15%p). Essa discrepância provavelmente é decorrente do erro proveniente do ensaio e à contaminação

superficial das amostras analisadas. A concentração de manganês dos instrumentos VDW também é superior a preconizada na Norma ASTM F138. Os demais elementos químicos estão presentes nas concentrações nominais citadas na norma técnica. Comparando as composições químicas recomendadas para os aços inoxidáveis para a confecção de instrumentos endodônticos, o mais provável é que o aço utilizado na confecção dos instrumentos endodônticos tenha sido o aço AISI 301 (TAB. 6.1).

TAB. 6.1 Média da percentagem química (% peso) obtida por EDS das amostras de aço inoxidável e as preconizadas do aço austenítico da série AISI 300.

Amostras Aço Inoxidável	Composição Química						
	% peso						
	C	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	S
<b>Maillefer</b>	2,49	0,75	16,99	1,18	71,26	7,33	-
<b>Morelli</b>	1,98	0,33	17,35	1,26	72,03	7,07	-
<b>VDW</b>	1,58	0,61	16,72	2,46	71,51	7,12	-
<b>AISI 301</b>	máx. 0,15	máx. 1	16-18	máx. 2	-	6-8	-
<b>AISI 302</b>	máx. 0,15	máx. 1	17-19	máx. 2	-	8-10	-
<b>AISI 303</b>	máx. 0,15	máx. 1	17-19	máx. 2	-	8-10	mín. 0,15

Nas amostras de NiTi foram identificadas concentrações atômicas de níquel e de titânio bem próximas. Devido ao erro do equipamento de EDS ser de aproximadamente 1% é impossível dizer com precisão se as amostras analisadas são equiatômicas, ricas em Ni ou ricas em Ti.

#### 6.4 DRX

Um dos empregos da técnica de difração de raios-X é para avaliar a disposição atômica do material estudado e determinar sua estrutura cristalina.

Nos difratogramas de todas as amostras de NiTi foi evidenciada a presença de picos típicos da austenita B2 (grupo espacial Pm-3m na nomenclatura de Hermann-Mauguin). Não foram encontrados picos da martensita tipo B19' (grupo espacial P21/m) em nenhuma das amostras analisadas. Portanto, as amostras são exclusivamente austeníticas à temperatura

ambiente, o que corrobora com as informações dadas pelos fabricantes. Os resultados encontrados nesse trabalho corroboram também com o encontrado por Vieira (2013) no que diz respeito às fases presentes nos instrumentos RaCe à temperatura ambiente.

A especificação nº 29 da AISI/ADA (AMERICAN DENTAL ASSOCIATION, 1976) recomenda que instrumentos endodônticos de aço inoxidável sejam produzidos com ligas austeníticas das séries 301, 302 e 303. Os difratogramas das amostras de aço inoxidável evidenciaram picos típicos de austenita (CFC, grupo espacial Fm-3m na nomenclatura de Hermman-Mauguin) e picos típicos de ferrita (CCC, grupo espacial Im-3m na nomenclatura de Hermman-Mauguin) em todas as amostras. Nenhuma das amostras é, portanto exclusivamente austenítica à temperatura ambiente, como o preconizado.

Através de DRX não foi possível quantificar as fases presentes nas amostras de aço inoxidável. A quantificação é feita através do cálculo da área sob a curva nos picos característicos das fases presentes. Nos ensaios realizados os picos tiveram baixa intensidade (FIG.5.4) com isso as áreas sob as curvas confundem-se com o ruído de fundo inviabilizando a análise de Rietveld.

## 6.5 DSC

O emprego da técnica de DSC teve como objetivo analisar as possíveis transformações de fase em função com a temperatura. O equipamento detecta o fluxo de calor (variação de entalpia) com base em um sistema de referência em função da temperatura e do tempo.

As análises foram conduzidas de forma dinâmica, e as amostras submetidas a aquecimento e resfriamento a uma taxa constante (10°C/min), monitorando-se as propriedades do material em função da temperatura do ensaio. Outra possibilidade teria sido o ensaio ser conduzido de modo isotérmico, onde a temperatura é mantida constante e as propriedades do material são monitoradas em função do tempo naquela temperatura. No caso de análises dinâmicas, como o executado no estudo, a faixa de temperatura escolhida foi entre -40 e 70°C.

Esse método usa o fluxo térmico, baseado num compensador de calor. No equipamento foram colocadas duas amostras, a analisada e a de referência. A amostra de referência foi um cadinho vazio. As amostras foram aquecidas separadamente, cada uma possuindo um elemento controlador individual de calor, cuja potência foi ajustada continuamente em resposta a qualquer efeito térmico na amostra, mantendo a temperatura de ambos sempre

idênticas. Quando a amostra passa por alguma modificação microestrutural, como por exemplo uma transformação de fase, ocorre a liberação ou absorção de calor. Caso haja alguma modificação na estrutura cristalina na amostra durante a análise é gerado um fluxo de calor para compensar essa alteração de temperatura e manter a condição de igualdade de temperatura entre as amostras. Esse fluxo é registrado pelo equipamento em forma de um gráfico fluxo de calor x temperatura (T).

A técnica utilizada necessita de uma pequena quantidade de amostra, da ordem de mg, conseguindo-se detectar pequenos desvios exotérmicos ou endotérmicos. Existe também um sistema de controle da atmosfera que permite a realização de ensaios com a introdução de um gás durante todo o ciclo ou num período específico do ciclo térmico, ou até mesmo em ambiente sob vácuo (PAULA, 2006).

As temperaturas máximas e mínimas utilizadas em cada ciclo dependem do tipo da liga utilizada e do processamento térmico/mecânico ao qual ela foi sujeita. Como as amostras avaliadas são comercializadas como sendo superelásticas à temperatura ambiente, a faixa de temperatura utilizada foi de -40 a 70°C para garantir que todas as transformações de fase das amostras fossem analisadas durante o ensaio, pois era esperado que as transformações de fase ocorressem abaixo da temperatura ambiente.

Para as ligas de NiTi, com base nos resultados encontrados na literatura, a análise DSC indica a possível presença das fases martensítica, fase R ou austenítica em função da temperatura. Ela fornece informações de toda a amostra, diferente da difração de raios-X, que é um método complementar na identificação da microestrutura, revelando apenas a microestrutura até cerca de 50 µm da superfície.

A transformação  $B2 \leftrightarrow B19'$  pode ocorrer em uma única etapa ( $B2 \leftrightarrow B19'$ ) ou em duas etapas ( $B2 \leftrightarrow R \leftrightarrow B19'$ ). Em algumas situações as transformações  $B2 \leftrightarrow R$ ,  $B2 \leftrightarrow B19$  e  $R \leftrightarrow B19'$  podem ocorrer com certo grau de sobreposição. Diferentes regiões da matriz de NiTi podem sofrer transformações de fase distintas num mesmo intervalo de temperatura, sendo denominada transformação de fases em múltiplas etapas (PAULA, 2006). Durante o aquecimento das amostras Maillefer, RaCe e VDW, foi observada a sobreposição de dois picos distintos, cada um representando uma transformação exotérmica distinta, numa faixa de temperatura coincidente. Como a temperatura de  $R_s$  é menor que a  $A_s$  podemos concluir que o início do pico representa a temperatura  $R_s$ . A temperatura de fim do pico de aquecimento refere-se a  $A_f$  uma vez que ela ocorre em temperaturas mais elevadas que a  $R_f$ . Para obter as temperaturas  $A_s$  e  $R_f$  seria necessária a deconvolução de cada curva de aquecimento em duas

curvas distintas, separando os dois fenômenos. Como era de interesse saber apenas as fases presentes à temperatura ambiente, não foi necessária a obtenção das temperaturas  $R_f$  e  $A_s$ .

De acordo com os resultados obtidos nos ensaios DSC e levando em consideração somente a temperatura de início da transformação martensítica ( $M_s$ ), as amostras de NiTi analisadas no presente trabalho são exclusivamente austeníticas à temperatura ambiente (25°C).

## 6.6 PERFILÔMETRO ÓPTICO

Comparando os parâmetros de rugosidade dos fios no estado como recebidos, os de aço inoxidável apresentaram maior rugosidade média ( $R_a$ ) dos que os de NiTi. Após o lixamento era esperado o contrário, que os fios de NiTi apresentassem maior  $R_a$  que os de aço inoxidável. Esta hipótese foi feita considerando que os fios de NiTi possuem menor dureza que o aço inoxidável. Mas ocorreu o contrário, os fios de aço inoxidável tiveram ranhuras mais pronunciadas que os de NiTi. Possivelmente a explicação para tal fato seria a mesma da diferença de comportamento dos fios de NiTi na microdureza Vickers. Ocorre transformação martensítica induzida por tensão durante o lixamento e as rugosidades produzidas tornam-se menores que as do aço inoxidável. A superelasticidade da liga NiTi faz com que ocorra a recuperação da deformação causada pelo lixamento.

Comparando as ranhuras dos diferentes grupos de ranhuras, tanto nas amostras de aço inoxidável quanto nas de NiTi, verificou-se que, apesar de ter sido utilizado o mesmo tipo de lixa em todas as amostras, o  $R_a$  foi maior nas ranhuras longitudinais que nas ranhuras em 45°, que por sua vez foi maior que nas ranhuras em 90°. Provavelmente, esse fato é decorrente da metodologia utilizada na confecção das ranhuras. As ranhuras longitudinais foram feitas manualmente, pressionando a lixa contra o fio e puxando-a no sentido longitudinal. As ranhuras em 90° e em 45° foram produzidas pressionando-se manualmente a lixa contra o fio e girando-o com velocidade de 250 rpm (velocidade mínima de rotação do equipamento utilizado). A velocidade de confecção da ranhura influencia em sua profundidade. Quanto mais lenta é a confecção da ranhura, mais profunda ela é. Logo, como as ranhuras longitudinais foram confeccionadas manualmente, a velocidade de confecção foi menor. Esse inconveniente foi positivo para a pesquisa, uma vez que nos possibilitou verificar que a

direção das ranhuras é um fator mais importante que a profundidade das mesmas. Fios com ranhuras em 90°, mesmo possuindo Ra significativamente menor que os fios contendo ranhuras longitudinais, tiveram  $N_f$  significativamente menor, tanto nas amostras de aço inoxidável quanto nas amostras de NiTi.

Comparando os parâmetros de rugosidade dos instrumentos endodônticos, verificou-se que houve diferença significativa no valor de Ra entre quase todas as marcas comerciais analisadas. Apenas entre os instrumentos de aço inoxidável não houve diferença estatisticamente significante desse parâmetro.

O instrumento RaCe é único de NiTi que possui polimento eletrolítico da superfície, tornando seu acabamento superficial melhor que os demais. Os instrumentos Maillefer de NiTi foram os que apresentaram pior acabamento superficial.

Os resultados das comparações de Ra para instrumentos endodônticos e os fios com ranhuras semelhantes (instrumentos de aço inoxidável e os fios com ranhuras longitudinais; instrumentos de NiTi sem polimento eletrolítico e fios com ranhuras em 90° e instrumentos de NiTi com polimento eletrolítico e fios sem ranhuras) mostraram que houve diferença estatisticamente significante para quase todas as comparações. Não houve diferença estatística no valor de Ra apenas entre os instrumentos de NiTi da marca Maillefer e os fios de aço inoxidável com ranhuras em 90° e entre os instrumentos VDW de NiTi e os fios de NiTi com ranhuras a 90°.

## 6.7 ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA

Os resultados dos ensaios de fadiga dos instrumentos endodônticos foram inconclusivos. Nos instrumentos de aço inoxidável não houve diferença significativa para nenhum parâmetro analisado entre os dois grupos. Os valores são mostrados na TAB. 6.2. Os instrumentos de aço inoxidável da marca Maillefer e VDW não apresentaram diferença estatística para todos os parâmetros analisados.

Apesar dos grupos dos instrumentos de NiTi apresentarem diferença estatística no valor de Ra entre todos os grupos, não houve diferença na vida em fadiga entre os instrumentos, exceto entre os da Maillefer e os demais. Esses instrumentos apresentaram o pior acabamento superficial e suportaram um menor  $N_f$  em fadiga. Nos demais quesitos não houve diferença

estatística. Com isso poderíamos concluir que o acabamento influencia a resistência à fadiga. Mas o grupo VDW, apesar de possuir um acabamento superficial significativamente pior que os instrumentos RaCe, apresentaram resultados semelhantes quanto a resistência à fadiga. Esse fato pode ter ocorrido pela grande dispersão de resultados no ensaio de fadiga, que provocou um coeficiente de variação muito alto, principalmente no grupo VDW. Segundo Rosa, (2002) essa dispersão nos resultados é inerente aos ensaios de fadiga e ocorre principalmente devido à grande variação no período de nucleação da trinca, que é influenciado pela presença de heterogeneidades metalúrgicas que são aleatoriamente distribuídas no material.

TAB. 6.2 Resultado dos ensaios de fadiga, perfilometria óptica, flexão em 45°, DRX e DSC dos instrumentos endodônticos. As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatística entre os grupos

<i>Instrumentos Endodônticos</i>					
	Aço Inoxidável		NiTi		
	Maillefer	VDW	Maillefer	RaCe	VDW
Fadiga ( $N_f$ )	139,2 <sup>A</sup> ±26,7	115,8 <sup>A</sup> ±35,8	275 <sup>B</sup> ± 84,6	456,7 <sup>C</sup> ±72,4	455 <sup>C</sup> ±223,3
Perfilometria (Ra)	0,32 <sup>D</sup> ± 0,05	0,39 <sup>D</sup> ±0,08	0,7 <sup>E</sup> ± 0,1	0,22 <sup>F</sup> ± 0,06	0,49 <sup>G</sup> ± 0,15
Flexão em 45° (gf)	560,2 <sup>H</sup> ±18,8	587,8 <sup>H</sup> ±28,8	325,8 <sup>I</sup> ± 9,7	347,2 <sup>I</sup> ± 10	320,4 <sup>I</sup> ± 6,3
DRX	Austenítico	Austenítico	Austenítico	Austenítico	Austenítico
DSC	-	-	Austenítico	Austenítico	Austenítico
HV	560,2 <sup>J</sup> ±18,8	587,8 <sup>J</sup> ±28,8	325,8 <sup>K</sup> ±9,7	347,2 <sup>K</sup> ± 10	320,4 <sup>K</sup> ±6,3

Os ensaios de fadiga podem ser realizados na própria peça ou em corpos de prova padronizados. O ensaio da peça reproduz da melhor forma possível os esforços a que ela está submetida. Ensaio de corpos de prova padronizados analisam o comportamento do material, sem considerar a influência dos defeitos e alterações termomecânicas oriundos do processo de fabricação nas propriedades da peça. Os resultados dos ensaios dos corpos de prova padronizados não podem ser diretamente aplicados às condições da prática clínica (SOUZA, 1982).

Devido à falta de consenso na literatura sobre a influência do acabamento superficial dos instrumentos endodônticos, da grande dispersão dos resultados e da dificuldade de isolamento de cada parâmetro como única variável, foram avaliados, além dos instrumentos endodônticos, fios com diferentes acabamentos superficiais como referência de comportamento.

Os resultados encontrados no ensaio dos fios não podem ser diretamente aplicados aos instrumentos endodônticos, mas fornecem informações da importância do acabamento superficial na vida em fadiga do aço inoxidável e do NiTi. Os resultados dos ensaios dos fios de aço inoxidável estão resumidos na TAB. 6.3 e dos de NiTi na TAB. 6.4.

TAB. 6.3 Resultado dos ensaios de fadiga, interferometria (rugosidade Ra), flexão em 45°, DRX e DSC dos fios de aço inoxidável. As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatística entre os grupos.

	<i>Fios de aço inoxidável</i>			
Ranhura	90°	45°	Longitudinal	Sem ranhura
Fadiga ( $N_f$ )	36,3 <sup>A</sup> ± 5	41,9 <sup>B</sup> ± 4,7	71,5 <sup>C</sup> ± 7,2	74,9 <sup>C</sup> ± 7,7
Perfilometria (Ra)	0,63 <sup>D</sup> ± 0,05	0,81 <sup>E</sup> ± 0,25	1,05 <sup>F</sup> ± 0,24	0,09 <sup>G</sup> ± 0,01
Flexão em 45° (gf)	189,9 ± 13			
DRX	Austenítico + Ferrítico			
DSC	-			
HV	533 ± 8,9			

TAB. 6.4 Resultado dos ensaios de fadiga, interferometria (rugosidade Ra), flexão em 45°, DRX e DSC dos fios de NiTi. As letras sobrescritas diferentes indicam que houve diferença estatística entre os grupos.

	<i>Fios de NiTi</i>			
Ranhura	90°	45°	Longitudinal	Sem ranhura
Fadiga ( $N_f$ )	424,9 <sup>A</sup> ± 49,5	625,8 <sup>B</sup> ± 114,3	1225 <sup>C</sup> ± 279,7	1776,6 <sup>D</sup> ± 314,4
Perfilometria (Ra)	0,42 <sup>E</sup> ± 0,09	0,55 <sup>F</sup> ± 0,1	0,68 <sup>G</sup> ± 0,07	0,1 <sup>H</sup> ± 0,02
Flexão em 45° (gf)	71,13 ± 2,9			
DRX	Austenítico			
DSC	Austenítico			
HV	341,2 ± 3,0			

A análise estatística dos resultados mostrou que o acabamento superficial dos fios de NiTi afeta sua vida em fadiga. Observou-se que existe diferença significativa entre todos os tipos de acabamento superficial analisado. Resultado semelhante foi encontrado no ensaio de fadiga dos fios de aço inoxidável. Não houve diferença estatística apenas entre os grupos dos fios de aço inoxidável sem ranhura e com ranhura longitudinal.

Fios sem ranhura, tanto de aço inoxidável quanto os de NiTi suportaram um maior  $N_f$  que fios com ranhuras. A direção das ranhuras superficiais influenciou significativamente na resistência à fadiga. Ranhuras em 90° foram as mais prejudiciais, seguidas das ranhuras em



45°. As ranhuras que menos alteraram o  $N_f$  foram as ranhuras longitudinais. As ranhuras em 90° reduziram a vida em fadiga dos fios de NiTi de 67,6 a 82,0% e de 38,5 a 62,1% nos fios de aço inoxidável, comparados aos fios sem ranhuras.

Os fios com ranhuras a 45° afetaram menos a vida em fadiga dos fios, reduzindo o  $N_f$  de 49,4 a 75,5% nos fios de NiTi e de 30,7 a 55% nos fios de aço inoxidável, comparados ao  $N_f$  de fios sem ranhuras.

As ranhuras longitudinais foram as que menos influenciaram na vida em fadiga dos fios, alterando o  $N_f$  de +2,9 a -54,8% nos fios de NiTi e não alterando significativamente a vida em fadiga dos fios de aço inoxidável.

Nos materiais livres de defeitos superficiais, a deformação inicia-se nos grãos mais desfavoravelmente orientados, ou seja, com planos de deslizamento próximos à tensão cisalhante máxima. Nessa região ocorre deformação plástica formando planos de deslizamento. O acúmulo desses planos na superfície do material provoca reentrâncias que atuam como concentradores de tensão, favorecendo a nucleação de microtrincas. Essas microtrincas propagam-se paralelamente ao plano de tensão cisalhante máxima até atingir determinado tamanho (ROSA, 2002). A tensão cisalhante máxima ocorre na direção em 45° com o longo eixo da amostra e representa o estágio I da propagação da trinca com tamanho microscópico e da ordem do tamanho de grão. A partir de determinado tamanho, a trinca passa a propagar perpendicularmente às tensões de tração que atuam no material, ou seja, perpendiculares ao longo eixo do material. Essa etapa corresponde ao estágio II de propagação e ocorre com velocidade crescente até a ruptura (BEER, 1995; ROSA, 2002).

Nas amostras lisas, 70% da vida em fadiga é gasta na etapa de nucleação e propagação da trinca no estágio I. Materiais com defeitos superficiais não passam por esse processo de nucleação da trinca, uma vez que a trinca já existe (ROSA, 2002). Materiais livres de defeitos têm, portanto, uma maior vida em fadiga, visto que precisam passar pelo processo de nucleação e propagação da trinca em nível microscópico, o que não ocorre em amostras com defeitos superficiais.

Como os materiais com defeitos superficiais não passam pela etapa de nucleação de trincas e muitas vezes também pelo estágio I de propagação de trincas, a força que atua na propagação das trincas nesses materiais é de tração, sendo o sentido de propagação perpendicular a ela. Portanto, ranhuras a 90° estão em direção favorável à propagação das trincas, sendo mais prejudiciais à vida em fadiga das amostras. Ranhuras em 45 graus estão na direção preferencial de propagação do estágio I, favorecendo a nucleação das trincas e a

propagação nesse primeiro estágio. Logo, a vida em fadiga dos materiais com esses defeitos é diminuída, mas em menor grau que em materiais com ranhuras a 90°.

Já as ranhuras longitudinais estão exatamente perpendiculares à direção de propagação das trincas, elas interferem pouco na vida em fadiga das amostras, uma vez que novas trincas em direção mais favorável necessitam ser nucleadas, assim como ocorre nas amostras sem ranhuras. Isso faz com que o material necessite de um  $N_f$  significativamente maior, próximo ao dos materiais sem ranhura.

O acabamento superficial teve maior influência nos fios de NiTi que nos de aço inoxidável. Segundo Rosa (2002) e Souza (1982) a influência do acabamento superficial é maior em amostras que necessitam um grande número de ciclos para apresentarem fratura por fadiga, podendo ser desprezível na fadiga a baixos ciclos. Este fato pode ser a justificativa para a menor influência dos defeitos superficiais nos fios de aço inoxidável, uma vez que suportaram de 97,3 a 98,7% menos ciclos até a fratura que fios de NiTi. Assim, podemos concluir que o acabamento superficial é mais importante em materiais com maior resistência à fratura, como os instrumentos endodônticos de NiTi do que em instrumentos de aço inoxidável que fraturam por fadiga com menor número de ciclos.

Os resultados encontrados nos ensaios de fadiga dos fios corroboram com vários estudos que demonstram que o acabamento superficial influencia na resistência a fratura por fadiga (GARCIA, SPIM & SANTOS, 2012; LOPES, *et al.* 2016) reduzindo o número de ciclos necessários para que ocorra a fratura ( $N_f$ ) em instrumentos endodônticos (ANDERSON, PRICE & PARASHOS, 2007; LOPES, ELIAS & SIQUEIRA, 2010; LOPES, *et al.* 2016).

Alguns autores relatam que o acabamento superficial não é um fator que influencia na fratura por fadiga dos instrumentos endodônticos (CHEUNG, SHEN & DARVELL, 2007; BARBOSA, 2008). Provavelmente, estes autores chegaram a essa conclusão por não considerarem outras variáveis que interferem nos resultados, como diferentes morfologias nas amostras comparadas, falta de padronização dos instrumentos, diferenças nas ligas, entre outros. A análise dos fios permite isolar como única variável o acabamento superficial.

Fios com ranhuras em 90°, mesmo possuindo  $R_a$  significativamente menor que os fios com ranhuras longitudinais, tiveram  $N_f$  significativamente menor, nas amostras de ambas as ligas analisadas. Podemos concluir, portanto que a direção das ranhuras foi mais importante que sua profundidade.

## 6.8 MEV

A microscopia eletrônica de varredura é utilizada para identificar o acabamento de usinagem dos instrumentos endodônticos, análise da geometria dos instrumentos, entre outros (ELIAS, 2000)

Existe muita controvérsia sobre as teorias de fratura por fadiga dos instrumentos endodônticos, a respeito da nucleação e propagação das trincas de fadiga, devido à dificuldade de observação das mesmas e a variedade de mecanismos que determinam a ruptura do metal.

Analisando a superfície das amostras no MEV, antes, durante e após os ensaios de fadiga, pode-se perceber que há diferentes mecanismos de fratura, de acordo com as variáveis analisadas.

As análises das amostras após fratura mostraram o padrão de propagação das trincas e o tipo de fratura que ocorre. A fratura das amostras de aço inoxidável possui características macroscópicas e microscópicas do tipo fratura dúctil, com elevada deformação plástica antes da fratura. Segundo Rosa (2002) essa grande deformação plástica prévia à fratura é típica em materiais que suportam baixo número de ciclos até a falha, como é o caso do aço inoxidável.

As imagens da microscopia eletrônica de varredura dos instrumentos de aço inoxidável analisados após fratura mostraram que nesses instrumentos as trincas tendem a propagar-se na direção dos defeitos preexistentes, ou seja, na direção do longo eixo do instrumento e muitas vezes mudam de ranhura durante a propagação, ficando com um padrão de propagação em “zig-zag”. Rosa (2002) relata que em materiais menos resistentes à fadiga, como o aço inoxidável, vários pontos de nucleação das trincas são formados e com a propagação das mesmas. Trincas menores são absorvidas por trincas maiores, até que reste um pequeno número de trincas de maior tamanho remanescentes, como o que pode ser visto na FIG. 6.5. A união com as trincas menores muitas vezes ocorre em “zig-zag” por terem sido nucleadas em ranhuras próximas. A energia necessária para propagar a trinca perpendicularmente aos defeitos até atingir outra trinca pré-existente é menor que a energia necessária para propagar continuamente no mesmo sentido da ranhura.

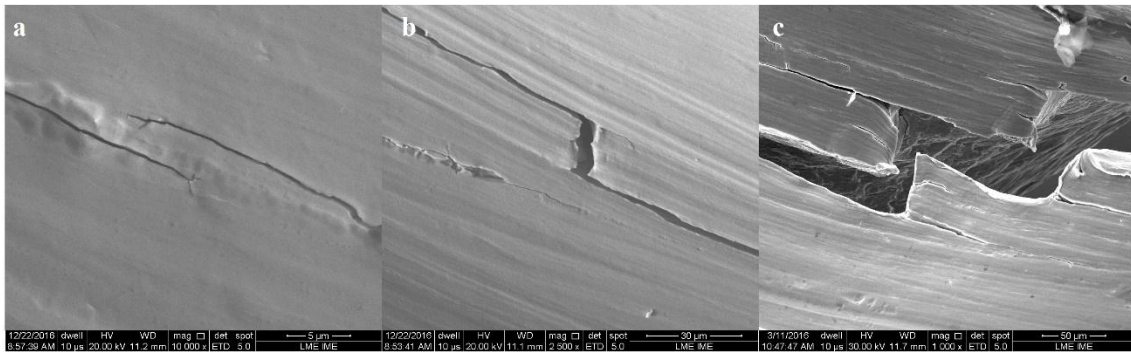


FIG. 6.5 Propagação de trincas em instrumentos endodônticos de aço inoxidável. (a) duas trincas próximas nucleadas acompanhando os defeitos superficiais. (b) junção de duas trincas próximas, formando um “zig-zag”; (c) morfologia da fratura do instrumento, com trincas propagando-se em “zig-zag”.

Analisando as amostras de NiTi, pode-se observar características diferentes das fraturas de amostras de aço inoxidável. As amostras de NiTi apresentaram características microscópicas de fratura do tipo dúctil e macroscópicas de fratura do tipo frágil. Nelas ocorre uma menor deformação plástica na fratura. De acordo com Rosa (2002), materiais como o NiTi, que suportam alto número de ciclos até a falha, deformam predominantemente de forma elástica, nucleando poucas trincas localizadas, ficando a maioria da superfície sem alteração.

Analisando a influência dos diferentes defeitos na fratura das amostras é possível observar que as amostras com ranhuras a  $45^\circ$  apresentam trincas acompanhando os defeitos superficiais. Independente da liga, a partir de 25% do tempo de fadiga já é possível visualizar trincas na superfície.

Fios com ranhuras em  $90^\circ$  também apresentaram trincas a partir de 25% do tempo de fadiga. Nas amostras de aço inoxidável, após fratura, grandes trincas são encontradas, algumas formando “zig-zag”, como nos instrumentos endodônticos de mesma liga. Nos fios de NiTi após muitos ciclos (acima de 75% do  $N_f$ ) é possível visualizar um grande número de trincas nucleadas à  $45^\circ$ .

Fios com ranhuras longitudinais apresentaram trincas intergranulares, ou seja, acompanhando os contornos de grão. O mesmo ocorre nas amostras sem ranhuras, mas em número menor. Podemos concluir que as ranhuras em  $45^\circ$  e  $90^\circ$  atuam como concentradores de tensão, favorecendo a nucleação e propagação das trincas. A propagação de algumas trincas é rápida. Ranhuras longitudinais não apresentaram grande influência na concentração de tensão. Nessas amostras muitas microtrincas foram nucleadas acompanhando os contornos de grão. Como não há um concentrador de tensões predominante, muitas microtrincas são nucleadas e a propagação de apenas algumas ou apenas uma delas é suficiente para a ruptura

do material. O mesmo ocorre nas amostras sem ranhuras, mas em número bem menor. O mecanismo de fratura nesses fios é, portanto, diferente do que ocorre nos fios com ranhuras em 90° e 45°. Outra diferença entre os diferentes acabamentos superficiais é que nos fios sem ranhuras o tempo para nuclear as trincas é maior, sendo possível visualizar pequenas trincas isoladas apenas na região de maior concentração de tensões apenas após cerca de 50% da vida em fadiga.

Além do número de defeitos, o método de fabricação do instrumento endodôntico influencia também na característica desses defeitos. As ranhuras acompanham o sentido de corte da ferramenta empregada no processo de fabricação. Instrumentos confeccionados por torção possuem defeitos longitudinais advindos da trefilação do fio metálico previamente à torção. Esses defeitos são menos pronunciados que os advindos da usinagem. Além disso, a confecção por usinagem produz ranhuras perpendiculares ao longo eixo do instrumento, direção que favorece a nucleação e propagação de trincas de fadiga.

Portanto, na análise da influência do método de confecção dos instrumentos, considera-se principalmente a profundidade das ranhuras superficiais, mas não podemos deixar de considerar a direção das mesmas em relação ao eixo dos instrumentos, visto que possuem papel tão importante ou até maior que a profundidade da ranhura na resistência à vida em fadiga.

Há uma grande preocupação com a quantidade e profundidade de defeitos superficiais em instrumentos endodônticos, buscando sempre uma superfície livre de defeitos no intuito de aumentar a vida em fadiga e segurança dos mesmos durante sua utilização. A confecção de uma superfície livre de defeitos é muito difícil, se não impossível, de ser conseguida. Por isso, deve ser dada mais ênfase à modificação da direção dos defeitos, buscando deixá-los na direção que não favoreçam a propagação, uma vez que influenciam na vida em fadiga e são de mais fácil obtenção.

## 7 CONCLUSÕES

- A análise de EDS mostrou que não houve diferença estatística na composição química entre amostras de mesma liga analisadas.
- Os difratogramas obtidos por DRX indicaram que as amostras de aço inoxidável possuem fases austenítica e ferrítica à temperatura ambiente, enquanto as amostras de NiTi são exclusivamente austeníticas nessa temperatura.
- A análise de DSC confirmou que as amostras de NiTi são exclusivamente austeníticas à temperatura ambiente.
- Instrumentos endodônticos e fios de NiTi são mais flexíveis que os de aço inoxidável, necessitando de uma carga 57,1 a 76,9% menor para flexionar os instrumentos endodônticos em 45° que os de aço inoxidável e de 41,8 a 66,4% menor para flexão em 45° dos fios de NiTi, comparados aos fios de aço inoxidável.
- Os instrumentos de aço inoxidável da marca Maillefer mostraram-se mais flexíveis que os instrumentos da marca VDW de mesma liga, necessitando de uma força entre 11,6 e 31% menor para flexionarem-se em 45°. Apenas as amostras de NiTi sofrem flexão em 45° no regime elástico. Todas as amostras de aço inoxidável deformaram-se plasticamente nesse ensaio.
- A microdureza das amostras de NiTi (310 e 359 HV) foi estatisticamente menor que a das amostras de aço inoxidável (521 e 616 HV). Entre as amostras de aço inoxidável, as amostras VDW apresentaram dureza significativamente maior que as amostras Morelli.
- Os instrumentos RaCe apresentaram o melhor acabamento superficial, devido ao polimento eletrolítico a que é submetido. Instrumentos de aço inoxidável possuem menor rugosidade superficial que os instrumentos de NiTi sem polimento eletrolítico. Instrumentos de NiTi Maillefer apresentaram o pior acabamento superficial entre todos os instrumentos analisados.
- Não foi conseguida uma padronização da profundidade de defeitos produzidos entre os grupos. Nos fios com mesma direção de defeitos, os de aço inoxidável apresentaram rugosidade maior que os fios de NiTi, devido a TMIT que ocorre nos últimos. Comparando as diferentes direções das ranhuras, os grupos com ranhuras longitudinais foram os que apresentaram maior Ra, em ambas as ligas. As ranhuras em 45° ficaram

com Ra intermediário e as ranhuras em 90° foram menos pronunciadas em ambos os fios. Isso provavelmente ocorreu devido à velocidade de confecção das ranhuras.

- Ranhuras superficiais atuam como concentradores de tensões que favorecem a nucleação de trincas que levam à fratura por fadiga, diminuindo o  $N_f$  quando comparados aos fios sem ranhuras. A direção dos defeitos superficiais influencia na vida em fadiga, sendo as em 90° as mais prejudiciais, seguidas das em 45°. Ranhuras longitudinais tiveram menor influência no  $N_f$ .
- A direção tem maior relevância na vida em fadiga do que a Ra propriamente dita. Fios com defeitos superficiais com direção mais favorável à fratura (90°) tiveram vida em fadiga menor que fios com ranhuras em direções menos favoráveis (longitudinais e à 45°), mesmo possuindo menor profundidade que as demais. Fios com ranhuras longitudinais apresentaram maior Ra, mesmo assim foram os que obtiveram maior vida em fadiga.
- Amostras de aço inoxidável têm uma vida em fadiga de 97,3 a 98,7% menor que amostras de NiTi e deformam mais plasticamente durante a fadiga. Suas trincas tendem a propagar-se em “zig-zag”, enquanto amostras sem ranhuras e com ranhuras longitudinais tendem à fratura intergranular. Há um menor número de trincas nucleadas nas amostras sem defeitos.
- Ranhuras em 90° e 45° atuam como concentradores de tensão na direção mais propícia à propagação, fazendo com que grandes trincas sejam formadas acompanhando os defeitos superficiais. Essas trincas nucleiam precocemente e reduzem significativamente a vida em fadiga das amostras.

## **8 CONSIDERAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- Melhorar a preparação das amostras para difração de raios X.
- Aumentar o volume das amostras no DSC para produzir um maior sinal.
- Padronizar melhor a preparação das ranhuras nos fios e confeccioná-las com lixas de menor granulação.



## 9 REFERÊNCIAS

- AMERICAN ASSOCIATION OF ENDODONTISTS. **Rotary Instrumentation: An Endodontic Perspective**. Endodontics: Colleagues for Excellence, p. 1-8, Winter, 2008.
- AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Specification n°29. General specification for hand instruments. **J Amer. Dent. Ass.**, v. 93, n. 4, p. 818-23, outubro 1976.
- AMERICAN IRON AND STEEL INSTITUTE. Ohio. Chemical Compositions of SAE Wrought Stainless steel. n.11, janeiro, 1965 Report of American Iron and Steel. **Institute (AISI) and Society of Automotive Engineers (SAE)**.
- ANDERSON, M. E.; PRICE, J. W. H.; PARASHOS, P. Fracture resistance of electropolished Rotary Nickel-Titanium endodontic instruments, **Journal of Endodontics**, v. 33 n.10, outubro 2007.
- ANUSAVICE, K. **Phillips Materiais Dentários**. 11<sup>a</sup> edição. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005.
- BARBOSA, L. A. P. **Análise preditiva da resistência à deflexão dos instrumentos rotatórios de NiTi em diferentes diâmetros nominais, conicidades e temperaturas**. 2008. 82f. dissertação (mestrado em odontologia restauradora - endodontia) FORP/USP, Ribeirão Preto, 2008.
- BATISTA, S.L.G. **Quantificação de sensitização de um aço AISI 304 por métodos eletroquímicos, metalografia e complementado por métodos computacionais**. 2002. 196f. Tese (Doutorado em engenharia de materiais). Universidade Estadual do Norte Fluminense, 2002. apud GOMES, C. A. Instrumento cortador e removedor de material endodôntico: desenvolvimento e aplicabilidade 2010. 106 p. Tese (Doutorado) Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2010.
- BEER, F. P.; JOHNSTON JR., R. **Resistência dos materiais**. tradução e revisão técnica Celso Pinto Moraes Pereira. 3<sup>a</sup> edição. São Paulo: Pearson Makron Books, 1995.
- CASTELLÓ-ESCRIVÁ, R., ALEGRE-DOMINGO, T., FAUS-MATOSES, V. In vitro comparison of cyclic FATIGUE resistance of ProTaper, WaveOne, and Twisted Files. **J. Endod.**, 2012.
- CHEUNG, G. S. P., *et al.*, Defects in ProTaper S1 instruments after clinical use: fractographic examination. **International Endodontic Journal**, vol. 38, p. 802-809, 2005.
- CHEUNG, G. S.; SHEN, Y.; DARVELL, B. W. Does electropolishing improve the low-cycle fatigue behavior of a Nickel-Titanium rotary instrument in hypochlorite? **Journal of Endodontics**. v.33, n.10, outubro 2007.
- CHEUNG, G. S. P. Instrument fracture: mechanisms, removal of fragments, and clinical outcomes. **Endod Topics**, vol. 16, p.1-26, 2009.

- CHEUNG, G. S. P., LIU C. S. I. A retrospective study of endodontic treatment outcome between Nickel-Titanium rotary and stainless steel hand filing techniques. **J Endod**, v.35, p.938-943, 2009.
- COHEN, S. J.; GLASSMAN, G. D.; MOUNCE, R. “Between a rock and a hard place”. **Oral Health Journal**, Millwood, v. 25, n.6, p.1548-55. 2005.
- COHEN, S. & HARGREAVES, K. M., **Caminhos da Polpa**. Tradução da 10ª edição. Rio de Janeiro: Elsevier, 2011.
- ELIAS, C. N. Emprego da microscopia na análise de materiais odontológicos. **Revista Brasileira de Odontologia**, v. 57, n. 2, 2000.
- ELIAS, C. N. & LOPES, H. P. **Materiais Dentários – Ensaios Mecânicos**. São Paulo: Livraria Santos Editora, 2007.
- GAMBARINI, G., *et al.*, Cyclic fatigue analysis of Twisted File rotary NiTi instruments used in reciprocating motion. **Int. Endod. J.**, v.45, n.9, p.802-6, 2012.
- GAMBARINI, G., *et al.*, Fatigue Resistance of Engine-driven Rotary Nickel-Titanium Instruments Produced by New Manufacturing Methods, **Journal of Endodontics**, vol. 34, n° 8, pp. 1003-1005, 2008
- GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaios dos Materiais**. 2ª edição. Rio de Janeiro: LTC, 2012.
- GAVINI, G., CALDEIRA, C. L., AKISUE, E. Resistance to flexural fatigue of Reciproc R25 files under continuous rotation and reciprocating movement. **J. Endod.** v. 38, n. 5, p. 684-7, 2012.
- GENTIL, V. **Corrosão**. 6ª edição. Rio de Janeiro. LTC – Livros Técnicos e Científicos/ Editora Genelli, 2011.
- GUERISOLI, D. M. Z., SOUSA NETO, M. D., PÉCORÁ, J. D. **Mecanismo de Ação dos Instrumentos Rotatórios em Níquel-Titânio**. FORP/USP, Ribeirão Preto, 1999. Disponível em: <http://www.forp.usp.br/restauradora/rotatorios/rotary/introd.htm> Acesso em: 01 maio 2016.
- INGLE, J.I., LEVINE, M. **The Need for Uniformity of Endodontic Instruments, Equipment and Filling Material**. in: L.I. Grossman (Ed.) Transactions of the Second International Conference on Endodontics. University of Pennsylvania, Philadelphia; 1958:123–143.
- LABOSSIÈRE, P. L. **Mechanics of Materials Laboratory: Time dependent behaviour: cyclic fatigue**. 2007. Disponível: <http://courses.washington.edu/me354a/chap9.pdf> Acesso em: 27 março 2016.
- LEONARDO, M. R., LEONARDO, R. T. **Sistemas rotatórios em endodontia: instrumentos de NiTi**. São Paulo: Artes Médicas. 2002.

- LOPES, H. P.; ELIAS, C. N.; Fratura das limas endodônticas tipo K. Fundamentos teóricos e práticos. **Revista Brasileira de Odontologia**, vol. 58, n. 6, 2001.
- LOPES, H. P.; ELIAS, C. N.; Fratura dos instrumentos endodônticos de NiTi acionados a motor. Fundamentos teóricos e práticos. **Revista Brasileira de Odontologia**, v. 58, n. 3, 2001b.
- LOPES, H. P. *et al.*, Limas endodônticas manuais de aço inoxidável e de níquel-titânio: ensaio de torção até a fratura. **UFES Rev. Odontol.** v. 3, n. 1, p. 8-13, 2001.
- LOPES, H. P. *et al.*, Flexibilidade de instrumento endodôntico tipo K de aço inoxidável: influência do comprimento do corpo. **UFES Rev. Odontol.**, Vitória, v.7, n.1, p.6-10, 2005.
- LOPES *et al.*, Influência da conicidade de instrumentos endodônticos de NiTi na flexibilidade e no número de ciclos à fadiga. **Robrac**, v. 17, n. 43, 2008.
- LOPES, H. P.; ELIAS, C. N.; MOREIRA, E. J. L. Flexibilidade de instrumentos endodônticos tipo k de aço inoxidável e de NiTi, **Revista Brasileira de Odontologia**, vol. 61, n. 1, 2004.
- LOPES, H. P., ELIAS, C. N., SIQUEIRA JR, Mecanismos de fratura de instrumentos endodônticos. **Revista Paulista de Odontologia**, ano XXII, n. 4, 2000.
- LOPES, H. P., ELIAS, C. N., SIQUEIRA JR., Fratura por torção das limas endodônticas de aço inoxidável. **Revista Brasileira de Odontologia**, v. 57, n. 3, 2000b.
- LOPES, H. P., ELIAS, C. N., SIQUEIRA JR, J. F. Instrumentos endodônticos. In: LOPES, H. P. & SIQUEIRA JR, J. F. **Endodontia: Biologia e Técnica**. 3. Ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, cap. 9, p.305-413, 2010.
- LOPES, H. P., *et al.*, Effects of Electropolishing Surface Treatment on the Cyclic Fatigue Resistance of BioRaCe Nickel-Titanium Rotary Instruments. **Journal of Endodontics**, vol. 36, n.º 10, p. 1653–1657, 2010b.
- LOPES, H. P., *et al.*, Influence of curvature location along an artificial canal on cyclic fatigue of a rotary Nickel-Titanium endodontic instrument. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology**, vol. 111, pp. 792-796, 2011.
- LOPES, H. P.; ELIAS, C. N.; VIEIRA. M. V. B.; et al. Influence of surface roughness on the fatigue life of Nickel-Titanium rotary endodontic instruments. **Journal of Endodontics**. v.42, n.6, p.965-968, junho, 2016.
- MACHADO, L. G.; SAVI, M. A. Aplicações odontológicas das ligas com memória de forma. **Revista Brasileira de Odontologia**. 59(5): 302-306, 2002.
- MAGALHÃES, R. R. S. **Análise das características dimensionais e resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi Twisted Files e RaCe**. Belo Horizonte: 2010. 122 p. Dissertação (Mestrado em Odontologia, área de concentração Endodontia), UFMG, 2010.

- MALETTA, C.; FALVO, A.; FURGIUELE, F.; REDDY, J.N. A phenomenological model for superelasticity in NiTi alloys. **Smart Materials and Structures**. n.18, p.250-05, 2009.
- MIYAZAKI, S. I. Y.; OTSUKA, K. **Deformation and transition behavior associated with the R-phase in Ti-Ni alloys**. *Metall Trans A*. v.17a, n.1, 1986.
- MORGENTAL, R. D. **Eficiência de corte de instrumentos rotatórios de níquel-titânio para alargamento cervical de canais radiculares: análise em estereomicroscopia, perfilometria e microtomografia computadorizada**. Porto Alegre: 2012. 86f. Tese (Doutorado em Odontologia), Faculdade de Odontologia PUCRS. 2012.
- NAKAGAWA, R. K. L. **Flexibilidade e resistência torcional de instrumentos de NiTi e de aço inoxidável utilizados na exploração de canais radiculares**. Belo Horizonte: 2011. 99f. Dissertação (Mestrado), UFMG, 2011
- NECCHI, S., *et al.*, A Comparative Computational Analysis of the Mechanical Behavior of Two Nickel-Titanium Rotary Endodontic Instruments. **Journal of Endodontics**, vol. 36, n.º 8, p. 1380–1384, 2010.
- OIYE, L. E. **Microdureza de fase sigma em aço inoxidável duplex SAF 2205**. Departamento de Engenharia Mecânica, Laboratório de Materiais do Centro Universitário da FEI, 2003. (disponível em: <http://www.fei.edu.br/mecanica/me541/LabMat.htm>).
- OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. **Shape Memory Materials**. Cambridge: Cambridge University Press, 1998, UK, cap 1, p. 1-26.
- OTSUKA, K.; REN, X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. **Progress in Materials Science**, v. 50, p. 511-678, 2005.
- PARASHOS, P., MESSER, H. H., Rotary NiTi Instrument Fracture and its Consequences. **Journal of Endodontics**, vol. 32, pp. 1031-1043, 2006
- PARK, SU-YOUNG, *et al.*, Dynamic Torsional Resistance of Nickel-Titanium Rotary Instruments. **Journal of Endodontics**, vol. 36, no. 7, p. 1200–1204, 2010.
- PAULA, A. S. **Tratamentos termomecânicos de ligas do sistema NiTi: caracterização estrutural e otimização das propriedades associadas ao efeito memória de forma**. Lisboa: 2006. 376 p. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais – Especialidade Metalurgia) Universidade Nova de Lisboa, Faculdade de Ciências e Tecnologia. 2006
- PÉCORA, J. D., *et al.* Biomecânica rotatória: realidade ou futuro? **Rev. Assoc. Paul. Cir. Dent.** v. 56, supl., junho, 2002.
- PEREIRA, H.; SILVA, E.; COUTINHO-FILHO, T. Movimento recíprocante em endodontia: revisão de literatura. **Rev. Bras. Odontol.**, Rio de Janeiro, v. 69. n. 2, p. 246-9, 2012
- PRUETT, J. P., *et al.*, “Cyclic Fatigue Testing of Nickel-Titanium Endodontic Instruments”. **Journal of Endodontics**, vol. 23, n.º 2, pp. 77-85, 1997.

- ROSA, E. **Análise de resistência mecânica: mecânica da fratura e fadiga.** UFSC. Departamento de engenharia mecânica. Grupo de análise e projeto mecânico. Outubro de 2002.
- SANTOS, R. M. L. **Avaliação da resistência à fadiga de instrumentos endodônticos sujeitos a polimento electrolítico e a tratamento térmico específico.** Lisboa: 2014. 81f. Dissertação (Mestrado), Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, 2014
- SAQUY, P.C.; PÉCOR, J.D. **Orientação profissional em odontologia.** 1. ed. São Paulo: Livraria Santos Editora LTDA, 1996.
- SATTAPAN, B., *et al.*, Defects in Rotary Nickel-Titanium Files After Clinical Use. **Journal of Endodontics**, vol. 26, n. 3, p. 161-165, 2000.
- SERENE, T. P.; ADAMS, J. D.; SAXENA, A. **Nickel-Titanium instruments. Applications in Endodontic.** Saint Louis: Ishiyaku Euroamerica Inc., 1995.
- SHEN, Y., *et al.*, Fatigue testing of controlled memory wire Nickel-Titanium rotary instruments. **Journal of Endodontics.** v.37, n.9, julho 2011.
- SHEN, Y., CHEUNG, G. S. P. Methods and models to study Nickel-Titanium instruments. **Endodontics topics** v. 29 p. 18-41, 2013.
- SHIGLEY, J. E., MISCHKE, C. R. & BUDYNAS, R.G. **Projeto de engenharia mecânica.** Tradução AGUIAR, J. B. e AGUIAR, J. M. 7ª edição. Porto Alegre: Brookman, 2005.
- SOARES, R. G. **Avaliação do comportamento elástico de instrumentos endodônticos de aço inoxidável e NiTi indicados na exploração de canais radiculares atresiadados.** Rio de Janeiro: 2012. 79 p. Dissertação (Mestrado em Endodontia), Faculdade Estácio de Sá, 2012
- SOUZA, S. A. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos:** Fundamentos teóricos e práticos. São Paulo: Editora Edgard Blucher, 1982.
- THOMPSON, S. A. An overview of Nickel-Titanium alloys used in dentistry. **Int. Endod. J.**, v. 33, p. 297-310, 2000.
- VIEIRA, V. T. **Flexibilidade e resistência a fadiga de instrumentos endodônticos de NiTi.** Rio de Janeiro: 2013. 126 p. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) Instituto Militar de Engenharia, 2013.
- WALIA, H. M.; BRANTLEY, W. A.; GERSTEIN, H. An initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files. **J. Endod.**, v.14, p. 346-51, 1988.
- YOU, S. Y., *et al.* Lifespan of one Nickel-Titanium rotary file with reciprocating motion in curved root canals. **J Endod.** v.36, n.12, p.1991-4, dezembro 2010.

## **9 APÊNDICES**

















9.2 APÊNDICE 2: Tabela com valores de microdureza Vickers para cada endentação

	Aço Inoxidável			NiTi			
	Morelli	Maillefer	VDW	Morelli	Maillefer	VDW	RaCe
	537	545	541	346	340	321	359
	545	561	588	340	325	323	355
	533	588	588	340	314	310	346
	521	566	616	342	329	327	334
	529	541	606	338	321	321	342
<b>Média</b>	<b>533</b>	<b>560,2</b>	<b>587,8</b>	<b>341,2</b>	<b>325,8</b>	<b>320,4</b>	<b>347,2</b>
<b>DP</b>	8,9	18,8	28,8	3,0	9,7	6,3	10,0
<b>CV</b>	0,02	0,03	0,05	0,01	0,03	0,02	0,03
<b>Erro</b>	4	8,4	12,9	1,4	4,3	2,8	4,5

9.3 APÊNDICE 3: Testes estatísticos microdureza Vickers

<i>Teste de Bonferroni</i>		Aço Inoxidável			NiTi			
		Morelli	Maillefer	VDW	Morelli	Maillefer	VDW	RaCe
<b>Inox</b>	<b>Morelli</b>		NÃO	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM
	<b>Maillefer</b>			NÃO	SIM	SIM	SIM	SIM
	<b>VDW</b>				SIM	SIM	SIM	SIM
<b>NiTi</b>	<b>Morelli</b>					NÃO	NÃO	NÃO
	<b>Maillefer</b>						NÃO	NÃO
	<b>VDW</b>							NÃO

<b>Teste de Scheffe</b>		Aço Inoxidável			NiTi			
		Morelli	Maillefer	VDW	Morelli	Maillefer	VDW	RaCe
<b>Inox</b>	<b>Morelli</b>		NÃO	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM
	<b>Maillefer</b>			NÃO	SIM	SIM	SIM	SIM
	<b>VDW</b>				SIM	SIM	SIM	SIM
<b>NiTi</b>	<b>Morelli</b>					NÃO	NÃO	NÃO
	<b>Maillefer</b>						NÃO	NÃO
	<b>VDW</b>							NÃO

<b>Teste de Tukey</b>		Aço Inoxidável			NiTi			
		Morelli	Maillefer	VDW	Morelli	Maillefer	VDW	RaCe
<b>Inox</b>	<b>Morelli</b>		NÃO	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM
	<b>Maillefer</b>			NÃO	SIM	SIM	SIM	SIM

	<b>VDW</b>				SIM	SIM	SIM	SIM
<b>NiTi</b>	<b>Morelli</b>					NÃO	NÃO	NÃO
	<b>Maillefer</b>						NÃO	NÃO
	<b>VDW</b>							NÃO

#### 9.4 APÊNDICE 4: Fichas cristalográficas utilizadas na análise de DRX: Inox CCC, Inox CFC e NiTi austenítica, respectivamente.

##### Inox CCC

###### Name and formula

Reference code: 00-054-0331  
 Compound name: Iron Chromium  
 Common name: ferrite  
 PDF index name: Iron Chromium  
 Empirical formula:  $Cr_{0.109}Fe_{0.891}$   
 Chemical formula: Fe . Cr

###### Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic  
 Space group: Im-3m  
 Space group number: 229  
 a (Å): 2,8705  
 b (Å): 2,8705  
 c (Å): 2,8705  
 Alpha (°): 90,0000  
 Beta (°): 90,0000  
 Gamma (°): 90,0000  
 Volume of cell ( $10^6 \text{ pm}^3$ ): 23,65  
 Z: 2,00  
 RIR: 0,71

###### Subfiles and quality

Subfiles: Alloy, metal or intermetallic  
 Inorganic  
 Quality: Low precision (0)

###### Comments

Color: Black  
 Creation Date: 01/01/1970  
 Modification Date: 01/01/1970  
 Color: Black  
 Analysis: Spectroscopic Analysis (wt.%): Fe 80.80, Cr 9.22, Si 0.84, Mn 0.40, Ag <0.01, Mo <0.01, Ni 0.21, P <0.01, plus other trace elements.

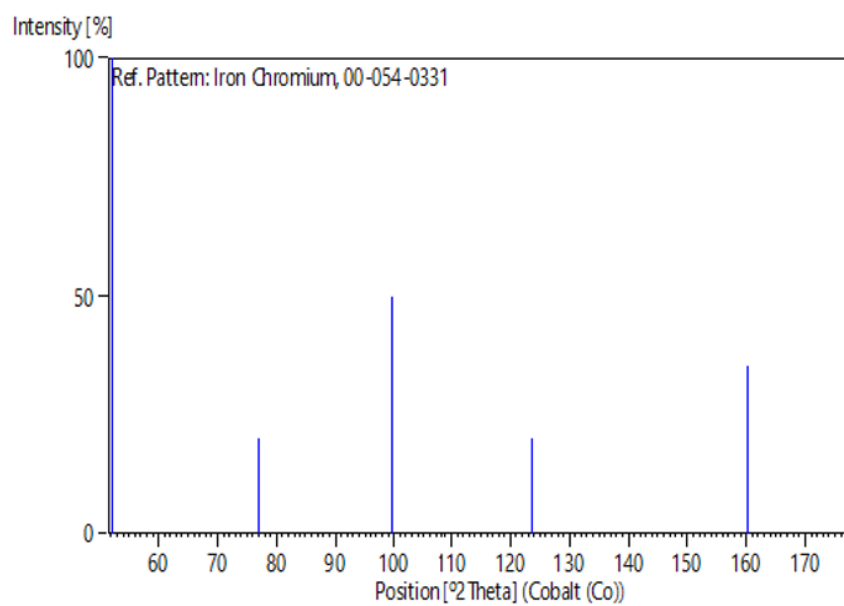
## References

Primary reference: Pfoertsch et al., Penn State Univ., University Park, PA, USA., *ICDD Grant-in-Aid*, (1983)

## Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	2,02900	52,318	100,0
2	2	0	0	1,43520	77,109	20,0
3	2	1	1	1,17200	99,499	50,0
4	2	2	0	1,01500	123,596	20,0
5	3	1	0	0,90790	160,291	35,0
6	2	2	2	0,82860		14,0

## Stick Pattern





## Inox CFC

### Name and formula

Reference code:	00-033-0397
Compound name:	Chromium Iron Nickel Carbon
Common name:	austenite
PDF index name:	Chromium Iron Nickel Carbon
Empirical formula:	$C_{0.06}Cr_{0.29}FeNi_{0.16}$
Chemical formula:	$FeCr_{0.29}Ni_{0.16}C_{0.06}$

### Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Fm-3m
Space group number:	225
a (Å):	3,5911
b (Å):	3,5911
c (Å):	3,5911
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	46,31
Z:	4,00
RIR:	-

### Subfiles and quality

Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic Inorganic
Quality:	Star (S)

### Comments

Color:	Black
Creation Date:	01/01/1970
Modification Date:	01/01/1970
Color:	Black
Analysis:	Quantitative analysis by Atomic Absorption Spectroscopy: chromium 17.9%, nickel 11.4%, molybdenum <0.01%, silicon 0.88%, analysis incomplete. Austenitic steel. Synthetic taenite is Ni-Fe rich analog.

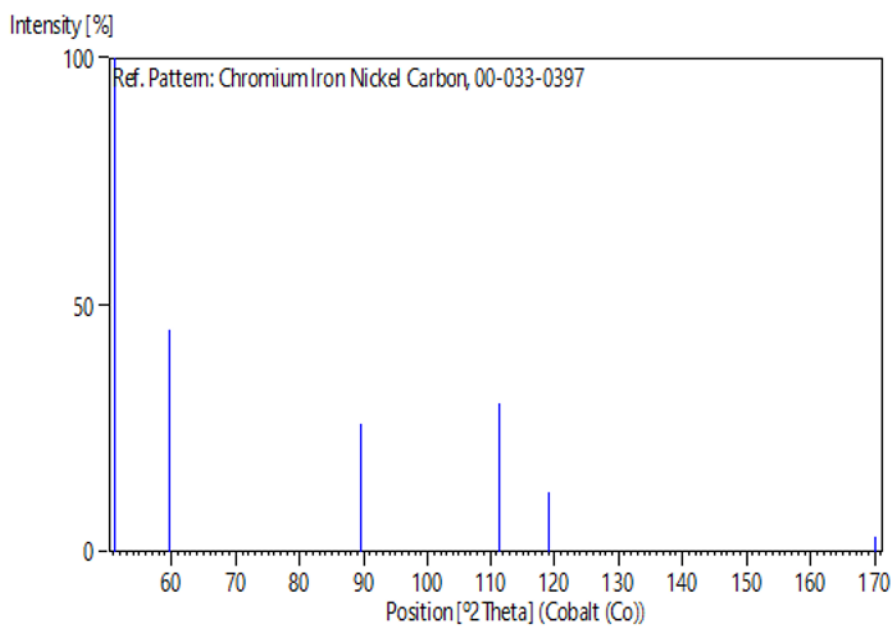
### References

Primary reference:	Pfoertsch, Ruud, Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA., <i>ICDD Grant-in-Aid</i> , (1982)
--------------------	--

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	1	2,07500	51,073	100,0
2	2	0	0	1,79610	59,739	45,0
3	2	2	0	1,26970	89,578	26,0
4	3	1	1	1,08280	111,401	30,0
5	2	2	2	1,03680	119,255	12,0
6	4	0	0	0,89790	170,032	3,0

### Stick Pattern



## NiTi austenítico

### Name and formula

Reference code:	03-065-4572
Compound name:	Nickel Titanium
PDF index name:	Nickel Titanium
Empirical formula:	NiTi
Chemical formula:	NiTi

### Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Pm-3m
Space group number:	221
a (Å):	3,0070
b (Å):	3,0070
c (Å):	3,0070
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	6,51
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	27,19
Z:	1,00
RIR:	9,86

### Subfiles and quality

Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic Inorganic NIST Pattern
Quality:	Calculated (C)

### Comments

Creation Date:	01/01/1970
Modification Date:	01/01/1970
A 42991 48167 0. Temperature Factor:	TF was not given, B set to 1.000 for calc
Sample Preparation:	Mixture of the elements was annealed at 1000 ° C for 5 days in evacuated quartz ampoule then quenched into water
Calculated Pattern Original Remarks:	Unit cell dimension taken from figure; solute Ni <sub>1-x</sub> Ti <sub>x</sub> , x= 0.45-0.51, a= 0.2986-0.3012 nm, linear dependence, (information taken from figure). Gitterkonstanten der kubisch raumzentrierten Phasen FeTi, CoTi, NiTi.

### References

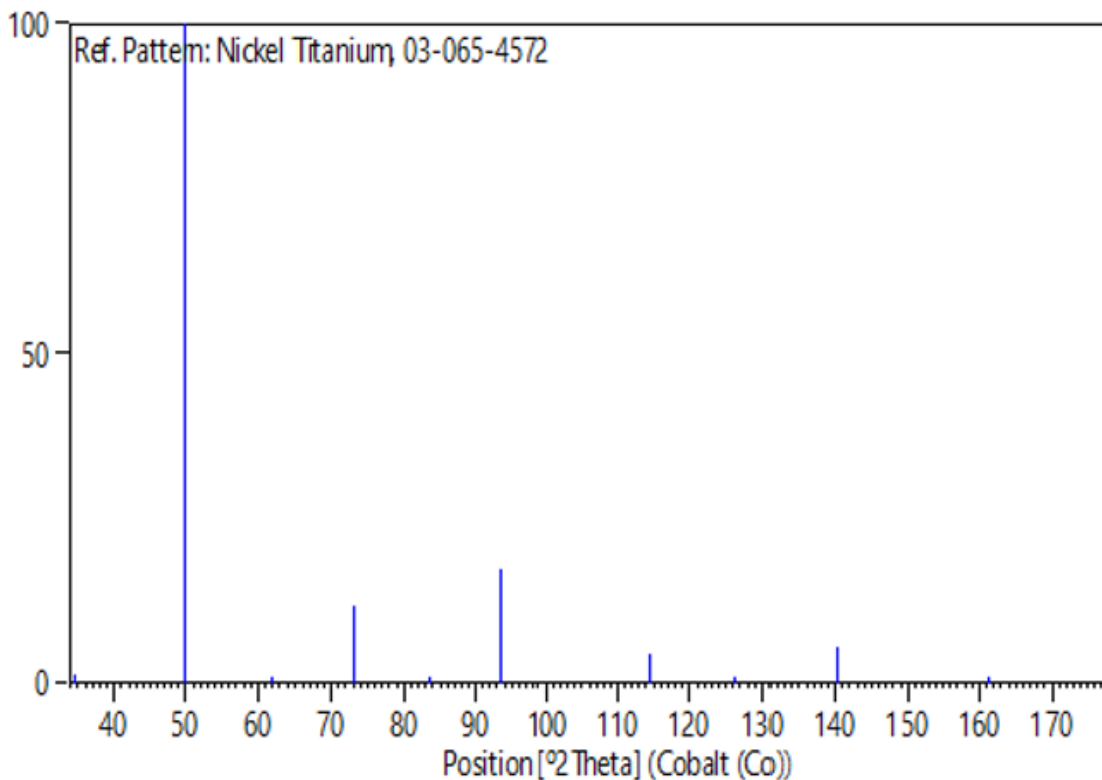
Primary reference:	<i>Calculated from NIST using POWD-12++</i>
Structure:	Stuewe, H.-P., Shimomura, Y., <i>Z. Metallkd.</i> , <b>51</b> , 180, (1960)

## Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	3,00700	34,612	1,3
2	1	1	0	2,12627	49,757	100,0
3	1	1	1	1,73609	62,027	0,3
4	2	0	0	1,50350	73,018	11,7
5	2	1	0	1,34477	83,391	0,2
6	2	1	1	1,22760	93,549	17,6
7	2	2	0	1,06314	114,572	4,4
8	3	0	0	1,00233	126,359	0,1
9	3	1	0	0,95090	140,338	5,6
10	3	1	1	0,90664	161,227	0,1
11	2	2	2	0,86805		1,4
12	3	2	0	0,83399		0,1
13	3	2	1	0,80366		7,4

## Stick Pattern

Intensity [%]



9.5 APÊNDICE 5: Tabelas de valores de Ra obtidos por perfilometria óptica:

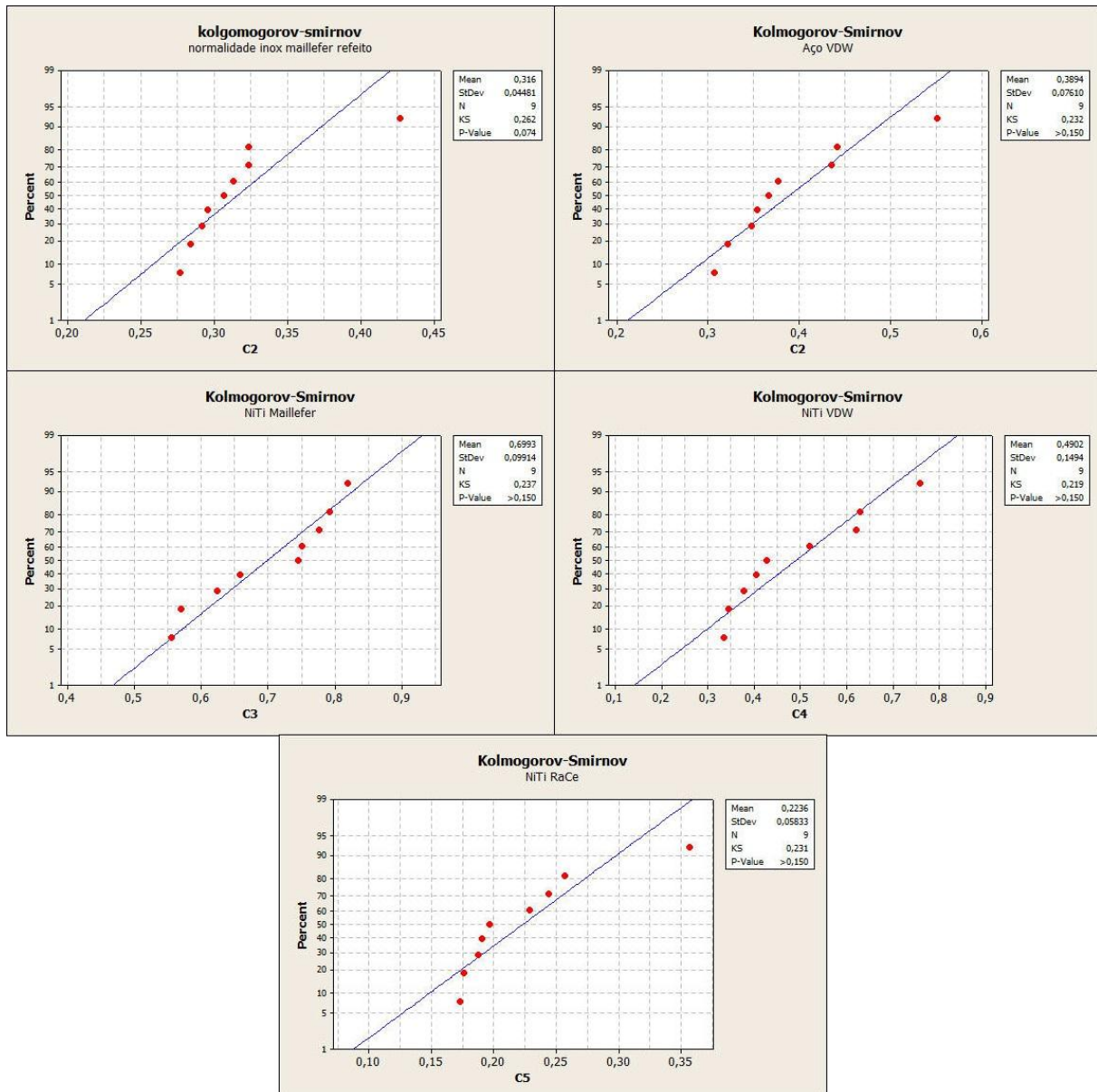
<b>INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS</b>					
	<b>Inox</b>		<b>NiTi</b>		
	<b>Maillefer</b>	<b>VDW</b>	<b>Maillefer</b>	<b>VDW</b>	<b>RaCe</b>
	Ra (µm)	Ra (µm)	Ra (µm)	Ra (µm)	Ra (µm)
CP1 Área 1	0,608	0,377	0,57	0,344	0,176
CP1 Área 2	0,427	0,436	0,556	0,334	0,197
CP1 Área 3	0,284	0,552	0,624	0,377	0,191
CP2 Área 1	0,292	0,307	0,751	0,62	0,257
CP2 Área 2	0,277	0,348	0,819	0,629	0,244
CP2 Área 3	0,324	0,322	0,658	0,758	0,173
CP3 Área 1	0,313	0,442	0,777	0,427	0,357
CP3 Área 2	0,492	0,367	0,793	0,404	0,229
CP3 Área 3	0,266	0,354	0,746	0,519	0,188

<b>FIO DE AÇO INOXIDÁVEL</b>				
	<b>90 graus</b>	<b>45 graus</b>	<b>Longitudinal</b>	<b>Sem ranhura</b>
	Ra (µm)	Ra (µm)	Ra (µm)	Ra (µm)
CP1 Área 1	0,683	0,694	0,86	0,093
CP1 Área 2	0,613	0,77	1,031	0,095
CP1 Área 3	0,644	0,692	1,032	0,101
CP2 Área 1	0,834	1,07	0,712	0,093
CP2 Área 2	0,636	1,256	1,185	0,052
CP2 Área 3	1,203	0,998	0,772	0,076
CP3 Área 1	0,548	0,679	1,202	0,087
CP3 Área 2	0,607	0,463	1,306	0,08
CP3 Área 3	0,683	0,625	1,389	0,088

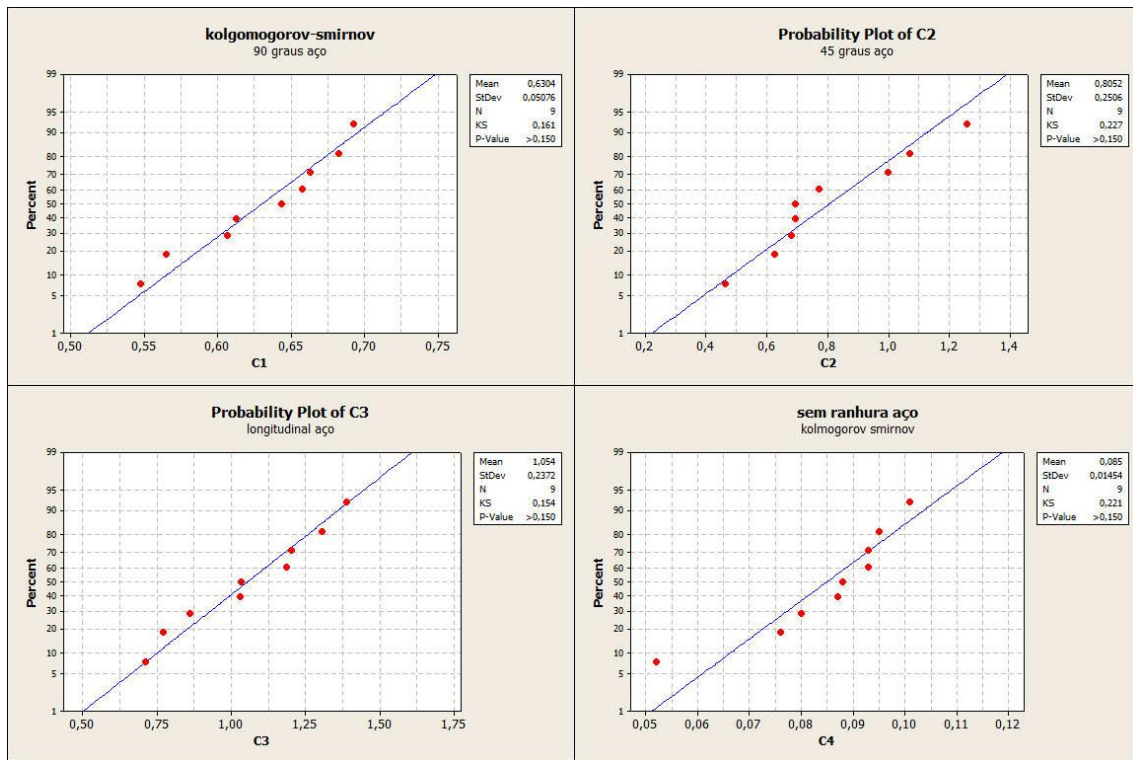
<b>FIO DE NITI</b>				
	<b>90 graus</b>	<b>45 graus</b>	<b>Longitudinal</b>	<b>Sem ranhura</b>
	Ra (µm)	Ra (µm)	Ra (µm)	Ra (µm)
CP1 Área 1	0,362	0,558	0,662	0,082
CP1 Área 2	0,295	0,625	0,584	0,097
CP1 Área 3	0,401	0,586	0,7	0,094
CP2 Área 1	0,375	0,366	0,765	0,091
CP2 Área 2	0,347	0,447	0,755	0,097
CP2 Área 3	0,562	0,671	0,67	0,094
CP3 Área 1	0,537	0,544	0,738	0,13
CP3 Área 2	0,441	0,514	0,674	0,117
CP3 Área 3	0,451	0,654	0,585	0,078

## 9.6 APÊNDICE 6: Testes de normalidade dos dados de Ra:

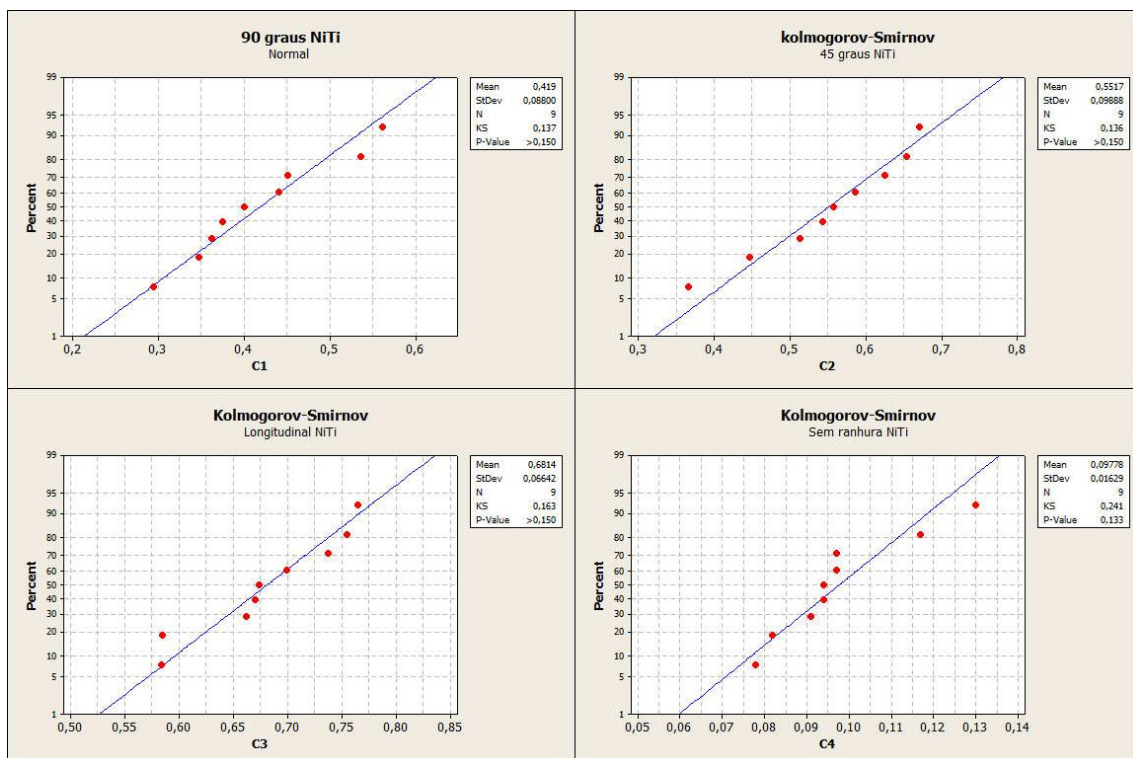
Instrumentos endodônticos:



## Fios de aço inoxidável



## Fios de NiTi



## 9.7 APÊNDICE 7: Relatórios dos ensaios de fadiga grupo I:

Instrumentos endodônticos (velocidade 300 rpm; torque 120 gcm)

	Aço inoxidável				NiTi					
	Maillefer		VDW		Maillefer		VDW		RaCe	
	t (s)	NCF	t (s)	NCF	t (s)	NCF	t (s)	NCF	t (s)	NCF
CP1	35	175	26	130	61	305	87	435	78	390
CP2	31	155	17	85	36	180	41	205	100	500
CP3	24	150	28	140	58	290	169	845	79	395
CP4	30	150	21	105	84	420	99	495	80	400
CP5	27	135	14	70	47	235	95	475	113	565
CP6	20	100	33	165	44	220	55	275	98	490

Fios aço inoxidável (velocidade 250 rpm; torque 120 gcm)

	90 graus		45 graus		Longitudinal		Sem ranhuras	
	t (s)	NCF	t (s)	NCF	t (s)	NCF	t (s)	NCF
CP1	8,3	34,6	8,1	33,75	17,3	72,1	17	70,8
CP2	10,3	42,9	11,4	47,5	17,4	72,5	18,4	76,7
CP3	8,3	34,6	10,6	44,2	14,3	59,6	15,8	65,8
CP4	9,6	40	10,7	44,6	19,3	80,4	16,2	67,5
CP5	8,3	34,6	9,8	40,8	18,1	75,4	16,4	68,3
CP6	8,5	35,4	10,4	43,3	17,1	71,3	18,4	76,7
CP7	7,1	29,6	8,6	35,8	14,1	58,8	19,9	82,9
CP8	10,7	44,6	10,3	42,9	17	70,1	20,3	84,6
CP9	7,2	30	9,1	37,9	18	75	20,8	86,7
CP10	8,9	37,1	11,5	47,9	18,9	78,7	16,5	68,8

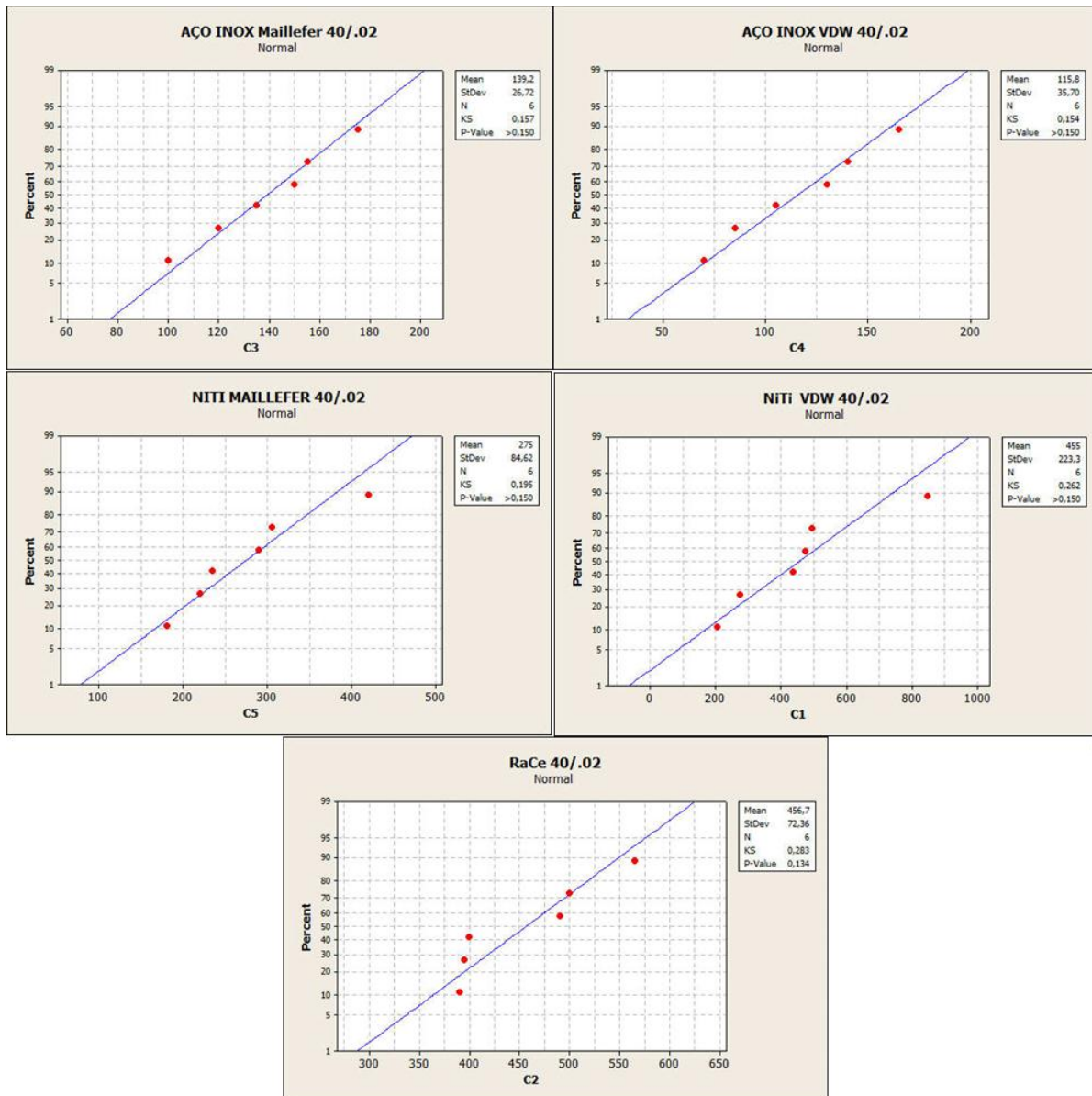


Fios NiTi (velocidade 420 rpm; torque 120 gcm)

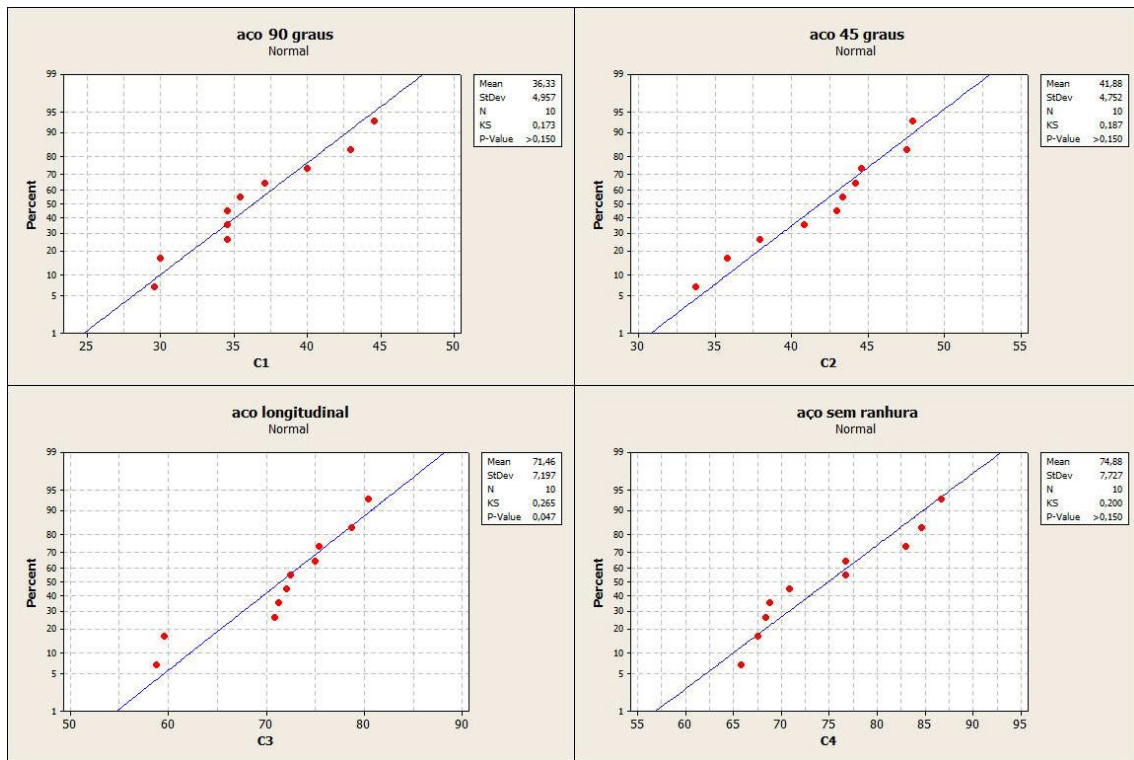
	<b>90 graus</b>		<b>45 graus</b>		<b>Longitudinal</b>		<b>Sem ranhuras</b>	
	<b>t (s)</b>	<b>NCF</b>	<b>t (s)</b>	<b>NCF</b>	<b>t (s)</b>	<b>NCF</b>	<b>t (s)</b>	<b>NCF</b>
CP1	50	350	80	560	219	1533	277	1939
CP2	65	455	68	476	238	1666	313	2191
CP3	52	364	97	679	116	812	283	1981
CP4	60	420	104	728	166	1162	212	1484
CP5	52	364	73	511	197	1379	191	1337
CP6	64	448	80	560	136	952	302	2114
CP7	61	427	81	567	175	1225	206	1442
CP8	70	490	104	728	125	875	274	1918
CP9	67	469	87	609	187	1309	207	1449
CP10	66	462	120	840	191	1337	273	1911

## 9.8 APÊNDICE 8: Testes de normalidade dos dados do ensaio de fadiga:

### Instrumentos endodônticos



## Fios de aço inoxidável



## Fios de NiTi

