

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

**BERNARDO CORRÊA DE ALMEIDA**

**CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS NiTi APÓS  
TRATAMENTOS TÉRMICOS**

**Rio de Janeiro  
2019**

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**BERNARDO CORRÊA DE ALMEIDA**

**CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS NiTi APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS**

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências dos Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Nelson Elias

Rio de Janeiro

2019

### CIP - Catalogação na Publicação

Almeida, Bernardo Corrêa de  
Caracterização de Ligas NiTi Após Tratamento  
Térmico / Bernardo Corrêa de Almeida. – Rio de  
Janeiro, 2019.  
146 f.

Orientador: Carlos Nelson Elias.

Tese (doutorado) – Instituto Militar de  
Engenharia, Ciência dos Materiais, 2019.

1. Tratamento térmico. 2. Níquel-titânio. 3.  
Instrumentos endodônticos. I. Elias, Carlos  
Nelson, orient. II. Título

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

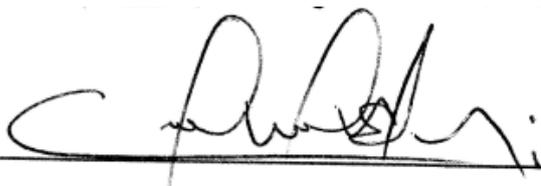
BERNARDO CORRÊA DE ALMEIDA

**CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS NiTi APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS**

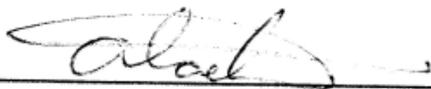
Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia

Orientador: Prof. Dr. Carlos Nelson Elias

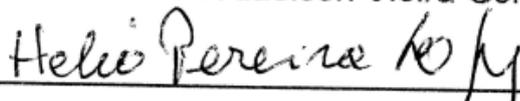
Aprovada em 07 de fevereiro de 2019 pela seguinte Banca Examinadora:



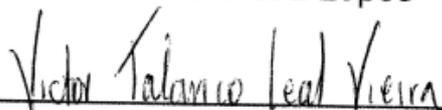
Prof. Carlos Nelson Elias – D.C. do IME – Presidente



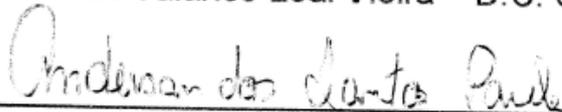
Prof. Alaelson Vieira Gomes – D.C. do IME



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



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



Prof.ª Anderson dos Santos Paula, D.C. do IME

Rio de Janeiro

2019

Dedico este trabalho à minha família, em especial  
Eloá, Stella, Ronaldo e Thiago.

## **AGRADECIMENTOS**

Gostaria de agradecer a todos que contribuíram para a realização deste trabalho e para minha vida acadêmica. Inicialmente quero agradecer a Deus por me dar sabedoria, persistência e paciência para enfrentar os desafios.

Quero agradecer à minha família e amigos por todo apoio e incentivo aos meus estudos. Agradeço a minha esposa Eloá pela parceria em todos os momentos importantes na minha vida. Agradeço aos meus pais, Stella e Ronaldo; meu irmão Thiago; meus tios e primos; meus avós Valter, Aparecida e Lourdes.

Gostaria de agradecer ao professor Elias pelos ensinamentos, parceria e orientações durante todo decorrer do curso, agradeço pela confiança e por sempre me incentivar.

Agradeço à todos os colegas do grupo de Biomateriais e a equipe do laboratório de Biomateriais do IME pelo suporte e ajuda constante durante todo o curso.

Estendo este agradecimento aos colegas que ingressaram junto comigo no programa de pós-graduação, em especial aos amigos Anderson, Ângelo e Thiago pela troca de conhecimento e amizade.

Agradeço ao programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do IME que possibilitou o desenvolvimento deste projeto além do meu desenvolvimento profissional. Agradeço também a todos os professores que foram extremamente importantes para minha formação.

“Quanto mais longe você conseguir olhar para trás, mais longe você verá para frente “— Winston Churchill

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE ILUSTRAÇÕES .....</b>	<b>10</b>
<b>LISTA DE TABELAS .....</b>	<b>12</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS .....</b>	<b>13</b>
<b>LISTA DE SIGLAS.....</b>	<b>14</b>
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>17</b>
<b>2 OBJETIVOS .....</b>	<b>20</b>
2.1 OBJETIVO GERAL .....	20
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	20
<b>3 REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>21</b>
3.1 LIGAS DE NITI.....	21
3.2 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA.....	22
3.3 ENERGIA LIVRE NA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA .....	23
3.4 MORFOLOGIA.....	25
3.5 TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO .....	27
3.6 FASES AUSTENÍTICA (B2) E MARTENSÍTICA (B19').....	28
3.7 FASE R .....	30
3.8 TERMOELASTICIDADE .....	32
3.9 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA E SUPERELASTICIDADE .....	34
3.10 METALURGIA DA LIGA DE NiTi .....	36
3.11 TRATAMENTO TÉRMICO DA LIGA DE NiTi.....	37
3.12 INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE NITI.....	45
3.13 LIGA CONVENCIONAL DE NiTi E INSTRUMENTOS PROTAPER UNIVERSAL.....	50
3.14 LIGA M-WIRE .....	51
3.15 FASE R estabilizada .....	52
3.16 LIGA CM WIRE .....	53
3.17 OUTRAS LIGAS DE NITI de aplicação em endodontia TRATADAS TERMICAMENTE .....	54
3.18 PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS INSTRUMENTOS DE NITI TRATADOS TERMICAMENTE .....	55
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>58</b>
4.1 MATERIAIS.....	58

4.2	MÉTODOS EXPERIMENTAIS .....	58
4.3	TRATAMENTOS TÉRMICOS .....	60
4.4	ENSAIO DE FLEXÃO EM 45° .....	63
4.5	ENSAIO DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA.....	64
4.6	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS .....	66
4.7	ENSAIO DE CORROSÃO .....	66
4.8	COMPOSIÇÃO QUÍMICA .....	68
4.9	CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (“ <i>Differential scanning calorimetry</i> ” - DSC) .....	70
4.10	METALOGRAFIA .....	71
4.11	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX) .....	71
4.12	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	72
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>73</b>
5.1	TRATAMENTO TÉRMICO DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS MANUAIS.....	73
5.2	FLEXÃO EM 45° E FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA EM INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS MANUAIS.....	77
5.3	TRATAMENTOS TÉRMICOS DOS FIOS ORTODÔNTICOS .....	82
5.4	FLEXÃO EM 45° E FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA EM FIOS ORTODÔNTICOS.....	85
5.5	TRATAMENTO TÉRMICO DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS .....	94
5.6	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS .....	98
5.7	ANÁLISE METALOGRÁFICA DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS .....	100
5.8	ANÁLISE DA DIFRAÇÃO DE RX E DSC DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS .....	103
5.9	FLEXÃO EM 45° EM INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS .....	108
5.10	FLEXÃO ROTATIVA EM INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS .....	113
5.11	MICRODUREZA VICKERS DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS .....	116
5.12	RESISTÊNCIA À CORROSÃO DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS .....	120
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>124</b>
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>126</b>

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<b>FIG. 3.1</b>	Representação da temperatura com a variação de energia livre para a transformação martensítica. ....	23
<b>FIG. 3.2</b>	Placas de martensita em uma liga Fe-Ni.....	25
<b>FIG. 3.3</b>	Representação do cisalhamento e relevo na superfície associado à formação da martensita.....	26
<b>FIG. 3.4</b>	Representação esquemática da transformação martensítica com suas temperaturas características .....	27
<b>FIG. 3.5</b>	Representação esquemática do plano de interface austenita-martensita.....	29
<b>FIG. 3.6</b>	Estruturas cristalinas e microestrutura de martensita e austenita na liga NiTi.....	30
<b>FIG. 3.7</b>	Estrutura cristalina e microestrutura da Fase R na liga NiTi.....	31
<b>FIG. 3.8</b>	Diagrama de fases do sistema NiTi.....	32
<b>FIG. 3.9</b>	Representação esquemática da transformação martensítica por influência de aplicação de carga e temperatura .....	33
<b>FIG. 3.10</b>	Representação esquemática do efeito memória de forma .....	34
<b>FIG. 3.11</b>	Representação esquemática das propriedades de efeito memória de forma e superelasticidade na liga de NiTi.....	36
<b>FIG. 3.12</b>	Estágios do tratamento térmico de recozimento .....	40
<b>FIG. 3.13</b>	Distribuição de precipitados de Ni <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> em uma liga NiTi.....	42
<b>FIG. 3.14</b>	Análise por Calorimetria Diferencial de Varredura de duas ligas NiTi: (a) liga com memória de forma e (b) liga superelástica.....	44
<b>FIG. 3.15</b>	Gráfico tensão-deformação-temperatura de um instrumento com liga de NiTi martensítica, observar-se o platô de tensão durante a reorientação da martensita .....	48
<b>FIG. 3.16</b>	Instrumento Protaper Universal F2.....	51
<b>FIG. 4.1</b>	Liga de NiTi na forma de fio ortodôntico (A), instrumento endodôntico manual NiTi K-file (B) e instrumento rotatório Protaper Universal F2 (C) .....	58
<b>FIG. 4.2</b>	Representação esquemática das etapas e métodos experimentais realizados. ....	59
<b>FIG. 4.3</b>	Forno NBD-O1200 utilizado para os tratamentos térmicos .....	60
<b>FIG. 4.4</b>	Representação esquemática dos tratamentos térmicos realizados ...	62
<b>FIG. 4.5</b>	Configurações para o ensaio de flexão em 45° realizado nos fios e instrumentos de NiTi.....	63
<b>FIG. 4.6</b>	Dispositivo desenvolvido para o ensaio de fadiga por flexão rotativa	64
<b>FIG. 4.7</b>	Configuração para ensaio de fadiga por flexão rotativa .....	65
<b>FIG. 4.8</b>	Canal simulado utilizado no ensaio de fadiga e suas características .	65
<b>FIG. 4.9</b>	Configuração do ensaio de corrosão.....	67
<b>FIG. 4.10</b>	Extrapolação de Tafel realizado no software OriginPro.....	68
<b>FIG. 4.11</b>	Espectrômetro Epsilon 3 XLE, indicando a posição da amostra no interior do aparelho.....	69
<b>FIG. 4.12</b>	Análise no software Omniam dos picos obtidos na espectrometria de fluorescência de raios X .....	69
<b>FIG. 4.13</b>	Instrumentos endodôntico Protaper Universal embutidos e preparados antes da etapa de revelação da microestrutura .....	71
<b>FIG. 5.1</b>	Instrumentos endodônticos manuais após tratamento térmico. ....	74

<b>FIG. 5.2</b> Instrumentos K3 .....	76
<b>FIG. 5.3</b> Variação da força com a deformação média dos instrumentos submetido ao ensaio de flexão em 45° .....	77
<b>FIG. 5.4</b> Valores obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa dos instrumentos endodônticos manuais .....	80
<b>FIG. 5.5</b> Fios ortodônticos tratados termicamente.....	83
<b>FIG. 5.6</b> Curvas Força x Deformação médias obtidas no ensaio de flexão em 45° do grupo FO-ST .....	85
<b>FIG. 5.7</b> Curvas Força x Deformação médias obtidas no ensaio de flexão em 45° .....	86
<b>FIG. 5.8</b> Curvas Força x Deformação médias obtidas no ensaio de flexão em 45° .....	87
<b>FIG. 5.9</b> Curvas Força x Deformação médias obtidas no ensaio de flexão em 45° .....	88
<b>FIG. 5.10</b> Valores obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa de fios ortodônticos sem tratamento térmico .....	90
<b>FIG. 5.11</b> Valores obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa de fios ortodônticos tratados termicamente à 450 °C .....	91
<b>FIG. 5.12</b> Valores obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa de fios ortodônticos tratados termicamente à 500 °C .....	91
<b>FIG. 5.13</b> Valores obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa de fios ortodônticos tratados termicamente à 550 °C .....	92
<b>FIG. 5.14</b> Instrumentos endodônticos Protaper Universal após tratamento térmico.....	95
<b>FIG. 5.15</b> Espectros de fluorescência de raios X dos instrumentos Protaper Universal.....	98
<b>FIG. 5.16</b> Imagens por microscopia óptica do núcleo dos instrumentos Protaper Universal após polimento .....	101
<b>FIG. 5.17</b> Imagens por microscopia óptica do núcleo dos instrumentos Protaper Universal após revelação da microestrutura.....	102
<b>FIG. 5.18</b> Representação esquemática das curvas de DSC dos instrumentos endodônticos Protaper Universal.....	104
<b>FIG. 5.19</b> Difrátogramas dos instrumentos endodônticos Protaper Universal	105
<b>FIG. 5.20</b> Curvas Força x Deformação médias obtidas no ensaio de flexão em 45° .....	109
<b>FIG. 5.21</b> Tempos para a fratura dos instrumentos rotatórios Protaper Universal submetidos ao ensaio de fadiga por flexão rotativa.....	113
<b>FIG. 5.22</b> Variação da microdureza Vickers (HV) dos instrumentos ao longo do comprimento.....	117
<b>FIG. 5.23</b> Marca da endentação imperfeita no ensaio de microdureza Vickers do grupo PTU-ST dos instrumentos rotatórios de NiTi. ....	119
<b>FIG. 5.24</b> Curvas de polarização potenciodinâmicas dos instrumentos. ....	120
<b>FIG. 5.25</b> Sobreposição das curvas de polarização potenciodinâmicas na avaliação do potencial de corrosão .....	121

## LISTA DE TABELAS

<b>TAB. 3.1</b>	Propriedades das ligas NiTi .....	21
<b>TAB. 3.2</b>	Instrumentos endodônticos atuais com suas respectivas ligas de NiTi. .....	49
<b>TAB. 4.1</b>	Identificação das amostras com base no tratamento térmico realizado .....	61
<b>TAB. 5.1</b>	Valores médios da força (gf) aplicada para flexionar em 45° os instrumentos endodônticos manuais em 45° .....	78
<b>TAB. 5.2</b>	Valores médios do tempo (s) e número de ciclos para a fratura (NCF) dos instrumentos endodônticos manuais submetidos ao ensaio de fadiga por flexão rotativa .....	81
<b>TAB. 5.3</b>	Valores médios da força (gf) aplicada para flexionar em 45° os fios ortodônticos (média ± desvio padrão) .....	89
<b>TAB. 5.4</b>	Valores médios de tempo (s) e número de ciclos para a fratura (NCF) dos fios ortodônticos submetidos ao ensaio de fadiga por flexão rotativa (média ± desvio padrão) .....	92
<b>TAB. 5.5</b>	Composição química do instrumento Protaper Universal por espectrometria de fluorescência de raios X.....	98
<b>TAB. 5.6</b>	Temperaturas de transformação obtidas nos ensaios de DSC .....	104
<b>TAB. 5.7</b>	Valores médios da força (gf) aplicada para a flexão em 45° dos instrumentos endodônticos rotatórios .....	110
<b>TAB. 5.8</b>	Valores médios de tempo (s) e número de ciclos para a fratura (NCF) dos instrumentos endodônticos rotatórios submetidos ao ensaio de fadiga por flexão rotativa .....	113
<b>TAB. 5.9</b>	Microdureza Vickers média dos instrumentos endodônticos rotatórios (média ± desvio padrão) ao longo do comprimento.....	117
<b>TAB. 5.10</b>	Valores médios do potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) e densidade da corrente de corrosão ( $j_{corr}$ ) (média ± desvio padrão).....	121

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

### ABREVIATURAS

SE	Superelasticidade
EMF	Efeito memória de forma
TM	Transformação martensítica
DRX	Difração de raios X
DSC	<i>Differential scanning calorimetry</i>
IM	Instrumento manual
FO	Fios ortodônticos
PTU	Protaper Universal
H	Histerese

### SÍMBOLOS

°C	Graus celsius
°C/min	Graus celsius por minuto
µm	Micrômetro
A	Austenita
Af	Temperatura do final da transformação austenítica
Ai	Temperatura de início da transformação austenítica
B19'	Martensita monoclinica
g/cm <sup>3</sup>	Gramas por centímetro cúbico
gf	Grama-força
GPa	Gigapascal
HV	Número Vickers
K	Kelvin
kg	Quilograma
KgF	Quilograma-força
Kv	Kilovolt
m	Metro
mA	Miliampere
Mf	Temperatura do final da transformação da martensita
mg	Miligrama
Mi	Temperatura de início da transformação austenítica
mm	Milímetro
MPa	Megapascal
N	Newton
nm	Nanômetro
r	Raio
rpm	Rotação por minuto
s	Segundos
T <sub>amb</sub>	Temperatura ambiente
W	Watt
ΔG	Variação de energia Livre
t	Tempo

## LISTA DE SIGLAS

ASTM	American Society For Testing And Materials
ISO	International Organization for Standardization
IME	Instituto Militar De Engenharia
EUA	Estados Unidos
EDXRF	Fluorescência De Raios X Por Energia Dispersiva

## RESUMO

O objetivo do presente estudo foi analisar a influência do tratamento térmico na microestrutura e nas propriedades mecânicas de instrumentos endodônticos de NiTi. Foram utilizados fios ortodônticos e instrumentos endodônticos manuais para se definir os parâmetros de tratamento térmico adequados para maximizar as propriedades mecânicas, em seguida realizou-se tratamentos térmicos dos instrumentos rotatórios Protaper Universal nas condições selecionadas. A realização de tratamentos térmicos nos instrumentos endodônticos manuais e fios ortodônticos resultou em aumento das propriedades mecânicas de flexibilidade e resistência à fratura por fadiga cíclica, sendo as temperaturas de 450 °C e 500 °C em um tempo de 10 min que apresentaram os melhores resultados. Os instrumentos endodônticos Protaper Universal caracterizaram-se como austeníticos em temperatura ambiente e com um maior teor de Ni em sua liga. Após tratamento térmico, observou-se aumento da temperatura final de formação de austenita, indicando que a liga apresenta austenita e martensita em temperatura ambiente. A análise metalográfica dos instrumentos indicou alterações na liga de NiTi após tratamentos térmicos realizados. Além disso, os tratamentos térmicos resultaram em alteração na cor apresentada pelos instrumentos em decorrência de alterações na camada superficial de óxido de titânio, caracterizando-se em cores dourada e azul. As propriedades mecânicas de flexibilidade e resistência à fratura por fadiga cíclica apresentaram significativa melhora após tratamento térmico dos instrumentos Protaper Universal. Os instrumentos tratados termicamente apresentaram diminuição da dureza, independente da temperatura de tratamento utilizada. Não houve aumento da resistência à corrosão após tratamento térmico nas condições selecionadas. Os tratamentos térmicos nas temperaturas de 450 °C e 500 °C por 10 min resultaram em alterações microestruturais nos instrumentos endodônticos rotatórios Protaper Universal e promoveram um aumento das propriedades mecânicas com interesse direto na prática clínica, como flexibilidade e resistência a fadiga.

## ABSTRACT

The aim of this study was to analyze the influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of NiTi endodontic instruments. Orthodontic wires and manual endodontic instruments were used to select the heat treatment parameters to maximize the mechanical properties and then heat treatment was performed for rotary Protaper Universal instruments under the selected conditions. The performance of thermal treatments in manual endodontic instruments and orthodontic wires resulted in increase of mechanical properties, such as flexibility and fracture resistance due to cyclic fatigue. Temperatures of 450 °C and 500 °C in a time of 10 min, presented the best results. The Protaper Universal endodontic instruments were characterized as austenitic at room temperature and with a higher Ni content in their alloy. After heat treatment, the final temperature of austenite formation was increased, indicating that the alloy presents austenite and martensite at room temperature. The metallographic analysis of the instruments indicated decrease of NiTi alloy particles after thermal treatments. Additionally, the heat treatments result in color change provided by instruments due to changes in the surface layer of titanium oxide, characterized in golden color and blue. The mechanical properties of flexibility and fracture resistance due to cyclic fatigue showed significant improvement after heat treatment of the Protaper Universal instruments. The thermally treated instruments presented a decrease in hardness, regardless of the treatment temperature used. There was no increase in corrosion resistance after heat treatment under the selected conditions. Heat treatments at temperatures of 450 °C and 500 °C for 10 min resulted in microstructural changes in Protaper Universal rotary endodontic instruments and promoted an increase in mechanical properties with direct interest in clinical practice, such as flexibility and fatigue resistance.

## 1 INTRODUÇÃO

O tratamento endodôntico visa a limpeza e modelagem do sistema de canais radiculares, para sua posterior obturação (ELIAS *et al.*, 2014). O preparo químico-mecânico é responsável direto para o sucesso a longo prazo do tratamento. Esse fato deve-se, principalmente, a importância da etapa de instrumentação, onde em associação com outros agentes, como soluções irrigadoras e medicação intracanal, irão promover a redução do número de patógenos no interior do canal radicular.

A evolução e introdução de novos materiais na odontologia, assim como o maior conhecimento dos agentes causadores das patologias pulpares e periapicais, levaram a alterações nas etapas do tratamento, o que aumentou significativamente taxa de sucesso a longo prazo, além de permitir uma grande redução no tempo transoperatório. Dentre essas alterações, destaca-se a introdução do preparo radicular utilizando instrumentos endodônticos confeccionados com ligas metálicas de níquel-titânio (NiTi).

A introdução de instrumentos endodônticos de NiTi na prática clínica resultou em uma melhora significativa da qualidade do tratamento, permitindo uma instrumentação mais segura mantendo-se a conformação original do canal. Observou-se que instrumentos confeccionados com a liga de NiTi apresentavam maior flexibilidade quando comparados com os instrumentos tradicionais de aço inoxidável comumente utilizados (WALIA *et al.*, 1988; PEDULLA *et al.*, 2015; LA ROSA *et al.*, 2017).

As ligas de NiTi são caracterizadas como ligas com memória de forma. Quando submetidas a determinadas variações de temperatura e tensão, passam por uma mudança de fase não-difusional, denominada transformação martensítica (TM). A alteração da estrutura cristalina e características na transformação influenciam diretamente nas propriedades mecânicas apresentadas. Dentre as principais propriedades características da liga de NiTi utilizada para confecção de instrumentos endodônticos destacam-se o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE) (OTSUKA *et al.*, 1998; ALAPATI *et al.*, 2009; ZHANG *et al.*, 2018).

O EMF caracteriza-se como uma propriedade a qual, após deformações relativamente elevadas em temperaturas abaixo da formação por completo da

martensita, há uma recuperação da forma e dimensão original através de um posterior aquecimento em temperaturas onde ocorre a formação austenita. Enquanto que na SE, a recuperação de forma se dá apenas com a retirada da tensão, sem necessidade de aquecimento (OTSUKA *et al.*, 1998; OTSUKA *et al.*, 2005). Dessa forma, observa-se que nos instrumentos endodônticos de NiTi a TM ocorre devido a tensão gerada na curvatura do canal radicular no momento da instrumentação. Assim que o instrumento é retirado do interior do canal, a tensão aplicada cessa, ocorrendo a transformação reversa que restaura a forma original do instrumento (THOMPSON, 2000; SHEN *et al.*, 2013).

As propriedades mecânicas e características intrínsecas apresentadas pela liga de NiTi tornou possível a utilização de uma instrumentação mecanizada para a realização do preparo radicular, conferindo um ajuste mais preciso à anatomia do canal e sua adequada modelagem, além de aumentar o grau de segurança e diminuir o tempo de tratamento (ARENS *et al.*, 2003; ÇELIK *et al.*, 2013; ALCADE *et al.*, 2018).

Apesar das melhorias advindas da utilização da liga de NiTi, a fratura do instrumento durante sua utilização no interior do canal radicular ainda se apresenta como uma das principais dificuldades durante o tratamento endodôntico (KIM *et al.*, 2010; SIMON *et al.*, 2008; SILVA *et al.*, 2018). A fratura dos instrumentos endodônticos é um tema bastante compreendido e discutido na literatura científica, podendo-se observar sua ocorrência por meio de torção e fadiga rotativa (PARASHOS *et al.*, 2004; SILVA *et al.*, 2018). De uma forma geral, a fratura por torção ocorre devido ao travamento do corpo ou ponta do instrumento no interior do canal radicular, enquanto que a fratura por fadiga rotativa se desenvolve como o resultado da alternância de cargas aplicadas sobre instrumento no momento que está atuando continuamente em uma região de curvatura (SATTAPAN *et al.*, 2000).

Na tentativa de se obter melhorias nas propriedades mecânicas apresentadas e eliminar defeitos provenientes das etapas prévias de confecção, tem sido proposto alterações nos fatores que podem influenciar nas características de flexibilidade e resistência à fratura por fadiga apresentadas pelo instrumento, como mudanças na geometria da secção transversal, alteração no tipo de movimento adotado pelo sistema, melhoria no acabamento superficial e realização de diversos tipos de tratamentos termomecânicos

durante as diferentes etapas do processo de desenvolvimento do instrumento (LOPES *et al.*, 2010; CAPAR *et al.*, 2014; ELNAGHY, 2014; ALMEIDA *et al.*, 2015; LA ROSA *et al.*, 2017).

A realização de tratamentos térmicos propostos especificamente para os instrumentos endodônticos de NiTi promovem mudanças significativas nas características intrínsecas da liga e propriedades mecânicas apresentadas pelos instrumentos, destacando-se alterações locais na composição química, alívios de tensões residuais na rede, redução de defeitos da matriz, transformação estrutural de fase, alteração das temperaturas de transição de fase, além de promover um aumento significativo na flexibilidade e resistência à fadiga apresentados pelos instrumentos endodônticos (PÉREZ-HIGUERAS *et al.*, 2013; SHEN *et al.*, 2013; MARCELIANO-ALVES *et al.*, 2014; ALMEIDA *et al.*, 2015; GERGI *et al.*, 2015; ALCADE *et al.*, 2018).

A presente tese de doutorado insere-se no contexto de avaliar a influência da realização de tratamentos térmicos na características estruturais e propriedades mecânicas apresentadas pela liga de NiTi. Apesar de vasto relato na literatura sobre as melhorias provenientes de tratamentos térmicos nos instrumentos endodônticos, pouco são os estudos que visam avaliar a influência direta da temperatura e tempo de tratamento nas propriedades de interesse para a prática clínica como flexibilidade, resistência à fadiga por flexão rotativa e resistência à corrosão. Soma-se ainda a dificuldade encontrada nos diferentes estudos de se isolar somente a influência do tratamento térmico nas características apresentadas pela liga, uma vez que a comparação entre os diferentes instrumentos tratados termicamente sofre influência de outros fatores que podem participar diretamente dos resultados encontrados, como formato, geometria da secção transversal, composição química e acabamento superficial.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo do presente estudo é analisar a influência do tratamento térmico na microestrutura e nas propriedades mecânicas de instrumentos endodônticos de NiTi.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar os parâmetros de temperatura e tempo para se obter as melhores propriedades dos instrumentos endodônticos para aplicação clínica;
- Determinar a composição química através da espectrometria fluorescência de raios X;
- Avaliar por metalografia as características da liga;
- Caracterizar as fases estáveis a temperatura ambiente através da difração de raios X e definir as temperaturas de transformações de fase (DSC);
- Avaliar a flexibilidade do instrumento em ensaios de flexão em 45°;
- Avaliar a resistência à fadiga por flexão rotativa em canal simulado;
- Determinar a microdureza Vickers dos instrumentos;
- Avaliar a resistência à corrosão através das curvas de polarização potenciodinâmicas.

### 3 REVISÃO DE LITERATURA

#### 3.1 LIGAS DE NITI

As ligas de NiTi possuem características que permitem sua utilização em inúmeras aplicações tanto na área da engenharia quanto na medicina (CHEN *et al.*, 2014; TOKER *et al.*, 2018; ZHANG *et al.*, 2018). Suas excelentes propriedades físicas e mecânicas, biocompatibilidade e resistência à corrosão as tornam como um dos principais biomateriais metálicos para confecção de dispositivos e instrumentos (CHEN *et al.*, 2014; DULSKI *et al.*, 2018; TOKER *et al.*, 2018).

As ligas de NiTi se caracterizam como ligas termoelásticas, onde após sofrerem uma deformação elástica retornam à sua forma inicial quando submetidas a um aquecimento em temperatura característica (SHEN *et al.*, 2013; KLYMUS *et al.*, 2018). Quando a composição química é próxima da equiatômica, tais ligas apresentam propriedades características de efeito de memória de forma (EMF) e superelasticidade (SE), estando essas propriedades associadas a transformações não difusionais induzidas por fatores como aquecimento, resfriamento e aplicação de tensão, denominadas transformação martensítica (TM) (OTSUKA *et al.*, 2005; PAULA, 2006; LAGOUDA, 2008; SHEN *et al.*, 2013). Na TAB. 3.1 estão descritos algumas das propriedades das ligas de NiTi com memória de forma.

**TAB. 3.1** Propriedades das ligas NiTi

Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	6,45
Temperatura de fusão (°C)	~1300
Resistividade elétrica (μ Ω.cm)	100 (austenita) / 70 (martensita)
Condutividade térmica (W/m.K)	18 (austenita) / 8,5 (martensita)
Capacidade calorífica (J/Kg.K)	400
Módulo de Young (GPa)	~80 (austenita) / 25-40 (martensita)
Tensão de ruptura (MPa)	195-690 (austenita) / 70-140 (martensita)
Temperaturas de transformação (°C)	-200-110
Deformação recuperável (% em tração)	8,5

### 3.2 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA

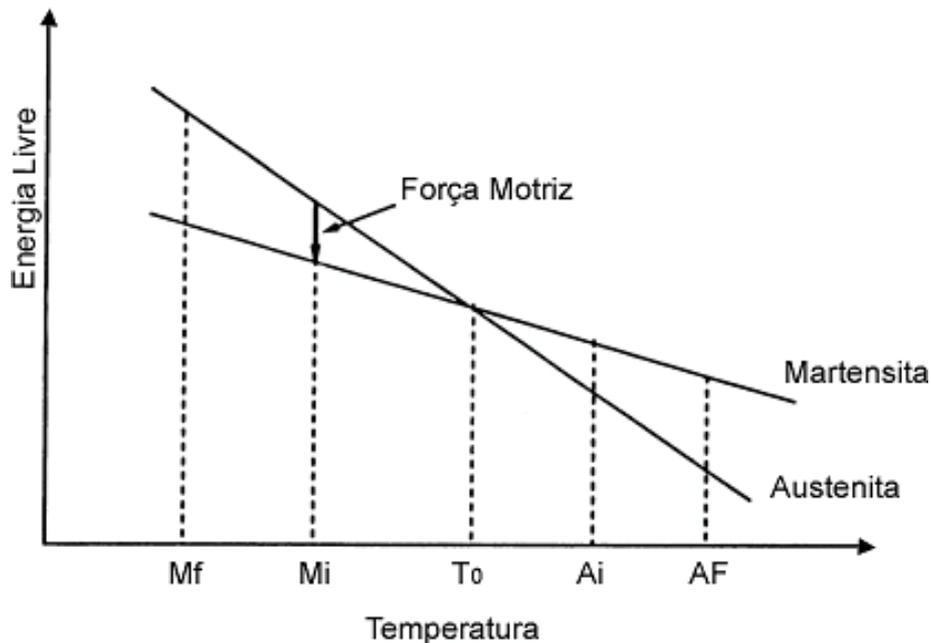
A TM é uma transformação no estado sólido, não difusional, que se dá através de um mecanismo de cisalhamento, onde ocorre uma movimentação cooperativa, quase simultânea, de átomos resultando na formação de uma nova fase. Segundo BURKE (1965) define-se transformação martensítica como sendo “uma transformação na qual o crescimento dos cristais produto acontece através de um movimento coordenado de átomos do cristal matriz, de tal forma que gera uma estrutura produto, sendo a distância através da qual qualquer átomo move-se no curso da transformação, uma fração de um espaçamento de rede”. É uma transformação de primeira ordem com um cisalhamento homogêneo da rede cristalográfica, que devido ao seu caráter adifusional, gera uma concentração de átomos de soluto da fase produto igual à da fase matriz (COHEN, 1982; LOEB *et al.*, 1994; LAGOUDA, 2008).

O termo TM foi primeiramente relacionado à alteração estrutural que ocorre na têmpera dos aços, sendo estudada em seguida em outros sistemas como ligas a base de ferro sem carbono e ligas de metais não ferrosos (OTSUKA *et al.*, 1998; SANTOS, 2003; LAGOUDA, 2008). Dessa forma, historicamente a martensita era considerada como o produto da transformação da austenita do aço submetido a um rápido resfriamento (OTSUKA *et al.*, 1998). Posteriormente, constatou-se que não somente os aços poderiam apresentar esse tipo de transformação, outras ligas como ferro-cromo, cobre-alumínio e ferro-níquel e elementos puros, como titânio e cobalto, também apresentam esse tipo de transformação (OTSUKA *et al.*, 2002).

A transformação de fase se dá por meio da movimentação coletiva e coordenada dos átomos a uma distância menor que do espaçamento interatômico da fase matriz, implicando em uma deformação elástica do reticulado cristalino (KRAUSS, 1997; PORTER *et al.*, 2009). Essa movimentação se dá como um cisalhamento em relação a um plano e direção cristalográfica bem definida, o que resulta em relações de orientação particulares entre a fase transformada e a fase matriz (LOEB *et al.*, 1994; PORTER *et al.*, 2009).

### 3.3 ENERGIA LIVRE NA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA

A TM caracteriza-se por não resultar em variação de composição nas fases presentes na liga. Dessa forma, é possível representar as curvas de energia livre de austenita e martensita em função da temperatura, como observado na FIG. 3.1.



**FIG. 3.1** Representação da temperatura com a variação de energia livre para a transformação martensítica.  $M_i$  - temperatura inicial de formação de martensita,  $M_f$  - temperatura final de formação de martensita,  $A_i$  - temperatura inicial de formação de austenita,  $A_f$  temperatura final de formação de austenita e  $T_0$  - temperatura de equilíbrio. Adaptado de FUNAKUBO, 1987

A busca pelo estado mínimo de energia livre faz com que a fase estável de menor energia varie de acordo com a temperatura no sistema. Em  $T_0$  há um equilíbrio termodinâmico entre as fases austenita e martensita, em temperaturas acima de  $T_0$  encontra-se austenita estável, dessa forma é necessário um resfriamento até a temperatura  $M_i$  para que inicie a transformação da fase martensita (OTSUKA *et al.*, 1998). Entretanto, a TM não ocorre somente em função de uma temperatura  $M_i$ , a força motriz para transformação também inclui influências não químicas, como energia de interface austenita-martensita e

energia de deformação da transformação, dentre outros fatores (OTSUKA *et al.*, 1976; GUENIN, 1995; ZURBITU *et al.*, 2010).

A nucleação e desenvolvimento de martensita na fase matriz austenítica promove alterações de forma e diminuição no volume, resultando em uma deformação proporcional dentro da fase matriz que se acomoda elasticamente, gerando uma energia elástica devido a deformação (GONZALEZ, 2002; CASTILHO 2017). Observa-se que ao aquecer a liga essa energia elástica armazenada é recuperada reversivelmente na transformação reversa para formação da austenita, o que favorece uma movimentação e retorno das interfaces para o estado original (OTSUKA *et al.*, 1976). A variação de temperatura associado a energia elástica no sistema proporciona o efeito termoelástico nas ligas com memória de forma (OTSUKA *et al.*, 1998; GONZALEZ, 2002; CASTILHO 2017).

Dessa forma, além da influência da energia química livre associado à temperatura, também irão contribuir no somatório do sistema para que ocorra a TM as energias livres não químicas, estas associadas a energia entre interfaces austenita-martensita, energias de deformações elásticas e energia de deformações plástica (OTSUKA *et al.*, 1976; GUENIN, 1995).

Segundo Funakubo (1987), a variação de energia livre ( $\Delta G$ ) para transformação é representada pela seguinte expressão:

$\Delta G$ : Energia química + Energia de interface + Energia de deformação (elástica + plástica),

assumindo-se que a nucleação do cristal de martensita sob a forma de uma lente de raio  $r$  e espessura média  $t$  onde  $r \gg t$ , observa-se matematicamente:

$$\Delta G_{A-M} = \pi r^2 t \Delta G_Q + 2\pi r^2 \sigma + \pi r t^2 (A + B),$$

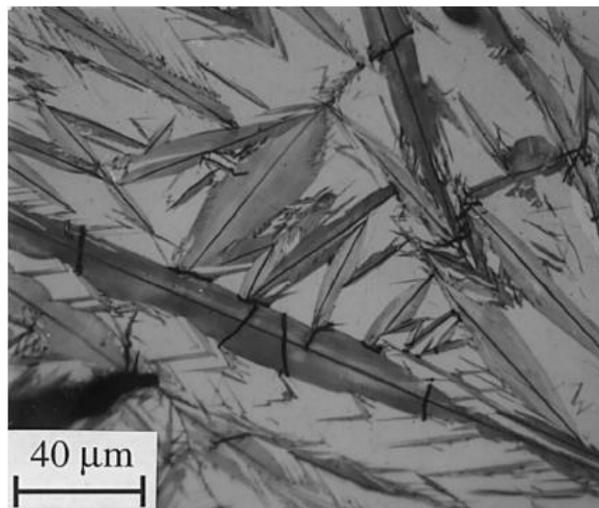
onde  $\Delta G_{A-M}$  é a variação de energia para TM, o termo  $\pi r^2 t$  representa o volume aproximado do cristal de martensita,  $\Delta G_Q$  é variação de energia livre por unidade de volume; o termo  $2\pi r^2 \sigma$  representa a energia livre de interface, onde  $2\pi r^2$  é a área superficial aproximada e  $\sigma$  energia da interface; por fim,  $\pi r t^2 (A + B)$

representa a parcela de deformação elástica (A) e plástica (B), onde o termo  $\pi r^2$  é o volume aproximado do cristal de martensita (CASTILHO, 2017).

Nota-se que a energia livre não química armazenada durante a TM impacta diretamente na influência da temperatura para transformação, sendo assim as temperaturas de transformação sofrerão variação dependendo das interfaces formadas e deformações inseridas na liga de NiTi (OTSUKA *et al.*, 1976).

### 3.4 MORFOLOGIA

A martensita formada a partir da fase matriz apresenta uma morfologia característica em forma de placas, agulhas ou ripas que se projetam através da superfície (PORTER *et al.*, 2009), FIG. 3.2. O crescimento se dá rapidamente nessa fase, propagando-se até sofrer interrupção por uma “barreira”, seja um contorno de grão de austenita ou outra estrutura martensítica presente no sistema (PORTER *et al.*, 2009; BENAVIDES, 2013).



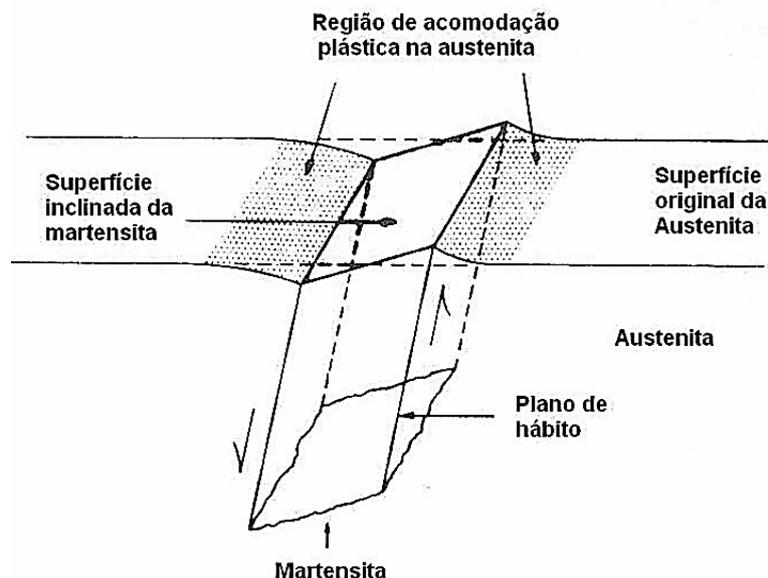
**FIG. 3.2** Placas de martensita em uma liga Fe-Ni (KRAUSS, 1999)

A placa de martensita formada na transformação produz um relevo na superfície plana da matriz austenítica, podendo ser visto macroscopicamente em superfícies que receberam um polimento adequado (FUNAKABO, 1987; OTSUKA *et al.*, 1998; PAULA, 2006). A movimentação atômica característica

dessa fase e a manutenção de um plano de hábito geram alterações na estrutura desse sistema cristalino. (SANTOS, 2003; REED-HILL, 2008).

Como há nesse sistema a presença de um plano invariante, alterações volumétricas irão ocorrer na rede cristalina, resultando em expansão ou contração perpendicular a esse plano invariante (REED-HILL, 2008; SHAW *et al.*, 2008). Tensões inseridas na rede, visando manter uma orientação determinada da martensita com as distorções vizinhas, e a formação de martensita simultaneamente em vários pontos da matriz, também irão contribuir para a formação de um relevo superficial na matriz austenítica com a intenção de acomodar essas variantes, FIG. 3.3 (KRAUSS, 1997; UEHAR, 2010).

O escorregamento de discordâncias e a formação de maclas são exemplos de processos que ocorrem durante a formação da martensita na tentativa de acomodar um aumento de volume da estrutura, tendo a maclagem importância fundamental na manutenção do EMF dessas ligas, assim como outros fenômenos como a deformação pseudoelástica (PAULA, 2006; LAGOUDA, 2008; REED-HILL, 2008).

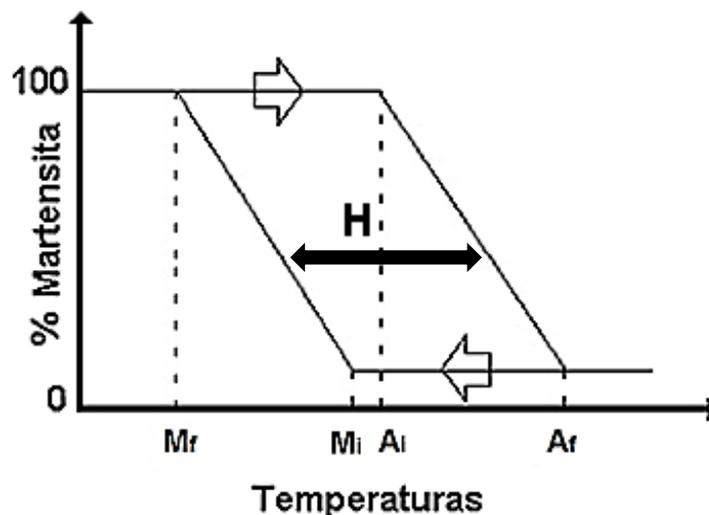


**FIG. 3.3** Representação do cisalhamento e relevo na superfície associado à formação da martensita. Adaptado de KRAUSS, 1997

### 3.5 TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO

A transformação de austenita em martensita é desencadeada por dois fatores: resfriamento e tensões mecânicas a uma temperatura adequada (OTSUKA *et al.*, 1998; LAGOUDAS, 2008; REED-HILL, 2008). Quando a transformação ocorre somente por influência do resfriamento, a temperatura inicial e final da formação da martensita a partir da austenita é denominada  $M_i$  e  $M_f$ , respectivamente (LAGOUDAS, 2008; ZHOU *et al.*, 2013; ZUPANC *et al.*, 2018). Da mesma forma, ao se aquecer um dado material acima da temperatura de formação da austenita, a reação ocorre no sentido contrário, transformando a martensita em austenita, onde  $A_i$  é a temperatura de início de formação da austenita e  $A_f$  é a temperatura onde toda martensita sofreu transformação reversa em austenita (LAGOUDAS, 2008).

Na FIG. 3.4 é apresentada um diagrama esquemático da transformação martensítica direta e reversa, com suas respectivas temperaturas características,  $M_i$ ,  $M_f$ ,  $A_i$  e  $A_f$ . Observa-se, também a histerese (H) presente na reação, onde é possível notar que a transformação da martensita em austenita não ocorre no aquecimento imediatamente após  $M_i$ .



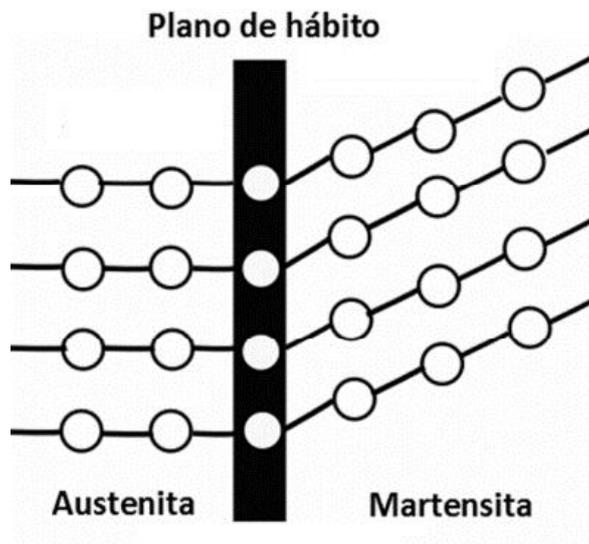
**FIG. 3.4** Representação esquemática da transformação martensítica com suas temperaturas características. Adaptado de CORRÊA FILHO, 2013

Na TM termoelástica é possível representar tanto as curvas de histerese em relação à temperatura, quanto a influência mecânica (OTSUKA *et al.*, 1998; LAGOUDAS, 2008). Cada liga termoelástica irá apresentar uma determinada histerese, conferindo assim uma maior ou menor dificuldade de se superar a barreira de ativação para que a transformação de uma fase em outra ocorra, sendo necessário atribuir uma determinada energia ao sistema, seja através da temperatura ou deformação mecânica (OTSUKA *et al.*, 1998; PORTER *et al.*, 2009).

### 3.6 FASES AUSTENÍTICA (B2) E MARTENSÍTICA (B19')

As mudanças estruturais na liga de NiTi são resultantes da transformação da austenita cúbica, B2, em martensita monoclinica, B19', passando ou não por uma estrutura intermediária trigonal com distorção romboédrica, fase R (THOMPSON, 2000; SHEN *et al.*, 2013; AOUN *et al.*, 2017; ZUPANC *et al.*, 2018). A formação de martensita a partir da fase austenítica pode ocorrer através de aplicação de uma determinada tensão ou termicamente, através do resfriamento da liga (ZUPANC *et al.*, 2018).

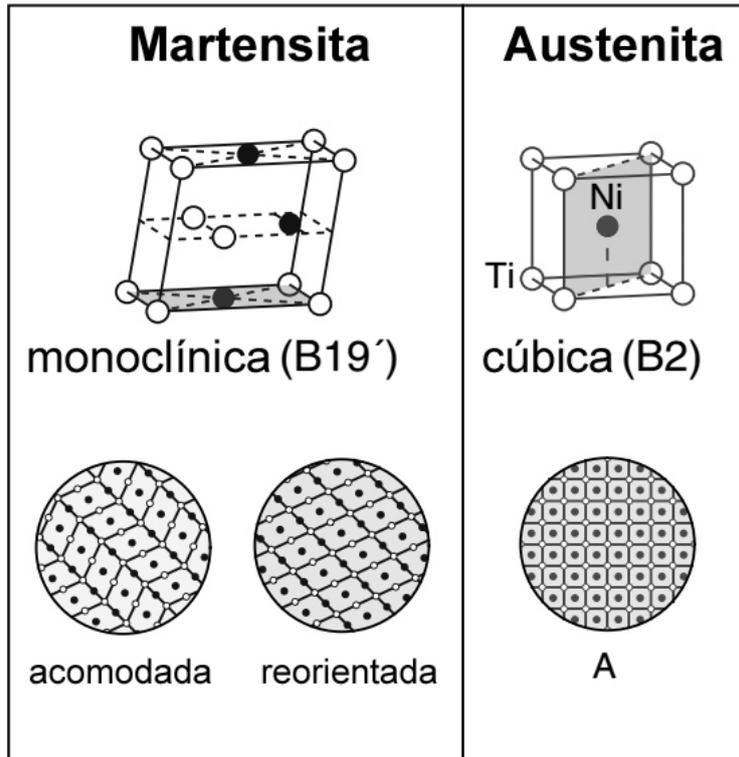
Nas ligas de NiTi, o crescimento dos cristais de martensita na matriz ocorre por meio de uma movimentação coordenada de átomos, o que origina uma estrutura cristalina monoclinica do tipo B19' (THOMPSON, 2000; SHEN *et al.*, 2013). Átomos da interface entre a matriz e o produto movimentam-se de forma coordenada e cooperativa alterando a orientação na rede, sendo possível definir um plano invariante no local de nucleação da martensita na região de interface, local onde as plaquetas martensíticas se formam (REED-HILL, 2008; UEHAR, 2010), como representado na FIG. 3.5.



**FIG. 3.5** Representação esquemática do plano de interface austenita-martensita. Adaptado de Nishiyama, 1978

A austenita B2 se apresenta como uma estrutura cúbica do tipo cloreto de céσιο (CsCl) nas ligas de NiTi, sendo estável em altas temperaturas, em temperatura ambiente no caso das ligas de NiTi ricas em Ni ou eventualmente acima de 100°C, no caso de ligas equiatômica ou ricas em Ti (OTSUKA *et al.*, 1998; MACHADO, 2002; AOUN *et al.*, 2017; ZUPANC *et al.*, 2018).

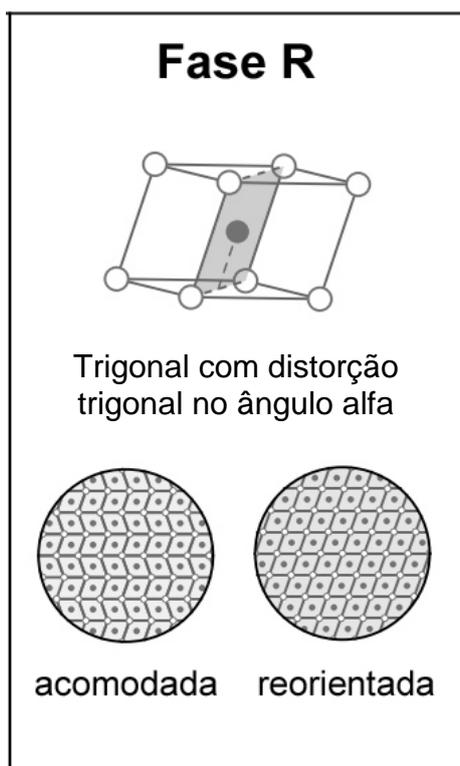
A martensita B19' é uma estrutura monoclinica estável em baixas temperaturas. A alteração de forma na estrutura da liga ocorre através da formação e reorientação das placas de martensita proveniente de uma tensão aplicada ou resfriamento (OTSUKA *et al.*, 1998; AOUN *et al.*, 2017; ZUPANC *et al.*, 2018). Quando a martensita B19' é aquecida reverte para a fase de alta temperatura da austenita B2 (OTSUKA *et al.*, 1998; AOUN *et al.*, 2017; ZUPANC *et al.*, 2018). Como a estrutura cristalina da martensita apresenta baixa simetria em relação à estrutura da austenita, a transformação reversa é limitada, ocorrendo assim, invariavelmente, o retorno ao formato original da fase matriz (THOMPSON, 2000; OTSUKA *et al.*, 2005 SHEN *et al.*, 2013). A FIG. 3.6 ilustra as estruturas cristalinas das fases austenita e martensita.



**FIG. 3.6** Estruturas cristalinas e microestrutura de martensita e austenita na liga NiTi. Adaptado de Shaw *et al.*, 2008

### 3.7 FASE R

A fase R caracteriza-se como uma fase martensítica intermediária entre as fases martensita e austenita, apresentando uma estrutura trigonal com distorção romboédrica (OTSUKA *et al.*, 1998; SHEN *et al.*, 2013). O surgimento da fase R ocorre em ligas de NiTi com composição próximas a equiatômica, quando submetidas a tratamentos térmicos que resultam na formação de precipitados na matriz ou no surgimento de estruturas cristalinas reorganizadas (OTSUKA *et al.*, 2005; ZUPANC *et al.*, 2018). De forma semelhante as fases martensita e austenita, a fase R intermediária também apresenta temperaturas características para sua formação, sendo representadas como  $R_i$  para início de formação da fase, e  $R_f$  para o término. Na FIG. 3.7 é ilustrada a estrutura cristalina da fase R.



**FIG. 3.7** Estrutura cristalina e microestrutura da Fase R na liga NiTi. Adaptado de Shaw *et al.*, 2008

O teor de Ni e o histórico térmico da liga influenciam diretamente na formação da fase, assim como a adição de ferro e alumínio como elementos de liga (STRÓZ *et al.*, 2000). Tratamentos térmicos de recozimento e envelhecimento em ligas ricas em Ni resultam na formação de precipitados  $Ni_4Ti_3$ , o que altera a quantidade de Ni na matriz e favorece o surgimento da fase R (STRÓZ *et al.*, 2000; AGHAMIRI *et al.*, 2010).

Pequenas alterações estequiométricas podem promover grandes alterações nas características das ligas de NiTi, como na temperatura de transformação que é extremamente sensível à composição (ALAPATI *et al.*, 2009; KIM *et al.*, 2010; ZUPANC *et al.*, 2018). Observa-se que modificando uma pequena quantidade do teor de níquel, há mudanças de centenas de graus nas temperaturas de  $M_i$ ,  $A_r$  e  $R_i$  (PAULA, 2006; AGHAMIRI *et al.*, 2010; CHI *et al.*, 2016). Um teor de níquel superior a 55,6% em peso, gera a formação de uma fase estável de  $Ni_3Ti$ , ocorrendo perda de algumas das propriedades marcantes das ligas de NiTi

(RYHÄNEN, 1999; PAULA, 2006). A FIG. 3.8 ilustra o diagrama de fases em equilíbrio do sistema NiTi.

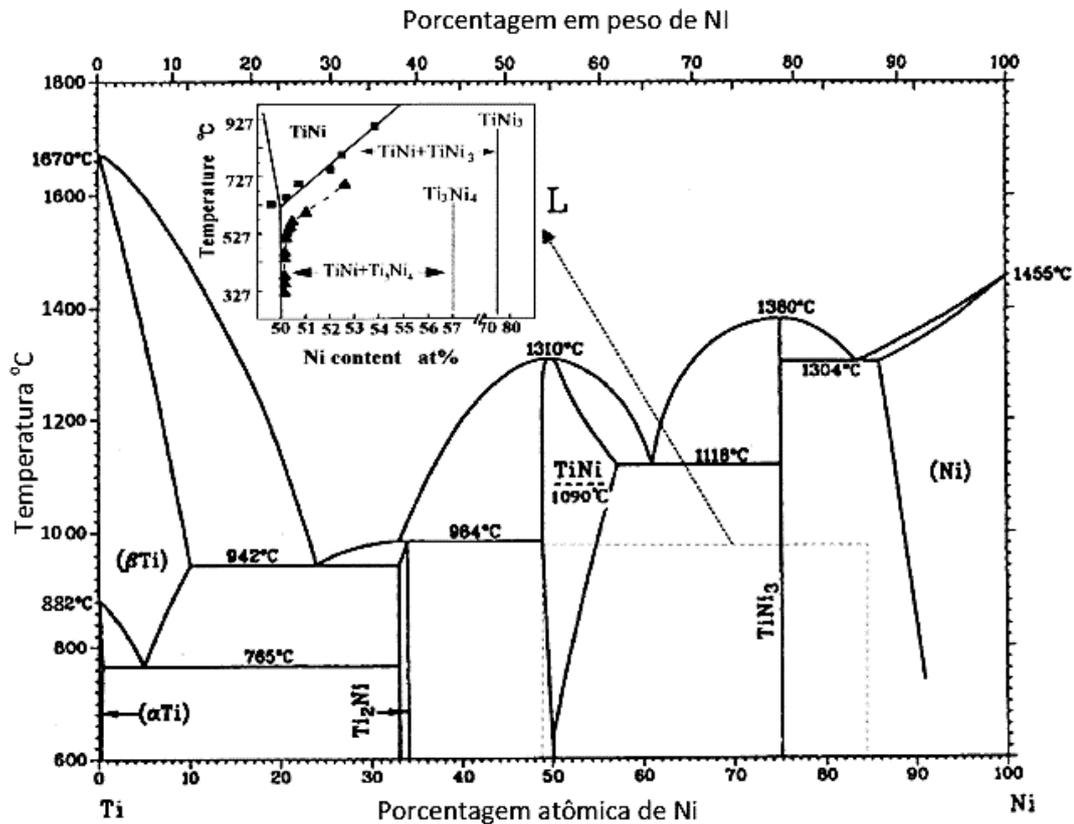


FIG. 3.8 Diagrama de fases do sistema NiTi. Adaptado de Phase Diagrams for Binary Alloys, 2000

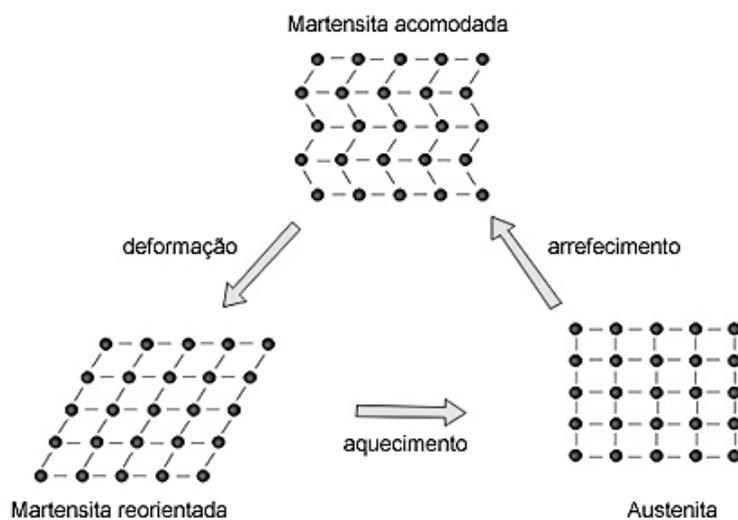
### 3.8 TERMOELASTICIDADE

A necessidade de acomodação de uma estrutura cristalina em um mínimo estado de energia, em uma dada temperatura, resulta na recuperação da forma da liga metálica (SHEN *et al.*, 2013). A TM é denominada termoelástica quando as tensões que resultam da transformação permanecem no campo elástico, uma pequena deformação está associada na transformação, não fornecendo energia suficiente para que ocorra deformação plástica (GIL *et al.*, 1998; LAGOUDA, 2008; SHEN *et al.*, 2013; SRIVASTAVA *et al.*, 2018).

Nas ligas de NiTi quando um cristal é resfriado, ultrapassando  $M_f$ , forma-se martensita com numerosos planos de hábito, que são equivalentes

cristalograficamente (REED-HILL, 2008; UEHAR, 2010). Porém na fase matriz, somente uma orientação é possível de ocorrer (REED-HILL, 2008; SHAW *et al.*, 2008). Dessa forma, ao ocorrer a transformação inversa, ocasionando a formação de austenita, com aquecimento acima  $A_f$ , todas as configurações possíveis da martensita irão retornar para essa única orientação comportada pela fase matriz, recuperando a forma original definida (OTSUKA *et al.*, 1998; VITIELLO *et al.*, 2007; LAGOUDA, 2008).

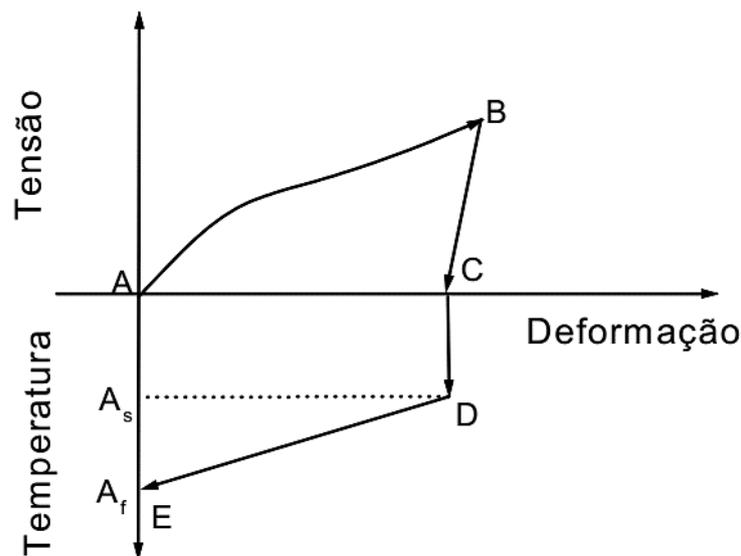
As ligas de NiTi se deformam através de maclagem, onde após aplicada uma tensão, a estrutura martensítica muda sua orientação através do movimento de contornos de maclas, gerando uma disposição simétrica espelhada com o plano de maclação (OTSUKA *et al.*, 1998; PAULA, 2006; REED-HILL, 2008). Deformações maiores que a variante da forma martensítica que comporte o máximo de deformação, irão gerar deformações plásticas na liga (NURVEREN *et al.*, 2008; ZUPANC *et al.*, 2018). Por outro lado, deformações que se encaixam no limite de acomodação dentro de uma das variantes martensíticas formadas não serão suficientes para deformar plasticamente a liga, dessa forma ao se aquecer a estrutura martensítica imediatamente acima da temperatura  $A_f$ , ocorrerá transformação para fase matriz com orientação idêntica que existia antes de se aplicar uma deformação, resultando em uma estrutura idêntica original, como observado na FIG. 3.9 (PAULA, 2006; LAGOUDA, 2008; REED-HILL, 2008; UEHAR, 2010; SHEN *et al.*, 2013; NESPOLI *et al.*, 2015; ZUPANC *et al.*, 2018).



**FIG. 3.9** Representação esquemática da transformação martensítica por influência de aplicação de carga e temperatura. Adaptado de BROJAN *et al.*, 2008

### 3.9 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA E SUPERELASTICIDADE

A ação da tensão na transformação ou estrutura martensítica é responsável pelo efeito de memória de forma na liga (BRANTLEY, 2001; SHEN *et al.*, 2013; NESPOLI *et al.*, 2015). A aplicação de uma determinada tensão, dentro de um limite de acomodação de uma das variáveis de martensita, irá causar a TM ou reorientação dos cristais de martensita que se formou durante o resfriamento (REED-HILL, 2008; UEHAR, 2010; SHEN *et al.*, 2013; NESPOLI *et al.*, 2015). Não ocorre deformação plástica, porém ao retirar-se a tensão, certa quantidade de deformação elástica permanece na liga (GONZALEZ, 2002; CASTILHO 2017). Dessa forma, ao se aquecer o material até a temperatura para que ocorra transformação reversa, a deformação inserida se anula e há o retorno ao formato original (LAGOUDAS, 2008; SRIVASTAVA *et al.*, 2018; ZUPANC *et al.*, 2018), como ilustrado na FIG. 3.10.



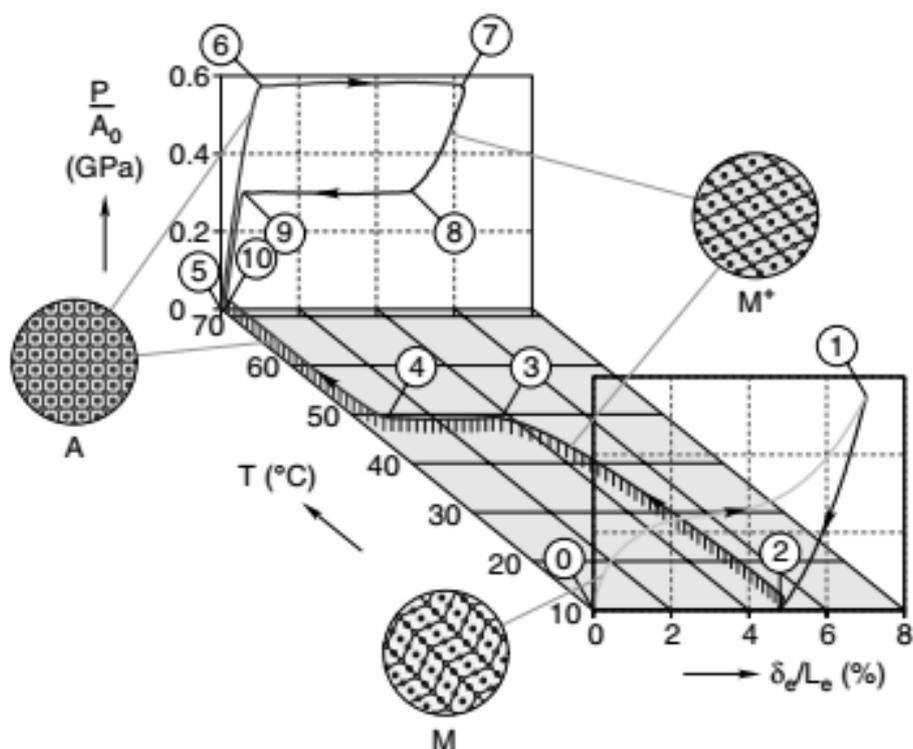
**FIG. 3.10** Representação esquemática do efeito memória de forma. Adaptado de OTSUKA *et al.*, 1998

Em algumas ligas com memória de forma é possível obter um EMF bidirecional após a realização de determinados tratamentos termodinâmicos. Para isso, introduz-se defeitos na estrutura cristalina causando pontos de concentração de tensões na rede, que serão responsáveis pelo crescimento de placas de martensita em direções preferenciais durante o resfriamento (OTSUKA *et al.*, 1998; FERNANDES, 2006).

A introdução de defeitos pode ser realizada aplicando-se uma tensão elevada na liga que irá sofrer posterior aquecimento, causando uma recuperação incompleta e permanecendo uma deformação residual no sistema (OTSUKA *et al.*, 1998; ZINELIS *et al.*, 2007). A deformação residual irreversível está associada com a estrutura intrínseca da liga, seja através do aumento da densidade de discordâncias e/ou pela permanência de martensita residual (DIETER, 1986; ANDRADE *et al.*, 1988; OTUBO *et al.*, 2002). Essa liga após sofrer ciclos termodinâmicos seguidos de carga e descarga aumentará a deformação residual acumulada no sistema, estabilizando-se após um determinado número de ciclos, programando o material para apresentar um EMF também no resfriamento (OTSUKA *et al.*, 1998; ZINELIS *et al.*, 2007; LAGOUDA, 2008).

O comportamento superelástico, ou pseudoelástico, de um material surge quando a TM, induzida por meio da aplicação de uma tensão, ocorre acima de  $A_f$ , e a martensita se apresenta instável (FUNAKUBO *et al.*, 1987; THOMPSON, 2000; PORTER *et al.*, 2009). Observa-se que ao se retirar a tensão a martensita sofre transformação reversa para austenita.

Enquanto o EMF ocorre na sequência de uma deformação em uma temperatura abaixo de  $M_i$ , sendo aquecido em seguida acima de  $A_f$ , a SE ocorre acima de  $A_f$  (OTSUKA *et al.*, 1998; ZINELIS *et al.*, 2007; LAGOUDA, 2008). Tanto o EMF quanto a SE podem ser observados em uma mesma liga testada dependendo da temperatura e dos processos termodinâmicos sofrido anteriormente (SHEN *et al.*, 2013). É importante ressaltar que para que ocorra SE na liga a tensão aplicada não pode exceder o limite de escoamento das fases presentes no material, não ocorrendo dessa forma deformação plástica. A FIG. 3.11 apresenta esquematicamente os fenômenos de SE e EMF em uma liga NiTi.



**FIG. 3.11** Representação esquemática das propriedades de efeito memória de forma e superelasticidade na liga de NiTi. O EMF está representado entre 0-5, enquanto a SE entre 5-10. Microestrutura: A, representa austenita (B2); M<sup>+</sup>, a martensita reorientada; M, a martensita acomodada. Adaptado de Shaw *et al.*, 2008

### 3.10 METALURGIA DA LIGA DE NiTi

O processo de fabricação da liga de NiTi deve seguir parâmetros e cuidados específicos com o intuito de maximizar suas propriedades características, como EMF e SE (SHEN *et al.*, 2013). Pequenas variações na composição química, temperatura de tratamento térmico e tempo utilizado podem alterar significativamente as temperaturas características de transformação de fase, distanciando de suas características desejadas para utilização (ALAPATI *et al.*, 2009; KIM *et al.*, 2010; ZUPANC *et al.*, 2018).

De uma forma geral, o processo de fabricação da liga de NiTi passa pelas seguintes etapas em sequência: Fusão e solidificação, deformação a quente, deformação a frio, conformação e tratamentos de memória de forma (OTSUKA *et al.*, 1998).

A etapa de deformação a quente é de extrema importância no resultado final da liga de NiTi produzida, uma vez que, inicialmente, tanto propriedades de EMF e SE não são significativas no lingote bruto por fusão (MIRZADEH *et al.*, 2014). O trabalho a quente da liga permite homogeneizar a composição e microestrutura, assim como a textura final. A recuperação e recristalização dinâmicas obtidas durante a deformação a quente influenciam nas propriedades mecânicas e características microestruturais, determinando a aplicabilidade final da liga (CHIAVERINI, 1995; MIRZADEH *et al.*, 2014).

A deformação a frio da liga deve ser realizada intercalando etapas de tratamento térmicos entre o processo, pois além de se apresentar como uma liga de difícil maleabilidade em estado bruto, o aquecimento do sistema permite um controle composicional das fases presentes na microestrutura, principalmente nas ligas com alto teor de níquel, o que influenciará diretamente nas propriedades finais (CHIAVERINI, 2008). As alterações nas na microestrutura decorrentes do trabalho a frio influenciam nas temperaturas para que a TM ocorra, além de modificar a sequência de transformação, o desenvolvimento de precipitados e o tamanho de grão (OTSUKA *et al.*, 2005; CHIAVERINI, 2008). A adição de tensões ressudais na rede, incremento da densidade de discordâncias e precipitação proporcionam alterações nas características de maleabilidade e resistência da liga, e contribuem para a ocorrência da transformação em duas etapas (OTSUKA *et al.*, 2005; CHIAVERINI, 2008; ABOUTALEBI *et al.*, 2015).

Após as etapas de deformação a quente e a frio, a liga é conformada na forma pretendida e então recebe tratamentos térmicos em temperaturas intermediárias com o intuito da memorização da forma (CHIAVERINI, 1995; OTSUKA *et al.*, 1998). Essa etapa final permite definir as características de EMF e SE apresentadas de acordo com a forma utilizada ao longo do tratamento e a temperatura selecionada.

### 3.11 TRATAMENTO TÉRMICO DA LIGA DE NiTi

Com o intuito de eliminar/minimizar os problemas decorrentes das etapas de fabricação e maximizar as propriedades mecânicas de interesse, são realizados diversos tipos de tratamentos térmicos nas ligas de NiTi (LI *et al.*, 2016; LA ROSA *et al.*, 2017; DULSKI *et al.*, 2018; ALCADE *et al.*, 2018). Para isso, são realizadas

operações de aquecimento e resfriamento em condições específicas de temperatura e tempo, em atmosferas controladas com taxas de aquecimento e resfriamento pré-determinados (CHIAVERINI, 2008). Para realização de tratamentos térmicos adequados é necessário a utilização de dos diagramas de equilíbrio da liga metálica para se determinar previamente qual o comportamento de acordo com a composição química e os efeitos com aquecimento e resfriamento (CHIAVERINI, 2008).

Em linhas gerais, os tratamentos térmicos proporcionam remoção de tensões internas no material, aumento/diminuição da dureza, aumento da resistência mecânica, melhora nas propriedades de ductilidade, usinabilidade, resistência à fadiga e corrosão, além de modificar propriedades elétricas e magnéticas do metal (CHIAVERINI, 2008; ALMEIDA *et al.*, 2015; LIU *et al.*, 2016; ZUPANC *et al.*, 2018). Entretanto, é necessária uma criteriosa seleção dos parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos para que se obtenha as melhores características desejadas, uma vez que em alguns casos a melhora de algumas propriedades levam ao prejuízo de outras, como ao se aumentar a resistência mecânica e dureza têm-se uma diminuição significativa da ductilidade apresentada pelo material (CHIAVERINI, 1995). Dentre os principais parâmetros a se considerar para realização do tratamento térmico de ligas metálicas, destacam-se: aquecimento, tempo de permanência em temperatura selecionada, ambiente do aquecimento e resfriamento (CHIAVERINI, 2008).

O aquecimento da liga deve ser realizado em temperaturas suficientes para que ocorra um fornecimento de energia térmica suficiente para que ocorra modificações na estrutura do material, seja desde o alívio de tensões internas até alteração da estrutura cristalina (CHIAVERINI, 1995; BELLINI *et al.*, 2016). A taxa de aquecimento influencia diretamente nas características microestruturais da liga, devendo ser selecionada de acordo com a propriedade final desejada (CHIAVERINI, 1995; CHIAVERINI, 2008). Observa-se que o aquecimento muito rápido de materiais com elevadas tensões internas pode fragiliza-los ao final do tratamento, enquanto que aquecimentos mais lentos proporcionarão um aumento do tamanho de grão (CHIAVERINI, 2008).

Assim como a temperatura de aquecimento utilizada, o tempo de permanência na temperatura selecionada é um importante parâmetro que influenciará no produto final do tratamento térmico (CHIAVERINI, 1995; BELLINI

*et al.*, 2016). O tempo deve ser o suficiente para que ocorra um aquecimento completo e uniforme de toda seção do material, além de ser criteriosamente controlado para se evitar que determinados fenômenos que não são de interesse específico ocorram, como crescimento de grão em tratamentos por longos períodos ou maior possibilidade de oxidação (CHIAVERINI, 1995; CHIAVERINI, 2008).

A atmosfera controlada durante o aquecimento visa evitar fenômenos prejudiciais para a liga ou aumentar propriedades desejadas, como observado nos tratamentos térmicos da liga de NiTi em atmosferas contendo nitrogênio (N) onde busca-se aumentar a resistência à corrosão e dureza na liga (CLARKE *et al.*, 2005; LIU *et al.*, 2008; CASELLA *et al.*, 2011; LIU *et al.*, 2014).

A velocidade e o meio em que ocorre o resfriamento após permanência em temperatura adequada conferem alterações na estrutura da liga metálica que influenciam em diversas propriedades mecânicas específicas, como resistência à fratura, ductilidade e dureza (CHIAVERINI, 2008; LIU *et al.*, 2014). Diversas características da peça a ser resfriada devem ser levadas em consideração para seleção do resfriamento adequado, como nos casos de peças mais volumosas onde o resfriamento rápido em soluções aquosas podem levar ao surgimento de tensões elevadas na rede e impedir que as modificações estruturais ocorram por completo (CHIAVERINI, 2008; REED-HILL, 2008).

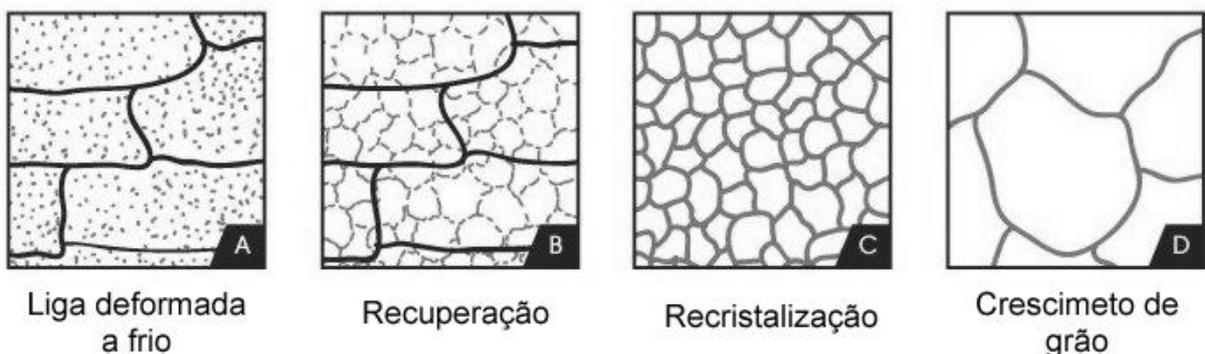
A deformação plástica em uma liga metálica, ocorre através da movimentação de lacunas e discordâncias, resultando em um aumento da resistência mecânica e dureza, com consequente diminuição da ductilidade (DIETER, 1986; REED-HILL, 2008). Essa deformação representa um trabalho realizado no material que é consumido na forma de calor, o que leva a um aumento da temperatura no material devido ao efeito da deformação (CHIAVERINI, 2008). Uma pequena porção desse calor incorpora-se ao material sob a forma de energia, sendo possível associar essa energia armazenada a elevada presença de defeitos na rede produzidos pela etapa de deformação (CHIAVERINI, 2008). A energia armazenada funciona como força motriz para o retorno do sistema as condições anteriores da deformação, sendo assim ao se aquecer o material em temperatura específica por tempo suficiente, obtêm-se energia necessária para superar a barreira energética que impede o retorno a condição original (UEHAR, 2010; NESPOLI *et al.*, 2015; ZUPANC *et al.*, 2018).

Ocorrerá uma eliminação/diminuição das configurações produzidas pelos defeitos na rede e um rearranjo da estrutura (OTSUKA *et al.*, 1998; LAGOUDA, 2008).

O tratamento térmico de recozimento é realizado nas ligas de NiTi com o intuito de remover tensões provenientes dos processos de fundição, conformação e trabalho a quente e a frio na liga (BRAILOVSKI *et al.*, 2002; YOO *et al.*, 2012; SAEDI *et al.*, 2016; MARATTUKALAM *et al.*, 2018). Esse tipo de tratamento proporciona a eliminação de efeitos provenientes de tratamentos mecânicos e térmicos anteriores, o que resulta em estruturas bem definidas com texturas regularizadas, além de permitir um ajuste no tamanho de grão, diminuição da dureza e melhora na ductilidade (ABOUTALEBI *et al.*, 2015).

Além de alívio das tensões, o recozimento pode ser do tipo total/parcial, onde a temperatura de tratamento é maior que a temperatura de recristalização, e recozimento em caixa, o qual utiliza-se atmosferas protetoras para evitar oxidação da superfície e eliminar efeitos do encruamento (CHIAVERINI, 1995; CHIAVERINI, 2008). O recozimento para alívio de tensões é realizado nas ligas de NiTi em temperaturas abaixo da recristalização, tendo como objetivo, exclusivamente, reduzir /eliminar tensões na rede cristalina provenientes das etapas de corte, conformação e usinagem (ABOUTALEBI *et al.*, 2015; ZUPANC *et al.*, 2018).

Dependendo dos parâmetros de temperatura e tempo utilizados, o tratamento de recozimento pode ocorrer em três estágios: recuperação, recristalização e crescimento de grão (CHIAVERINI, 1995), como ilustrado na FIG. 3.12.



**FIG. 3.12** Estágios do tratamento térmico de recozimento. Adaptado de *rigid.ink*

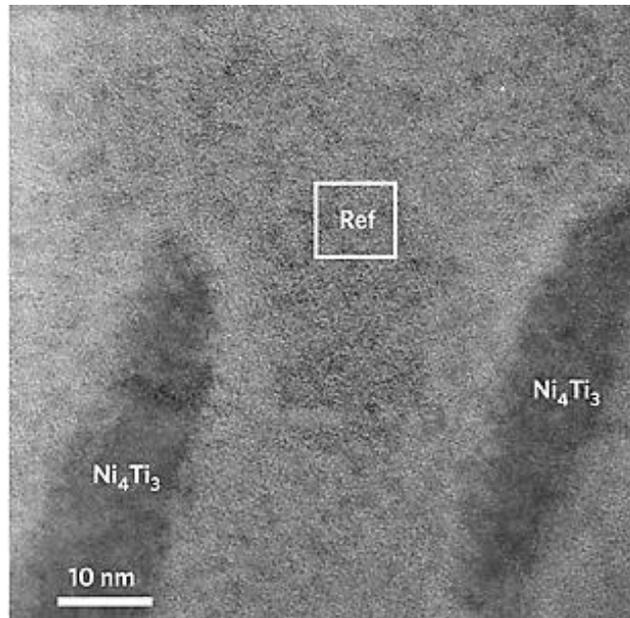
O estágio de recuperação ocorre em baixas temperaturas, no qual é possível observar um rearranjo das discordâncias na rede, promovendo sua alteração para configurações mais estáveis, sem que ocorra alteração na quantidade dos defeitos (CHIAVERINI, 2008; SAEDI *et al.*, 2016). O rearranjo das discordâncias promove uma diminuição de tensões internas macro e micro, levando a uma redistribuição e alívio nas tensões (REED-HILL, 2008).

O estágio de recristalização ocorre após a recuperação e se caracteriza pelo surgimento de pequenos cristais na microestrutura com composição e estrutura semelhantes aos grãos originais que não sofreram deformação (CHIAVERINI, 2008; SAEDI *et al.*, 2016). Esse fenômeno de nucleação ocorre preferencialmente nos locais mais intensamente deformados e em temperaturas mais elevadas que no estágio de recuperação, entretanto após estabilizado fenômeno de formação de novos cristais, ao se diminuir a temperatura e aumentar o tempo de tratamento, a recristalização continua a ocorrer (CHIAVERINI, 1995; ABOUTALEBI *et al.*, 2015).

Em temperaturas mais elevadas, ocorrerá o crescimento de grão, onde grãos cristalizados apresentam crescimento através da absorção de parte de grãos menores circunvizinhos, tendo como força motriz para o crescimento de grão a energia superficial encontrada nos contornos de grãos recristalizados (PORTER *et al.*, 2009). O crescimento de grão na microestrutura diminui a resistência mecânica e a dureza do material, aumentando sua plasticidade, uma vez que há uma diminuição nos contornos de grão que irão atuar como barreiras impeditivas para que ocorra a movimentação de discordâncias (DIETER, 1986; REED-HILL, 2008; PORTER *et al.*, 2009).

Os tratamentos térmicos de envelhecimento realizados na liga de NiTi em temperaturas baixas ou médias por períodos de tempos curtos promovem a nucleação e crescimento de precipitados dispersos na matriz, como o Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> (ABOUTALEBI *et al.*, 2015). A precipitação de cristais ricos em Ni na matriz proporciona alterações na sequência de transformação de fase (OTSUKA *et al.*, 2005). Precipitados formados em contornos de grãos em ligas de NiTi envelhecidas em temperaturas mais elevadas tendem a formar interfaces incoerentes com a matriz, dificultando o crescimento do grão, enquanto precipitados formados em temperaturas baixas e intermediárias apresentam-se mais uniformes e formam interfaces coerentes com a matriz (JIANG *et al.*, 2015).

A distribuição dos precipitados contribui de forma direta para as etapas de transformação da liga de NiTi, ocorrendo heterogeneidade na distribuição de tensões e na concentração de Ni na matriz (OTSUKA *et al.*, 2005; KARBAKHSI *et al.*, 2014; JIANG *et al.*, 2015), FIG. 3.13.



**FIG. 3.13** Distribuição de precipitados de  $Ni_4Ti_3$  em uma liga NiTi. Adaptado de KHALIL-ALLAFI *et al.*, 2002

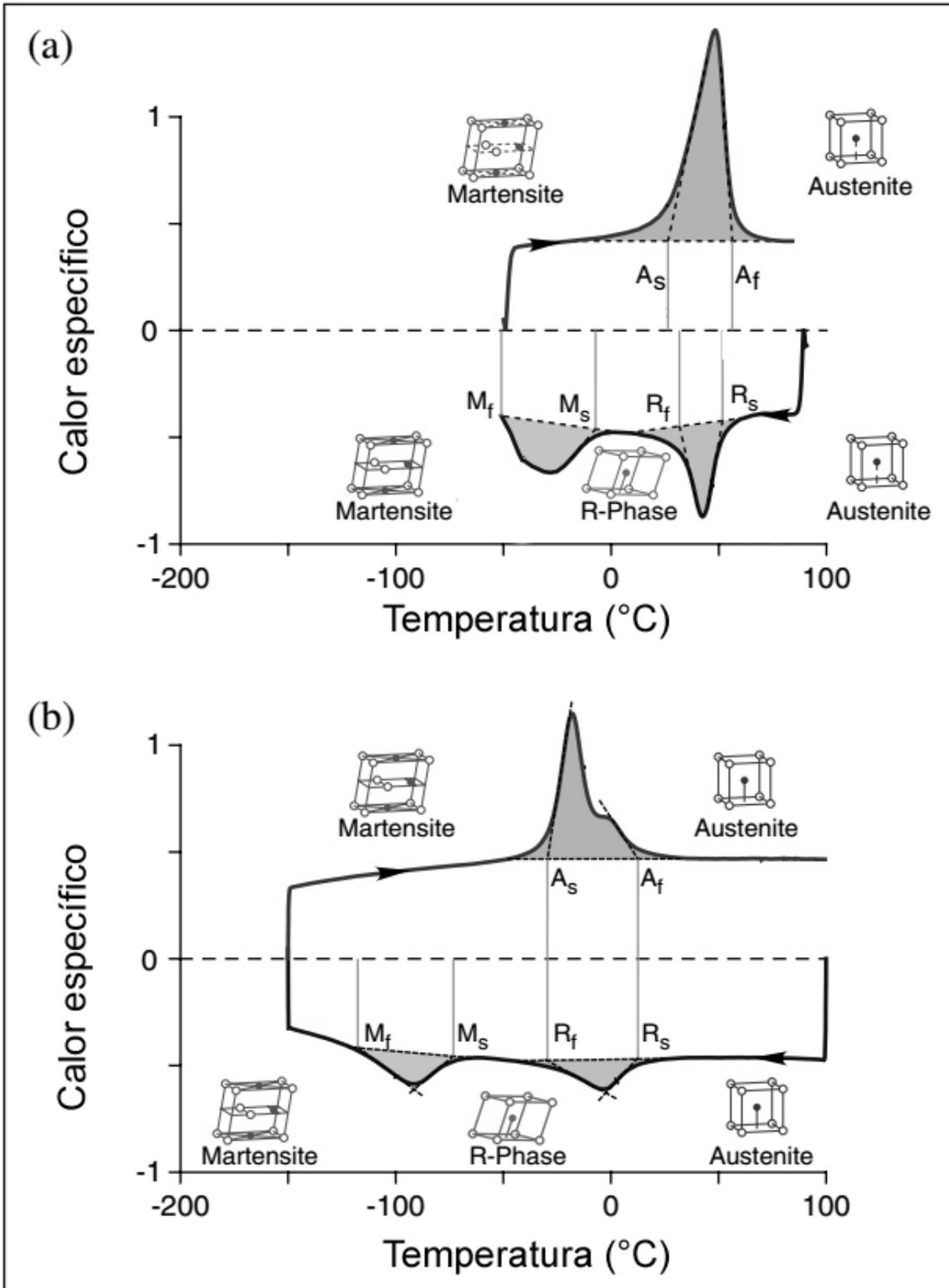
Dessa forma, a transformação ocorrerá em duas etapas na liga metálica, uma em regiões com altas tensões e baixo teor de Ni, próximas dos precipitados  $Ni_4Ti_3$ , e outra em regiões mais afastadas dos precipitados que apresentam maior teor de Ni e baixas tensões na rede (KHALIL-ALLAFI *et al.* 2002; OTSUKA *et al.*, 2005).

A formação de precipitados também está relacionada diretamente com a quantidade de trabalho a frio realizado previamente. Um aumento da densidade de discordâncias no material, decorrente da deformação a frio, pode suprimir etapas de transformação de fase, sendo necessário a realização de tratamentos térmicos para se obter mudanças nas características de transformação (KHALIL-ALLAFI *et al.* 2013; ABOUTALEBI *et al.*, 2015). O tratamento de recozimento em ligas ricas em Ni proporcionam, além da diminuição de tensão na rede, melhores condições de reestruturação da matriz deformada (SAEDI *et al.*, 2016; MARATTUKALAM *et al.*, 2018). Enquanto que o envelhecimento dessas ligas desencadeia fenômenos de recristalização, proporcionando formação de

precipitados que levam a transformação para duas etapas (KHALIL-ALLAFI *et al.* 2002; OTSUKA *et al.*, 2005).

Em resumo, os tratamentos térmicos nas ligas de NiTi são realizados com o intuito de reduzir tensões residuais na rede provenientes do trabalho a frio; controlar a formação de precipitados ricos em Ni na matriz, seja em relação a presença, tamanho e distribuição; alterar as características de transformação, permitindo modificar as temperaturas características para início e final de formação de determinada fase; e direcionar a transformação para que ocorra em uma ou duas etapas.

As alterações nas características da TM, alteração da composição química local e diminuição de tensões residuais decorrentes de tratamentos termomecânicos proporcionam uma melhora nas propriedades apresentadas pela liga de NiTi (SAEDI *et al.*, 2016; MARATTUKALAM *et al.*, 2018). Uma vez tratada termicamente, a liga apresentará um aumento da tensão necessária para que ocorra o início do deslizamento de discordâncias que resultaria em deformação plástica no material, prejudicando as características de SE (OTSUKA *et al.*, 2005). A nucleação e crescimento de precipitados, principalmente  $Ni_4Ti_3$ , dispersos na matriz alteram as etapas de transformação da liga, fazendo com que esta ocorra em duas etapas (ABOUTALEBI *et al.*, 2015), como observado na FIG. 3.14.



**FIG. 3.14** Análise por Calorimetria Diferencial de Varredura de duas ligas NiTi: (a) liga com memória de forma e (b) liga superelástica. Adaptado de Shaw et al., 2008

### 3.12 INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE NITI

Devido as propriedades mecânicas apresentadas, a liga de NiTi é o principal material de escolha para confecção de instrumentos endodônticos (YE *et al.*, 2012; GIL *et al.*, 2018; SRIVASTAVA *et al.*, 2018). A busca por instrumentos mais flexíveis do que os produzidos por aço inoxidável direcionou para fabricação da lima endodôntica a partir do Nitinol (SHEN *et al.*, 2013; SRIVASTAVA *et al.*, 2018). A liga de NiTi encontrada nas limas endodônticas apresenta baixo módulo de elasticidade, além de resistência à deformação, o que permite que o instrumento retorne a forma original após aplicada uma determinada tensão (PHARASHOS *et al.*, 2004; GUTMAN *et al.*, 2012; AOUN *et al.*, 2017). As limas de aço inoxidável por outro lado, quando submetidas a uma mesma carga podem sofrer deformação permanente (SHEN *et al.*, 2013; ELIAS *et al.*, 2014). Essa alta flexibilidade apresentada confere ao instrumento a capacidade de acompanhar as curvaturas de canais radiculares, mantendo sua trajetória anatômica original, gerando uma instrumentação sem desvios e maximizando os índices de sucesso do tratamento (GAMBARINI *et al.*, 2008; ALMEIDA *et al.*, 2015; LEGRAND *et al.*, 2015; ZUPANC *et al.*, 2017).

A confecção de instrumentos endodônticos a partir da liga de NiTi permitiu avanços na etapa de instrumentação, como a substituição da instrumentação manual pela instrumentação mecanizada, através de sistemas com movimentos rotatórios contínuos ou alternados (AOUN *et al.*, 2017). O movimento de rotação contínua permite o avanço do instrumento através do canal radicular simultaneamente com corte da parede dentinária, além do formato do instrumento permitir a extrusão no sentido cervical de raspas de dentina provenientes da instrumentação (GIL *et al.*, 2018). As características da liga permitem a realização de movimentos de entrada e saída, “pecking” e pincelamento no interior do canal de forma segura durante a rotação do instrumento, sem que ocorra travamento decorrente da rotação em 360° do instrumento (PEDDULA *et al.*, 2013; LEGRAND *et al.*, 2015).

De uma forma geral, os instrumentos endodônticos são confeccionados através da usinagem de uma haste metálica cônica de seção reta transversal circular (LOPES *et al.*, 2004; VIEIRA, 2013). O processo mecânico de usinagem da haste helicoidal é denominado roscamento externo, enquanto a ponta do

instrumento é confeccionada por torneamento cônico externo (LOPES *et al.*, 2004; VIEIRA, 2013). Os avanços na metalurgia da liga de NiTi permitiram a confecção de novos instrumentos por torção, processo de fabricação semelhante do utilizado para fabricação dos tradicionais instrumentos endodônticos de aço inoxidável (VIEIRA, 2013; SRIVASTAVA *et al.*, 2018; ZUPANC *et al.*, 2018). Tratamentos termomecânicos permitem a torção da liga mantendo a forma helicoidal, programando-a para não retornar ao formato original, além de impedir que deformações plásticas inseridas alterem a propriedade de SE e fragilizem o instrumento (AOUN *et al.*, 2017).

Trabalho a frio da liga durante a confecção do instrumento resulta em um aumento de defeitos na estrutura do material, além de gerar uma microestrutura que apresente martensita residual em matriz austenítica (ABOUTALEBI *et al.*, 2015). O tratamento térmico em temperaturas intermediárias de 450-600°C além de reduzir tensões residuais no instrumento, fornecem energia térmica suficiente para um rearranjo atômico que diminui a densidade de discordâncias na estrutura cristalina (CHIAVERINI, 2008). Como resultado, obtêm-se instrumentos mais resistentes à fratura por fadiga e alteração nas temperaturas de transformação de fase (CHI *et al.*, 2016; UYGUN *et al.*, 2016). A propriedade de SE apresentada pelo instrumento também pode ser melhorada através da utilização de tratamentos termomecânicos. Através de ciclagem térmica sob tensões constantes programa-se a liga para a formação preferencial de martensita quando submetida a um determinado carregamento (ZUPANC *et al.*, 2018).

Uma série de estudos descreveram alterações no comportamento mecânico dos instrumentos endodônticos de NiTi via tratamento térmico, resultando em instrumentos mais flexíveis e resistentes à fratura (KUHN *et al.*, 2001; HAYASHI *et al.*, 2007; YAHATA *et al.*, 2009; ALMEIDA *et al.*, 2015; PEREIRA *et al.*, 2015; UYGUN *et al.*, 2016; GOO *et al.*, 2017; GIL *et al.*, 2018). Desde então, o tratamento térmico das limas tornou-se um dos principais pontos de desenvolvimento da indústria com o intuito de melhorar as propriedades, assim como no marketing envolvido (ALMEIDA *et al.*, 2015).

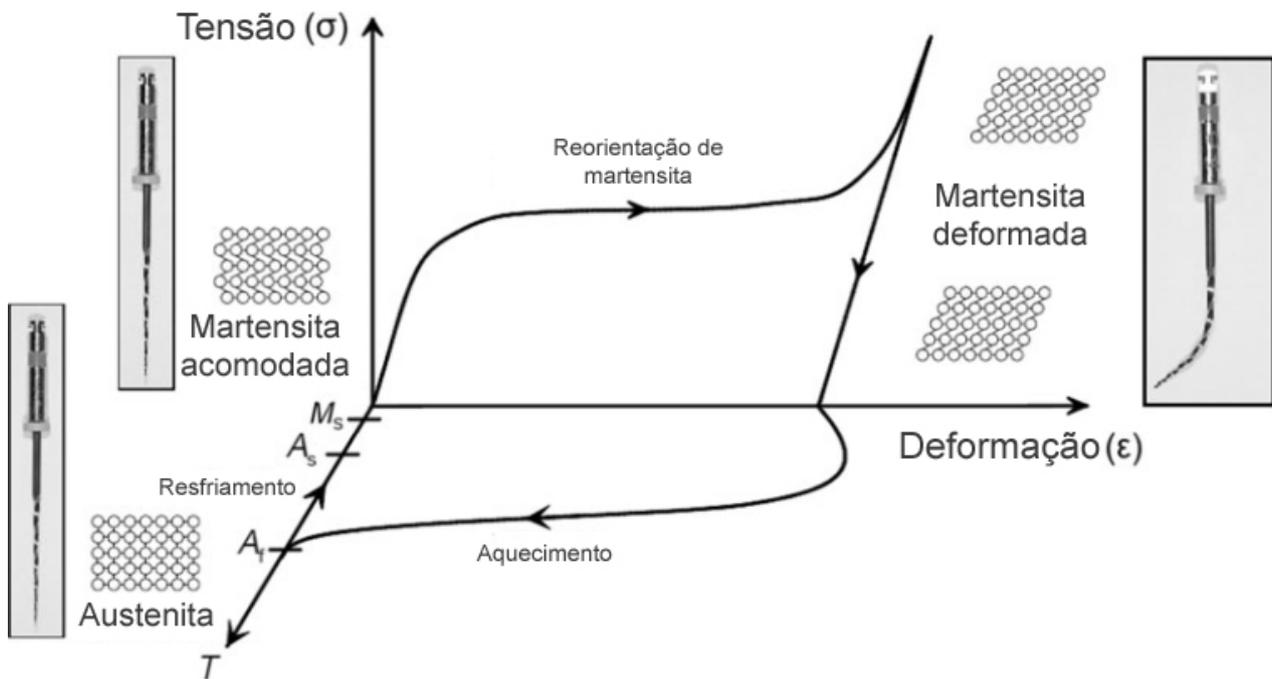
Diversos trabalhos demonstraram que tratamentos térmicos em temperaturas entre 400°C-600°C aumentaram a temperatura  $A_f$  em 45°C-50°C em algumas limas, enquanto que tratamentos com temperaturas próximas dos

850°C causaram perda do comportamento superelástico (KUHN *et al.*, 2001; ZINELIS *et al.*, 2007; ALAPATI *et al.*, 2009; YAHATA *et al.*, 2009; SHEN *et al.*, 2013).

Processamentos termomecânicos são realizados com o objetivo de se produzir ligas de NiTi superelásticas que contenham uma quantidade substancial da fase estável da martensita em condições clínicas (THOMPSON *et al.*, 2000; SHEN *et al.*, 2013; AOUN *et al.*, 2017).

A presença consistente de austenita no material é fundamental para que o fenômeno de SE ocorra na liga de NiTi (THOMPSON *et al.*, 2000; AOUN *et al.*, 2017). Tratamentos térmicos com o intuito de programar a transformação em martensita em condições clínicas ideais são realizados em diferentes tipos de ligas atuais, resultando em um material que sofre TM por tensão no momento de atuação no interior de um canal com curvatura acentuada (ALMEIDA *et al.*, 2015; PEREIRA *et al.*, 2015; UYGUN *et al.*, 2016; GOO *et al.*, 2017). Essa mudança de fase de austenita cúbica para martensita monoclinica permite deformações por tensão de até 8% no instrumento, proporcionando uma significativa melhora nas propriedades do instrumento (KAACK, 2002; GOO *et al.*, 2017). Após removido do canal, o instrumento que estava trabalhando sob tensão retorna a seu formato e fase original austenítica, não apresentando mais martensita induzida por tensão em sua estrutura (AOUN *et al.*, 2017).

Instrumentos confeccionados a partir da liga de NiTi martensítica apresentam-se mais resistentes à fadiga cíclica, macios e dúcteis, os quais mesmo sofrendo grandes deformações podem retornar ao estado original devido ao EMF (ZHOU *et al.*, 2012; SHEN *et al.*, 2013). Tratamentos térmicos realizados na liga elevam a temperatura de  $M_f$ , permitindo a confecção de instrumentos que possuem martensita como principal fase em temperatura ambiente (ZUPANC *et al.*, 2018). De forma semelhante ao EMF, a reorientação da microestrutura martensítica, quando sob tensão, de acomodada para deformada permite deformações por tensão de até 8% (SRIVASTAVA *et al.*, 2018). Dessa forma, após utilizados no interior do canal, os instrumentos não apresentam aumento em grande escala de tensões internas e deformações plásticas, retornando ao formato original quando submetidos a um aquecimento, FIG. 3.15.



**FIG. 3.15** Gráfico tensão-deformação-temperatura de um instrumento com liga de NiTi martensítica, observar-se o platô de tensão durante a reorientação da martensita. Adaptado de ZUPANC *et al.*, 2018

Com os avanços desenvolvidos no processo termomecânico e de usinagem da liga nos últimos anos, diferentes tipos de tratamento térmico são utilizados durante a confecção dos instrumentos endodônticos, resultando em ligas como CM Wire, M-Wire, Fase R e MaxWire (SHEN *et al.*, 2013; ALMEIDA *et al.*, 2015; AOUN *et al.*, 2017; ELNAGHY *et al.*, 2017; SILVA *et al.*, 2018).

A TAB. 3.2 apresenta os instrumentos endodônticos disponíveis atualmente no mercado relacionando com suas respectivas ligas de NiTi e propriedades.

**TAB. 3.2** Instrumentos endodônticos atuais com suas respectivas ligas de NiTi.  
Adaptado de ZUPANC *et al.*, 2018

LIGA DE NITI	FASE	PROPRIEDADES	INSTRUMENTO
Convencional de NiTi	Austenita	- Superelasticidade	Mtwo, OneShape, ProFile, ProTaper Universal
Convencional de NiTi com eletropolimento	Austenita	- Superelasticidade	RaCe, BioRace, iRace F360, F6 Skytaper
Fase R estabilizada	Austenita	- Superelasticidade	Twisted File TF Adaptive K3XF
M-Wire	Austenita (Pequenas variações de fase R e martensita)	- Superelasticidade - Transformação por tensão em duas etapas	ProFile Vortex ProFile GT Series X ProTaper Next Reciproc WaveOne
CM Wire	Martensita (Pequenas variações de austenita e fase R)	-Efeito memória controlado - Pseudoplasticidade	Hyflex CM THYPOON Infinite V-Taper 2H Hyflex EDM
Gold heat-treated Blue heat-treated	Austenita/Martensita	- Efeito memória de forma - Flexibilidade superior - Maior resistência a fadiga cíclica - Menor torque máximo	ProTaper Gold WaveOne Gold ProFile Vortex Blue Reciproc Blue
MaxWire	Martensita (20°C) Austenita (35°C)	- Efeito memória de forma - Superelasticidade	XP-endo Finisher XP-endo Shaper

### 3.13 LIGA CONVENCIONAL DE NiTi E INSTRUMENTOS PROTAPER UNIVERSAL

Os instrumentos confeccionados a partir da liga de NiTi convencional apresentam-se austeníticos e possuem como principal propriedade a SE (ZHOU *et al.*, 2012; AOUN *et al.*, 2017). A composição química do instrumento varia em torno de 56% de Ni e 44% de Ti (THOMPSON, 2000). O processo de confecção por usinagem resulta em defeitos na superfície que contribuem para uma maior fragilidade do instrumento, levando a uma piora nas propriedades de resistência à fratura e à corrosão, além de diminuir a eficiência de corte (CHEUNG *et al.*, 2007; LOPES *et al.*, 2010). Esse método de confecção resulta no surgimento de microtrincas, detritos na superfície e ranhuras de fresagem (LOPES *et al.*, 2017).

O acabamento superficial através do eletropolimento permite a criação de uma superfície mais suave e com brilho, eliminando irregularidades provenientes da etapa de usinagem, o que acarreta em uma melhora para o uso clínico do instrumento (LOPES *et al.*, 2017). Alguns estudos demonstram uma significativa melhora da resistência à fratura por fadiga cíclica em instrumentos submetidos ao eletropolimento (CONDORELLI *et al.*, 2010; LOPES *et al.*, 2010; PRAISARNTI *et al.*, 2010). Além de possuir menor quantidade de concentradores de tensão para nucleação da trinca, esses instrumentos apresentaram um padrão irregular para sua propagação (LOPES *et al.*, 2010).

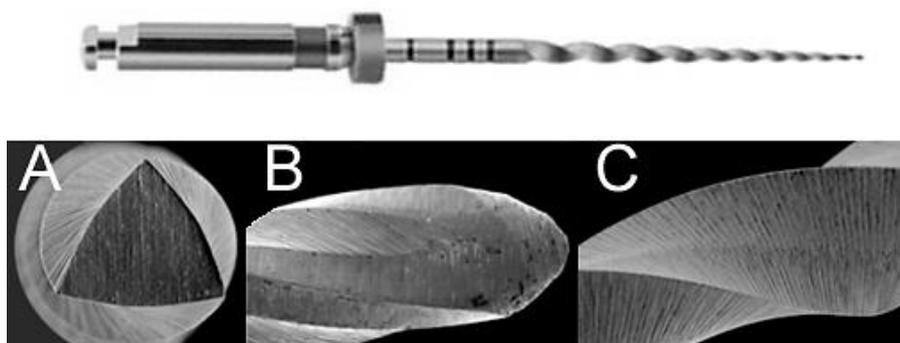
Os instrumentos endodônticos Protaper Universal (PTU) (Dentisply Maillefer, Ballaigues, Suíça) são confeccionados a partir da liga convencional de NiTi sem acabamento superficial. Possui secção transversal triangular convexa, ângulo de corte positivo e ausência de plano radial, proporcionando uma maior capacidade de corte (RUDDLE *et al.*, 2005; CÂMARA *et al.*, 2009). O ângulo das lâminas de corte, assim como o espaçamento entre, permite uma melhor remoção do conteúdo do canal radicular no sentido cervical, além de evitar o aparafusamento durante o movimento de rotação contínua. A ponta do instrumento sem capacidade de corte evita que a ocorrência de erros e acidentes durante o avanço do instrumento na trajetória radicular.

Alguns estudos verificaram que a capacidade de corte aumentada apresentada, assim como tamanho e conicidade da ponta do instrumento, podem levar a uma maior tendência de transporte na região apical com

curvatura, formação de degraus e rasgamento do forame (SCHIRRMESTER *et al.*, 2006; LOIZIDES *et al.*, 2007; YANG *et al.*, 2007; JAVAHERI *et al.*, 2007). Soma-se a isso, a rigidez apresentada pelo instrumento que dificulta acompanhar a trajetória de canais que apresentam severa curvatura.

O sistema PTU é composto por seis instrumentos, sendo três de preparo e três de acabamento. Os instrumentos de acabamento F1, F2 e F3 são utilizados com o intuito de regularizar as variações de diâmetro nas porções apicais, conferindo uma conicidade adequada.

O instrumento F2 (FIG. 3.16), é identificado pela cor vermelha e possui diâmetro em  $D_0$  de 0,25 mm, seguindo com uma conicidade fixa entre  $D_1$  e  $D_3$  de 8%, e entre  $D_4$  e  $D_{14}$  um aumento da conicidade de 5,5%. Essa maior conicidade nos 3 mm da ponta do instrumento quando comparada com instrumentos de outros sistemas, pode favorecer ao surgimento de erros durante a instrumentação da região apical (YANG *et al.*, 2007).



**FIG. 3.16** Instrumento Protaper Universal F2. (A) Secção transversal triangular, (B) ângulo helicoidal variável e ponta guia sem corte e (C) espaço entre arestas de corte. Adaptado de dentisply.com.br.

### 3.14 LIGA M-WIRE

Instrumentos confeccionados com a liga tratada termicamente M-Wire apresentam superior flexibilidade e resistência à fadiga cíclica quando comparados com instrumentos com a liga de NiTi convencional (PEREIRA *et al.*, 2013; JORDAN *et al.*, 2015).

A liga apresenta SE e EMF característicos devido à presença na microestrutura de austenita, fase R intermediária e tanto martensita acomodada

quanto deformada (ZUPANC *et al.*, 2018). A temperatura final de formação de austenita na liga varia entre 43-50 °C, indicando que durante utilização clínica, o instrumento não está completamente austenítico (ALAPATI *et al.*, 2009). A composição química da liga é de aproximadamente 55,8 % de Ni e 44,2 % de Ti (BERENDT *et al.*, 2007).

A presença de fase R e martensita confere maior flexibilidade aos instrumentos, onde a transformação induzida por tensão forma primeiramente a fase R para em seguida ocorrer reorientação de martensita (ZUPANC *et al.*, 2018). Através da análise do diagrama tensão-deformação da liga observa-se um menor módulo de elasticidade inicial e aplicação de uma carga menor para que a TM ocorra (PEREIRA *et al.*, 2013). Devido a uma melhor reorientação das variantes martensíticas, a liga M-Wire possui maior resistência a formação e propagação de trincas quando submetida a cargas cíclicas (GAO *et al.*, 2010; BRAGA *et al.*, 2014). Quando comparados com instrumentos com liga de NiTi convencional, apresentam até 400% mais resistência a fratura por fadiga (JOHNSON *et al.*, 2008).

### 3.15 FASE R ESTABILIZADA

Instrumentos endodônticos fabricados com a liga que apresentam fase R na microestrutura, além de serem confeccionados por torção e receberem acabamento superficial (SRIVASTAVA *et al.*, 2018).

A fase R se caracteriza como uma fase de transição entre as transformações austenita-martensita, com baixa módulo de cisalhamento e requer a aplicação de um menor carregamento para que a TM ocorra (HOU *et al.*, 2011; SRIVASTAVA *et al.*, 2018). Apresentam boas propriedades de SE e EMF, e baixo módulo de elasticidade, tornando os instrumentos com fase R mais flexíveis (HOU *et al.*, 2011).

A torção da liga na etapa de confecção necessita de aplicação de uma menor carga para deformar plasticamente o instrumento, devido à presença de fase R na microestrutura (YUM *et al.*, 2011; HOU *et al.*, 2011). Tratamentos térmicos posteriores são realizados para eliminar a formação de martensita induzida por tensão e retornar a fase austenita mantendo o novo formato (YUM *et al.*, 2011; HOU *et al.*, 2011; AOUN *et al.*, 2017). Além da confecção por torção,

instrumentos com a liga fase R também são fabricados por usinagem, recebendo tratamento térmico característico em etapa posterior.

A liga fase R apresenta temperatura de formação de austenita em torno de 18-25 °C, indicando que durante a utilização a liga apresenta SE característica da fase austenítica (HOU *et al.*, 2011; BRAGA *et al.*, 2013).

Assim como a liga M-Wire, a liga fase R apresenta flexibilidade e resistência à fadiga superiores a liga convencional de NiTi (SRIVASTAVA *et al.*, 2018). Um baixo platô observado no diagrama tensão-deformação da liga fase R indica que é necessário um menor carregamento para que ocorra reorientação de martensita e transformação de uma porção de austenita para martensita (HOU *et al.*, 2011; SHEN *et al.*, 2013). A maior flexibilidade apresentada pelos instrumentos proporciona um preparo mais centralizado reduzindo a ocorrência de transporte apical e desvios.

Estudos demonstraram que instrumentos com ligas fase R e M-Wire possuem similar resistência à fadiga cíclica, entretanto a liga fase R apresentou resistência a torção ligeiramente maior (BULEM *et al.*, 2013; AMINSOBHANI *et al.*, 2015; ERSOY *et al.* 2016).

### 3.16 LIGA CM WIRE

A liga CM Wire é uma liga martensítica tratada termicamente que não apresenta a SE característica da fase austenita (AOUN *et al.*, 2017). A variação na composição química permite que, através da reorientação da martensita, a liga se deforme de acordo com a exigência (SHEN *et al.*, 2013). Processos termomecânicos aumentam a flexibilidade da liga, diminuem o EMF e elevam as temperaturas de transformação austenítica, obtendo-se martensita estável no interior do canal radicular (SRIVASTAVA *et al.*, 2018).

Segundo o fabricante instrumentos com CM Wire diminuem a ocorrência de erros na instrumentação devido a excelente flexibilidade proveniente de um efeito de memória controlado, que impede o retorno do instrumento para o formato original durante o descarregamento. Essa característica permite curvar o instrumento antes da inserção no canal, retornando a forma original quando aquecidos na esterilização.

A temperatura de formação de austenita na liga varia em torno de 47-55°C, indicando que durante a utilização no interior do canal, o instrumento está na forma de martensita com quantidades menores de fase R e austenita (SHEN *et al.*, 2011; IACONO *et al.*, 2017).

Em comparação com as ligas M-Wire e NiTi convencional, instrumentos CM Wire possuem maior flexibilidade devido, principalmente, a necessidade de um menor carregamento para formação e reorientação de martensita no material (PEREIRA *et al.*, 2015; GOO *et al.*, 2017; SOARES *et al.*, 2017). Instrumentos CM Wire são mais resistentes à fratura por fadiga cíclica que instrumentos M-Wire, além de possuir resistência muito superior do que a liga convencional de NiTi, na ordem de 300-800% (SHEN *et al.*, 2011).

Recentemente, foram disponibilizados no mercado instrumentos confeccionados a partir da liga CM Wire por meio de um processo de usinagem por descarga elétrica, o qual promove a fabricação de instrumentos com superfícies mais regulares e com menor adição de tensões na rede do material (PIRANI *et al.*, 2016). De acordo com o fabricante, esse processamento confere um endurecimento na superfície do instrumento que contribui para melhorar a eficiência de corte e resistência à fratura.

### 3.17 OUTRAS LIGAS DE NITI DE APLICAÇÃO EM ENDODONTIA TRATADAS TERMICAMENTE

Nos últimos anos foram desenvolvidos instrumentos tratados termicamente com alterações na camada superficial de óxido de titânio, resultando em alteração na cor apresentada pelo instrumento. Atualmente, encontra-se disponível no mercado instrumentos tratados termicamente nas cores azul e dourada. Esses instrumentos apresentam efeito memória de forma controlado e são submetidos a tratamentos térmicos após usinagem, conferindo a coloração característica (PLOTINO *et al.*, 2014; ZUPANC *et al.*, 2018). Apesar de apresentarem diminuição da microdureza Vickers, possuem maior dureza na camada superficial, melhorando a eficiência de corte (DE-DEUS *et al.*, 2017).

De uma forma geral, os instrumentos azuis tratados termicamente apresentam formação de austenita em temperaturas próximas da corpórea, em torno dos 38,5°C, enquanto a fase martensítica começa a ser formar em torno

de 31°C (SHEN *et al.*, 2015). Esses instrumentos apresentam grande quantidade de martensita estabilizada quando comparados com a liga M-Wire, proporcionando uma liga mais macia e dúctil (ZUPANC *et al.*, 2018).

De forma semelhante, tratamentos térmicos em temperaturas específicas, após usinagem, resultam em instrumentos apresentando a cor dourada. Encontra-se austenita formada em temperaturas próximas a 50 °C, indicando que durante utilização clínica há uma predominância de martensita e fase R (HIEAWY *et al.*, 2015).

Em relação as propriedades mecânicas, tanto instrumentos tratados termicamente azuis ou dourados apresentam maior flexibilidade e resistência à fadiga do que instrumentos confeccionados com as ligas M-Wire e NiTi convencional (DE-DEUS *et al.*, 2017; KESKIN *et al.*, 2017; TOPÇUOGLU *et al.*, 2017).

A liga MaxWire se caracteriza por apresentar tanto EMF quanto SE durante a utilização clínica do instrumento (AOUN *et al.*, 2017). Tratamentos termomecânicos resultam em presença de martensita em temperatura ambiente (estado estático), com  $M_i$  em torno dos 20 °C, e surgimento de uma fase austenítica durante utilização clínica (estado dinâmico), onde observa-se  $A_i$  em 35°C (AOUN *et al.*, 2017; SRIVASTAVA *et al.*, 2018). Apresentam excelente resistência à fadiga cíclica e baixa resistência à torção.

### 3.18 PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS INSTRUMENTOS DE NITI TRATADOS TERMICAMENTE

As propriedades mecânicas apresentadas pelo instrumento sofrem influência direta da forma da secção transversal, características superficiais e tratamentos termomecânicos realizados durante as etapas de confecção (THOMPSON, 2000).

Instrumentos com martensita na microestrutura apresentam uma redução de 23% na carga para flexão quando comparados com instrumentos austeníticos superelásticos (AOUN *et al.*, 2017). Uma maior presença de martensita na microestrutura confere ao instrumento uma maior flexibilidade e resistência à fratura por fadiga cíclica, pois reorientações na estrutura martensítica permitem acomodar uma maior quantidade de deformação (PARK *et al.*, 2010; JOHNSON

*et al.*, 2014). Soma-se ainda o fato de tratamentos térmicos permitirem alívio de tensões e diminuição na densidade de discordâncias, fazendo que a característica de SE não fique prejudicada após deformação.

Dessa forma, observa-se que instrumentos M-Wire como ProFile (Dentsply Tulsa Dental, Tulsa, Oklahoma, EUA) e GTX (Dentsply) são mais resistentes à fadiga do que instrumentos de liga convencional de NiTi de mesmo tamanho e formato (JOHNSON *et al.*, 2008). Esses resultados também são encontrados quando comparados os instrumentos ProFile Vortex (Dentsply), Twisted File (SybronEndo, Orange, Califórnia, EUA) e TYPHOON CM (Clinician's Choice Dental Products, New Milford, Connecticut, EUA) com seus respectivos correspondentes que não possuem liga tratada termicamente (SHEN *et al.*, 2011; SHEN *et al.*, 2013). Instrumentos Protaper Gold (Dentsply) são significativamente mais flexíveis e resistentes à fadiga quando comparados com os instrumentos de liga superelástica PTU (HIEAWY *et al.*, 2015). Instrumentos tratados termicamente Vortex Blue (Dentsply) apresentaram resistência à fadiga e flexibilidade maiores que instrumentos com a liga M-Wire, superelástica e aço inoxidável (GAO *et al.*, 2012).

Uma maior dificuldade de nucleação e propagação de trincas através da microestrutura martensítica também contribui para uma maior resistência à fadiga apresentada pela liga tratada termicamente (AOUN *et al.*, 2017). Interfaces atuam bloqueando a propagação contínua da trinca, formando uma complexa matriz de microtrincas secundárias que atuam dissipando a energia necessária para propagação através da microestrutura (PEREIRA *et al.*, 2013).

A influência de tratamentos térmicos na resistência à torção encontra resultados conflitantes na literatura. Alguns estudos observaram que não houve diferença significativa quanto ao valor do torque utilizado para falha nos instrumentos que receberam ou não tratamentos térmicos em suas ligas (JOHNSON *et al.*, 2008; KRAMKOWSKI *et al.*, 2009). Instrumentos M-Wire, como ProFile GT (Dentsply) e ProFile GTX (Dentsply), não apresentaram diferenças quanto ao torque quando comparados com instrumentos superelásticos de mesmo tamanho (KRAMKOWSKI *et al.*, 2009). Por outro lado, alguns autores observaram uma pequena melhora na resistência a torção em instrumentos com M-Wire tratados termicamente (GAO *et al.*, 2010).

Instrumentos com a liga CM Wire apresentaram resistência a torção semelhante a ligas de NiTi superelásticas e menor do que as apresentadas pelos instrumentos M-Wire Reciproc (VDW, Munique, Alemanha) e WaveOne (Dentsply) (PETERS *et al.*, 2012; PEDULLÀ *et al.*, 2016).

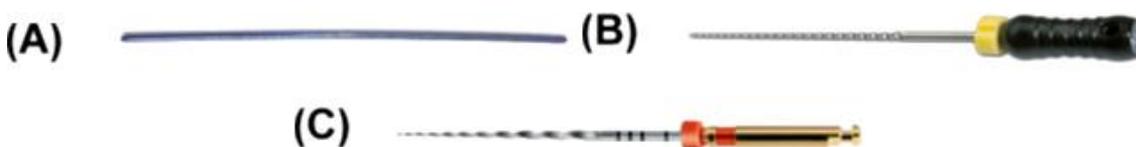
Instrumentos K3XF (SybronEndo), que recebem tratamento após a confecção, apresentaram propriedades de resistência a torção semelhantes aos instrumentos K3 (SybronEndo) que possuem mesmas características de tamanho e forma, diferenciando somente quanto a ausência de tratamento térmico na liga (KRAMKOWSKI *et al.*, 2009). Entretanto, a resistência à fadiga cíclica foi superior nos instrumentos tratados termicamente (HA *et al.*, 2013). A análise da superfície da fratura por microscopia eletrônica de varredura mostrou a presença de microporos de diâmetros variados nos instrumentos K3XF, indicando sua atuação como barreira para propagação e dissipação de energia da trinca (HA *et al.*, 2013).

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 MATERIAIS

No presente trabalho utilizou-se fios ortodônticos e instrumentos endodônticos para se determinar a influência do tratamento térmico sobre a liga de NiTi. Os fios e instrumentos foram submetidos a diferentes tratamentos térmicos e então, determinadas suas propriedades mecânicas. Diferentes condições de temperatura e tempo foram utilizadas com o intuito de se definir os tratamentos térmicos mais adequados para maximizar as propriedades mecânicas.

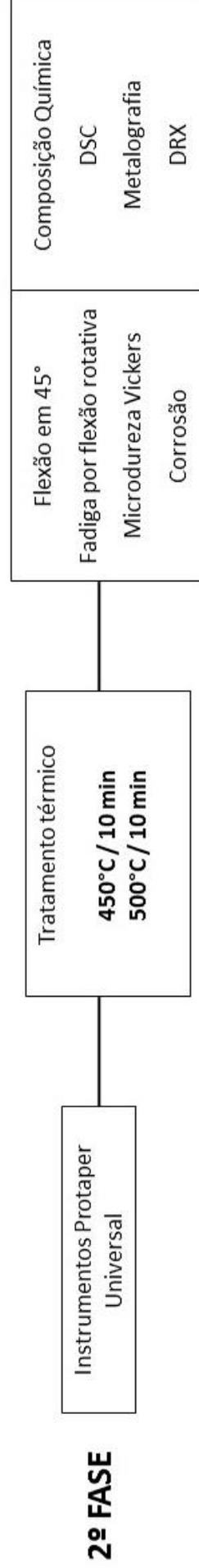
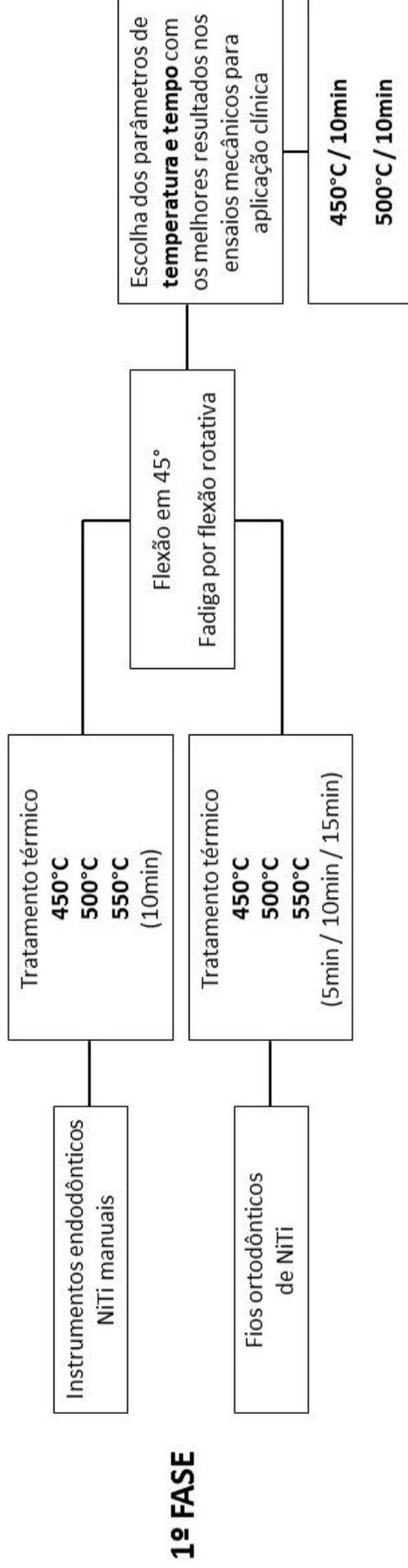
Os fios ortodônticos de NiTi (Morelli, Sorocaba, Brasil) sem tratamento térmico foram fornecidos pelo fabricante, segundo o qual apresentam-se superelásticos em temperatura ambiente, FIG. 4. 1(A). Os instrumentos endodônticos de NiTi manuais utilizados foram do tipo NiTi K-file (VDW, Munique, Alemanha), superelásticos em temperatura ambiente, com 25mm de comprimento e diâmetro  $D_0$  igual a 0,40 mm, FIG. 4. 1(B). Para avaliação dos efeitos do tratamento térmico nos instrumentos endodônticos mecanizados de NiTi, foram utilizados instrumentos rotatórios Protaper Universal F2 (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) de 25 mm de comprimento. Os instrumentos de NiTi foram recebidos sem tratamento térmico nas etapas de confecção, FIG. 4. 1(C).



**FIG. 4.1** Liga de NiTi na forma de fio ortodôntico (A), instrumento endodôntico manual NiTi K-file (B) e instrumento rotatório Protaper Universal F2 (C)

### 4.2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS

As etapas e os métodos experimentais realizadas neste estudo estão apresentados de forma esquemática no organograma da FIG. 4.2. Todos os tratamentos térmicos, ensaios mecânicos e caracterizações foram realizados no próprio Instituto Militar de Engenharia.



**FIG. 4.2** Representação esquemática das etapas e métodos experimentais realizados.

### 4.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Os tratamentos térmicos dos instrumentos endodônticos e dos fios ortodônticos foram realizados no forno NBD-O1200 (Nobody Material Science and Technology CO, Xin Cun, Henan, China) mostrado na FIG. 4.3. O objetivo do tratamento térmico foi obter a recuperação das propriedades da liga NiTi para permitir a comparação das características e das propriedades mecânicas antes e após realização do tratamento.

Na primeira fase, realizou-se tratamentos térmicos em temperaturas e tempos pré-selecionados a partir da literatura científica. O objetivo foi definir os tratamentos térmicos que induzissem as melhores propriedades nos ensaios mecânicos para aplicação clínica. Após definição dos parâmetros, os instrumentos rotatórios Protaper Universal foram submetidos aos tratamentos térmicos nas melhores condições.

A realização prévia da 1ª fase também permitiu testar a metodologia aplicada em relação às variáveis do tratamento térmico, como avaliação do tamanho da amostra, tipo de resfriamento utilizado e confirmação de aquecimento uniforme em diferentes regiões no interior do forno.



**FIG. 4.3** Forno NBD-O1200 utilizado para os tratamentos térmicos

As amostras de fios com 30 mm e dos instrumentos endodônticos foram divididas em grupos de acordo com os parâmetros definidos para o tratamento térmico (temperatura e tempo). As amostras foram designadas pela sigla:

**FO/IM/PTU-XXX-YY**

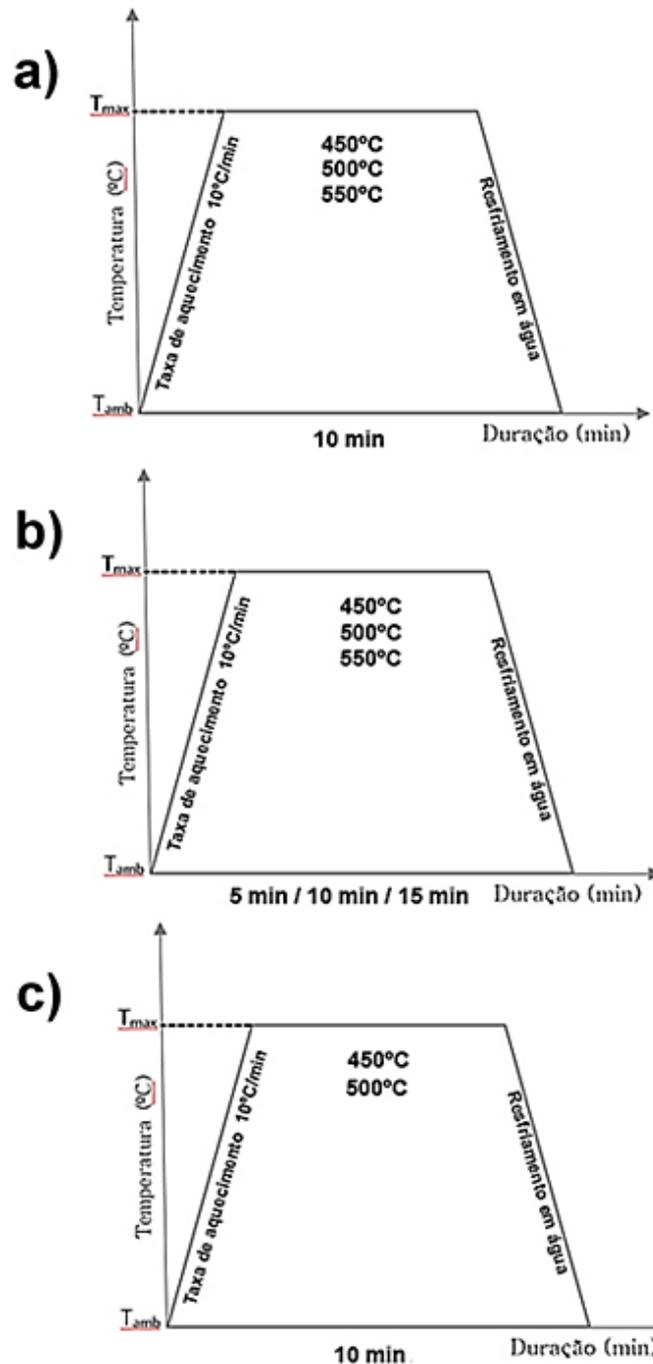
Onde: **FO** - fios ortodônticos; **IM** - instrumentos manuais; **PTU** - instrumentos Protaper Universal; **XXX** - temperatura do tratamento térmico; **YY** - tempo do tratamento térmico; e **ST** – não foi realizado tratamento térmico.

Na Tabela 4.1 são mostrados os grupos e valores dos parâmetros dos tratamentos térmicos realizados.

**TAB. 4.1** Identificação das amostras com base no tratamento térmico realizado

<b>Formato da Liga</b>	<b>Temperatura</b>	<b>Tempo</b>	<b>Identificação da amostra</b>
Instrumento manual	Sem tratamento	Sem tratamento	IM-ST
Instrumento manual	450 °C	10 min	IM-450-10
Instrumento manual	500 °C	10 min	IM-500-10
Instrumento manual	550 °C	10 min	IM-550-10
Fio ortodôntico	Sem tratamento	Sem tratamento	FO-ST
Fio ortodôntico	450 °C	5 min	FO-450-05
Fio ortodôntico	450 °C	10 min	FO-450-10
Fio ortodôntico	450 °C	15 min	FO-450-15
Fio ortodôntico	500 °C	5 min	FO-500-05
Fio ortodôntico	500 °C	10 min	FO-500-10
Fio ortodôntico	500 °C	15 min	FO-500-15
Fio ortodôntico	550 °C	5 min	FO-550-05
Fio ortodôntico	550 °C	10 min	FO-550-10
Fio ortodôntico	550 °C	15 min	FO-550-15
Protaper Universal	Sem tratamento	Sem tratamento	PTU-ST
Protaper Universal	450 °C	10 min	PTU-450-10
Protaper Universal	500 °C	10 min	PTU-500-10

O tratamento térmico foi realizado com taxa de aquecimento de 10 °C/min, permanecendo então em uma temperatura constante por um período de tempo selecionado, seguido de resfriamento em água em temperatura ambiente. Mostra-se na FIG. 4.4 o esquema dos tratamentos térmicos realizados para cada uma das ligas de NiTi.

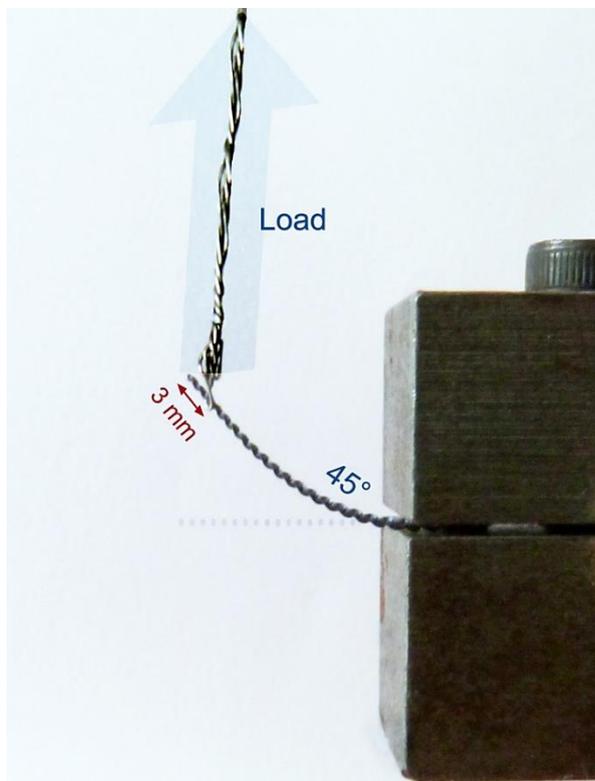


**FIG. 4.4** Representação esquemática dos tratamentos térmicos realizados. Tratamento térmico realizado nos instrumentos manuais de NiTi (a), tratamento térmico realizado nos fios ortodônticos de NiTi (b) e tratamento térmico realizado nos instrumentos rotatórios Protaper Universal (c)

#### 4.4 ENSAIO DE FLEXÃO EM 45°

O ensaio de flexão foi realizado para se determinar a influência do tratamento térmico na flexibilidade da liga de NiTi. Nos ensaios determinou-se a variação da força necessária para flexionar os instrumentos endodônticos e fios ortodônticos até 45°.

Os ensaios foram realizados observando-se as recomendações das normas técnicas número 28 da ADA (American Dental Association) e ISO 3630/01. As amostras foram imobilizadas em uma morsa de aço e submetidas a flexão com emprego da máquina universal EMIC DL10000 (Instron Brasil Equipamentos Científicos LTDA, São José dos Pinhais, Brasil). Uma extremidade do fio para amarrilho de cromo-níquel foi acoplada a uma célula de carga de 20N na máquina universal de ensaio, enquanto a outra extremidade foi adaptada à 3 mm da ponta da amostra a ser testada, conforme ilustrado na FIG. 4.5.



**FIG. 4.5** Configurações para o ensaio de flexão em 45° realizado nos fios e instrumentos de NiTi

O ensaio foi conduzido a uma velocidade de 15mm/min e os resultados obtidos foram analisados com o auxílio do software Tesc versão 3.04 (Instron Brasil Equipamentos Científicos LTDA, São José dos Pinhais, Brasil). Nos ensaios determinou-se a força (gf) necessária para flexionar a amostra em três pontos:

Ponto 1: deslocamento de 5 mm formando um ângulo de 21° em relação a posição inicial

Ponto 2: deslocamento de 10 mm (37°) e,

Ponto 3: deslocamento de 13 mm, configurando a flexão em 45°.

No diagrama força (gf) x deslocamento (mm) obtido no ensaio observa-se através das curvas o comportamento das amostras no decorrer do ensaio, assim como a força máxima obtida no ensaio e a deformação na força máxima.

#### 4.5 ENSAIO DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA

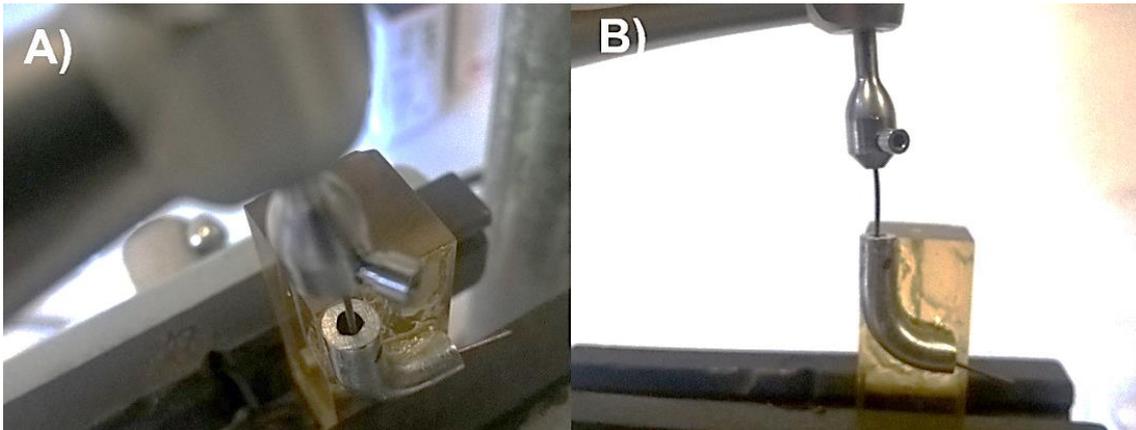
O ensaio dinâmico foi realizado utilizando o dispositivo desenvolvido pela equipe do Laboratório de Biomateriais do IME, FIG. 4.6. Os instrumentos endodônticos manuais e os segmentos de fios ortodônticos foram acoplados ao dispositivo com emprego de uma peça adaptadora usada para permitir a rotação do instrumento.

A peça adaptadora foi fixada ao motor VDW Silver Reciproc (VDW GmbH, Munique, Alemanha) com contra-ângulo VDW 6:1 (Sirona Dental Systems, Bensheim, Alemanha).



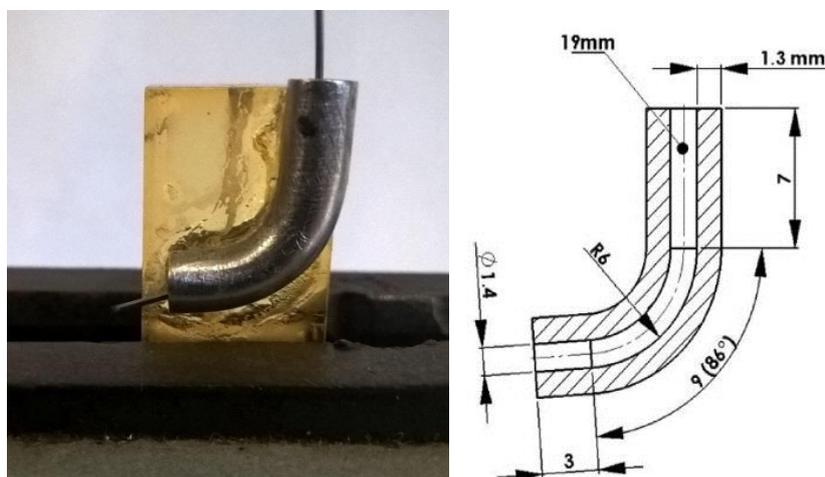
**FIG. 4.6** Dispositivo desenvolvido para o ensaio de fadiga por flexão rotativa

Para simular a rotação do instrumento durante o tratamento endodôntico, foi utilizado uma peça de aço que simula a forma do canal. O canal simulado foi fixado na morsa que compõe o dispositivo desenvolvido para o ensaio de forma que sua porção reta coincidissem com o eixo longitudinal das amostras acopladas ao motor, FIG. 4.7. As amostras foram rotacionadas no interior do canal simulado com velocidade de 300 rpm e torque de 120 gcm até a fratura. O resultado do ensaio foi o tempo para fratura da amostra.



**FIG. 4.7** Configuração para ensaio de fadiga por flexão rotativa. (A) Visão superior da amostra de fio ortodôntico durante o ensaio. (B) Visão lateral durante o ensaio

O canal simulado utilizado no estudo foi utilizado em estudo prévio desenvolvidos (VIEIRA, 2013), FIG. 4.8. O centro de curvatura do canal dista 4,75mm da extremidade, sendo o ponto crítico para a fratura aproximadamente 5mm da extremidade da amostra.



**FIG. 4.8** Canal simulado utilizado no ensaio de fadiga e suas características

#### 4.6 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

O ensaio foi realizado no microdurômetro Shimadzu MV-G21 (Shimadzu, Kyoto, Japão), seguindo a Norma ABNT NBR ISO 6507-1:2008. Antes da medida da dureza, as amostras foram embutidas, lixadas e polidas. Realizou-se endentações com carga de 200 gf durante 15 segundos. As impressões microscópicas produzidas em forma de um losango regular tiveram suas diagonais medidas, sendo calculado automaticamente a microdureza de cada amostra pelo próprio aparelho.

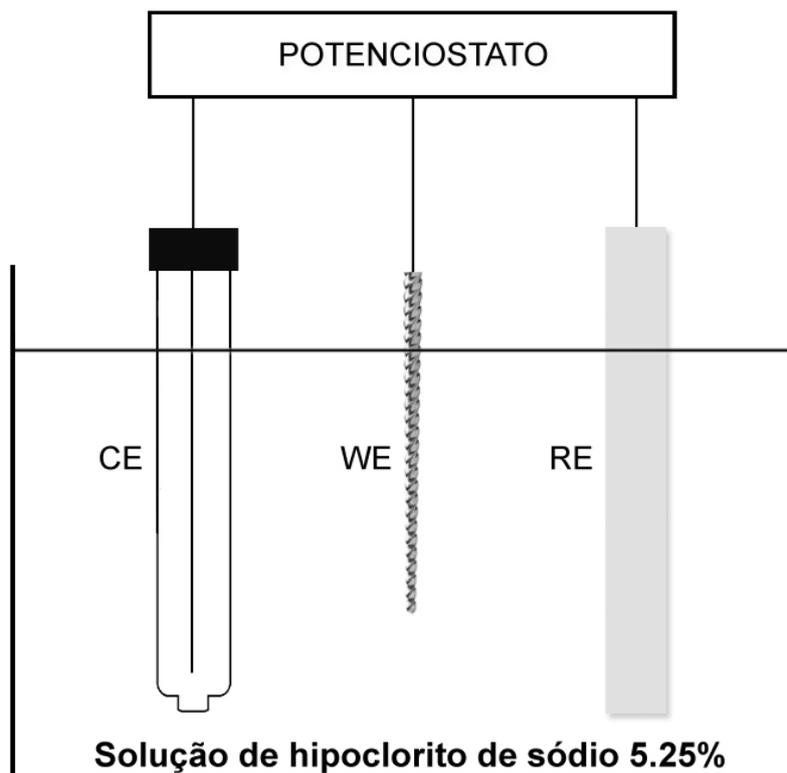
A preparação da amostra consistiu em embutimento dos instrumentos endodônticos e fios ortodônticos em resina acrílica auto polimerizante, seguido de lixamento até o núcleo das amostras com lixas Norton de granulação 300, 600 e 1200 fixadas em lixadeira metalográfica motorizada. O polimento foi realizado com pano metalográfico contendo uma suspensão de alumina de 1µm e 0,5µm.

#### 4.7 ENSAIO DE CORROSÃO

O ensaio foi realizado com o intuito de avaliar a influência do tratamento térmico na resistência à corrosão dos instrumentos endodônticos e simular seu uso clínico. Para isso observou-se o comportamento de corrosão apresentado pela parte ativa do instrumento endodôntico através das análises das curvas de polarização potenciodinâmica. Neste ensaio foi utilizada uma cuba contendo uma solução de irrigação de hipoclorito de sódio 5,25%, com pH 12 e temperatura constante de 37°C.

A parte ativa do instrumento foi imersa em uma cuba contendo a solução irrigadora, onde utilizou-se um contra eletrodo de platina e um eletrodo de calomelano saturado como eletrodo de referência.

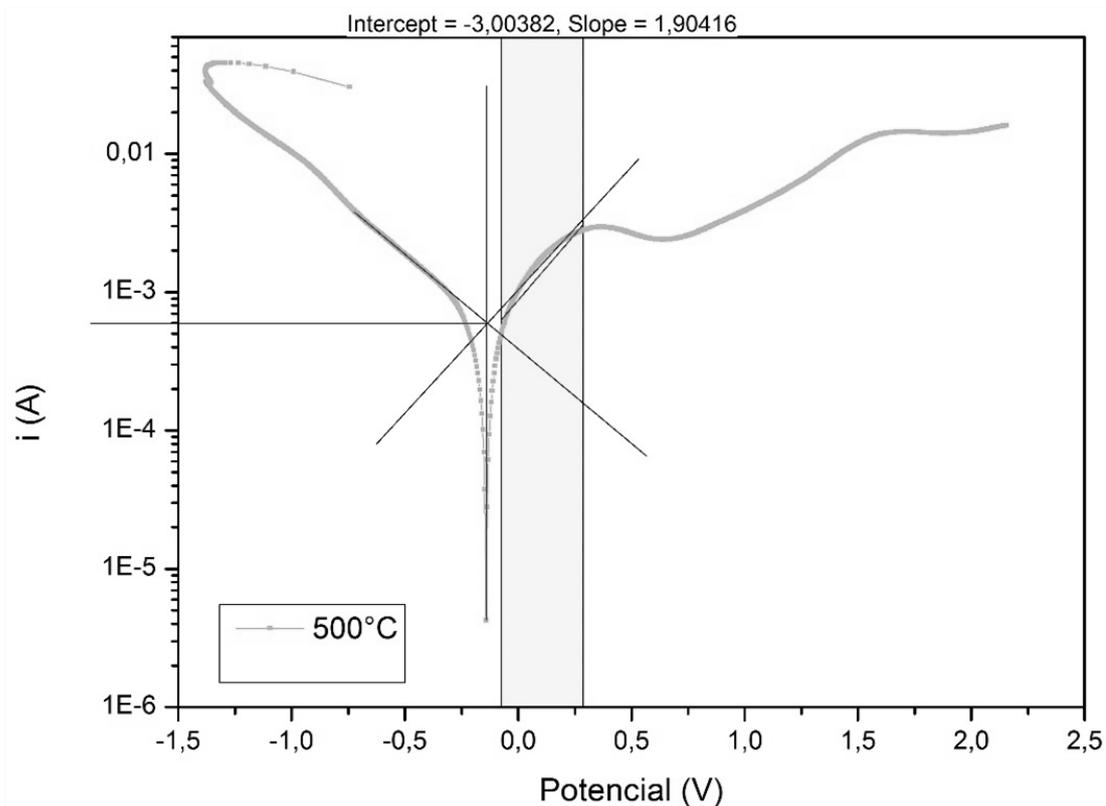
Para o ensaio foi utilizado o potenciostato (PG-3901, Omnimetra Instrumentos, Rio de Janeiro, Brasil) para obtenção dos resultados. A figura FIG. 4.9 ilustra esquematicamente o ensaio de corrosão realizado.



**FIG. 4.9** Configuração do ensaio de corrosão. CE: eletrodo de calomelano saturado, WE: eletrodo de trabalho e RE: contra eletrodo de platina

Após definido o potencial de circuito aberto para as amostras, estabeleceu-se uma faixa de varredura entre -1,5 V e 2,0 V. A taxa de varredura utilizado no ensaio foi de  $dE/dt = 1 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$ . Nos ensaios foram medidos o potencial (V) e a corrente (A) em relação ao tempo. Os dados foram analisados com o software gráfico OriginPro (Originlab Corporation, Massachusetts, EUA) e levantadas as curvas catódicas e anódicas para cada grupo.

Nas curvas foram determinados os valores do potencial de corrosão ( $E_{\text{corr}}$ ). Da mesma forma, após levantamento das curvas de polarização, foi possível através da aplicação da extrapolação de Tafel obter o valor da densidade de corrente  $i_{\text{corr}}$  para cada amostra. Mostra-se esquematicamente na FIG. 4.10 o procedimento adotado para determinar a densidade de corrente das amostras ensaiadas.



**FIG. 4.10** Extrapolação de Tafel realizado no software OriginPro

#### 4.8 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A análise da composição química dos instrumentos endodônticos foi realizada através da espectrometria de fluorescência de raios X. A técnica é não destrutiva, permite a identificação dos elementos químicos da amostra e o cálculo dos percentuais.

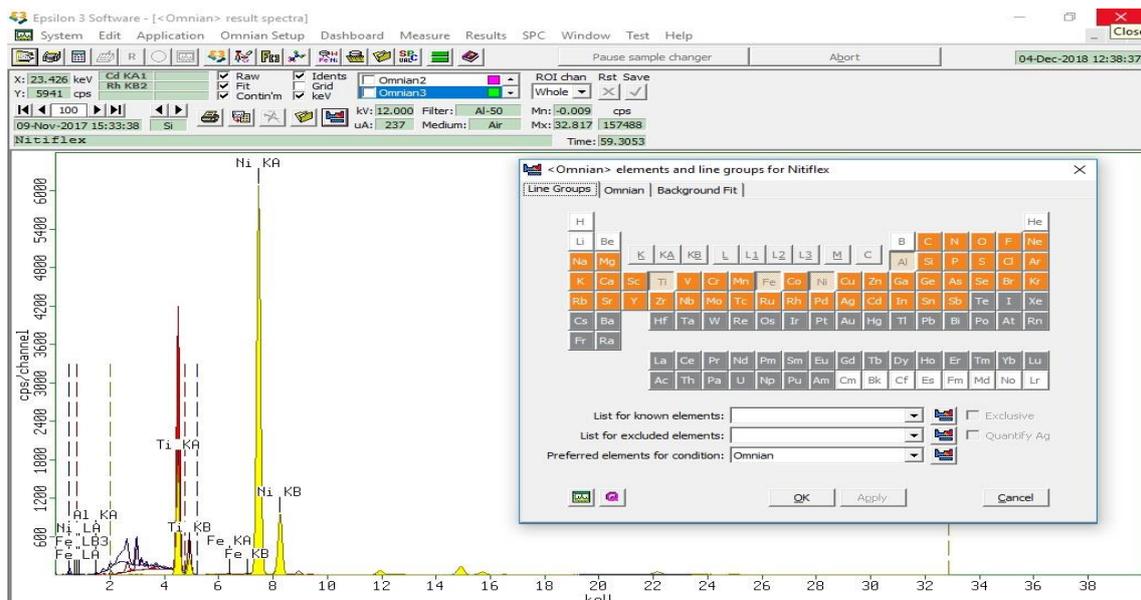
Foi utilizado o espectrômetro de fluorescência de raios X por energia dispersiva (EDXRF) Epsilon 3 XLE (PANalytical, Almelo, Holanda), composto por um tubo cerâmico com uma janela de berílio de 50  $\mu\text{m}$  e anodo de prata, permitindo uma capacidade de excitação na faixa de 50kV e 3mA.

As amostras foram cuidadosamente posicionadas preenchendo a parte inferior da porta amostras e posicionada no interior do espectrômetro, conforme apresentado na FIG. 4.11. Utilizou-se uma atmosfera com gás hélio durante a realização da análise.



**FIG. 4.11** Espectrômetro Epsilon 3 XLE, indicando a posição da amostra no interior do aparelho

Com auxílio do software Omnian (PANalytical, Almelo, Holanda) determinou-se o espectro de EDXRF dos instrumentos endodônticos analisados, indicando a presença dos elementos químicos e sua quantificação em porcentagem (%), FIG. 4.12. Da mesma forma, foi possível, através da análise quantitativa, desconsiderar a presença de contaminantes nas amostras provenientes do manuseio dos instrumentos durante a preparação para a análise ou presentes intrinsecamente no porta amostras.



**FIG. 4.12** Análise no software Omnian dos picos obtidos na espectrometria de fluorescência de raios X

#### 4.9 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (“DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY” - DSC)

A determinação das temperaturas das possíveis transformação de fase da liga de NiTi foi realizada com emprego da técnica de DSC. Para a análise utilizou-se o equipamento DSC-60 (Shimadzu, Kyoto, Japão). As amostras foram cortadas em segmentos de aproximadamente 5mm para realização da análise.

Os cortes dos segmentos de instrumentos endodônticos foram realizados cuidadosamente com discos de corte sob refrigeração para diminuir o encruamento do material na região de corte, causando possíveis alterações significativas nos resultados.

Após segmentadas, as amostras foram deapadas através de imersão em solução de 45% de água, 45% de ácido nítrico e 10% de ácido fluorídrico por um período de aproximadamente 20 minutos, sendo em seguida lavadas com água corrente, atingindo ao final do processo uma massa de aproximadamente 10mg. O objetivo da deapagem prévia a realização da análise foi a remoção da camada de óxido superficial e de possíveis regiões que sofreram encruamento próximas as regiões de corte.

Após limpeza e secagem, as amostras foram colocadas em um cadinho de alumínio sem tampa e posicionados no interior do equipamento para realização da análise. Utilizou-se como referência um cadinho de alumínio vazio.

As amostras foram analisadas em ciclos de -80°C e 100°C com taxa de aquecimento e resfriamento de 10°C/min, em uma atmosfera controlada de nitrogênio gasoso. Para o controle da entrada do nitrogênio no sistema foi utilizado o módulo de fluxo FC-60 (Shimadzu, Kyoto, Japão) em uma taxa de 35ml/min. A realização da análise em atmosfera controlada evita que a oxidação da superfície da amostra interfira na análise das temperaturas de transformação observadas.

Através da utilização do software TA-60WS (Shimadzu, Kyoto, Japão) foram analisadas as curvas obtidas e determinadas as temperaturas de início da transformação martensítica ( $M_i$ ) e final da transformação martensítica ( $M_f$ ), assim como o início e final da transformação reversa ( $A_i$  e  $A_f$ ).

#### 4.10 METALOGRAFIA

A preparação metalográfica dos instrumentos endodônticos foi realizada seguindo os parâmetros descritos na literatura para ligas de NiTi. A parte ativa do instrumento foi seccionada utilizando disco diamantado e embutida em resina acrílica auto polimerizante incolor (Jet, Artigos Odontológicos Clássico Ltda – Campo Limpo Paulista, Brasil). Realizou-se em seguida a preparação metalográfica mecânica das amostras com lixas de carbeto de silício de granulometria: 300, 600, 800, 1200 e 2000. O polimento foi realizado utilizando panos de polimentos embebidos em solução de alumina de 1  $\mu\text{m}$ , 0,5  $\mu\text{m}$  e 0,3  $\mu\text{m}$ , FIG. 4.13.



**FIG. 4.13** Instrumentos endodôntico Protaper Universal embutidos e preparados antes da etapa de revelação da microestrutura

A microestrutura foi revelada através do ataque químico utilização uma solução de 50ml de água, 18ml de ácido acético concentrado, 20ml de ácido nítrico concentrado e 16ml de ácido fluorídrico concentrado, com tempo de exposição de 15 segundos.

As amostras foram observadas no microscópio óptico para verificar se o preparo metalográfico ficou adequado e em seguida as imagens foram obtidas.

#### 4.11 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Os ensaios de DRX foram realizados em temperatura ambiente com o intuito de verificar as fases presentes no instrumento PTU. Para a análise utilizou-se o difratômetro PANalytical X'Pert Pro (PANalytical, Almelo, Holanda), modelo MRD Pro, com anodo de Cobalto e filtro de Ferro e faixa de operação de 40kV e 45mA.

#### 4.12 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A normalidade apresentada pelos grupos foi verificada através do teste Shapiro-Wilk, assumindo-se um valor de  $p > 0,05$  para que a distribuição fosse considerada normal.

Para comparação dos resultados obtidos nos ensaios de flexão em  $45^\circ$ , resistência à fadiga por flexão rotativa, microdureza Vickers e resistência à corrosão utilizou-se Análise de Variância (ANOVA) e para a comparação entre grupos utilizou-se o teste de Tukey, assumindo um nível de confiança de 95%.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

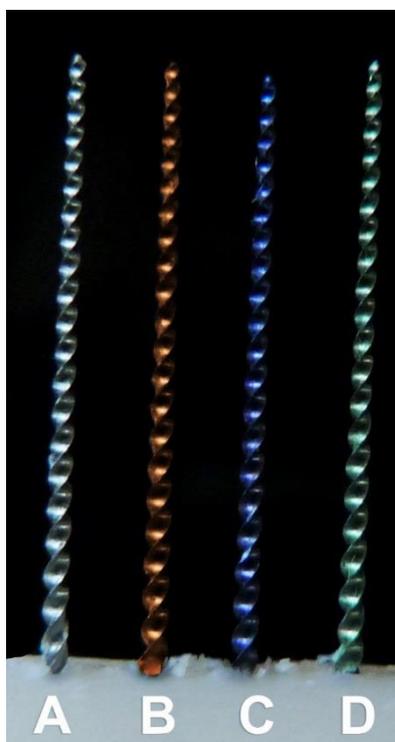
O presente estudo foi realizado em duas fases descritas nas seções 4.2 e 4.3. Foram realizados ensaios preliminares em instrumentos endodônticos e fios ortodônticos para seleção dos parâmetros (temperatura e tempo) que foram utilizados nos tratamentos térmicos dos instrumentos rotatórios Protaper Universal. Inicialmente, são apresentados os resultados dos ensaios mecânicos (flexão e resistência à fratura por fadiga cíclica) após os tratamentos térmicos das ligas de NiTi sob a forma de instrumentos manuais e fios ortodônticos. Em seguida, são apresentados e discutidos os resultados dos ensaios mecânicos e caracterizações dos instrumentos Protaper Universal após os tratamentos térmicos.

### 5.1 TRATAMENTO TÉRMICO DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS MANUAIS

Os instrumentos endodônticos manuais foram submetidos a tratamentos térmicos de alívio de tensões nas temperaturas de 450 °C, 500 °C e 550 °C durante 10 minutos. Esta faixa de temperatura é relatada na literatura como sendo a que resultou em ótimas propriedades mecânicas e microestruturais para o uso da liga de NiTi na clínica endodôntica (ALAPATI *et al.*, 2009; SHEN *et al.*, 2013). Alguns estudos demonstraram que os tratamentos térmicos em temperaturas superiores a 600 °C resultam na perda do comportamento superelástico da liga metálica, diminuindo o desempenho clínico desses instrumentos (ZINELIS *et al.*, 2007; CHI *et al.*, 2016). De forma semelhante, os tratamentos térmicos realizados em temperaturas superiores a 800 °C também apresentaram decréscimo na superelasticidade dentre outras propriedades mecânicas (ALAPATI *et al.*, 2009; ZINELIS *et al.*, 2007; EBIHARA *et al.*, 2011; CHI *et al.*, 2016).

Por outro lado, os tratamentos térmicos realizados em temperaturas próximas de 450 °C resultaram em melhoria significativa de algumas propriedades mecânicas apresentadas, como a resistência à fratura por fadiga cíclica (TSUCHIYA *et al.*, 2006; ALAPATI *et al.*, 2009; SHEN *et al.*, 2013). Do mesmo modo, a liga de NiTi submetida aos tratamentos térmicos na faixa de

temperatura dos 500 °C também apresentaram significativa melhoria de suas propriedades, principalmente relacionadas a superelasticidade (SHEN *et al.*, 2013; CHI *et al.*, 2016). A FIG. 5.1 mostra os instrumentos endodônticos manuais após serem submetidos aos tratamentos térmicos selecionados.



**FIG. 5.1** Instrumentos endodônticos manuais após tratamento térmico. (A) IM-ST, (B) IM-450-10, (C) IM-500-10 e (D) IM-550-10

Observa-se na FIG. 5.1 as alterações nas cores dos instrumentos tratados termicamente de acordo com cada faixa de temperatura utilizada. Os instrumentos que não são tratados termicamente apresentam um tom metálico próximo do prateado. Os instrumentos IM-450-10 apresentaram uma coloração dourada, levemente voltado para um tom alaranjado. Os instrumentos dos grupos IM-500-10 e IM-550-10 apresentaram colorações azul royal e verde claro, respectivamente.

Através da cor apresentada pela liga de titânio após aquecimento é possível estimar as condições de temperatura de tratamento térmico da liga, podendo servir como um controle de qualidade (JIA *et al.*, 2015). Devido as excelentes propriedades mecânicas apresentadas pelo material em altas temperaturas, resistência à corrosão, baixa densidade e sua aplicação em indústrias como aeroespacial, torna-se importante um profundo conhecimento na alteração de

cor durante o desenvolvimento dessas ligas metálicas (JIA *et al.*, 2015). Observa-se a importância da alteração de cor após aquecimento como controle de qualidade nas especificações da Sociedade Americana de Soldagem para soldagem por fusão em soldagens para aplicações aeroespaciais (AWS D17.1). Através da identificação da cor apresentada pela liga de titânio após os procedimentos de soldagem é possível propor critérios de aceitação ou de rejeição dos produtos.

De forma semelhante, a associação entre a cor apresentada pelo instrumento endodôntico com suas propriedades e características poderiam ser um fator para se estimar o comportamento de um determinado instrumento. Uma vez que, apesar de diferentes ligas de NiTi sofrerem variações nos processos termomecânicos durante as etapas iniciais de confecção, de modo geral a concentração tanto de níquel quanto de titânio presentes em tais ligas seguem uma similaridade quanto ao peso molecular e peso atômico apresentado por esses elementos químicos. Sendo assim, em uma análise inicial, seria possível determinar, baseando-se somente na cor do instrumento, a faixa de temperatura do tratamento térmico e os parâmetros de tempo utilizados, quais as características apresentadas pela liga e estimar propriedades mecânicas relevantes para a utilização durante o uso clínico, como flexibilidade, resistência à fratura e capacidade de corte.

A variação da cor apresentada pela liga de NiTi após o tratamento térmico é produto de mudanças que ocorrem na camada mais externa do instrumento (PLOTINO *et al.*, 2014; ZUPANC *et al.*, 2018). Essa camada superficial é composta majoritariamente pelo óxido de titânio, que pode ser encontrado na forma de  $TiO_2$ ,  $TiO$ ,  $Ti_2O_3$  e  $Ti_3O_5$  (JIA *et al.*, 2015). Diversos estudos demonstraram que a cor apresentada pela liga de NiTi está associado com a espessura da camada externa de óxido de titânio (ALCISTO *et al.*, 2004; PENG *et al.* 2013; JIA *et al.*, 2015). A espessura da camada está relacionada diretamente com os parâmetros de temperatura e tempo utilizados durante o tratamento térmico. Observa-se que em temperaturas mais elevadas, a espessura da camada superficial de óxido aumenta, conferindo ao instrumento uma coloração mais escura, próxima do castanho escuro e cinza escuro. Esta tonalidade mais escura da liga, está relacionada principalmente com os

fenômenos ópticos de interferência da luz (ALCISTO *et al.*, 2004; PENG *et al.* 2013; JIA *et al.*, 2015).

Essas informações vão de encontro com amostras utilizadas no presente estudo para fins de teste de metodologia, onde o tratamento térmico de instrumentos endodônticos rotatórios NiTi do sistema K3, em uma temperatura superior a utilizada no estudo, na faixa de 800 °C, resultou em um instrumento com uma coloração mais escura, próximo do castanho escuro. Mostra-se na FIG. 5.2 os instrumentos K3 com e sem tratamento térmico.



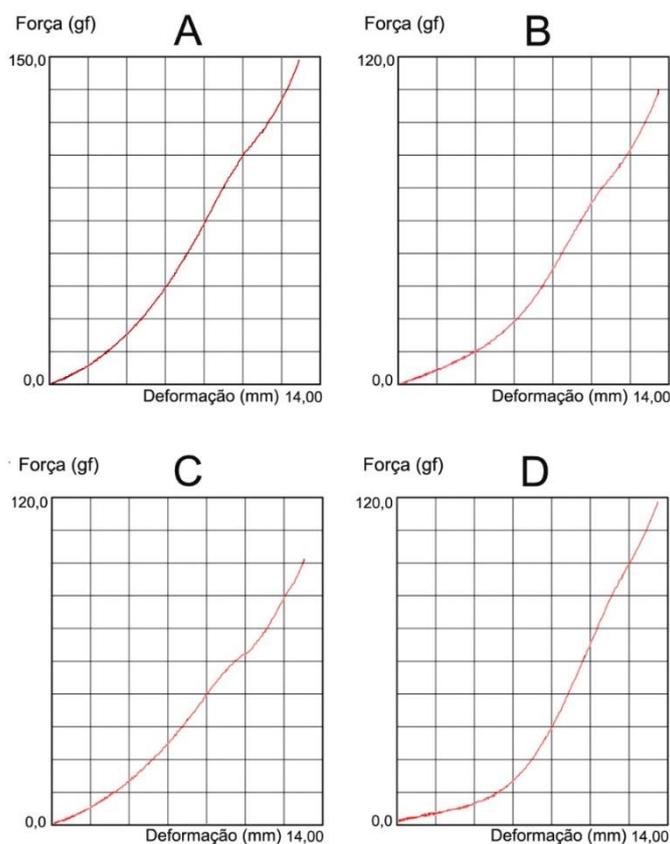
**FIG. 5.2** Instrumentos K3. (A) Sem tratamento térmico e (B) 800°C/10min

Alguns estudos demonstraram que a cor apresentada pelas ligas de titânio não depende exclusivamente da espessura da camada de óxido de titânio formada durante o tratamento térmico, mas também do tipo de óxido de titânio formado e sua concentração na camada mais superficial (ALCISTO *et al.*, 2004; KIM *et al.*, 2011; PENG *et al.* 2013). Estes estudos citam que a variação da temperatura do tratamento térmico resultou na formação preferencial de determinados tipos de óxidos de titânio, com conseqüentemente variação na cor apresentada. As ligas tratadas em temperaturas abaixo de 250 °C apresentaram preferencialmente  $TiO_2$  e cor prateada, enquanto em tratamentos a 250 °C formou-se,  $TiO$  além do  $TiO_2$ , resultando em uma cor próxima ao amarelo claro. Tratamentos térmicos realizados na faixa de 300 °C apresentaram coloração mais escura, observando-se um aumento significativo na presença de  $TiO$  e  $TiO_2$ , notando-se uma coloração passando do amarelo claro para um amarelo dourado, enquanto que tratamentos nas temperaturas de 500 °C e 550 °C apresentaram uma cor azul e presença de  $Ti_2O_3$ . O aumento do óxido  $Ti_2O_3$ , resultado encontrado em tratamentos na faixa de 600-750 °C, apresentou uma

coloração verde claro. Os tratamentos térmicos realizados em temperaturas mais elevadas (750-950 °C) apresentaram cores mais escuras, como castanho e cinza escuro com a presença majoritária de TiO<sub>2</sub>. Em relação à espessura da camada, observou-se a formação de uma camada superficial mais porosa e mais espessa, passando de uma média de 4µm em tratamentos abaixo de 750 °C para 32 µm em tratamentos com temperaturas superiores (ALCISTO *et al.*, 2004; KIM *et al.*, 2011; PENG *et al.* 2013; JIA *et al.*, 2015).

## 5.2 FLEXÃO EM 45° E FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA EM INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS MANUAIS

A seguir estão demonstrados os resultados obtidos nos ensaios de flexão em 45° e fadiga por flexão rotativa nos instrumentos endodônticos manuais. Na FIG. 5.3 as curvas representativas obtidas nos ensaios de flexão em 45°. Na TAB. 5.1 são apresentados os valores obtidos após os tratamentos térmicos realizados.



**FIG. 5.3** Variação da força com a deformação média dos instrumentos submetido ao ensaio de flexão em 45°. (A) IM-ST, (B) IM-450-10, (C) IM-500-10 e (D) IM-550-10

**TAB. 5.1** Valores médios da força (gf) aplicada para flexionar em 45° os instrumentos endodônticos manuais em 45° (média ± desvio padrão). Letras sobrescritas diferentes indicam diferenças estatísticas significantes entre os grupos ( $p \leq 0,05$ )

GRUPO	n	Força (gf)
IM-ST	6	114,15 ± 6,84 <sup>a</sup>
IM-450-10	6	75,83 ± 2,32 <sup>b</sup>
IM-500-10	6	70,72 ± 6,37 <sup>b</sup>
IM-550-10	6	91,66 ± 0,75 <sup>c</sup>

Os resultados dos ensaios de flexão em 45° nos instrumentos manuais são apresentados no APÊNDICE 8.1.

Através da análise dos resultados obtidos no ensaio de flexão em 45° é possível observar que os instrumentos tratados termicamente são mais flexíveis que os instrumentos que não receberam tratamento térmico ( $p \leq 0,05$ ).

Os instrumentos IM-500-10 foram os mais flexíveis, seguidos dos instrumentos do grupo IM-450-10. Entretanto, observa-se que a diferença da força aplicada para flexão entre esses dois grupos não foi estatisticamente significativa ( $p > 0,05$ ). Dentre os instrumentos tratados termicamente, o grupo IM-550-10 foi o que se mostrou menor flexibilidade, necessitando de uma aplicação de carga maior para deformar-se ( $p \leq 0,05$ ).

Os resultados encontrados corroboram os dados encontrados na literatura (HAYASHI *et al.*, 2007; YAHATA *et al.*, 2009; ALMEIDA *et al.*, 2015; PEREIRA *et al.*, 2015; UYGUN *et al.*, 2016; GOO *et al.*, 2017; GIL *et al.*, 2018). A análise dos resultados indica que a flexibilidade da liga de NiTi aumenta, em especial sob a forma de instrumentos endodônticos, quando tratada termicamente. De uma forma geral, o tratamento térmico diminui as tensões residuais introduzidas na liga durante as etapas de confecção do instrumento endodôntico, assim como defeitos na microestrutura, aumentando significativamente algumas propriedades mecânicas apresentadas pela liga metálica. A influência do tratamento térmico da liga de NiTi utilizada na confecção de instrumentos endodônticos é analisada com detalhes na seção 5.5.

A utilização preferencial dos instrumentos endodônticos de NiTi manuais em relação aos tradicionais de aço inoxidável se deve a flexibilidade apresentada

pela liga, destacando-se principalmente sua característica de superelasticidade. Entretanto, a realização de tratamento térmico da liga de NiTi usada na confecção de instrumentos manuais não é uma prática comum, diferente da liga que compõe instrumentos utilizados através de acionamento a motor. Devido a indicação do uso e ao tipo de movimento utilizado durante a instrumentação com instrumentos manuais, o tratamento térmico da liga de NiTi aumenta o custo final do instrumento, sem que ocorra vantagens significativas para a prática clínica. Por outro lado, o aumento moderado da flexibilidade como resultado de tratamentos térmicos, pode ser útil no emprego do instrumento para fins de cateterismo ou exploração inicial em caso de canais com curvatura acentuada.

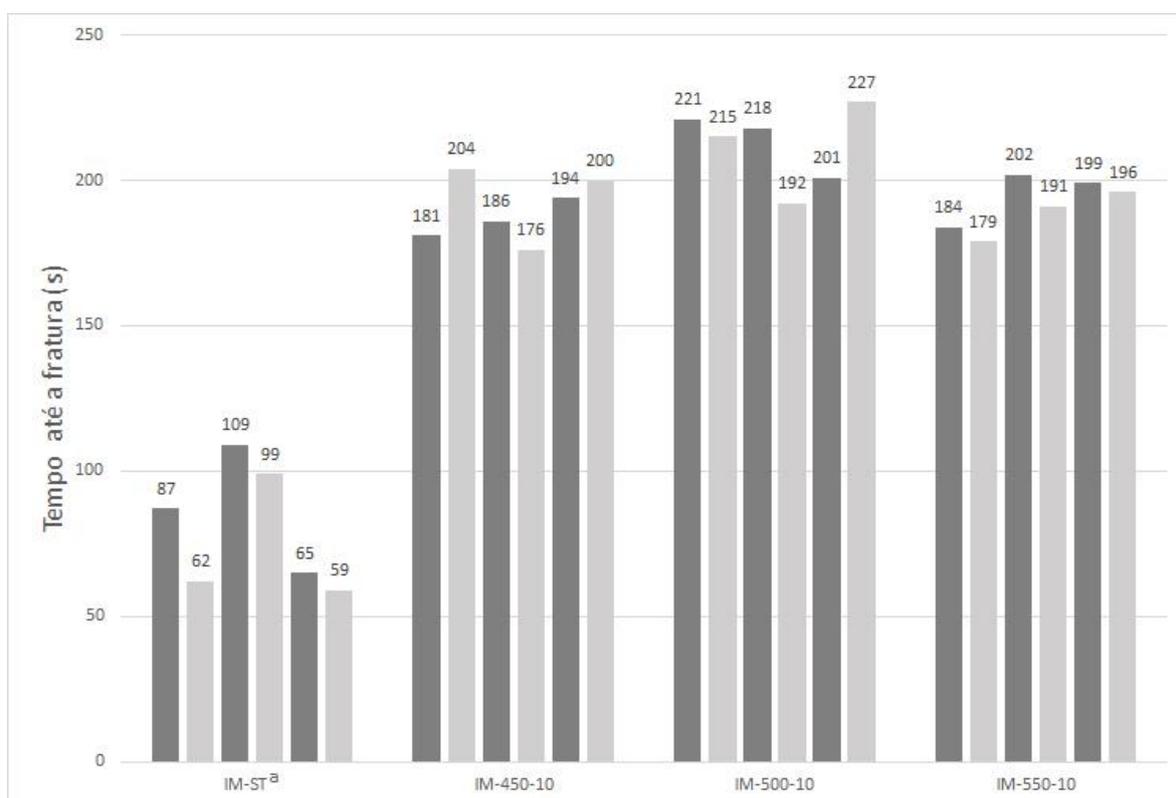
Durante a confecção dos instrumentos de NiTi alguns defeitos são criados na matriz, como discordâncias (LOPES *et al.*, 2004; CHIAVERINI, 2008; ABOUTALEBI *et al.*, 2015). O aumento da densidade de discordâncias aumenta a resistência da liga na fase austenítica. Porém, há uma redução de características desejáveis para utilização da liga na prática clínica, como a SE. O posterior tratamento térmico da liga em temperaturas e tempos adequados altera a microestrutura da liga deformada a frio, melhora as propriedades de SE e o EMF, tornando-a ótima para utilização na clínica odontológica. Tais melhorias derivam de características que a liga apresenta após o tratamento termomecânico (CHIAVERINI, 2008; SAEDI *et al.*, 2016).

O encruamento e endurecimento por precipitação durante o tratamento termomecânico promovem um aumento da força crítica necessária para o deslizamento das discordâncias na matriz austenítica (REED-HILL, 2008). Esta deformação plástica na liga não é recuperada após aquecimento, desta forma ocorre um efeito prejudicial na etapa transformação em martensita induzida por tensão (AOUN *et al.*, 2017). Sendo assim, ligas de NiTi que precisam de maiores tensões para induzir o deslizamento são excelentes para confecção de dispositivos onde a superelasticidade é exigida.

Soma-se ainda o fato dos tratamentos termomecânicos alterarem drasticamente as temperaturas para ocorrência de transformação martensítica e reversa, permitindo a programação da liga para que a transformação ocorra justamente na condição clínica desejada (ALAPATI *et al.*, 2009; HOU *et al.*, 2011; BRAGA *et al.*, 2013; SHEN *et al.*, 2015; ZUPANC *et al.*, 2018). Nos casos de ligas ricas em Ni, as alterações nos parâmetros de tratamento (temperatura e

tempo) podem induzir a formação de precipitados ricos em Ni ( $Ni_4Ti_3$ ) que irão resultar em transformação de fase em duas etapas e aumento da resistência ao deslizamento quando precipitados em matriz austenítica (ABOUTALEBI *et al.*, 2015).

Além do tratamento térmico da liga, alguns outros fatores contribuem diretamente para a flexibilidade presente em instrumentos endodônticos manuais, como suas dimensões e geometria da seção transversal (LOPES *et al.*, 2010; CAPAR *et al.*, 2014; ELNAGHY, 2014). Quanto menor o diâmetro do instrumento, maior sua flexibilidade. Em relação à influência da seção transversal na flexibilidade, observa-se que instrumentos com seção transversal triangular são mais flexíveis que instrumentos de seção quadrangular, o que permitem uma instrumentação mais segura para acompanhar a anatomia original do canal radicular. Uma menor área da seção transversal dos instrumentos é o principal fator que contribui para essa maior flexibilidade. Os resultados obtidos nos ensaios de fadiga por flexão rotativa são apresentados na FIG. 5.4 e na TAB. 5.2.



**FIG. 5.4** Valores obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa dos instrumentos endodônticos manuais

**TAB. 5.2** Valores médios do tempo (s) e número de ciclos para a fratura (NCF) dos instrumentos endodônticos manuais submetidos ao ensaio de fadiga por flexão rotativa (média  $\pm$  desvio padrão). Letras sobrescritas diferentes indicam diferenças estatísticas significativa entre os grupos ( $p \leq 0,05$ )

GRUPO	n	Tempo (s)	NCF
IM-ST	6	80,17 $\pm$ 21,17 <sup>a</sup>	400,83 $\pm$ 105,85 <sup>b</sup>
IM-450-10	6	190,17 $\pm$ 10,99	950,83 $\pm$ 54,99
IM-500-10	6	212,33 $\pm$ 13,20	1061,67 $\pm$ 66,01
IM-550-10	6	191,83 $\pm$ 8,93	959,17 $\pm$ 44,66

Com base nos resultados apresentados na TAB 5.2 e FIG. 5.3 observa-se que ocorreu um aumento significativo no tempo e no número de ciclo para fraturar os instrumentos endodônticos manuais tratados termicamente ( $p \leq 0,05$ ). A temperatura utilizada no tratamento térmico não influenciou significativamente na resistência à fratura apresentada, não havendo diferença significativa entre os grupos tratados ( $p > 0,05$ ). Os instrumentos submetidos ao tratamento térmico apresentaram comportamento mais homogêneo dado pela menor dispersão no tempo médio até a fratura. Os resultados obtidos no ensaio de flexão por fadiga cíclica corroboram os dados disponíveis na literatura, os quais relatam o aumento significativo na resistência à fratura da liga de NiTi após o tratamento térmico (DE-DEUS *et al.*, 2017; LA ROSA *et al.*, 2017; KESKIN *et al.*, 2017; TOPÇUOĞLU *et al.*, 2017; ALCADE *et al.*, 2018; SILVA *et al.*, 2018).

Na fase inicial deste trabalho, realizou-se o ensaio de fadiga cíclica utilizando instrumentos endodônticos manuais para analisar o comportamento da liga de NiTi após o tratamento térmico. Os resultados obtidos auxiliaram na escolha dos parâmetros dos tratamentos térmicos utilizados na segunda fase do estudo. Apesar da geometria do instrumento manual e o tipo de movimento utilizado nesse estudo serem diferentes do preconizado pelo fabricante, com base nos resultados obtidos e com a metodologia utilizada é possível estimar o comportamento clínicos desses instrumentos. Esse tipo de ensaio permite avaliar como o tratamento térmico pode ser significativo no aumento da resistência à fratura por fadiga, mesmo em instrumentos manuais, pois altera

diretamente fatores que parecem influenciar na ocorrência da fratura, como redução de tensões residuais presentes na microestrutura e diminuição/eliminação de precipitados na matriz que atuam como concentradores de tensão.

A fratura por fadiga ocorre com tensões consideravelmente inferiores ao limite de resistência à tração ou ao limite de escoamento (PARASHOS *et al.*, 2004; SILVA *et al.*, 2018). Em materiais frágeis, a fratura ocorre por clivagem de uma região do material induzindo um aumento na propagação de trincas, mesmo quando submetido a tensões relativamente baixas após um determinado número de ciclos (LOPES *et al.*, 2001). O movimento de rotação do instrumento endodôntico no interior de um canal com curvatura gera flexão desse instrumento e o submetem à atuação de tensões trativas e compressivas. A fratura se inicia através da nucleação de uma trinca que cresce com a continuidade do carregamento. O aumento do tamanho da trinca e de sua propagação, em um dado momento, gera uma ineficácia da liga metálica de suportar as cargas que estão sendo aplicadas sobre ela, ocorrendo então a fratura de forma rápida e catastrófica (LOPES *et al.*, 2001). Dependendo do estado termomecânico do instrumento, o crescimento da trinca com as tensões de tração ocorre na direção perpendicular às forças aplicadas.

Desta forma, é importante controlar o máximo possível os fatores que influenciam na nucleação, e conseqüentemente na propagação, da trinca de fadiga em instrumentos endodônticos através de procedimentos que aumentam a vida útil em fadiga. Dentre eles, alterações nas condições de tratamentos térmicos, redução das tensões residuais e dos concentradores de tensão nas etapas de confecção, controle da composição química da liga, engenharia da forma geométrica do instrumento, assim como comprimento e acabamento superficial.

### 5.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS DOS FIOS ORTODÔNTICOS

No presente estudo, o tratamento térmico dos fios ortodônticos permitiu avaliar a influência da temperatura e do tempo na flexibilidade e na resistência à fratura por fadiga cíclica da liga NiTi. Os fios ortodônticos foram utilizados no estado como fornecidos pelo fabricante, sem realização de tratamento térmico

prévio. Apesar da forma geométrica cilíndrica dos fios ortodônticos serem diferentes do formato dos instrumentos endodônticos, as características dos instrumentos de NiTi foram semelhantes, seja através da microestrutura austenítica na temperatura ambiente ou composição química. Observou-se percentuais de Ni e Ti de 55,94% e 43,96%, respectivamente. No APÊNDICE 8.4 são apresentadas as características e a composição química (% peso) da liga de NiTi fornecida pelo fabricante.

Os fios ortodônticos foram submetidos a tratamentos térmicos nas temperaturas de 450 °C, 500 °C e 550 °C por períodos de 5 min, 10 min e 15 min.

Assim como os instrumentos endodônticos manuais, os fios ortodônticos também apresentaram alteração de cor após a realização dos tratamentos térmicos. As cores dos grupos variaram com a faixa de temperatura utilizada, independentemente do tempo selecionado. Sendo assim, fios tratados a 450 °C apresentaram cor dourada, levemente voltada para um tom alaranjado, enquanto fios tratados a 500 °C e 550 °C apresentaram a cor azul royal. Foi possível observar que os fios tratados em 550 °C apresentaram, além da cor azul, regiões com características douradas, assim como levemente esverdeadas. Estes resultados corroboram os observados nos instrumentos endodônticos manuais após tratamento térmico. Mostra-se na FIG. 5.5 os fios ortodônticos após os tratamentos térmicos.



**FIG. 5.5** Fios ortodônticos tratados termicamente. (A) 450 °C, (B) 500 °C e (C) 550 °C

Os tratamentos termomecânicos da liga de NiTi durante a confecção dos fios ortodônticos induzem propriedades mecânicas que proporcionam alta recuperação elástica e baixa rigidez (NESPOLI *et al.*, 2015; BELLINI *et al.*, 2016; ZHANG *et al.*, 2016). Clinicamente, tais características permitem ao profissional realizar dobras e deformações acentuadas no regime elástico, sem que ocorra a fratura.

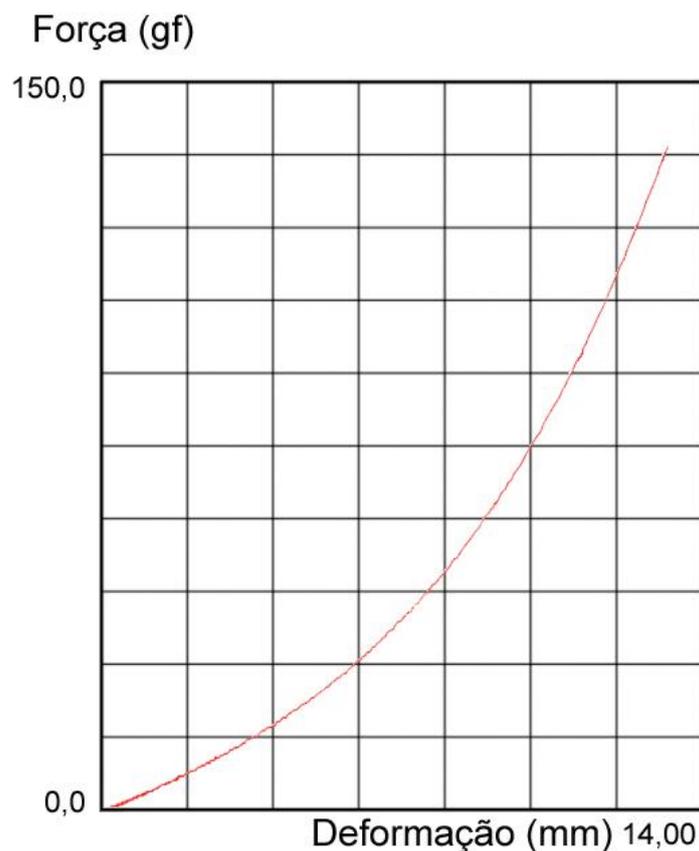
A utilização de altas temperaturas no tratamento da liga de NiTi durante a etapa de confecção do fio permite o desenvolvimento de ligas programadas para o retorno de sua condição pré-deformada em temperaturas próximas as apresentadas na cavidade oral, o que representa ótima característica para a prática clínica (BELLINI *et al.*, 2016; ZHANG *et al.*, 2016). Observa-se, através da termoativação desses fios quando em meio bucal, uma movimentação ortodôntica dos elementos dentários decorrente da aplicação de forças constantes e de baixa intensidade, resultado da indução térmica do efeito memória de forma levando a transformação da liga martensítica, em temperatura ambiente, para austenita na cavidade bucal (ELAYYAN *et al.*, 2010).

Tratamentos térmicos de fios de NiTi em temperaturas na faixa de 400-550 °C promovem alterações significativas na temperatura de transformação (SHAHMIR *et al.*, 2014). A utilização de temperaturas mais elevadas resulta na diminuição das temperaturas de transformação da liga (SHAHMIR *et al.*, 2014). Os tratamentos realizados em temperaturas superiores a 480 °C por 30 minutos condicionam a temperatura de  $A_f$  abaixo da temperatura corporal. Temperaturas de tratamento acima de 460 °C resultam em menor deflexão residual do fio após dobramento. Observa-se ligeiro aumento na força liberada durante o descarregamento quando o tratamento é realizado na faixa de temperatura de 460-550 °C por 30 minutos. Em relação ao tempo utilizado, tratamentos em temperaturas de 400-500 °C por períodos curtos, como 2 min ou da ordem de 5min, já são suficientes para promover alteração das propriedades mecânicas dos fios ortodônticos de NiTi.

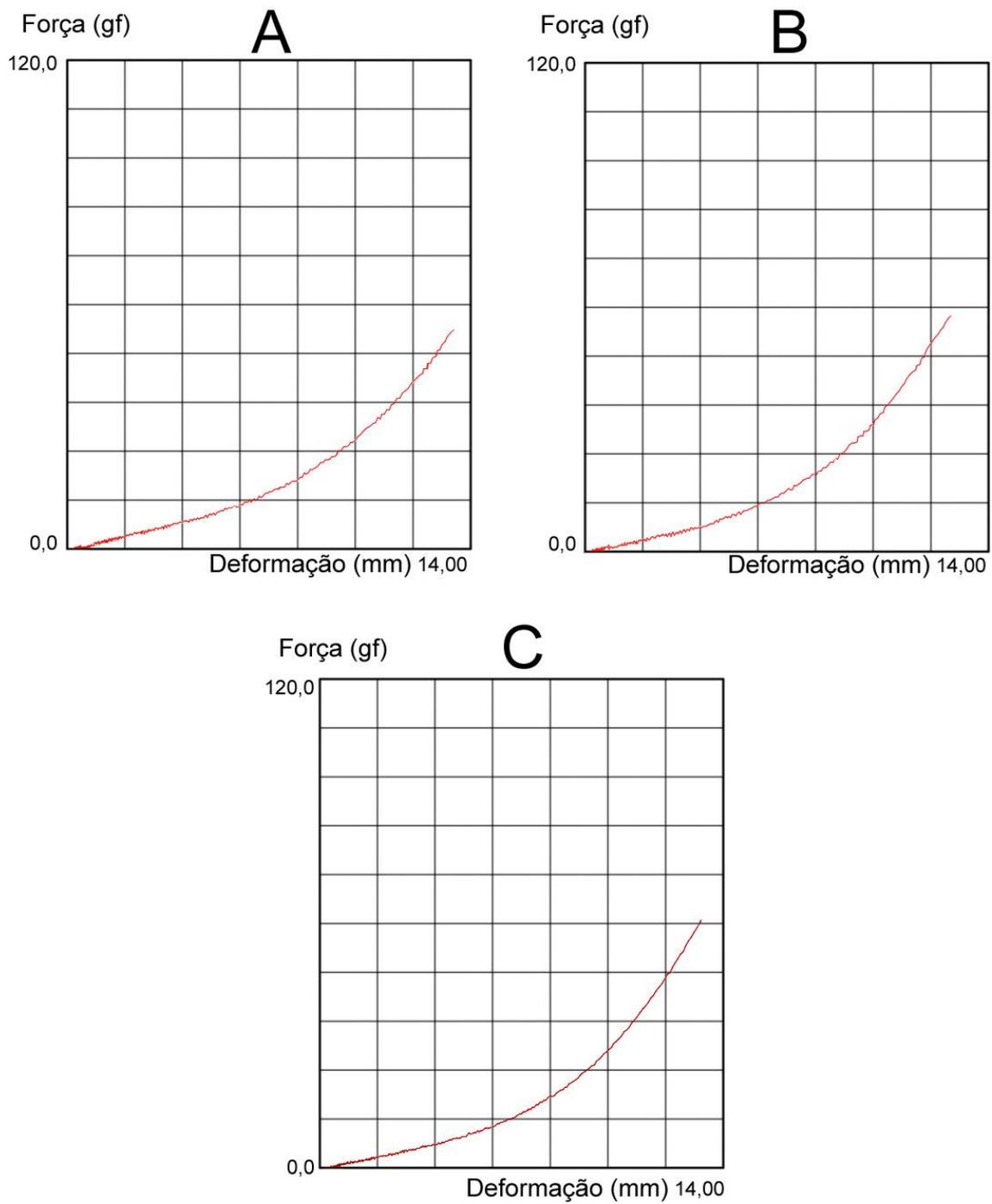
#### 5.4 FLEXÃO EM 45° E FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA EM FIOS ORTODÔNTICOS

A seguir estão demonstrados os resultados obtidos nos ensaios de flexão em 45° e fadiga por flexão rotativa nos fios ortodônticos de NiTi. As FIG. 5.6, FIG. 5.7, FIG. 5.8 e FIG. 5.9 demonstram as curvas representativas obtidas nos ensaios de flexão em 45° dos fios ortodônticos sem tratamento térmico e tratados à 450 °C, 500 °C e 550 °C, respectivamente.

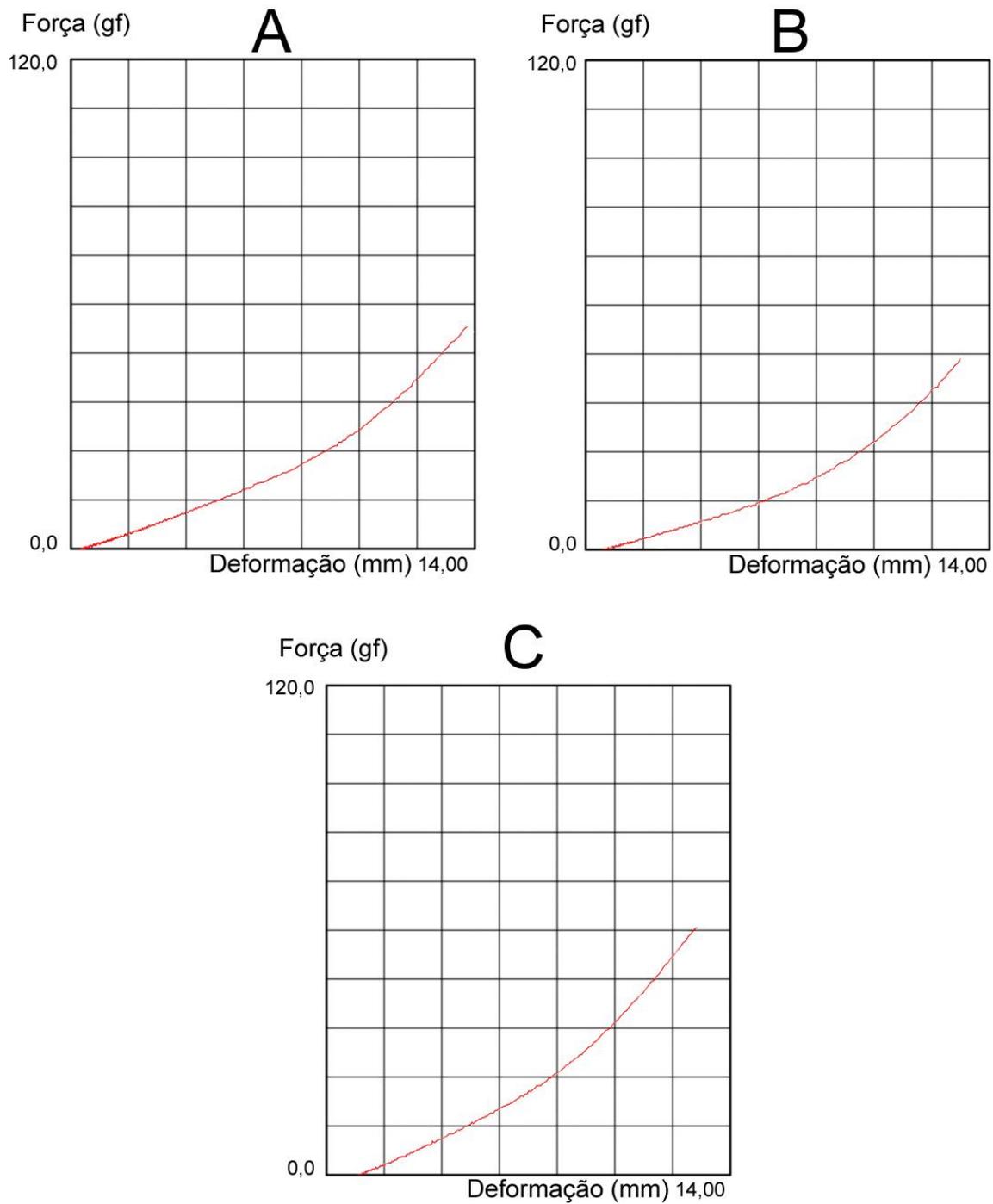
Na TAB. 5.3 são descritos os valores das forças necessárias para flexionar os fios em 45 graus após os tratamentos térmicos.



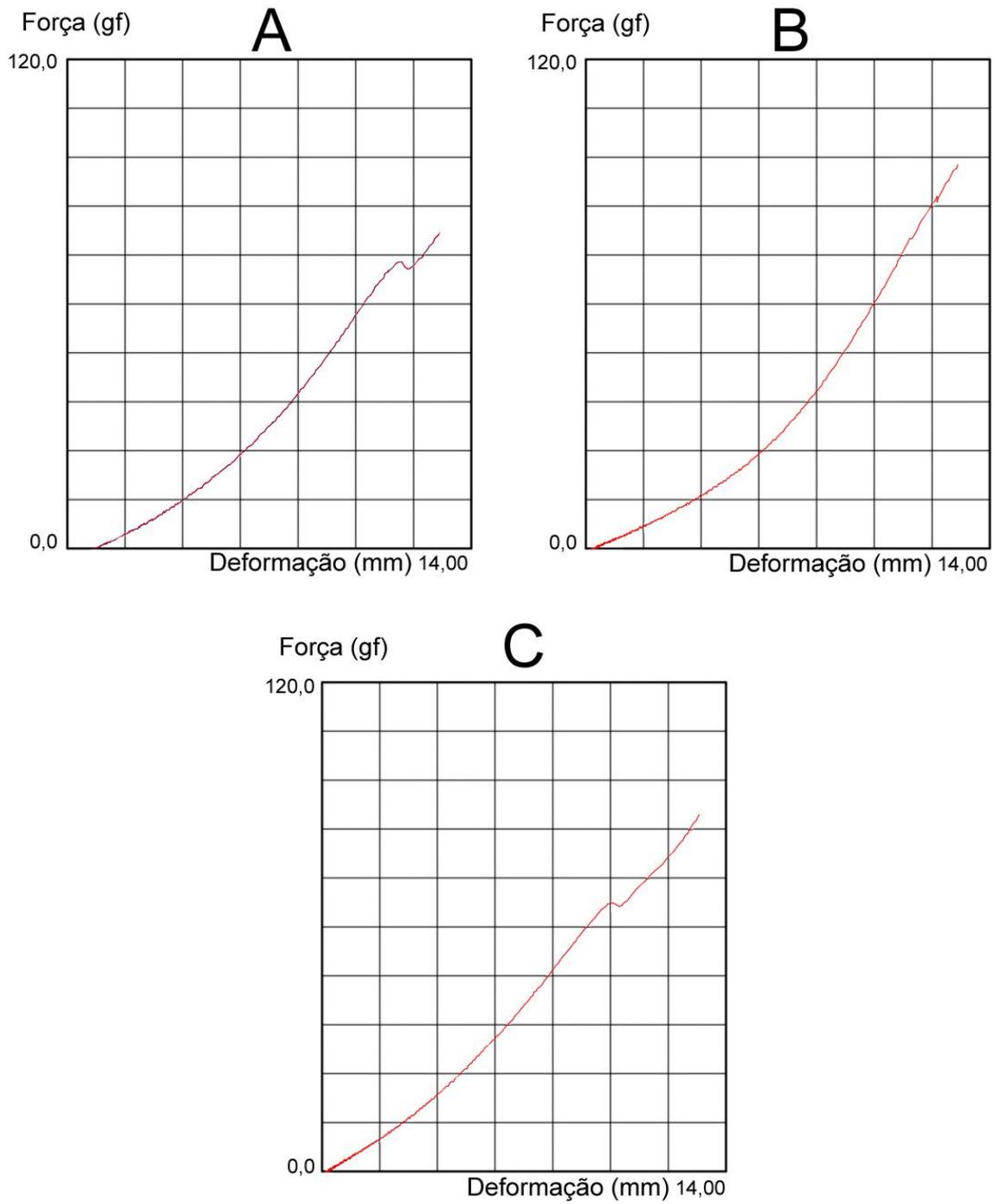
**FIG. 5.6** Curvas Força x Deformação médias obtidas no ensaio de flexão em 45° do grupo FO-ST



**FIG. 5.7** Curvas Força x Deformação médias obtidas no ensaio de flexão em 45°. (A) FO-450-05, (B) FO-450-10 e (C) FO-450-15



**FIG. 5.8** Curvas Força x Deformação médias obtidas no ensaio de flexão em 45°. (A) FO-500-05, (B) FO-500-10 e (C) FO-500-15



**FIG. 5.9** Curvas Força x Deformação médias obtidas no ensaio de flexão em 45°. (A) FO-550-05, (B) FO-550-10 e (C) FO-550-15

**TAB. 5.3** Valores médios da força (gf) aplicada para flexionar em 45° os fios ortodônticos (média ± desvio padrão). Letras sobrescritas diferentes indicam diferenças estatísticas significantes entre os grupos ( $p \leq 0,05$ ).

GRUPO	n	Força (gf)
FO-ST	10	82,40 ± 13,45 <sup>a</sup>
FO-450-05	10	29,15 ± 6,90 <sup>b</sup>
FO-450-10	10	29,83 ± 4,36 <sup>b</sup>
FO-450-15	10	39,17 ± 10,08 <sup>b,c</sup>
FO-500-05	10	37,44 ± 13,97 <sup>b,d</sup>
FO-500-10	10	29,15 ± 6,81 <sup>b</sup>
FO-500-15	10	45,14 ± 5,23 <sup>c,d,e</sup>
FO-550-05	10	60,69 ± 5,37 <sup>f</sup>
FO-550-10	10	57,89 ± 15,85 <sup>e,f</sup>
FO-550-15	10	60,61 ± 11,81 <sup>f</sup>

Os resultados dos ensaios de flexão em 45° nos fios ortodônticos estão apresentados no APÊNDICE 8.2.

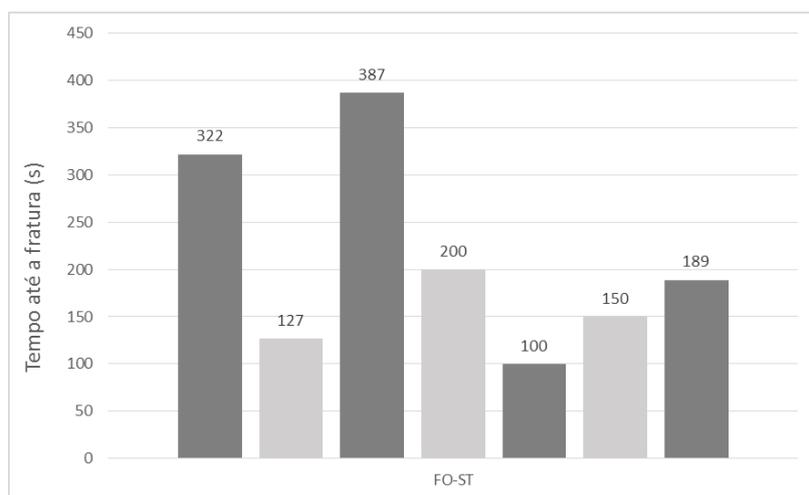
Os fios tratados termicamente, independente dos parâmetros utilizados, foram mais flexíveis que o grupo que não recebeu tratamento ( $p \leq 0,05$ ). Os grupos FO-550-10, FO-450-05 e FO-450-10 foram os grupos que apresentaram maior flexibilidade, necessitando da aplicação de uma carga menor para flexionar 45° ( $p \leq 0,05$ ). Entretanto, estes grupos não apresentaram diferenças estatísticas em relação aos grupos FO-500-05 e FO-450-15 ( $p > 0,05$ ). Dentre as faixas de temperatura utilizadas para os tratamentos térmicos, os grupos tratados termicamente à 550 °C foram os que apresentaram menor flexibilidade, independentemente do tempo de tratamento escolhido ( $p \leq 0,05$ ).

Os resultados dos ensaios de flexão em 45° dos fios ortodônticos estão de acordo com os obtidos em instrumentos endodônticos manuais. A liga de NiTi apresentou maior flexibilidade quando tratada a 500 °C e 450 °C por períodos curtos de tempo. De forma semelhante, quando o tratamento foi realizado na temperatura de 550 °C a flexibilidade apresentou uma queda acentuada.

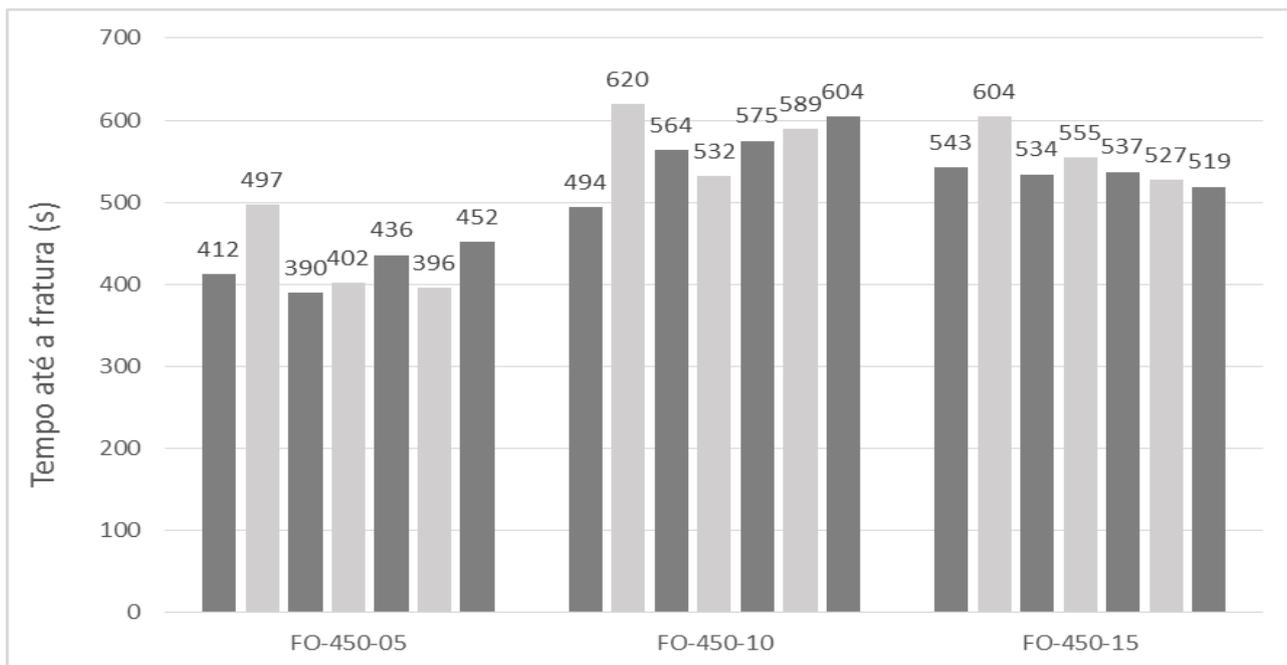
Alguns estudos mostram que o tratamento térmico da liga de NiTi na forma de fios ou arcos resulta em aumento significativo da flexibilidade e maleabilidade (SHAHMIR *et al.*, 2014; BELLINI *et al.*, 2016; ZHANG *et al.*, 2016). Entretanto, a definição de uma temperatura ideal para o tratamento se mostra um desafio, uma vez que há grande variação entre as ligas de NiTi utilizadas, seja quanto ao percentual de Ni na composição química, adição de elementos de liga ou processo de confecção.

Os resultados obtidos no presente estudo corroboram os estudos que submeteram fios ortodônticos de NiTi a tratamentos em temperaturas de 400 °C e 600 °C, os quais observaram que em temperaturas mais elevadas há uma alteração no comportamento superelástico, com diminuição da flexibilidade (KHALIL-ALLAFI *et al.*, 2002; SHAHMIR *et al.*, 2014). Da mesma forma, a avaliação de tratamentos térmicos realizados na faixa de 400-500 °C por um período de 10 minutos apresenta um aumento da superelasticidade da liga de NiTi (BELLINI *et al.*, 2016; SAEDI *et al.*, 2016).

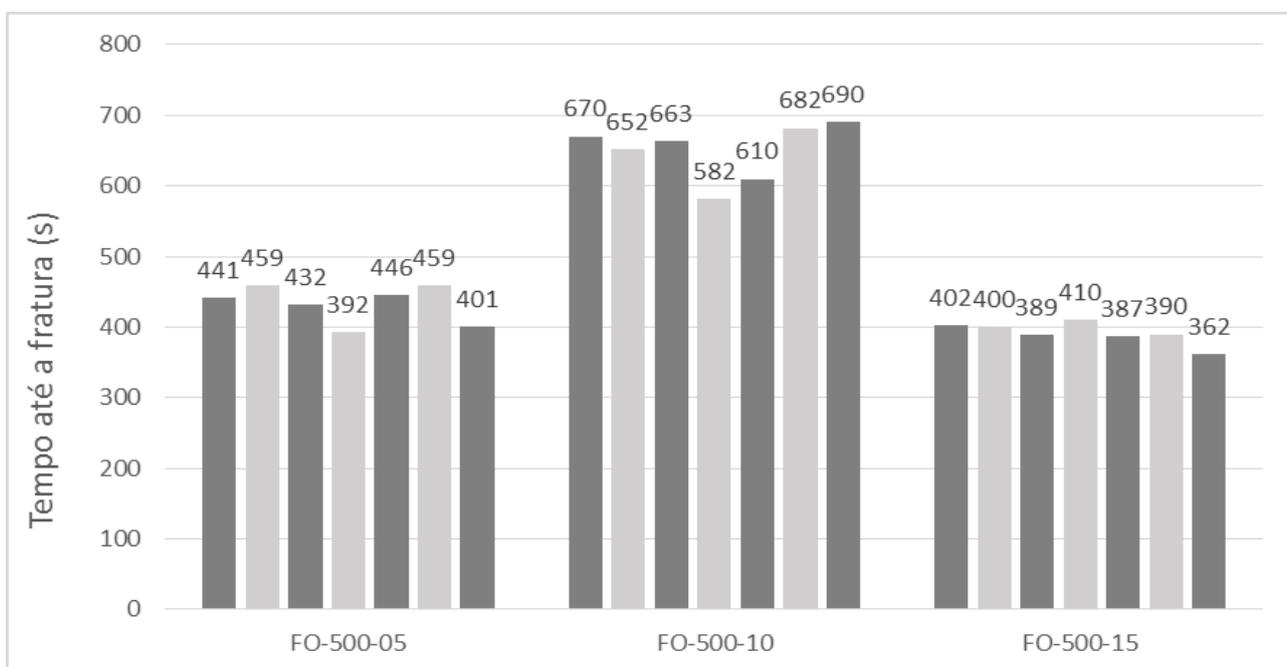
Os resultados obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa são apresentados nas FIG. 5.10, FIG. 5.11, FIG. 5.12 e FIG. 5.13, e TAB. 5.4.



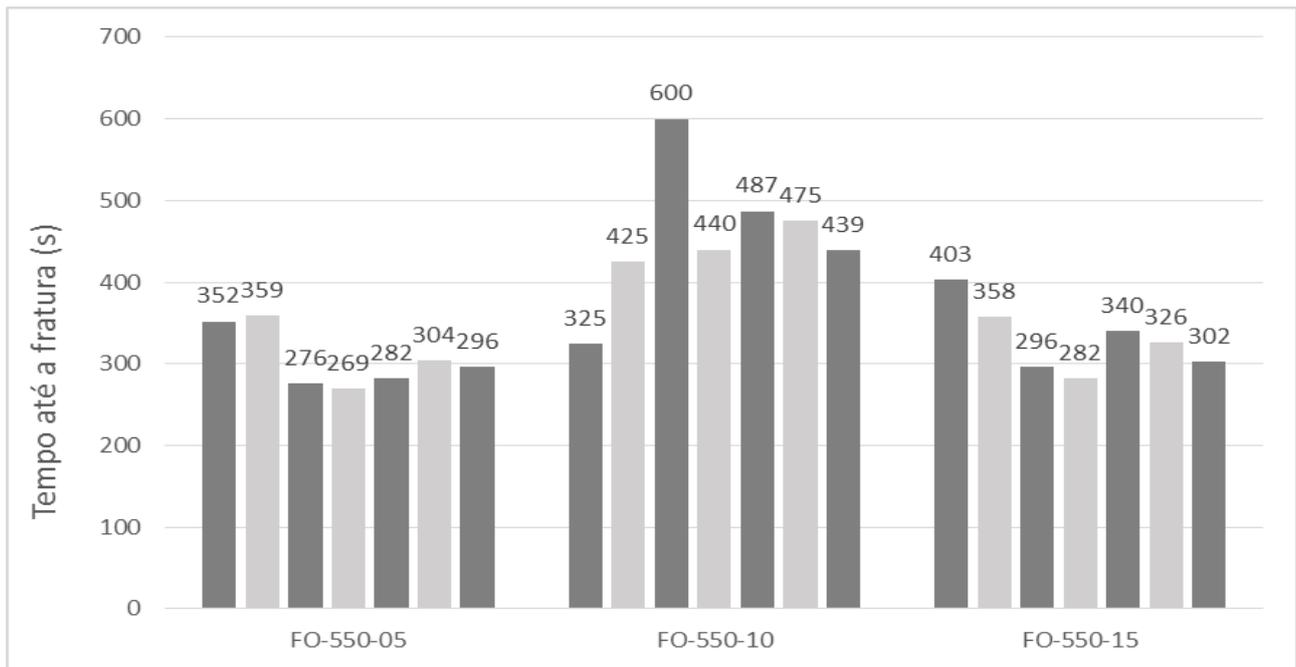
**FIG. 5.10** Valores obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa de fios ortodônticos sem tratamento térmico



**FIG. 5.11** Valores obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa de fios ortodônticos tratados termicamente à 450 °C



**FIG. 5.12** Valores obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa de fios ortodônticos tratados termicamente à 500 °C



**FIG. 5.13** Valores obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa de fios ortodônticos tratados termicamente à 550 °C

**TAB. 5.4** Valores médios de tempo (s) e número de ciclos para a fratura (NCF) dos fios ortodônticos submetidos ao ensaio de fadiga por flexão rotativa (média  $\pm$  desvio padrão). Letras sobrescritas diferentes indicam diferenças estatísticas significantes entre os grupos ( $p \leq 0,05$ ).

GRUPO	n	Tempo (s)	NCF
FO-ST	7	210,71 $\pm$ 105,67 <sup>a</sup>	1053,57 $\pm$ 528,36 <sup>g</sup>
FO-450-05	7	426,43 $\pm$ 38,26 <sup>b</sup>	2132,14 $\pm$ 191,31 <sup>h</sup>
FO-450-10	7	568,29 $\pm$ 43,35 <sup>c</sup>	2841,43 $\pm$ 216,77 <sup>i</sup>
FO-450-15	7	545,57 $\pm$ 28,19 <sup>c,d</sup>	2727,86 $\pm$ 140,95 <sup>i,j</sup>
FO-500-05	7	432,86 $\pm$ 26,74 <sup>b</sup>	2164,29 $\pm$ 133,71 <sup>h</sup>
FO-500-10	7	649,86 $\pm$ 39,63 <sup>c</sup>	3249,29 $\pm$ 198,13 <sup>i</sup>
FO-500-15	7	391,43 $\pm$ 15,40 <sup>b,e</sup>	1957,14 $\pm$ 77,02 <sup>h,l</sup>
FO-550-05	7	305,43 $\pm$ 36,22 <sup>e,f</sup>	1527,14 $\pm$ 181,10 <sup>l,m</sup>
FO-550-10	7	455,86 $\pm$ 82,39 <sup>b,d,e</sup>	2279,29 $\pm$ 411,93 <sup>h,j,l</sup>
FO-550-15	7	329,57 $\pm$ 41,78 <sup>e,f</sup>	1647,86 $\pm$ 208,88 <sup>l,m</sup>

Pode-se observar com base nos resultados da TAB. 5.4 um aumento significativo na resistência à fratura por fadiga cíclica em todos os grupos que receberam tratamento térmico em qualquer temperatura e tempo testados ( $p \leq 0,05$ ). O grupo FO-500-10 apresentou o maior tempo e número de ciclos até a fratura, seguido dos grupos FO-450-10 e FO-450-15, porém não houve diferença estatística no tempo de fratura entre esses grupos ( $p > 0,05$ ). Entre os grupos tratados termicamente, o grupo FO-550-05 foi o que apresentou o menor tempo até a fratura, seguido dos grupos FO-550-15, FO-500-15, onde também não se observou diferenças entre esses grupos ( $p > 0,05$ ).

Através do ensaio de fadiga por flexão rotativa não foi possível identificar a influência isolada da temperatura ou tempo na resistência a fratura. Apesar dos fios tratados por um período de 10min apresentarem ótimos resultados, principalmente nas temperaturas de 450 °C e 500 °C, o tratamento realizado por 15 minutos à 450 °C não apresentou diferença estatística. Foi possível observar, tanto na FIG. 5.7 quanto no desvio padrão apresentado na TAB. 5.4, que o grupo de fios que não recebeu tratamento térmico apresentou uma variação maior no tempo de fratura, provavelmente indicando que o processo de confecção altera de forma heterogênea as diferentes regiões do fio. Sendo assim, pode-se afirmar que a realização do tratamento térmico nessas condições torna mais previsível o comportamento da liga quando utilizada, o que na prática clínica significa maior segurança durante seu uso.

Para extrapolar os resultados dos ensaios mecânicos para a prática clínica, é necessária a análise da influência de outros fatores, como temperatura da cavidade oral, meio do ensaio e os tipos de força que estão comumente submetidos.

Estudos que avaliaram a resistência à fadiga em condições simulando o meio bucal verificaram que existe variação nos resultados encontrados (PRYMAK *et al.*, 2004; CASTRO *et al.*, 2015). Os fios ortodônticos de NiTi apresentaram resistência à fadiga inferior quando ensaiados em meios simulando saliva artificial e condições de acidez da alimentação (PRYMAK *et al.*, 2004). Apesar de não haver alterações na superfície após imersão nas condições dos ensaios, a presença de uma superfície irregular contribui para propagação da trinca e posterior fratura.

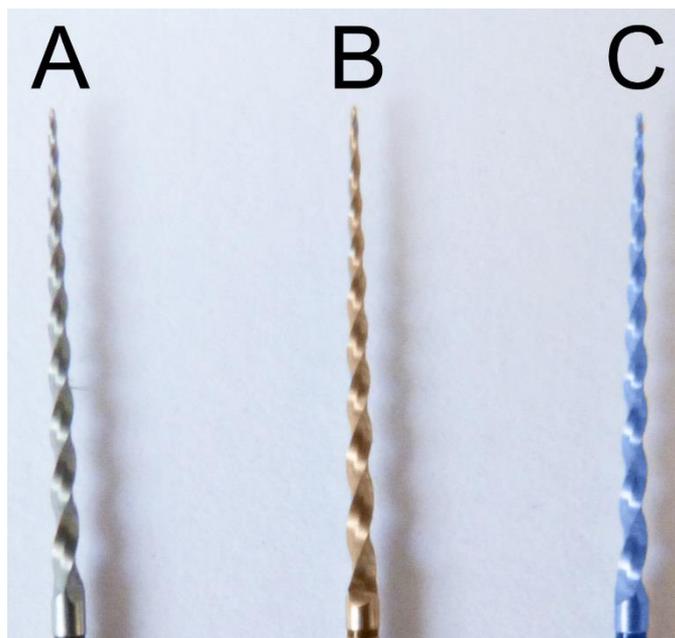
A transformação martensítica induzida por tensão também influencia na resistência à fadiga. A aplicação de tensões resulta em um aumento gradual de deformações plásticas induzidas na liga, podendo ser observadas de forma mais clara nos primeiros ciclos, tendendo a se estabilizar com o aumento do número de ciclos. Este comportamento pode ser associado ao aumento de tensões na rede e a estabilização de martensita na matriz por meio de empilhamento de discordâncias ao redor de defeitos durante movimentos cíclicos (EGGELER *et al.*, 2004). A fadiga apresentada pelo material durante ciclos de carregamento diminui as propriedades intrínsecas da liga que possui a propriedade de memória de forma (EGGELER *et al.*, 2004).

## 5.5 TRATAMENTO TÉRMICO DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS

Os instrumentos endodônticos rotatórios Protaper Universal foram submetidos a tratamentos térmicos a 450 °C e 500 °C por um período de 10 min.

Os instrumentos Protaper Universal são confeccionados com a liga de NiTi e não recebem tratamentos termomecânicos durante seu processo de fabricação. São instrumentos que apresentam propriedades superelásticas, encontrando-se na fase de austenita quando abaixo da temperatura corpórea. São classificados como instrumentos de primeira geração (AOUN *et al.*, 2017; SRIVASTAVA *et al.*, 2018).

A FIG. 5.14 mostra os instrumentos rotatórios Protaper Universal tratados termicamente.



**FIG. 5.14** Instrumentos endodônticos Protaper Universal após tratamento térmico. (A) PTU-ST, (B) PTU-450-10 e (C) PTU-500-10

Os tratamentos térmicos dos instrumentos Protaper Universal resultaram em características semelhantes aos instrumentos manuais utilizados na primeira fase do presente estudo. Instrumentos tratados na temperatura de 450 °C apresentaram cor dourada, voltada para um tom laranja, enquanto instrumentos tratados à 500°C apresentaram cor azul royal. A semelhança entre as cores dos diferentes tipos de instrumentos já era prevista, uma vez que ambos são confeccionados a partir de ligas de NiTi semelhantes.

Atualmente, a identificação das cores dos instrumentos comerciais decorrentes de tratamentos termomecânicos tem sido bastante empregada. A identificação da cor no instrumento visa criar um atrativo para o consumidor e realçar as características do tratamento térmico que a liga metálica foi submetida. Entre os instrumentos endodônticos que são comercializados com cores destaca-se o sistema Protaper Gold, Wave One Gold, Vortex Blue e Reciproc Blue (PLOTINO *et al.*, 2014; DE-DEUS *et al.*, 2017; ZUPANC *et al.*, 2018).

Apesar das cores obtidas no tratamento térmico no presente estudo serem iguais as de outros instrumentos endodônticos, não é possível correlacionar os parâmetros utilizados no tratamento baseado somente nesta característica, uma vez que a liga de NiTi utilizada em cada sistema de instrumentação pode possuir

composições químicas distintas, variações no histórico termomecânico e nas taxas de aquecimento e resfriamento, assim como no polimento eletroquímico e acabamento superficial. Por outro lado, a comparação das propriedades mecânicas e a caracterização da liga pode servir como indicativo das possíveis condições que os instrumentos foram confeccionados.

O trabalho a frio da liga de NiTi durante a fabricação resulta em aumento significativo de defeitos em sua estrutura cristalina (CHIAVERINI, 2008). Para utilização da liga de NiTi na confecção de instrumentos endodônticos é preciso eliminar tais alterações no material com tratamentos térmicos. Os tratamentos, como recozimento, realizados em temperaturas de 450-500 °C permitem a reorganização da microestrutura, redução do número de defeitos da estrutura cristalina e diminuição das tensões residuais (SAEDI *et al.*, 2016; MARATTUKALAM *et al.*, 2018).

O tratamento térmico dessas ligas promove uma significativa melhora das propriedades mecânicas e das características relativas a transformação de fase, havendo estabilização na sequência e temperaturas que ocorrem a transformação martensítica e transformação reversa. A introdução de discordâncias e vacâncias na rede cristalina, provenientes do trabalho a frio da liga, pode afetar diretamente as temperaturas de transformação, inibem a transformação martensítica e direcionam a transformação pela via de formação de fase-R (ABOUTALEBI *et al.*, 2015). Além da influência dos defeitos na transformação de fase, a introdução de tensões na rede também contribui diretamente na alteração das características da transformação (SAEDI *et al.*, 2016). Tensões residuais induzem a transformação através da formação de fase-R. A energia térmica proveniente do tratamento térmico realizado contribui para a movimentação de vacâncias e interstícios através da rede cristalina, resultando na transformação martensítica de forma direta.

Estudos demonstraram que o tratamento térmico em temperaturas de 450-500 °C por um período curto de tempo, promovem recuperação da liga, rearranjo de discordâncias formando configurações mais estáveis e alívio de tensões na rede (YAHATA *et al.*, 2009; SHEN *et al.*, 2013). Além da temperatura utilizada no tratamento das ligas de NiTi, outros fatores afetam diretamente a condição da liga após tratada, como taxa de aquecimento utilizada, tempo de recozimento, tipo e taxa de resfriamento.

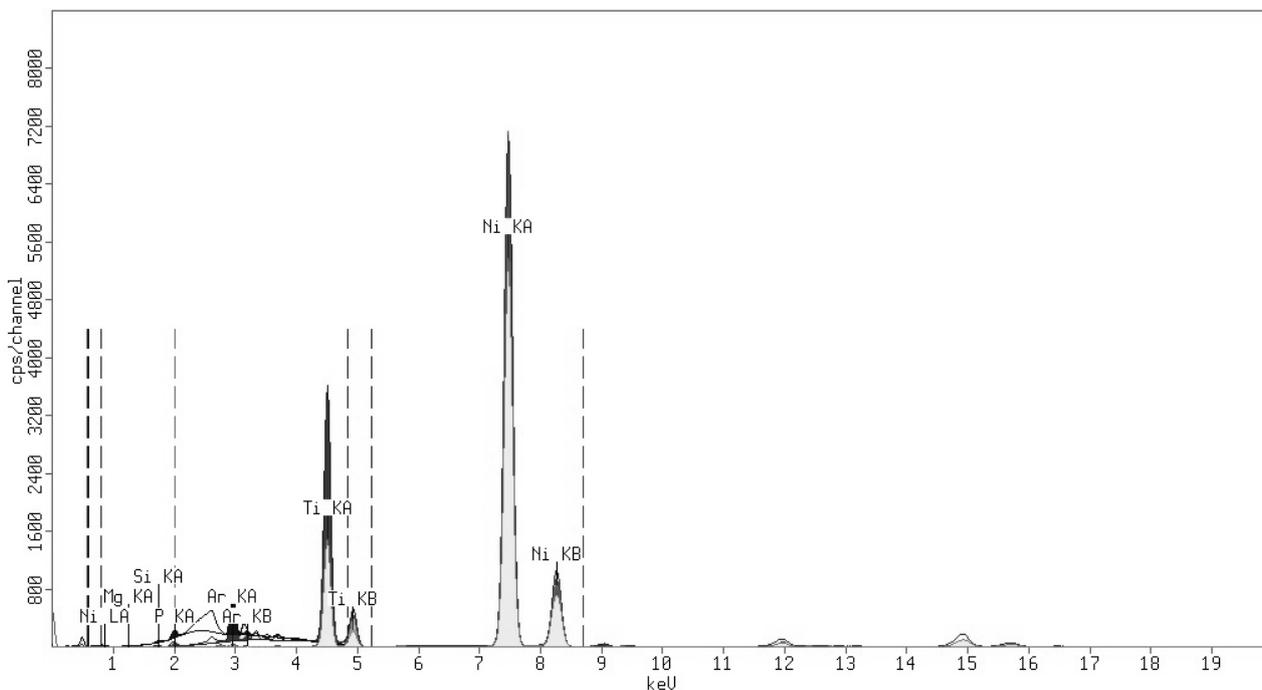
Além do tratamento térmico tradicional, outros tratamentos são utilizados para melhorar as propriedades dos instrumentos endodônticos. A nitretação promove a formação de uma fina camada externa de nitreto de titânio (TiN) seguida de uma camada mais espessa de Ti<sub>2</sub>Ni (STAROSVETSKY *et al.*, 2001; SRIVASTAVA *et al.*, 2018). Esse tipo de tratamento promove um ligeiro aumento da dureza da liga e uma excelente resistência à corrosão, sendo indicado na utilização de ligas de NiTi para confecção dispositivos para implante. A nitretação na temperatura de 300 °C tem um efeito deletério sobre a superelasticidade, por outro lado tratamentos à 250 °C aumentam significativamente a resistência a corrosão de instrumentos endodônticos em solução de 5,25% de hipoclorito de sódio (NaOCl) (LIU *et al.*, 2008).

Outro tipo de tratamento utilizado para melhorar as propriedades da liga de NiTi é o tratamento criogênico. Esse tratamento consiste em refrigerar bruscamente o metal em nitrogênio líquido em temperaturas próximas à -196 °C com posterior aquecimento lento a temperatura ambiente. Instrumentos endodônticos rotatórios submetidos a esse tipo de tratamento apresentaram aumento da microdureza, impactando na capacidade de corte, além de um aumento da resistência a fadiga cíclica (VINOCHKUMAR *et al.*, 2007). A utilização do tratamento criogênico na melhoria das propriedades dos instrumentos se baseia em uma transformação mais completa de martensita a partir da austenita e precipitação de finas partículas de carbonetos entre a estrutura cristalina do metal (SRIVASTAVA *et al.*, 2018).

As técnicas de formação na superfície de óxido de titânio em instrumentos endodônticos rotatórios também são relatadas na literatura como técnicas que promovem aumento significativo na resistência à corrosão em solução de hipoclorito de sódio, eficiência de corte e resistência à fadiga (AUN *et al.*, 2016). A camada de TiO<sub>2</sub> pode ser formada na superfície do instrumento através de tratamentos térmicos em temperaturas moderadas em longos períodos de tempo seguido de resfriamento lento. A alta afinidade do Ti com oxigênio tende a favorecer a reação para formação do TiO<sub>2</sub>. Os instrumentos também podem ser recobertos por uma camada flexível de TiO<sub>2</sub> por revestimento em imersão em via rota sol-gel (SRIVASTAVA *et al.*, 2018).

## 5.6 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS

Os resultados da análise química obtidos através da espectrometria de fluorescência de raios X são mostrados na FIG. 5.15 e TAB. 5.5.



**FIG. 5.15** Espectros de fluorescência de raios X dos instrumentos Protaper Universal

**TAB. 5.5** Composição química do instrumento Protaper Universal por espectrometria de fluorescência de raios X

	Composição química		
	Elemento	% peso	% atômica
Instrumento Protaper Universal	Níquel	55,573	50,346
	Titânio	43,916	48,751
	Fósforo	0,305	0,478
	Silício	0,158	0,320
	Magnésio	0,048	0,105

Os resultados obtidos da análise química corroboram estudos das ligas de NiTi utilizadas na confecção de instrumentos endodônticos, e relatados pelo fabricante (THOMPSON, 2000; BERENDT *et al.*, 2007).

A presença de maior concentração de Ni na composição pode promover significativas mudanças na microestrutura e comportamento mecânico da liga. Ligas ricas em Ni apresentam superelasticidade que resulta na melhora significativa da flexibilidade do instrumento (SHEN *et al.*, 2015). Por outro lado, devido às características de resistência à corrosão apresentadas pela liga, sua utilização como biomaterial para confecção de dispositivos vasculares e ortopédicos é prejudicada (LIU *et al.*, 2008; CHEN *et al.*, 2014). Fatores como taxa de corrosão e liberação de íons Ni para o meio limitam sua utilização como um implante metálico. Em endodontia, a resistência à corrosão apresentada pela liga em meio com NaOCl não configura um grande problema, visto que o instrumento é utilizado por curtos períodos de tempo nessas condições, seguido do descarte do mesmo, e a realização de tratamentos térmicos da liga aumentam significativamente a resistência à corrosão devido a alterações na microestrutura e características da camada de TiO<sub>2</sub> formada.

O maior teor de Ni na liga contribui para a formação de precipitados ricos em Ni na liga metálica, tendendo a aumentar a formação dos precipitados à medida que aumenta-se a porcentagem atômica no material (ABOUTALEBI *et al.*, 2015). Dentre os precipitados formados preferencialmente destacam-se Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>, Ni<sub>3</sub>Ti<sub>2</sub> e Ni<sub>3</sub>Ti. A precipitação destas partículas na microestrutura gera alterações nas tensões na rede cristalina do material e nas etapas de transformação martensítica e reversa.

A formação de precipitados ricos em Ni geram uma distribuição não-homogênea das tensões na matriz austenítica em regiões próximas ao precipitado, o que influencia diretamente na transformação de fase (ABOUTALEBI *et al.*, 2015). A incoerência na interface precipitado de Ni-matriz austenítica gera tensões na rede ao redor dos precipitados, como consequência, a transformação de fase-R para martensita irá ocorrer em duas etapas de acordo com a localização na microestrutura, uma próxima aos precipitados (tensões elevadas) e outra na matriz distante dos precipitados (tensões menores).

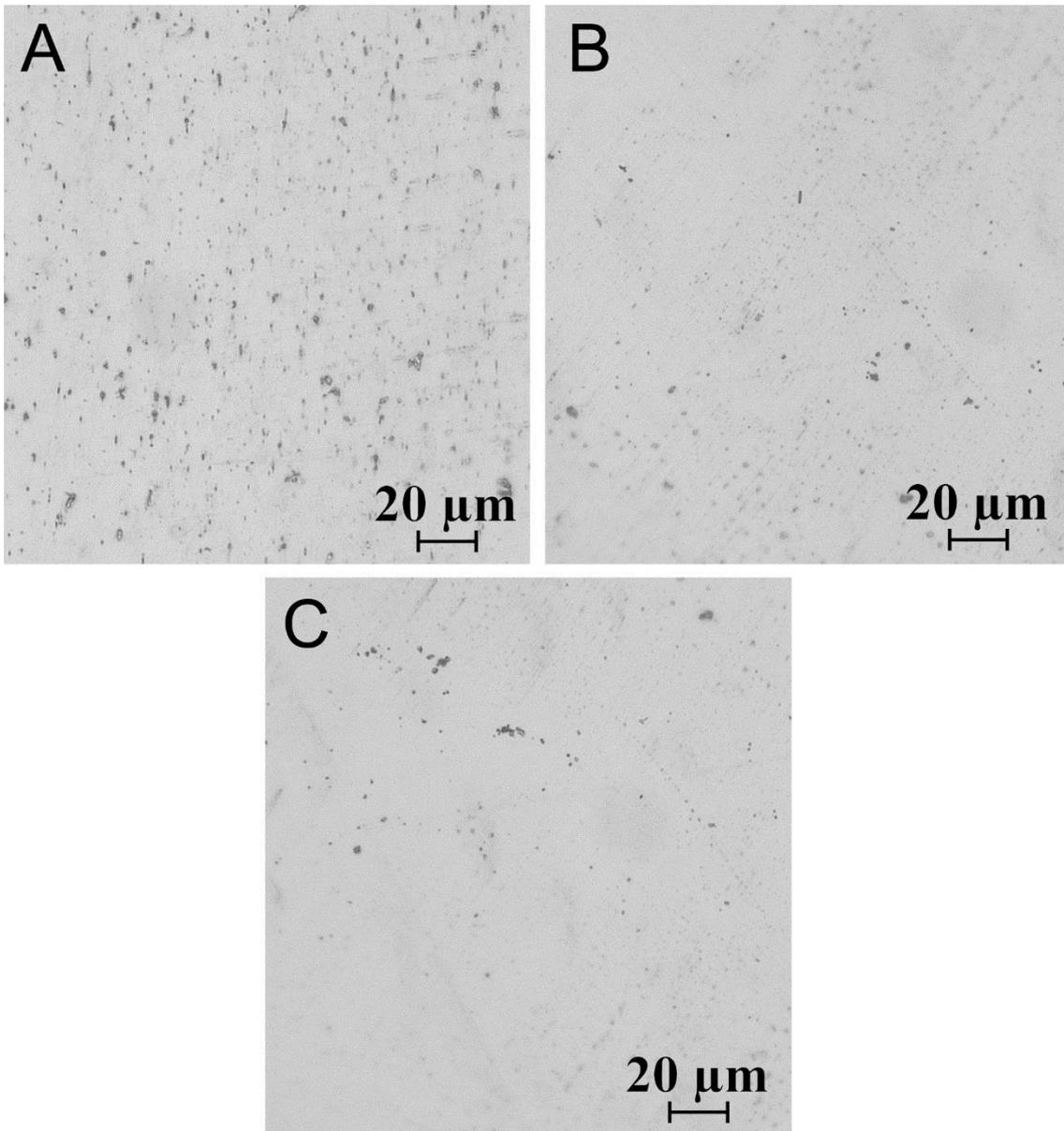
De forma semelhante, a transformação da fase-R para martensita também ocorre em duas etapas devido influência da composição química em regiões

próximas aos precipitados (OTSUKA *et al.*, 2005; KARBAKHSI *et al.*, 2014; JIANG *et al.*, 2015). Ocorre primeiramente uma transformação em regiões da matriz próximas dos precipitados que apresentam uma concentração menor de Ni. Também ocorre uma segunda mudança de fase em regiões distantes dos precipitados, que se caracterizam por alto teor de Ni. Outro fator que pode promover alteração nas etapas de transformação é a diferença de composição no contorno do grão e no interior do grão (KHALIL-ALLAFI *et al.* 2002; OTSUKA *et al.*, 2005). Esta diferença composicional ocorre devido a formação preferencial de precipitados ricos em Ni no contorno de grão em tratamentos de envelhecimento, desta forma observa-se o surgimento de novas etapas de transformação através da análise térmica.

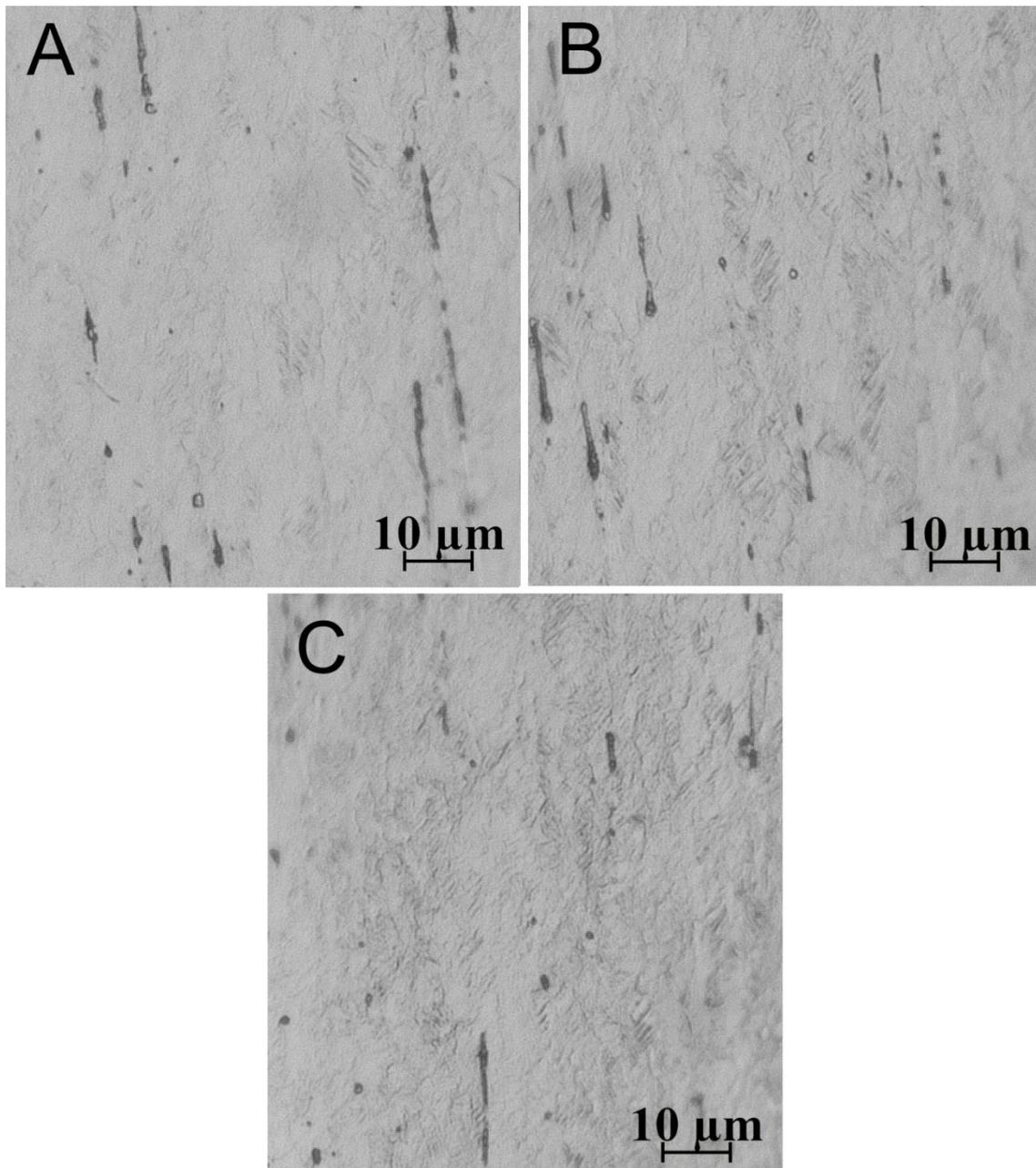
Tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento são realizados para promover alterações na microestrutura e dissolução dos precipitados nas ligas de NiTi ricas em Ni. Através da solubilização, a incoerência entre as fases e de tensões na rede diminui, resultando na eliminação da fase-R nas transformações martensítica e reversa. Já o tratamento de envelhecimento atua de forma distinta, conferindo energia e tempo suficiente para formação de precipitados na matriz, o que leva ao surgimento da fase-R intermediária entre as transformações. Essa via de transformação é utilizada por ser o caminho de mais baixa energia, ocorrendo principalmente devido a composição química não-homogênea na matriz austenítica e a distribuição irregular de tensões por toda rede, as quais apresentam-se maiores elevadas próximas a fase formada (PORTER *et al.*, 2009).

## 5.7 ANÁLISE METALGRÁFICA DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS

Após preparação das amostras e obtenção de imagens por microscopia óptica foram observados os resultados descritos a seguir.



**FIG. 5.16** Imagens por microscopia óptica do núcleo dos instrumentos Protaper Universal após polimento. (A) PTU-ST, (B) PTU-450-10 e (C) PTU-500-10



**FIG. 5.17** Imagens por microscopia óptica do núcleo dos instrumentos Protaper Universal após revelação da microestrutura. (A) PTU-ST, (B) PTU-450-10 e (C) PTU-500-10

Através da avaliação das imagens obtidas pode-se observar que o tratamento térmico promoveu alteração na microestrutura da liga de NiTi. É possível observar uma diminuição da presença de partículas nas amostras tratadas termicamente. Entretanto, não foi possível determinar a composição destas partículas.

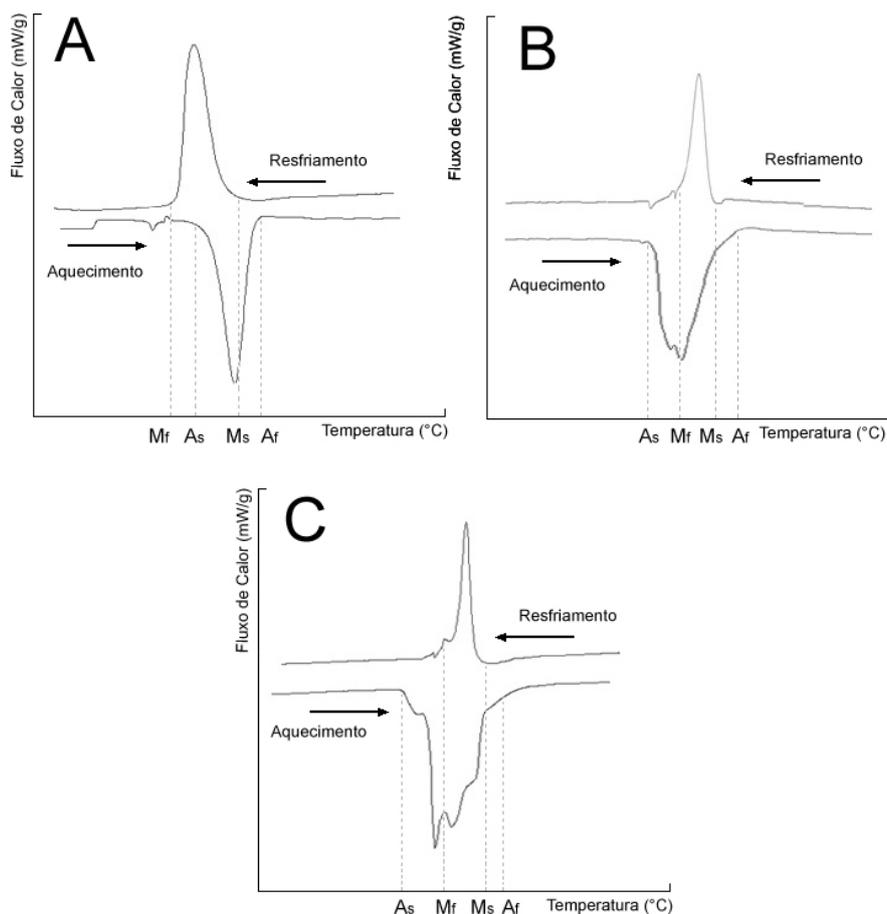
O tratamento térmico realizado nos instrumentos rotatórios seguiu parâmetros de temperaturas intermediárias com curto período de tempo, não

sendo possível afirmar que resultou na dissolução de possíveis precipitados da matriz. Como explicado anteriormente, a formação de precipitados desempenha importante papel nas etapas de transformação de fase da liga.

Após o ataque da amostra para revelação da microestrutura, nota-se a presença de regiões com martensita, principalmente nas amostras tratadas termicamente. É possível observar uma pequena fração de martensita nas amostras sem tratamento térmico, apesar do instrumento apresentar somente a austenita na temperatura ambiente. Uma possível justificativa para esta presença se deve a fatores relacionados a etapa de preparação da amostra, onde através do embutimento, lixamento e polimento pode ocorrer transformação austenita-martensita devido a uma sensível alteração de temperatura e, principalmente, deformação plástica.

## 5.8 ANÁLISE DA DIFRAÇÃO DE RX E DSC DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS

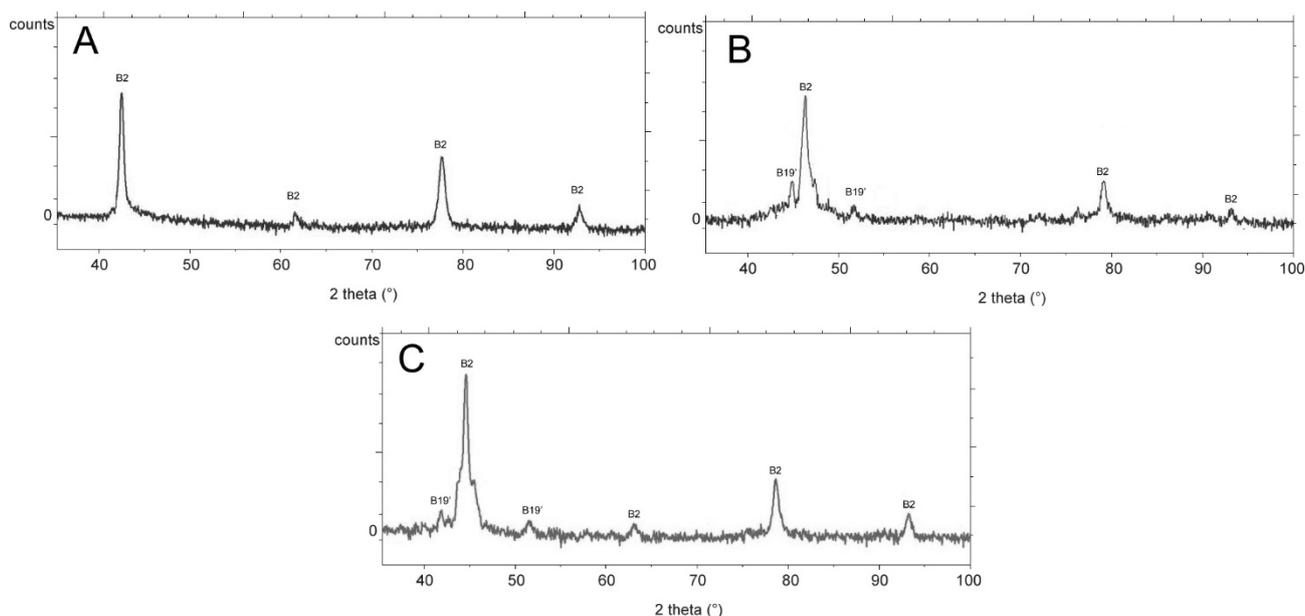
As curvas obtidas na análise por DSC e as temperaturas de transição observadas são mostradas na FIG. 5.18 e TAB. 5.6. Mostra-se na Fig. 5.19 os difratogramas obtidos por DRX.



**FIG. 5.18** Representação esquemática das curvas de DSC dos instrumentos endodônticos Protaper Universal. (A) PTU-ST, (B) PTU-450-10 e (C) PTU-500-10

**TAB. 5.6** Temperaturas de transformação obtidas nos ensaios de DSC

	Aquecimento (°C)		Resfriamento (°C)	
	$A_i$	$A_f$	$M_i$	$M_f$
PTU-ST	-3,3	25,9	20,0	-11,9
PTU-450-10	4,9	37,7	33,9	21,0
PTU-500-10	7,2	42,1	35,6	26,1



**FIG. 5.19** Difratoigramas dos instrumentos endodônticos Protaper Universal. (A) PTU-ST, (B) PTU-450-10 e (C) PTU-500-10

Os resultados obtidos nas análises são complementares entre si. A temperatura de  $A_f$  para o grupo PTU-ST é próxima a temperatura ambiente, caracterizando a liga como austenítica. Os grupos de amostras tratadas termicamente apresentaram alterações nas temperaturas de transformação. Pode-se observar nos difratogramas dos instrumentos tratados a presença de picos referentes a austenita e a martensita. Através da análise das curvas de DSC foi possível observar a presença de um único pico de transformação no resfriamento e aquecimento das amostras do grupo PTU-ST, indicando que as transformações ocorreram em uma única etapa. Por outro lado, os grupos PTU-450-10 e PTU-500-10 apresentaram dois picos endotérmicos sobrepostos durante o aquecimento das amostras, indicando uma fase R intermediária.

Os resultados encontrados estão de acordo com diversos outros estudos que observaram que o tratamento térmico da liga de NiTi influencia diretamente nas temperaturas de transformação de fase apresentadas pelos instrumentos endodônticos (ALAPATI *et al.*, 2009; BRAGA *et al.*, 2013; SHEN *et al.*, 2015; HIEAWY *et al.*, 2015; IACONO *et al.*, 2017). Tratamentos térmicos realizados em temperaturas próximas a das temperaturas utilizadas no presente estudo resultaram em características semelhantes apresentadas pela liga, como a presença combinada de austenita e martensita, e a transformação martensítica

ocorrendo em duas etapas (YAHATA *et al.*, 2009; CHI *et al.*, 2016). O surgimento da fase R durante a transformação de fase indica que, através da transferência de energia térmica para o sistema, há diminuição de discordâncias e/ou presença de precipitados na rede cristalina levando a nucleação de uma fase R, por se apresentar como uma via de menor energia para transformação.

No caso de tratamentos em temperaturas superiores a 600 °C observa-se a liga completamente austenítica e a transformação, tanto martensítica quanto reversa, ocorrem em uma única etapa (SADRNEZHAAD *et al.*, 2007). Uma possível explicação para o fenômeno é o fato de que o recozimento da liga de NiTi em temperaturas acima da recristalização, promovem diminuição na concentração de precipitados Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> que favorecem a formação de fase R durante a transformação. Tratamentos realizados entre a temperatura de 400-600 °C aumentaram a temperatura de A<sub>f</sub> dos instrumentos endodônticos em aproximadamente 50 °C, corroborando com o presente estudo onde foi observado um aumento da temperatura A<sub>f</sub> nos grupos PTU-450-10 e PTU-500-10 (ZINELIS *et al.*, 2007; CHI *et al.*, 2016).

Como confirmado neste estudo, os instrumentos Protaper Universal possuem a fase austenítica na temperatura ambiente. Os resultados obtidos na análise metalográfica, temperatura de A<sub>f</sub> e o difratograma corroboram para tal característica. Em linhas gerais, as faixas de temperatura de transformação apresentadas por estes instrumentos promovem características favoráveis para que a superelasticidade apresentada pela liga ocorra durante o procedimento clínico. Ou seja, a transformação martensítica ocorre quando esses instrumentos estão trabalhando na faixa de temperatura correspondente ou sobre tensão no interior de canais com curvaturas acentuadas, indicando as características superelásticas da liga.

Na literatura, os resultados das análises de temperaturas de transformação em ligas utilizadas na fabricação dos instrumentos apresentam grande variação (SHEN *et al.*, 2015; HIEAWY *et al.*, 2015; IACONO *et al.*, 2017). Estas divergências podem ser associadas aos diferentes estados termomecânicos e composição química das ligas, metodologia empregada para obtenção das curvas, como taxa de aquecimento, atmosfera, peso e método de análise. Sendo assim, a comparação dos resultados das curvas de DSC deve ser criteriosa.

A Análise de DSC dos instrumentos endodônticos de NiTi mostraram que possuem estrutura cristalina austenítica com temperatura de  $A_f$  próxima da temperatura ambiente ou ligeiramente abaixo, variando de 16 a 31 °C (SHEN *et al.*, 2011; HOUEAWY *et al.*, 2011). Esta característica está de acordo com outros valores de  $A_f$  encontrados na literatura, onde a temperatura de  $A_f$  dos instrumentos Profile e Lightspeed é próxima de 25 °C, Endosequence próxima de 17,0 °C e Typhoon da ordem de 16,2 °C (BRANTLEY *et al.*, 2002; DALIBOR *et al.*, 2010).

Instrumentos confeccionados a partir de ligas que recebem tratamento térmico apresentam temperatura de formação da fase austenita superior a temperatura ambiente. A liga M-Wire apresenta  $A_f$  variando de 45-50 °C, indicando a presença de martensita na microestrutura destas ligas na temperatura ambiente (ALAPATI *et al.*, 2009).  $A_f$  do instrumento Profile Vortex é próxima de 50 °C e Protaper Next em torno de 46,5°C (AOUN *et al.*, 2017). Os instrumentos que recebem tratamento para estabilização de fase R apresentam a fase austenítica na temperatura ambiente e corpórea, como nos instrumentos Twisted files que possuem  $A_f$  variando entre 17,6 e 18,9 °C e instrumentos K3XF que apresentam  $A_f$  abaixo de 37°C (HOU *et al.*, 2011). Estes instrumentos possuem austenita na temperatura corporal e comportamento superelástico durante a utilização clínica. Tratamentos termomecânicos realizados na liga CM Wire aumentam a temperatura de  $A_f$  para 50 °C e promovem estabilização da martensita na temperatura corporal (SANTOS *et al.*, 2013). Os instrumentos como Hyflex CM e Typhoon CM possuem formação de austenita em 47 °C e 55 °C, respectivamente, indicando a presença combinada de austenita, martensita e fase R em temperaturas próximas da corpórea (VASCONCELOS *et al.*, 2016). Os resultados obtidos no presente estudo tendem para um comportamento próximo da apresentada por estes grupos de instrumentos, onde através do tratamento térmico observa-se um aumento da transformação final de austenita e presença combinada com martensita na microestrutura.

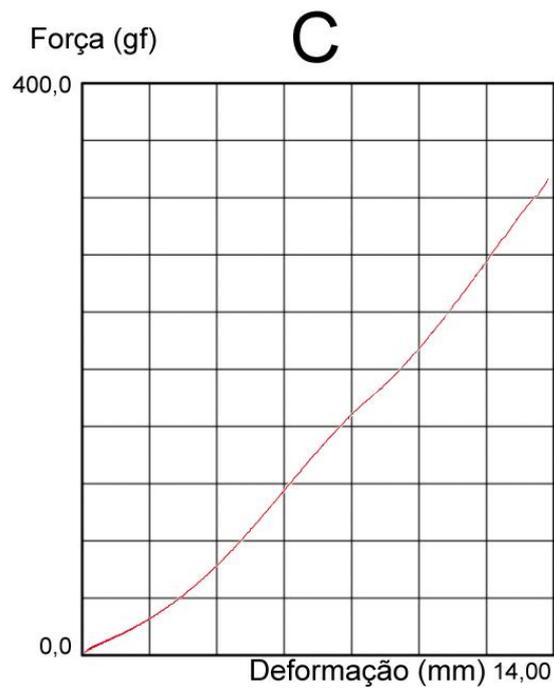
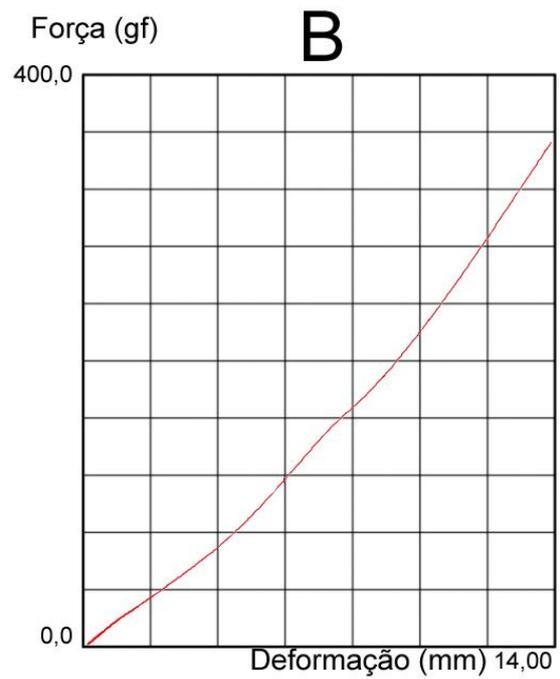
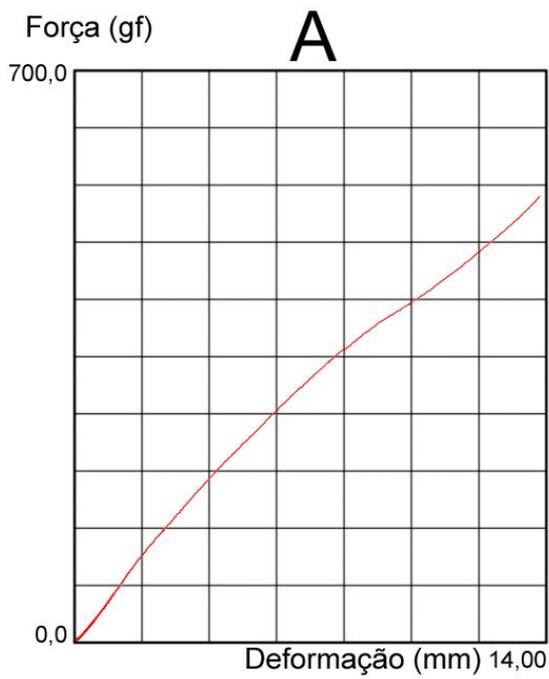
Tratamentos térmicos de aquecimento-resfriamento após confecção dos instrumentos condicionam a formação de finos precipitados de  $Ni_4Ti_3$  dispersos em uma matriz austenítica. Esta precipitação durante o aquecimento da liga tende a encaminhar a formação preferencial de fase R à martensita, em seguida o resfriamento do material promove formação de martensita também em

duas etapas. Este processo de aquecimento e resfriamento da liga de NiTi é encontrado em instrumentos Vortex Blue, onde é observada uma temperatura  $A_f$  de 38 °C (SHEN *et al.*, 2015).

O desenvolvimento dos instrumentos endodônticos submetidos a diferentes tratamentos térmicos tem sido uma das principais diretrizes para melhorar seu desempenho. Instrumentos Protaper Gold recebem tratamento térmico após confecção em temperaturas próximas de 370-510 °C em tempos de 10 a 60 min (GAO *et al.*, 2011). Estes instrumentos apresentam transformações de fase em duas etapas com formação de austenita em torno de 50°C (HIEAWY *et al.*, 2015). Os instrumentos WaveOne Gold de NiTi são tratados antes e após a confecção a usinagem. Em uma etapa inicial a liga é submetida a tratamento termomecânico com aplicação de tração com força entre 3 e 15 kgf em temperaturas próximas de 440 °C (AOUN *et al.*, 2017). Após a usinagem, o instrumento é novamente aquecido entre 120 e 260 °C, resultando em uma temperatura de  $A_f$  entre 40 °C e 60 °C (JAMESON, 2001; AOUN *et al.*, 2017). Este tipo de tratamento termomecânico é semelhante ao dos instrumentos Hyflex EDM. As ligas são aquecidas antes e após a confecção do instrumento em temperaturas que variam de 300 °C a 600 °C por períodos de tempo que vão desde 10 min até 5 horas (PERNOT *et al.*, 2015). A temperatura de formação de austenita nestes instrumentos é próxima de 52 °C (IACONO *et al.*, 2016).

## 5.9 FLEXÃO EM 45° EM INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS

A seguir estão demonstrados os resultados obtidos nos ensaios de flexão em 45° em instrumentos endodônticos rotatórios Protaper Universal. A FIG. 5.20 mostra as curvas representativas para flexão em 45° e a TAB. 5.7 mostra os valores obtidos referentes aos grupos de acordo com o tratamento térmico realizado.



**FIG. 5.20** Curvas Força x Deformação médias obtidas no ensaio de flexão em 45°. (A) PTU-ST, (B) PTU-450-10 e (C) PTU-500-10

**TAB. 5.7** Valores médios da força (gf) aplicada para a flexão em 45° dos instrumentos endodônticos rotatórios (média ± desvio padrão). Letras sobrescritas diferentes indicam diferenças estatísticas significantes entre os grupos ( $p \leq 0,05$ )

GRUPO	n	Força (gf)
PTU-ST	6	513,63 ± 21,25 <sup>a</sup>
PTU-450-10	6	343,85 ± 19,16 <sup>b</sup>
IM-500-10	6	314,47 ± 11,96 <sup>c</sup>

Os resultados dos ensaios em flexão em 45° dos instrumentos PTU estão apresentados no APÊNDICE 8.3.

Os resultados obtidos no ensaio de flexão em 45° dos instrumentos endodônticos rotatórios mostraram que os grupos tratados termicamente apresentam maior flexibilidade ( $p \leq 0,05$ ) em relação ao grupo sem tratamento. O grupo PTU-550-10 apresentou-se ligeiramente mais flexível, necessitando de uma carga menor para a flexão ( $p \leq 0,05$ ).

O efeito do tratamento térmico dos instrumentos endodônticos resultando em melhorias nas propriedades mecânicas com interesse clínico foi bastante discutido no início da década passada. Diversos estudos mostraram que ocorre melhoria significativa quanto à flexibilidade, torção e resistência à fratura por fadiga cíclica (JOHNSON *et al.*, 2008; SHEN *et al.*, 2013; PEREIRA *et al.*, 2013; PEDULLÀ *et al.*, 2016; DE-DEUS *et al.*, 2017; KESKIN *et al.*, 2017; TOPÇUOĞLU *et al.*, 2017). Entretanto, ainda não há definição dos parâmetros (temperatura e tempo) ideais para se obter as melhores propriedades. Esta dificuldade deve-se ao fato da necessidade de analisar separadamente a influência dos fatores no resultado, independente da temperatura e tempo utilizados, como geometria do instrumento, seção transversal, composição química e metalurgia da liga, acabamentos superficiais, dentre outros. Soma-se ainda fatores associados a metodologia de tratamento térmico utilizada que podem impactar nos resultados, como o dispositivo utilizado para o tratamento, distribuição de calor nas amostras, taxas de aquecimento e resfriamento, presença e tipo de atmosfera e método de resfriamento.

Como citado anteriormente, o trabalho a frio da liga e seu posterior tratamento térmico influenciam nas propriedades mecânicas dos instrumentos endodônticos. A flexibilidade dos instrumentos com estrutura cristalina austenítica é influenciada pelo percentual da fase martensítica transformada, seja por tensões ou temperatura, durante sua utilização clínica. Sendo assim, cargas excessivas as quais a liga é submetida durante etapas de confecção, não podem ser da magnitude que proporcione um deslizamento na matriz austenítica, com conseqüentemente deformação plástica irreversível a um tratamento térmico posterior.

A precipitação, principalmente no caso de ligas ricas em Ni, contribui para melhorar as propriedades superelásticas da liga. A formação de precipitados promove o surgimento de uma interface incoerente com a matriz, sendo essa região, devido a incoerência na rede, rica em defeitos, como discordâncias. Esta região possui maior energia que o restante da matriz, tornando-se sítio preferencial para nucleação e formação da fase martensítica, contribuindo no somatório das energias para superação da barreira de ativação necessária para que a transformação ocorra. A nucleação de martensita nos contornos dos precipitados também contribui para a redução das tensões residuais ao redor dos precipitados, diminuindo a energia necessária para a transformação de fase.

A distribuição homogênea dos precipitados na matriz do material é fundamental para que ocorra a transformação em todo o volume do material. A aglomeração de precipitados leva a diminuição da transformação martensítica por tensão através da estrutura cristalina do material, influenciando na superelasticidade apresentada. No presente trabalho, durante o ensaio de flexão, observou-se a ausência do platô característico que indica a transformação induzida por tensão. A análise metalográfica da microestrutura reforça a teoria da presença de partículas na matriz. A realização de tratamentos térmicos em temperaturas mais elevadas e por períodos maiores poderia ser uma forma de tornar visível a transformação de fase por aplicação de tensão no ensaio de flexão, pois promoveria a solubilização de possíveis precipitados e forneceria energia por um tempo suficiente para uma distribuição mais homogênea dos constituintes da liga. Por outro lado, a utilização de altas temperaturas de tratamento, superiores a 600 °C, pode ser suficiente para diminuir o caráter superelástico da liga de NiTi.

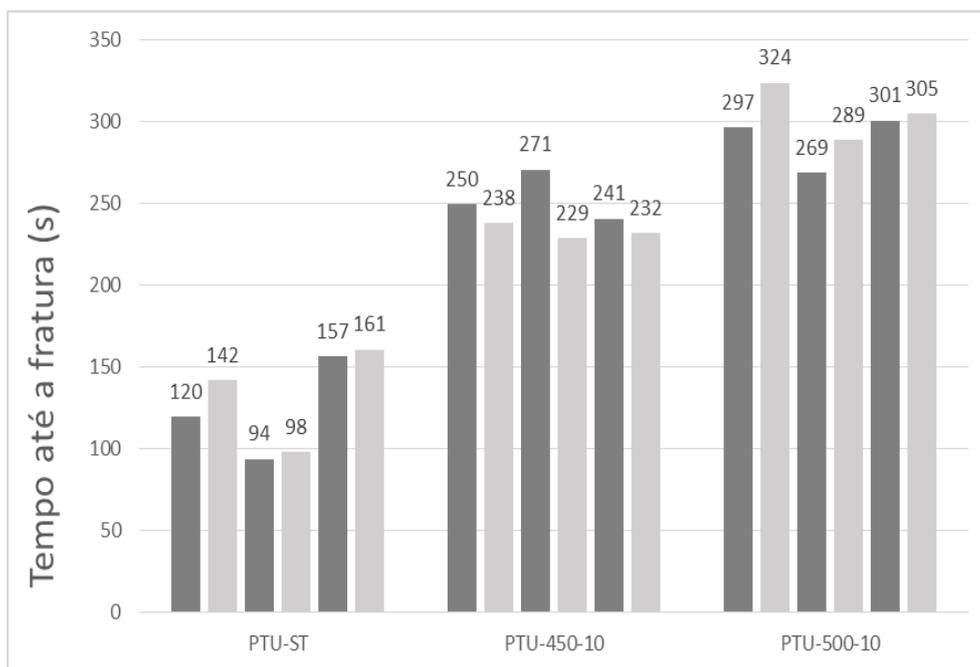
No presente estudo, a maior flexibilidade dos instrumentos tratados termicamente se deve, além das características citadas, a coexistência de austenita e martensita na temperatura ambiente, diferente do grupo não tratado que apresentou estrutura austenítica. Hipoteticamente, através das temperaturas de transformação obtidas no DSC, os grupos PTU-450-10 e PTU-500-10 apresentariam maior flexibilidade do que o grupo PTU-ST quando utilizado clinicamente, uma vez que com o aumento da temperatura de  $A_f$ , os dois grupos tratados apresentariam as duas fases presentes em temperatura corpórea. Entretanto é válido ressaltar que tais características não indicam um desempenho clínico superior, uma vez que a flexibilidade acentuada pode gerar flambagem do instrumento no interior do canal, além de afetar sua eficiência de corte.

A realização de tratamentos térmicos em temperaturas de 400-500 °C aumentaram significativamente a flexibilidade dos instrumentos rotatórios (ZINELIS *et al.*, 2007; CHI *et al.*, 2016). O tratamento térmico em temperaturas acima de 600 °C resultam na necessidade da aplicação de uma força maior para flexionar o instrumento. A comparação entre os instrumentos sem tratamento com os instrumentos tratados termicamente existentes no mercado indicou uma maior resistência à flexão no primeiro grupo (KESKIN *et al.*, 2017; TOPÇUOĞLU *et al.*, 2017). Entretanto, tal comparação não levou em conta outros fatores, como a geometria da seção transversal.

A geometria da seção transversal apresentada pelo instrumento influencia diretamente em sua flexão, sendo sua resistência inversamente proporcional à área da seção transversal. Desta forma, variações na forma e redução da área da seção foram propostas anteriormente. Entretanto, apesar do aumento da flexibilidade, uma massa menor proporciona menor resistência à fratura por torção. A realização tratamentos térmicos na liga é uma possível solução para a confecção de instrumentos com seções transversais reduzidas, uma vez que há um ganho significativo na resistência à força e fratura por fadiga do material.

## 5.10 FLEXÃO ROTATIVA EM INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS

A seguir estão demonstrados os resultados obtidos no ensaio. Mostra-se na FIG. 5.21 os resultados dos ensaios de flexão rotativa dos instrumentos endodônticos rotatórios Protaper Universal e a TAB. 5.8 são apresentados os valores médios para cada grupo.



**FIG. 5.21** Tempos para a fratura dos instrumentos rotatórios Protaper Universal submetidos ao ensaio de fadiga por flexão rotativa

**TAB. 5.8** Valores médios de tempo (s) e número de ciclos para a fratura (NCF) dos instrumentos endodônticos rotatórios submetidos ao ensaio de fadiga por flexão rotativa (média  $\pm$  desvio padrão). Letras sobrescritas diferentes indicam diferenças estatísticas significantes entre os grupos ( $p \leq 0,05$ )

GRUPO	n	Tempo (s)	NCF
PTU-ST	6	128,67 $\pm$ 29,13 <sup>a</sup>	643,33 $\pm$ 145,66 <sup>d</sup>
PTU-450-10	6	243,50 $\pm$ 15,35 <sup>b</sup>	1217,50 $\pm$ 76,73 <sup>e</sup>
PTU-500-10	6	297,50 $\pm$ 18,20 <sup>c</sup>	1487,50 $\pm$ 90,98 <sup>f</sup>

Com base nos resultados do ensaio de fadiga por flexão rotativa é possível afirmar que todos os instrumentos tratados termicamente apresentaram um tempo significativo maior até a fratura ( $p \leq 0,05$ ) que os instrumentos não tratados. Dentre os grupos tratados, o PTU-500-10 apresentou maior resistência à fratura por fadiga nas condições testadas do que o grupo PTU-450-10 ( $p \leq 0,05$ ).

Os resultados obtidos corroboram com os outros dois ensaios de fadiga realizados no presente estudo. Tanto em instrumentos manuais quanto fios ortodônticos, o tempo até a fratura da liga de NiTi que recebeu tratamento térmico foi maior que os que não receberam tratamento térmico. Entretanto, na análise dos resultados dos instrumentos rotatórios Protaper Universal, existe influência da temperatura utilizada no tratamento na resistência à fadiga. Uma possível explicação seria uma maior concentração de martensita coexistindo com austenita. A análise da microestrutura, tanto do grupo PTU-500-10 quanto do PTU-450-10 foi encontrado martensita em temperatura ambiente.

Outro fator que poderia influenciar no resultado de resistência à fadiga cíclica seria a presença de precipitados na rede cristalina do material. Como foi explicado anteriormente, as tensões residuais na rede cristalina e atuação como sítios preferenciais para ocorrência de transformação martensítica, contribuiriam para aumentar ou diminuir o tempo para fratura.

No presente estudo observou-se através da análise metalográfica maiores aglomerados de partículas nas amostras não tratadas, enquanto os grupos tratados termicamente, aparentemente, tiveram uma distribuição mais homogênea. Neste contexto, a distribuição de partículas pode ser uma das hipóteses que influenciaram no aumento da resistência à fadiga dos grupos tratados termicamente. Uma distribuição mais homogênea permite a formação também mais homogênea de martensita por todo material. Além disso, a melhor distribuição dos precipitados resulta no aumento da tenacidade da matriz, uma vez os precipitados dificultam a propagação da trinca. Regiões de deformação plástica onde formaram-se planos de deslizamento tendem acumular-se, levando a concentração de tensão naquela região, favorecendo a nucleação de microtrincas.

O ensaio de flexão rotativa dinâmico é caracterizado por um movimento axial cíclico que simula o uso clínico do instrumento, tornando os resultados obtidos mais próximos da aplicação clínica. A realização desta movimentação axial durante o ensaio prolonga significativamente a vida em fadiga do instrumento. A comparação dos resultados do presente estudo com os existentes na literatura deve ser realizada com cuidado observando-se a metodologia aplicada. Comparações entre resultados obtidos em ensaios cíclicos dinâmicos e estáticos devem ser realizadas somente para fins qualitativos. A falta de normatização do ensaio também contribui para a dificuldade da comparação com outros estudos, uma vez que pode ocorrer variações na metodologia, como velocidade de rotação, curvatura do canal, temperatura ambiente no momento do ensaio e lubrificação do canal.

A velocidade de rotação do instrumento durante o ensaio influencia no número de ciclos até a fratura do instrumento de NiTi, onde um aumento da velocidade reduz a resistência (PEDULLÀ *et al.*, 2014).

Como observado, um maior percentual de martensita na liga proporciona permite melhorar a flexibilidade dos instrumentos e aumentar a resistência à fratura por fadiga, uma vez a liga suporta quantidades maiores de deformações do que uma liga austenítica. Instrumentos confeccionados com a liga M-Wire (com martensita na microestrutura), como GTX, Profile Vortex e Typhoon CM, apresentam maior resistência à fadiga do que instrumentos que possuem a mesma geometria, porém confeccionados com a liga de NiTi superelástica convencional (JOHNSON *et al.*, 2008; SHEN *et al.*, 2011). Estudos demonstraram que a liga de NiTi tratada termicamente pode apresentar resistência à fadiga aproximadamente 400% maior que ligas sem tratamento, como observado na comparação de ligas M-Wire com NiTi superelástica convencional (JOHNSON *et al.*, 2008; GAO *et al.*, 2010).

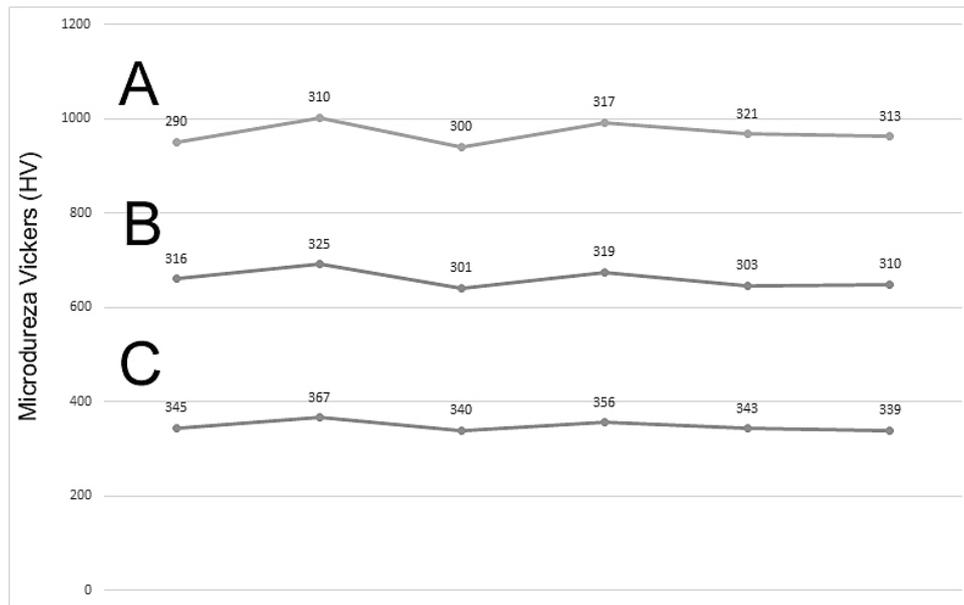
Estudos recentes demonstraram que os instrumentos da terceira geração, nos quais as ligas são submetidas a tratamentos termomecânicos de aquecimento e resfriamento em diferentes etapas da confecção, apresentam maior resistência à fadiga do que instrumentos que possuem ligas tratadas M-Wire, Fase-R e CM Wire (KAVAL *et al.*, 2016; PEDULLÀ *et al.*, 2016; PIRANI *et al.*, 2016; GOO *et al.*, 2017; IACONO *et al.*, 2017). Os instrumentos Protaper Gold apresentam maior resistência à fadiga que os instrumentos Protaper Next

e Protaper Universal. Os instrumentos Vortex Blue apresentam maior resistência do que seus predecessores com M-Wire e liga convencional superelástica (KAVAL *et al.*, 2016). Os instrumentos Hyflex EDM apresentam resistência à fadiga superior à dos instrumentos M-Wire, como Reciproc e WaveOne (KAVAL *et al.*, 2016; GÜNDOĞAR *et al.*, 2017). As modificações nas etapas do tratamento térmico resultam no desenvolvimento de ligas com melhor arranjo da estrutura cristalina e relativa mudança na quantidade de fases formadas na microestrutura.

Os tratamentos termomecânicos realizados em instrumentos mais recentes promovem aumento e distribuição significativos da martensita na liga de NiTi, tornando-os, como citado anteriormente, mais resistentes a nucleação e propagação das trincas quando submetidos a vida em fadiga (GÜNDOĞAR *et al.*, 2017). Devido às características de amortecimento e absorção de energia apresentadas pela martensita, há maior dificuldade na propagação da trinca ao se deparar com um número maior de interfaces, levando à formação de um complexo arranjo de trincas secundárias que dissipam a energia necessária para a propagação da trinca.

#### 5.11 MICRODUREZA VICKERS DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS

Mostra-se na FIG. 5.22 os resultados da microdureza Vickers dos instrumentos endodônticos rotatórios Protaper Universal. Os valores da microdureza são apresentados na TAB. 5.9.



**FIG. 5.22** Variação da microdureza Vickers (HV) dos instrumentos ao longo do comprimento. (A) PTU-ST, (B) PTU-450-10 e (C) PTU-500-10

**TAB. 5.9** Microdureza Vickers média dos instrumentos endodônticos rotatórios (média  $\pm$  desvio padrão) ao longo do comprimento. Letras sobrescritas diferentes indicam diferenças estatísticas significantes entre os grupos ( $p \leq 0,05$ )

GRUPO	n	Microdureza Vickers (HV)
PTU-ST	6	348,33 $\pm$ 10,99 <sup>a</sup>
PTU-450-10	6	312,33 $\pm$ 9,37
PTU-500-10	6	308,50 $\pm$ 11,54

Os resultados obtidos da microdureza Vickers mostram que os instrumentos tratados termicamente apresentam menor dureza do que os não tratados, independente da temperatura utilizada ( $p \leq 0,05$ ). Não houve diferença estatisticamente significativa entre os dois grupos tratados termicamente ( $p > 0,05$ ).

A dureza da liga de NiTi é influenciada por tratamentos termomecânicos. O tratamento térmico altera as temperaturas de transformação martensítica e reversa, e com a força aplicada no ensaio de microdureza em temperatura ambiente pode ocorrer reorientação da estrutura cristalina ou a transformação

de fase por tensão. O tratamento térmico também pode induzir a solubilização, precipitação e distribuição dos precipitados na matriz, influenciando na dureza.

Estudos demonstraram que tratamentos térmicos durante tempos maiores induzem a precipitação de  $Ni_4Ti_3$  e as variações nos parâmetros do tratamento resultam em modificação no tamanho dos precipitados (GALL *et al.*, 2001; SAEDI *et al.*, 2016). A presença de precipitados na rede influencia na transformação martensítica e no movimento das discordâncias. O aumento da temperatura em tratamentos por longos períodos (2 a 18 h) induzem a formação de precipitados maiores (SAEDI *et al.*, 2016). Com o aumento do tamanho dos precipitados há perda da coerência entre a interface do precipitado com a matriz, resultando em interfaces incoerentes. Esta perda de coerência na rede cristalina influencia nas temperaturas de transição de fases da liga. Com a presença de precipitados menores, observa-se o aumento nas temperaturas de transformação de fase devido a presença de maiores tensões na rede ao redor do precipitado, soma-se ainda uma diminuição na concentração de Ni na matriz em regiões próximas aos precipitados ricos em Ni (SAEDI *et al.*, 2016). Desta forma, são necessárias temperaturas maiores para que ocorra a transformação de fase. A medida que os precipitados aumentam, há uma perda da coerência com a matriz e formação de interface incoerente, o que promove uma diminuição de tensões na rede ao redor do precipitado. Sendo assim, as temperaturas de transição de fase diminuem devido diminuição da barreira de ativação para transformação.

Como observado, o tamanho do precipitado influencia na transformação martensítica induzida pela variação da temperatura e da tensão. A movimentação das discordâncias é afetada pelo tamanho do precipitado. Estudos mostraram que a liga de NiTi apresentou maior dureza na fase austenítica com a presença de precipitados com tamanho da ordem de 10 nm, com o aumento do tamanho do precipitado para 100-300 nm, a dureza diminui (ISHIDA *et al.*, 1999; GALL *et al.*, 2001).

No presente estudo, a diminuição da dureza apresentada pelos grupos tratados termicamente poderia se justificar pelo aumento do tamanho dos precipitados no material. Entretanto, essa hipótese não pode ser confirmada, uma vez que a presença de precipitados não foi analisada.

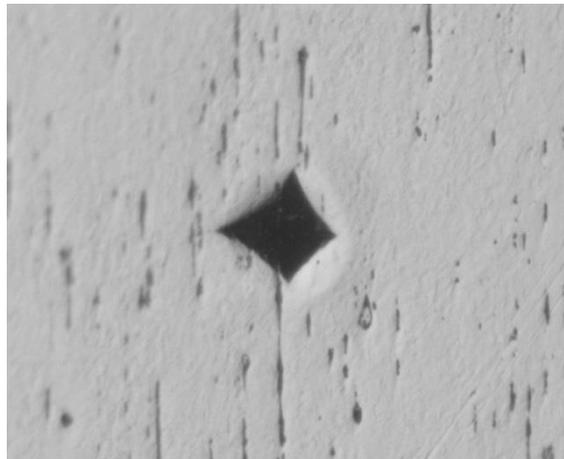
O tratamento térmico dos instrumentos Profile resultou em alterações significativas na microdureza Vickers apresentada de acordo com a variação de

temperatura utilizada (KUHN *et al.*, 2001). Observou-se que com o aumento da temperatura ocorre uma diminuição microdureza. Os instrumentos sem tratamento térmico apresentaram microdureza Vickers de 475,2 HV. Os instrumentos submetidos a tratamentos térmicos nas temperaturas de 350 °C, 400 °C, 450 °C, 510 °C e 600 °C por 10 min apresentaram microdureza de 407,2 HV, 420 HV, 401,6 HV, 372,4 HV e 258 HV, respectivamente.

A microdureza do grupo PTU-ST (303-362 HV) foi semelhante à dos instrumentos manuais de NiTi de ligas com características semelhantes (VIEIRA 2013; FERREIRA, 2017).

Os dados da microdureza obtidos no presente trabalho são coerentes com os de flexão em 45°. Os instrumentos tratados termicamente apresentaram menor microdureza que o grupo não tratado, assim como maior flexibilidade, indicando correlação dos resultados devidos às características microestruturais da liga.

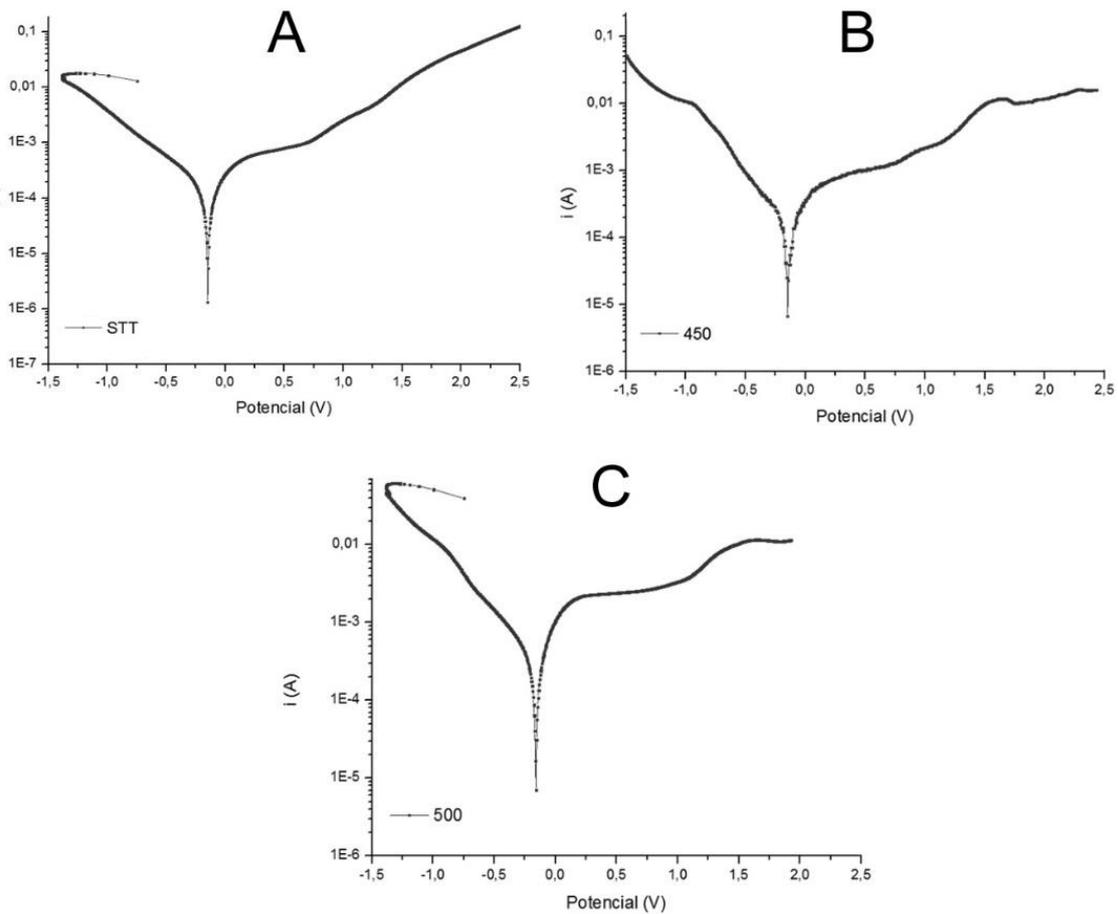
A realização do ensaio de microdureza Vickers em ligas de NiTi deve ser realizado com cuidado. A transformação de fase induzida por tensão durante a endentação forma imperfeições nas bordas da marca formando um losango irregular e um valor menor da microdureza errôneo, FIG. 5.23.



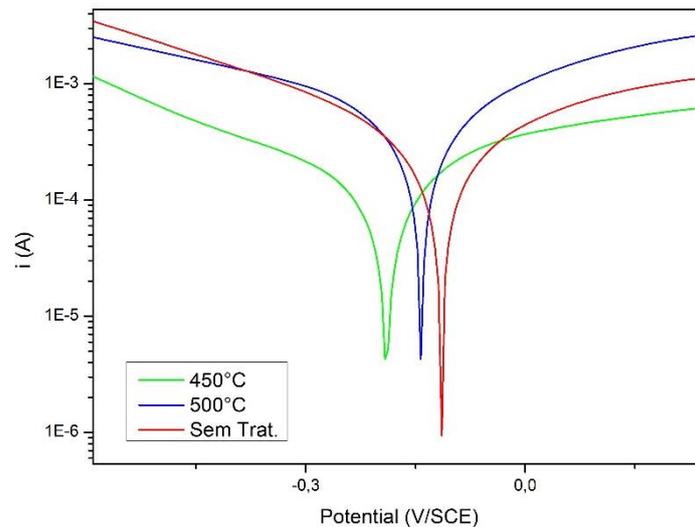
**FIG. 5.23** Marca da endentação imperfeita no ensaio de microdureza Vickers do grupo PTU-ST dos instrumentos rotatórios de NiTi. Pode-se observar faces côncavas na impressão gerada

## 5.12 RESISTÊNCIA À CORROSÃO DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS ROTATÓRIOS

As curvas de polarização potenciodinâmicas são mostradas nas FIG. 5.24 e 5.25. Os parâmetros quantificados são apresentados na TAB. 5.10.



**FIG. 5.24** Curvas de polarização potenciodinâmicas dos instrumentos. (A) PTU-ST, (B) PTU-450-10 e (C) PTU-500-10



**FIG. 5.25** Sobreposição das curvas de polarização potenciodinâmicas na avaliação do potencial de corrosão

**TAB. 5.10** Valores médios do potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) e densidade da corrente de corrosão ( $j_{corr}$ ) (média  $\pm$  desvio padrão). Letras sobrescritas diferentes indicam diferenças estatísticas significantes entre os grupos ( $p \leq 0,05$ )

GRUPO	n	$E_{corr}$	$j_{corr}$
PTU-ST	6	-0,127 $\pm$ 0,0058	4,02x10 <sup>-4</sup> $\pm$ 3,5x10 <sup>-5</sup>
PTU-450-10	6	-0,136 $\pm$ 0,0046	5,09x10 <sup>-4</sup> $\pm$ 2,2x10 <sup>-5</sup>
PTU-500-10	6	-0,131 $\pm$ 0,0076	5,23x10 <sup>-4</sup> $\pm$ 7,1x10 <sup>-5</sup>

A análise das curvas de polarização é um método simples e direto para se obter quantitativamente os parâmetros de resistência a corrosão de um material. Com base nos resultados dos potenciais de corrosão e da densidade de corrente pode-se afirmar que o tratamento térmico não alterou significativamente a resistência à corrosão nas condições testadas ( $p > 0,05$ ). Apesar de não haver diferenças significantes, é possível observar valores mais negativos dos potenciais de corrosão no grupo PTU-450-10. O potencial de corrosão do grupo PTU-ST foi mais próximo de zero.

O tratamento térmico da liga de NiTi altera algumas das características superficiais da liga, como na formação da camada de óxido de titânio (LIU *et al.*,

2014; POU et al., 2017). Além de influência na cor apresentada pelos instrumentos tratados termicamente, as características da camada de óxido de titânio correlacionam-se com pontos importante para a prática clínica, como eficiência de corte.

A formação, composição e características apresentadas pelo óxido de titânio, influenciam na resistência à corrosão das ligas metálicas e na liberação de íons níquel para o meio, como observado em meios com saliva artificial e solução de Ringer (CHEN *et al.*, 2015).

Ensaio de resistência à corrosão em instrumento de NiTi em solução de hipoclorito de sódio 5,25% também foram realizados ao longo dos anos, seja em condições simulando situações clínicas onde o instrumento ficou imerso em solução de NaOCl por curto período de tempo ou em condições que simulavam a esterilização do instrumento em solução de NaOCl, onde permaneceram por períodos de tempo maiores (10 min a 15 horas) (NÓVOA *et al.*, 2007; LIU *et al.*, 2009; CASELLA *et al.*, 2011). Em todos os estudos foi possível observar que a influência da solução de hipoclorito de sódio na corrosão depende do tempo de contato e da concentração do eletrólito. No presente estudo utilizou-se um tempo curto de imersão dos instrumentos em solução de NaOCl, pois o objetivo foi avaliar a resistência à corrosão em tempos curtos simulando o uso do instrumento durante a etapa de preparo químico-mecânico do canal, durante a qual permanece em contato com a solução por breves períodos.

Como observado, o tratamento térmico não alterou significativamente na resistência à corrosão dos instrumentos, assim como não houve mudanças significativas no potencial de corrosão e densidade de corrente de corrosão. Uma possível justificativa para os resultados encontrados seria as características apresentadas pela camada de óxido de titânio formada após o tratamento térmico. O período curto de tratamento, na faixa de temperatura selecionada, resultou na formação de uma fina camada de óxido de titânio, não impactando significativamente na resistência à corrosão.

Outro fator que pode afetar a resistência a corrosão da liga está associado a microestrutura. Alguns estudos mostraram que a presença de uma fase secundária pode influenciar na corrosão do instrumento de NiTi (LIU *et al.*, 2009; LIU *et al.*, 2014). Como exemplo, foi sugerido que instrumentos K3 que apresentam a fase R possuem menor resistência à corrosão, devido a formação

de pilhas galvânicas entre as fases cristalinas e a matriz do material (NÓVOA *et al.*, 2007). As pilhas galvânicas podem afetar negativamente na estabilidade da camada de óxido de titânio formada passivamente na superfície da liga, resultando em corrosão localizada.

Tratamentos térmicos em atmosfera rica em nitrogênio promovem aumento significativo dos potenciais de corrosão dos instrumentos (LIU *et al.*, 2014; CHEN *et al.*, 2015). O tratamento térmico nestas condições resulta em alterações nas propriedades da liga de NiTi, como aumento da dureza e diminuição na liberação de íons de níquel para o meio, características desejáveis para os biomateriais, entre eles stents cardíacos e fios para fixação de fraturas (CHEN *et al.*, 2015). Estas melhorias nas características apresentadas derivam da formação do nitreto de titânio na camada externa combinado com o TiO<sub>2</sub>.

A análise dos resultados do presente estudo, permite afirmar que a variação da temperatura de tratamento térmico entre 450 °C e 500 °C não promove alterações na resistência à corrosão dos instrumentos de NiTi. Este resultado pode ser associado ao aumento da espessura da camada de óxido e a formação de novos compostos na superfície.

## 6 CONCLUSÃO

Os tratamentos térmicos realizados no presente estudo promoveram alterações nas características microestruturais e nas propriedades mecânicas da liga de NiTi sob forma de instrumentos endodônticos rotatórios, manuais e fios ortodônticos.

Através da análise dos métodos experimentais ainda é possível concluir:

1. Os tratamentos térmicos de 450 °C e 500 °C por 10 min resultaram em aumento da flexibilidade apresentada pelos Instrumentos Protaper Universal. O grupo PTU-500-10 apresentou uma flexibilidade ligeiramente maior.
2. Instrumentos Protaper Universal tratados termicamente apresentaram maior resistência à fratura por fadiga cíclica, sendo o grupo PTU-500-10 que apresentou o maior tempo e número de ciclos até a fratura.
3. A resistência à corrosão nos instrumentos Protaper Universal não apresentou alteração após realização dos tratamentos térmicos selecionados.
4. Instrumentos Protaper Universal tratados termicamente nas condições testadas apresentaram menor valor de microdureza Vickers do que instrumentos não tratados.
5. O tratamento térmico de instrumentos Protaper Universal nos parâmetros selecionados aumentou as temperaturas finais de formação de austenita e fase R na liga, além de apresentar presença das duas fases em temperatura ambiente.
6. A realização de tratamentos térmicos nos instrumentos Protaper Universal nas condições selecionadas resultou em alteração na microestrutura da liga, a qual é possível observar uma diminuição de partículas na análise metalográfica.
7. A análise da composição química da liga de NiTi através de fluorescência de raios X indicou uma maior concentração de Ni nos instrumentos Protaper Universal.
8. Os tratamentos térmicos nas condições selecionadas resultaram em alteração na cor apresentada pelos instrumentos Protaper Universal,

instrumentos manuais e fios ortodônticos, devido a alterações na camada superficial de óxido de titânio.

9. Tratamentos térmicos em instrumentos endodônticos manuais de NiTi resultaram em aumento da flexibilidade. Os grupos tratados IM-500-10 e IM-450-10 apresentaram-se como os mais flexíveis.
10. A resistência à fratura por fadiga cíclica aumentou após tratamento térmico em instrumentos endodônticos manuais, não havendo diferença em relação a temperatura utilizada.
11. Fios ortodônticos de NiTi apresentaram aumento da flexibilidade após submetidos aos tratamentos térmicos selecionados. Os grupos FO-550-10, FO-450-05 e FO-450-10 apresentaram maior flexibilidade.
12. O tratamento térmico em fios ortodônticos resultou em um aumento da resistência à fadiga, sendo os grupos FO-500-10, FO-450-10 e FO-450-15 que apresentaram maior tempo e número de ciclos até a fratura.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABOUTALEBI MR. Influences of Aging and Thermomechanical Treatments on the Martensitic Transformation and Superelasticity of Highly Ni-rich Ti-51.5 at.% Ni Shape Memory Alloy. **Thermochimica Acta**, v. 616, p. 14–19, 2015.

ALAPATI S.B., BRANTLEY W.A., IIJIMA M. Micro-XRD and temperature-modulated DSC investigation of nickel-titanium rotary endodontic instruments. **Dent Mater**, v. 25, n. 10, p.1221–1229, 2009.

ALAPATI S.B., BRANTLEY W.A., IIJIMA M., CLARK W.A.T., KOVARIK L., BUIE C. Metallurgical characterization of a new nickel-titanium wire for rotary endodontic instruments. **J Endod**, v. 35, n. 11, p. 1589–1593, 2009.

ALCALDE M.P., DUARTE M.A.H., BRAMANTE C.M., DE VASCONSELOS B.C., TANOMARU-FILHO M., GUERREIRO-TANOMARU J.M. Cyclic fatigue and torsional strength of three different thermally treated reciprocating nickel-titanium instruments. **Clin Oral Investig**, v. 22, n. 4, p. 1865–1871, 2018.

ALCISTO J., ENRIQUEZ A., GARCIA H., HINKSON S., HAHN M., FOYOS J. The effect of thermal history on the color of oxide layers in titanium 6242 alloy. **Engineering Failure Analysis**, v. 11, n. 6, p. 811–816, 2004.

ALMEIDA B.C., ORMIGA F., DE ARAÚJO M.C., LOPES R.T., LIMA I.C., DOS SANTOS B.C., GUSMAN H. Influence of Heat Treatment of Nickel-Titanium Rotary Endodontic Instruments on Apical Preparation: A Micro-Computed Tomographic Study. **J Endod**, v. 41, n. 12, p. 2031-2035, 2015.

AMINSOBHANI M., MERAJI N., SADRI E. Comparison of Cyclic Fatigue Resistance of Five Nickel Titanium Rotary File Systems with Different Manufacturing Techniques. **J Dent**, v. 12, n. 9, p. 636–646, 2015.

ANDRADE, M. S.; SILVA, J. E.; LARA, M. H. S. **Estudo de Ligas Ti-Ni e Cu-Zn-Al com Efeito Memória de Forma**. 8º CBECIMAT, UNICAMP, Campinas, SP, p. 256-259, 1988.

AOUN C., WALID B., NEHME, NAAMAN A., KHALIL I. Review and classification of heat treatment procedures and their impact on mechanical behavior of endodontic. **International Journal of Current Research**, v. 9, n. 5, p. 51300-51306, 2017.

AUN D.P., PEIXOTO I.F., HOUMARD M., BUONO V.T.L. Enhancement of NiTi superelastic endodontic instruments by TiO<sub>2</sub> coating. **Mater Sci Eng C Mater Biol Appl**, v. 68, p. 675–680, 2016.

AWS D17.1, **soldagem AWS-D17.1**, American Welding Society, 2001.

BAHCALL J., KRAMKOWSKI T.R. An in vitro comparison of torsional stress and cyclic fatigue resistance of Profile GT and Profile GT Series X rotary nickel-titanium files. **J. Endodont**, v. 35, n. 3, p. 404-407, 2009.

BELLINI H., MOYANO J., GIL J., PUIGDOLLERS A. Comparison of the superelasticity of different nickel–titanium orthodontic archwires and the loss of their properties by heat treatment. **J Mater Sci Mater Med**, v. 27, n. 10, p. 158, 2016.

BENAVIDES V., E. **Estudo das variações microestruturais de uma liga pseudoelástica de Ni-Ti tratada termicamente**. 2013. 81f. Dissertação (Mestrado em Ciências Mecânicas) - Universidade de Brasília, 2013.

BERENDT C. **Method of preparing Nitinol for use in manufacturing instruments with improved fatigue resistance**. US Patent Application 20070072147, 2007.

- BRAGA L.C., MAGALHÃES R.R.S., NAKAGAWA R.K.L., PUENTE C.G., BUONO V.T.L., BAHIA M.G.A. Physical and mechanical properties of twisted or ground nickel-titanium instruments. **Int Endod J**, v. 46, n. 5, p. 458–465, 2013.
- BRAGA L.C.M., FARIA SILVA A.C., BUONO V.T.L., DE AZEVEDO BAHIA M.G. Impact of heat treatments on the fatigue resistance of different rotary nickel-titanium instruments. **J Endod**, v. 40, n. 9, p. 1494–1497, 2014.
- BRAILOVSKI V., TERRIAULT P., PROKOSHKIN S. Influence of the post-deformation annealing heat treatment on the low-cycle fatigue of NiTi shape memory alloys. **J of Materi Eng and Perform**, v. 11, n. 6, p. 614-621, 2002.
- BROJAN M., BOMBAC M.D., KSEL F., VIDENIC T. Shape Memory alloys in medicine. **RMZ –Materials and geoenvironment**, v. 55, n. 2, p. 173-189, 2008.
- BULEM Ü.K., KECECI A.D., GULDAS H.E. Experimental evaluation of cyclic fatigue resistance of four different nickel-titanium instruments after immersion in sodium hypochlorite and/or sterilization. **J Appl Oral Sci**, v. 21, n. 6, p. 505–510, 2013.
- BURKE, J. **The Kinetics of Phase Transformation in Metals**. London: Pergamon Press, 1965.
- CÂMARA A.S., MARTINS R.C., VIANA A.C.D., LEONARDO R.T., BUONO V.T.L., BAHIA M.G.A. Flexibility and torsional strength of ProTaper and ProTaper Universal rotary instruments assessed by mechanical tests. **J Endod**, v. 35, n. 1, p. 113-116, 2009.
- CAPAR I.D., ERTAS H., OK E., ARSLAN H., ERTAS E.T. Comparative study of different novel nickel-titanium rotary systems for root canal preparation in severely curved root canals. **J Endod**, v. 40, n. 6, p. 852–856, 2014.

CASELLA G., ROSALBINO F. Corrosion behaviour of NiTi endodontic instruments. **Corrosion Engineering, Science and Technology**, v. 46, n. 4, p. 521–523, 2011.

CASTILHO, W.S. **Contribuição à Influência de Tratamento Criogênico em Propriedades Térmicas e Mecânicas das Ligas NiTi Austenítica e Martensítica com Memória de Forma**. 2017. 108 p. Tese de Doutorado (Doutorado em Sistemas Mecatrônicos) - Universidade de Brasília, 2017.

CASTRO S.M., PONCES M.J., LOPES J. D., VASCONCELOS M., POLLMAN M. C. F. Orthodontic wires and its corrosion - The specific case of stainless steel and beta-titanium. **Journal of Dental Sciences**, v. 10, n. 1, p. 1-7, 2015.

ÇELIK D., TASDEMIR T., ER K. Comparative study of 6 rotary nickel-titanium systems and hand instrumentation for root canal preparation in severely curved root canals of extracted teeth. **J Endod**, v. 39, n. 2, p. 278-82, 2013.

CHEN Q., THOUAS G.A. Metallic implant biomaterials. **Materials Science and Engineering R**, v. 87, p.1–57, 2015.

CHEN X., BOWERS M.L., DE GRAEF M., ANDERSONA P.M. Characterization and modeling of defects generated in pseudoelastically deformed NiTi microcrystals, **Millsa Scripta Materialia**, v. 78–79, p. 69–72, 2014.

CHI C.W., LAI E.H., LIU C.Y., LIN C.P., SHIN C. S. Influence of heat treatment on cyclic fatigue and cutting efficiency of ProTaper Universal F2 instruments. **Journal of Dental Science**, v. 12, n. 1, p 21-26, 2017.

CHIAVERINI V. **Tecnologia Mecânica: Processos de Fabricação e Tratamento**. 2ª ed, Ed. Pearson, São Paulo, 1995.

CHIAVERINI V. **Tratamento Térmico das Ligas Metálicas**. 1ª ed, Ed. ABM, Rio de Janeiro, 2003.

CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos**. 7 ed. São Paulo: ABM, 1996.

CLARKE B., CARROLL W., ROCHEV Y., HYNES M., BRADLEY D., PLUMLEY D. Influence of Nitinol wire surface treatment on oxide thickness and composition and its subsequent effect on corrosion resistance and nickel ion release. **J Biomed Mater Res A**, v. 79, n. 1, p. 61–70, 2006.

CONDORELLI G.G., BONACCORSO A., SMECCA E., SCHAFER E., CANTATORE G., TRIPI T.R. Improvement of the fatigue resistance of NiTi endodontic files by surface and bulk modifications. **Int Endod J**, v. 43, n. 10, p.866–873, 2010.

CORRÊA FILHO L. N. **Efeito do tratamento térmico nas propriedades mecânicas e térmicas de uma liga NiTi pseudoelástica**. 2013. 51f. Dissertação (Mestrado em Ciências Mecânicas) - Universidade de Brasília, 2013.

DALIBOR V. Influence of heat treatment of shape memory NiTi alloy on its mechanical properties. **Roznov Pod Radhostem Czech Repub EU Met**, v. 5, n. 18, 2010.

DE VASCONCELOS R.A., MURPHY S., CARVALHO C.A.T., GOVINDJEE R.G., GOVINDJEE S., PETERS O.A. Evidence for Reduced Fatigue Resistance of Contemporary Rotary Instruments Exposed to Body Temperature. **J Endod**, v. 42, n. 5, p. 782-787, 2016.

DE-DEUS G., SILVA E.J.N.L., VIEIRA V.T.L., BELLADONNA F.G., ELIAS C.N., PLOTINO G. Blue Thermomechanical Treatment Optimizes Fatigue

Resistance and Flexibility of the Reciproc Files. **J Endod**, v. 43, n. 3, p. 462–466, 2017.

DIETER DG. **Mechanical Metallurgy**. 3<sup>a</sup> ed. Ed. McGraw-Hill Companies, 1986.

DULSKI M., DUDEK K., GRELOWSKI M., KUBACKI J., HERTLEIN J., WOJTYNIAK M. Impact of annealing on features of BCP coating on NiTi shape memory alloy: Preparation and physicochemical characterization. **Applied Surface Science**, v. 437, p. 28-40, 2017.

EL BATOUTY K.M., ELMALLAH W.E. Comparison of canal transportation and changes in canal curvature of two nickel-titanium rotary instruments. **J Endod**, v. 37, n. 9, p. 1290–1292, 2011.

ELAYYAN F., SILIKAS N., Bearn D. Mechanical properties of coated superelastic archwires in conventional and self-ligating orthodontic brackets. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v. 137, n. 2, p. 213-217, 2010.

ELIAS C., LOPES H., VIEIRA V., SOUZA L., VIEIRA M. Influence of Surface Morphology on the Torsion Fracture of NiTi Endodontic Instruments. **J of Materi Eng and Perform**, v. 23, n. 7, p. 2533–258, 2014.

ELNAGHY AM. Cyclic fatigue resistance of protaper next nickel- titanium rotary files. **Int Endod J**, v. 47, n. 11, 1034-1039, 2014.

ERSOY I., KOL E., UYGUN A.D., TANRIVER M., SECKIN F. Comparison of cyclic fatigue resistance between different NiTi instruments with 4% taper. **Microsc Res Tech**, v. 79, n. 5, p. 345–348, 2016.

ESPOSITO P.T., CUNNINGHAM C.J. A comparison of canal preparation with nickel-titanium and stainless steel instruments. **J Endod**, v. 21, n. 4, p. 173-176, 1995.

FERNANDES, F. M. Ligas com memória de forma. 2006. 35 f.  
**Seminário - CENIMAT/UNL** – Universidade Nova de Lisboa, 2006.

Ferreira, L.M. **Fratura por fadiga de instrumentos endodônticos de aço inoxidável e de níquel-titânio**. 2017. 138 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2017.

FUNAKUBO H. **Precision Machinery and Robotics**, Vol. 1. Ed. Gordon and Breach Science, New York, 1987.

FUNAKUBO, HIROYASU, KENNEDY J. B. **Shape memory alloys**. Ed. Gordon and Breach Science, Illustrated, New York, 1987.

GALL K., JUNTUNEN K., MAIER H.J., SEHITOGLU H., CHUMLYAKOV Y.I. Instrumented micro-indentation of NiTi shape-memory alloys. **Acta Materialia**, v. 49, n. 16, p. 3205–3217, 2001.

GAO Y., SHOTTON V., WILKINSON K., PHILLIPS G., JOHNSON W.B. Effects of raw material and rotational speed on the cyclic fatigue of profile vortex rotary instruments. **J Endod**, v. 36, n. 7, p. 1205-1209, 2010.

GERGI R., OSTA N., BOURBOUZE G. Effects of three-nickel titanium instrument systems on root canal geometry assessed by micro-computed tomography. **Int Endod J**, v. 48, n. 2, p. 162–170, 2015.

GIL J., RUPÉREZ E., VELASCO E., APARICIO C., MANERO J.M. Mechanism of fracture of NiTi superelastic endodontic rotary instruments. **J Mater Sci Mater Med**, v. 29, n. 8, p. 131, 2018.

GIL, F. J. e PLANELL, J. A. In vitro thermomechanical ageing of Ni-Ti alloys. **J. Biomater. Appl.** v.12, n. 3, p. 237-248, 1998.

GONZALEZ, C.H. **Estude des Comportements Electro-thermomécaniques et de la Stabilisation Martensitique d'aliages Monocristallins à Mémoire de**

**Forme Base Cuivre.** 2002. 178 p. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais)  
- Institut National des Sciences Appliquées, Lyon, França, 2002.

GOO H-J., KWAK S.W., HA J-H., PEDULLÀ E., KIM H-C. Mechanical Properties of Various Heat-treated Nickel-titanium Rotary Instruments. **J Endod**, v. 43, n. 11, p. 1872–1877, 2017.

GORYCZKA T., STRÓŻ D., MORAWIEC H. Structure of the R-Phase in niti shape memory alloys. **Applied Crystallography**, p. 37–45, 2001.

GUÉNIN G. The Two Way Memory Effect in relation to the nucleation and growth of martensite. **European Symposium on Martensitic Transformations.** EDP Sciences; 1989.

GÜNDOĞAR M, ÖZYÜREK T. Cyclic Fatigue Resistance of OneShape, HyFlex EDM, WaveOne Gold, and Reciproc Blue Nickel-titanium Instruments. **J Endod**, v. 43, n. 7, p.1192–1196, 2017.

HA J-H., KIM S.K., COHENCA N., KIM H-C. Effect of R-phase heat treatment on torsional resistance and cyclic fatigue fracture. **J Endod**,v. 39, n. 3, p. 389–393, 2013.

HAYASHI Y., YONEYAMA T., YAHATA Y. Phase transformation behaviour and bending properties of hybrid nickel-titanium rotary endodontic instruments. **Int Endod J**, v 40, n. 4, p. 247–253, 2007.

HIEAWY A., HAAPASALO M., ZHOU H., WANG Z., SHEN Y. Phase transformation behavior and resistance to bending and cyclic fatigue of ProTaper Gold and ProTaper Universal instruments. **J Endod**, v. 41, n. 7, p. 1134-1138, 2015.

IACONO F., PIRANI C., GENERALI L., BOLELLI G., SASSATELLI P., LUSVARGHI L. Structural analysis of HyFlex EDM instruments. **Int Endod J**, v. 50, n. 3, p. 303–313, 2017.

JAMESON E.C. Description and development of electrical discharge machining (EDM), Electrical Discharge Machining. **Society of Manufacturing Engineers**, Michigan, 2001.

JAVAHERI H.H., JAVAHERI G.H. A comparison of three NiTi rotary instruments in apical transportation. **J Endod**, v. 33, n. 3, p. 284–286, 2007.

JIA Z., ZENG W., ZHANG Y., SHI C., QUAN B., WU J. The color changes and tensile properties of oxidized Ti–6Al–2Mo–1.5Cr–2Zr–2Sn–2Nb alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 640, p. 488–496, 2015.

JIANG S.Y., ZHANG Y.Q., ZHAO Y.N. Dynamic recovery and dynamic recrystallization of NiTi shape memory alloy under hot compression deformation. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 23, n. 1, p. 140–147, 2012.

JOHNSON E., LLOYD A., KUTTLER S., NAMEROW K. Comparison between a novel nickel-titanium alloy and 508 nitinol on the cyclic fatigue life of ProFile 25/.04 rotary instruments. **J Endod**, v. 34, n. 11, p. 1406–1409, 2008.

JOHNSON W.B. **Fatigue-Resistant Nitinol Instrument**. US Patent Application 20140242543 A1, 2014.

JORDAN L., SULTAN A., VERMAUT P. Microstructural and mechanical characterizations of new Ni-Ti endodontic instruments. **MATEC Web of Conferences**, v. 33, 2015.

KARBAKHSR RAVARI B., FARJAMI S., NISHIDA M. Effects of Ni concentration and aging conditions on multistage martensitic transformation in aged Ni-rich Ti-Ni alloys. **Acta Materialia**, v. 69, p. 17–29, 2014.

kaufman; cohen m. Thermodynamics and Kinetics of Martensitic Transformations. **Progress. Metal Physics**, v. 7, p. 165-246, 1958.

- KAVAL M.E., CAPAR I.D., ERTAS H. Evaluation of the Cyclic Fatigue and Torsional Resistance of Novel Nickel-Titanium Rotary Files with Various Alloy Properties. **J Endod**, v. 42, n. 12, p. 1840–1843, 2016.
- KESKIN C., INAN U., DEMIRAL M., KELEŞ A. Cyclic Fatigue Resistance of Reciproc Blue, Reciproc, and WaveOne Gold Reciprocating Instruments. **J Endod**, v. 43, n. 8, p. 1360–1363, 2017.
- KHALIL-ALLAFI J., KAZEMI-CHOOBI K., ELHAMI A., ASADI P. Influence of aging treatment on in-situ electrical resistance variation during aging of nickel-Rich NiTi shape memory wires. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 44, n. 10, 2013.
- KIM D.J., SEO D.Y., SAARI H., SAWATZKY T., KIM Y-W. Isothermal oxidation behavior of powder metallurgy beta gamma TiAl–2Nb–2Mo alloy. **Intermetallics**, v. 19, n. 10, p. 1509–1516, 2011.
- KIM H.C., YUM J., HUR B., CHEUNG G.S.P. Cyclic fatigue and fracture characteristics of ground and twisted nickel-titanium rotary files. **J Endod**, v. 36, n. 1, p. 147–152, 2010.
- KIM, H.C.; YUM, J.; HUR, B.; CHEUNG, G.S.P. Cyclic Fatigue and Fracture Characteristics of Ground and Twisted Nickel-Titanium Rotary Files. **J Endod**, v.36 n. 1, p. 147-152, 2010.
- KLYMUS M.E., ALCALDE M.P., VIVAN R.R., SÓ M.V.R., DE VASCONSELOS B.C., DUARTE M.A.H. Effect of temperature on the cyclic fatigue resistance of thermally treated reciprocating instruments. **Clin Oral Investig**, 2018.
- KRAMKOWSKI T.R, BAHCALL J. An in vitro comparison of torsional stress and cyclic fatigue resistance of ProFile GT and ProFile GT Series X rotary nickel-titanium files. **J Endod**, v. 35, n. 3, p. 404–407, 2009.

KRAUSS G. Martensite in Steel: strength and structure. **Materials Science and engineering**, v. A273-275, p. 40-57, 1999.

KRAUSS G. Steels: **Heat Treatment and Processing Principles**. 5 ed. Ohio: ASM International, 1997.

KUHN G., TAVERNIER B., JORDAN L. Influence of structure on nickel-titanium endodontic instruments failure. **J Endod**, v. 27, n. 8, p. 516–520, 2001.

LAGOUDAS D. C. **Shape Memory Alloys - Modeling and Engineering Applications**. Springer, 2008.

LEGRAND V., MOYNE S., PINO L., ARBAB CHIRANI S., CALLOCH S., CHEVALIER V. Mechanical Behavior of a NiTi Endodontic File During Insertion in an Anatomic Root Canal Using Numerical Simulations. **J of Materi Eng and Perform**, v. 24, n. 12, p. 4941–4947, 2015.

LIU J-F., LIN M-C., HSU M-L., LI U-M., LIN C-P., TSAI W-F. Effect of nitriding surface treatment on the corrosion resistance of dental nickel–titanium files in 5.25% sodium hypochlorite solution. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 475, n. 1, p. 789–793, 2009.

LIU J-K., LIU I-H., LIU C., CHANG C-J., KUNG K-C., LIU Y-T. Effect of titanium nitride/titanium coatings on the stress corrosion of nickel–titanium orthodontic archwires in artificial saliva. **Applied Surface Science**, v. 317, p. 974–981, 2014.

LOEB, B.; OLIVEIRA, J. F.; MENDES, M.; SAKIMA, T.; BARREAU, G. Desenvolvimento de Ligas com Memória de Forma. **Metalurgia & Materiais**. p. 692-698. 1994.

LOIZIDES A.L., KAKAVETSOS V.D., TZANETAKIS, G.N. KONTAKIOTIS E.G. ELIADES G. A comparative study of the effects of two nickel-titanium

- preparation techniques on root canal geometry assessed by microcomputed tomography. **J Endod**, v. 33, n. 12, p. 1455–1459, 2007.
- LOPES H.P., ELIAS C.N. Fratura das limas endodônticas tipo K. Fundamentos teóricos e práticos. **Revista Brasileira de Odontologia**, v. 58, n. 6, p. 207-210, 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, p. 207-210, 2001.
- LOPES H.P., ELIAS C.N., SIQUEIRA JR J.F., Filho W.R.A. 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., ELIAS C.N., VIEIRA V.T. Effects of electropolishing surface treatment on the cyclic fatigue resistance of BioRace nickel-titanium rotary instruments. **J Endod**, v. 36, n. 10, p. 1653–1657, 2010.
- LOPES H.P., ELIAS, C.N., Siqueira Jr J.F. Mecanismo de fratura dos instrumentos endodônticos. **Rev Paul Odontol**, n. 22, v. 4, p. 4-9, 2000.
- LOPES H.P., FERREIRA A.A., ELIAS C.N., MOREIRA E.J., DE OLIVEIRA J.C., SIQUEIRA J.F. Influence of rotational speed on the cyclic fatigue of rotary nickel-titanium endodontic instruments. **J Endod**, v. 35, n. 7, p. 1013-1016, 2009.
- LOPES, H. P.; ELIAS, C.N.; SIQUEIRA JÚNIOR, J. F. Instrumentos endodônticos. In: LOPES, H.P.; SIQUEIRA JÚNIOR, J.F. **Endodontia: Biologia e Técnica**. Ed. Guanabara Koogan, Rio de Janeiro, p. 388-91. 2010.
- MACHADO, L. G.; SAVI, M. A. Aplicações odontológicas das ligas com memória de forma. **Revista Brasileira de Odontologia**. v.59, n. 5, p. 302-306, 2002.

- MARATTUKALAM J.J., BALLA V.K., DAS M., BONTHA S., KALPATHY S.K. Effect of heat treatment on microstructure, corrosion, and shape memory characteristics of laser deposited NiTi alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 744, p. 337-346, 2018.
- MARCELIANO-ALVES M.F.V., SOUSA-NETO M.D., FIDEL S.R. Shaping ability of single-file reciprocating and heat-treated multifile rotary systems: a micro-CT study. **Int Endod J**, v. 48, n. 12, p. 1129-1136, 2014.
- MIRZADEH H., PARSA M.H. Hot deformation and dynamic recrystallization of NiTi intermetallic compound. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 614, p. 56–59, 2014.
- NESPOLI A., VILLA E., BERGO L., RIZZACASA A., PASSARETTI F. DSC and three-point bending test for the study of the thermo-mechanical history of NiTi and NiTi-based orthodontic archwires. **J Therm Anal Calorim**, v. 120, n. 2, p. 1129–1138, 2015.
- NISHIYAMA Z. **Martensitic Transformation**. 1<sup>o</sup> ed, Ed. Elsevier Science, Amsterdã,1978.
- NURVEREN K., A. AKDOĞAN & W. M. HUANG. Evolution of transformation characteristics with heating/cooling rate in NiTi shape memory alloys. **Journal of materials processing technology**. 196.1: 129-134, 2008.
- OTSUKA K., WAYMAN CM., NAKAI K., SAKAMOTO H., SHIMIZU K. Superelasticity effects and stress-induced martensitic transformations in Cu-Al-Ni alloys. **Acta Metallurgica**, v. 24, n. 3, p. 207–226, 1976.
- OTSUKA K., WAYMAN C.M. **Shape Memory Materials**. Cambridge Univ. Press. cap.1, p.1-26, 1998.
- OTSUKA K.; KAKESHITA T. Elastic-constant Behavior in Ti-Ni-Based Alloys. **MRS Bulletin**. n. 27, p. 91-100, 2002.

- OTSUKA K., REN R. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. **Progress in Materials Science**, n. 50, p. 511-678, 2005.
- OTUBO J., NASCIMENTO F.C., MEI P.R., PAVIE L.P., KAUFMAN M.J. Influence of austenite grain size on the mechanical properties of stainless MA. **Materials Transactions**, v. 43, n. 5, p. 916-919, 2002.
- PARASHOS P, GORDON I, MESSER HH. Factors influencing defects of Rotary nickeltitanium endodontic instruments after clinicar use. **J Endod**, v. 30, n. 10, p. 722-755, 2004.
- PARK S-Y., CHEUNG GSP., YUM J., HUR B., PARK J-K., KIM H-C. Dynamic torsional resistance of nickel-titanium rotary instruments. **J Endod**, v. 36, n. 7, p. 1200–1204, 2011.
- PAULA, A.S. Tratamentos termomecânicos de ligas do sistema NiTi: caracterização estrutural e otimização das propriedades associadas ao efeito memória de forma. Lisboa. 376 p. **Tese Doutorado em Ciência dos Materiais** – Especialidade Metalurgia - Universidade Nova de Lisboa, Faculdade de Ciências e Tecnologia. 2006.
- PEDULLÀ E., GRANDE N.M., PLOTINO G., GAMBARINI G., RAPISARDA E. Influence of continuous or reciprocating motion on cyclic fatigue resistance of 4 different nickel-titanium rotary instruments. **J Endod**, v. 39, p. 258-261, 2013.
- PEDULLÀ E., LO SAVIO F., BONINELLI S., PLOTINO G., GRANDE N.M., LA ROSA G. Torsional and Cyclic Fatigue Resistance of a New Nickel-Titanium Instrument Manufactured by Electrical Discharge Machining. **J Endod**, v. 42, n. 1, p. 156–159, 2016.
- PENG W., ZENG W., ZHANG Y., SHI C., QUAN B., WU J. The Effect of Colored Titanium Oxides on the Color Change on the Surface of Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe Alloy. **J of Materi Eng and Perform**, v. 22, n. 9, p. 2588–2593, 2013.

PEREIRA E.S.J., GOMES R.O., LEROY A.M.F., SINGH R., PETERS O.A., BAHIA M.G.A. Mechanical behavior of M-Wire and conventional NiTi wire used to manufacture rotary endodontic instruments. **Dent Mater**, v. 29, n. 12, p. 318-324, 2013.

PEREIRA É.S.J., VIANA A.C.D., BUONO V.T.L., PETERS O.A., BAHIA M.G. Behavior of nickel-titanium instruments manufactured with different thermal treatments. **J Endod**, v. 41, n. 1, p. 67–71, 2015.

PÉREZ-HIGUERAS J.J., ARIAS A., LA MACORRA J.C. Cyclic fatigue resistance of K3, K3XF, and twisted file nickel-titanium files under continuous rotation or reciprocating motion. **J Endod**, v. 39, n. 12, p. 1585-15888, 2013.

PERNOT J., ROLLAND X., EUVRARD H. **Endodontic instrument with rough surfaces, and method for producing such an instrument**. Patent WO2015028743 A1, 2015.

PETERS O.A., GLUSKIN A.K., WEISS R.A., HAN J.T. An in vitro assessment of the physical properties of novel Hyflex nickel-titanium rotary instruments. **Int Endod J**, v. 45, n. 11, p. 1027–1034, 2012.

Phase Diagrams for Binary Alloys, **ASM International**, 2000.

PIRANI C., IACONO F., GENERALI L., SASSATELLI P., NUCCI C., LUSVARGHI L. HyFlex EDM: superficial features, metallurgical analysis and fatigue resistance of innovative electro discharge machined NiTi rotary instruments. **Int Endod J**, v. 49, n. 5, p. 483–493, 2016.

PLOTINO G., GRANDE N.M., COTTI E., TESTARELLI L., GAMBARINI G. Blue treatment enhances cyclic fatigue resistance of vortex nickel-titanium rotary files. **J Endod**, v. 40, n. 9, p. 1451–1453, 2014.

- PLOTINO G., TESTARELLI L., AL-SUDANI D., PONGIONE G., GRANDE N.M., GAMBARINI G. Fatigue resistance of rotary instruments manufactured using different nickel-titanium alloys: a comparative study. **Odontology**, v. 102, p. 31–35, 2014.
- PORTER D. A.; EASTERLING K. E. **Difusionless transformations In:Phase Transformation in Metals and Alloys**, 2<sup>a</sup> ed, Ed. CRC press. Taylor & Francis Group, 2009.
- POU P., RIVEIRO A., DEL VAL J., COMESAÑA R., PENIDE J., ARIAS-GONZÁLEZ F. Laser surface texturing of Titanium for bioengineering applications. **Procedia Manufacturing**, v. 13, p. 694–701, 2017.
- PRAISARNTI C., CHANG J.W., CHEUNG G.S. Electropolishing enhances the resistance of nickel-titanium rotary files to corrosion-fatigue failure in hypochlorite. **J Endod**, v. 36, n. 8, p. 1354–13577, 2010.
- PRYMAK O., KLOCKE A., KAHL-NIEKE B., EPPLE M. Fatigue of orthodontic nickel–titanium (NiTi) wires in different fluids under constant mechanical stress. **Materials Science and Engineering A**, v. 378, n. 1, p. 110–114, 2004.
- REED-HILL R.E., ABBASCHIAN R., ABBASCHIAN L. **Physical Metallurgy Principles**. 3<sup>a</sup>ed, Ed. Van Nostrand, New York, 2008.
- RUDDLE C.J. The ProTaper technique. **Endodontic Topics**, v.10, p.187-190. 2005.
- RYHÄNEN, J. **Biocompatibility evaluation of nickel-titanium shape memory metal alloy**. 1999. 118 f. Dissertação (Mestrado em Cirurgia Clínica). University Hospital of Oulu, 1999.
- SADRNEZHAAD S.K., MIRABOLGHASEMI S.H. Optimum temperature for recovery and recrystallization of 52Ni48Ti shape memory alloy. **Materials & Design**. V. 28, n. 6, p. 1945–1948, 2007.

- SAEDI S., TURABI A., TAHERI ANDANI M., HABERLAND .C, KARACA H., ELAHINIA M. The influence of heat treatment on the thermomechanical response of Ni-rich NiTi alloys manufactured by selective laser melting. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 677, p. 204-210, 2016.
- SANTOS L. A., BAHIA M.G.A., DE LAS CASAS E.B., BUONO V.T.L. Comparison of the mechanical behavior between controlled memory and superelastic nickel-titanium files via finite element analysis. **J Endod**, v. 39, n. 11, p. 1444–1447, 2013.
- SANTOS R.M.L. **Avaliação da resistência à fadiga de instrumentos endodônticos sujeitos a polimento electrolítico e a tratamento térmico específico**. 2014. 81f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, 2014.
- SANTOS, L. C. **Avaliação do efeito memória de forma em ligas à base de Fe-Mn-Si através da caracterização estrutural e das propriedades físicas e mecânicas**. 139 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica) - CPGEM/UFMG, Belo Horizonte, 2003.
- SATTAPAN B., PALAMARA J.E.A., MESSER H.H. Torque during canal instrumentation using Rotary nickel-titanium files. **J Endod**, v. 26, n. 3, p. 156-160, 2000.
- SCHIRRMESTER J.F., STROHL C., ALTENBURGER M.J., WRBAS K.T. HELLWING E. Shaping ability and safety of five different rotary nickel-titanium instruments compared with stainless steel hand instrumentation in simulated curved root canals. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 101, n. 6, p. 807-813, 2006.
- SEYYED AGHAMIRI S.M., AHMADABADI M.N., RAYGAN S. Combined effects of different heat treatments and Cu element on transformation behavior of NiTi orthodontic wires. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 4, n. 3, p. 298–302, 2011.

- SHAMIR H., AHMADABADI M., NAGHDI F., HABIBI-PARSA M., HARIRIAN I. Control of Superelastic Behavior of NiTi Wires Aided by Thermomechanical Treatment with Reference to Three-Point Bending. **J of Materi Eng and Perform**, v. 23, n. 4, p. 1386–1391, 2014.
- SHAW, J.A.; CURCHILL, C.B.; LADICOLA, M.A. Tips and Tricks for Characterizing Shape Memory Alloy Wire: part 1—Differential Scanning Calorimetry and Basic Phenomena. **Society for Experimental Mechanics**. 2008.
- SHEN Y., COIL J.M., ZHOU H., ZHENG Y., HAAPASALO M. HyFlex nickel-titanium rotary instruments after clinical use: metallurgical properties. **Int Endod J**, v. 46, n. 8, p. 720–729, 2013.
- SHEN Y., QIAN W., ABTIN H., GAO Y., HAAPASALO M. Fatigue testing of controlled memory wire nickel-titanium rotary instruments. **J Endod**, v. 37, n. 7, p. 997–1001, 2011.
- SHEN Y., ZHOU H., COIL JM., ALJAZAERI B., BUTTAR R., WANG Z. ProFile Vortex and Vortex Blue Nickel-Titanium Rotary Instruments after Clinical Use. **J Endod**, v. 41, n. 6, p. 937–942, 2015.
- SHEN Y., ZHOU H-M., WANG Z., CAMPBELL L., ZHENG Y., HAAPASALO M. Phase transformation behavior and mechanical properties of thermomechanically treated K3XF nickel-titanium instruments. **J Endod**, v. 39, n. 7, p. 919–923, 2013.
- SHEN Y., ZHOU H.M., ZHENG Y.F., PENG B., HAAPASALO M. Current challenges and concepts of the thermomechanical treatment of nickel-titanium instruments. **J Endod**, v. 39, n. 2, p. 163-172, 2013.
- SILVA E.J.N.L., VIEIRA V.T.L., BELLADONNA F.G., ZUOLO A.S., ANTUNES H.D.S., CAVALCANTE D.M. Cyclic and Torsional Fatigue Resistance of XP-

- endo Shaper and TRUShape Instruments. **J Endod**, v. 44, n. 1, p. 168–172, 2018.
- SIMON S., MACHTOU P., TOMSON P., ADAMS N., LUMLEY P. Influence of fractured instruments on the success rate of endodontic treatment. **Dent Update**, v. 35, n. 3, p. 72–74, 2008.
- SOARES R.G., LOPES H.P., ELIAS C.N. Comparative study of the mechanical properties of instruments made of conventional, M-wire, R-phase, and controlled memory nickel-titanium alloys. **ENDO – Endodontic Practice Today**, v. 11, p. 271–277, 2017.
- SRIVASTAVA S. Current Strategies in Metallurgical Advances of Rotary NiTi Instruments: A Review. **Journal of Dental Health, Oral Disorders & Therapy**. V. 9, n. 1, 2018.
- STAROSVETSKY D., GOTMAN I. Corrosion behavior of titanium nitride coated Ni-Ti shape memory surgical alloy. **Biomaterials**, v. 22, n. 13, p. 1853–1859, 2011.
- THOMPSON S.A. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. **Int Endod J**, v.33, p.297-310, 2000.
- TOKER S.M., GERSTEIN G., MAIER H.J., CANADINC D. Effects of microstructural mechanisms on the localized oxidation behavior of NiTi shape memory alloys in simulated body fluid. **J Mater Sci**, v. 53, n. 2, p. 948–958, 2018.
- TOPÇUOĞLU H.S., DÜZGÜN S., AKTI A., TOPÇUOĞLU G. Laboratory comparison of cyclic fatigue resistance of WaveOne Gold, Reciproc and WaveOne files in canals with a double curvature. **Int Endod J**, v. 50, n. 7, p. 713–717, 2017.

- TSUCHIYA K., INUZUKA M., TOMUS D., HOSOKAWA A., NAKAYAMA H., MORII K. Martensitic transformation in nanostructured TiNi shape memory alloy formed via severe plastic deformation. **Materials Science and Engineering A**. v. 643, n. 8, p. 438–440, 2006.
- UEHARA T. Molecular Dynamics Simulation of Shape-Memory Behavior. **Shape Memory Alloys**, p. 10-17, 2010.
- UYGUN A.D., KOL E., TOPCU M.K.C., SECKIN F., ERSOY I., TANRIVER M. Variations in cyclic fatigue resistance among ProTaper Gold, ProTaper Next and ProTaper Universal instruments at different levels. **Int Endod J**, v. 49, n. 5, p. 494–499, 2016.
- VIEIRA, V.T. **Flexibilidade e resistência a fadiga de instrumentos endodônticos de NiTi**. 2013. 126 p. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2013.
- VINOTHKUMAR T.S., MIGLANI R., LAKSHMINARAYANANAN L. Influence of deep dry cryogenic treatment on cutting efficiency and wear resistance of nickel-titanium rotary endodontic instruments. **J Endod**, v. 33, n. 11, p. 1355–1358, 2007.
- VITIELLO A.G., MORACE R.E. Analysis of thermo-mechanical behavior of Nitinol wires with high strain rates. **Smart Materials and Structures**, v.14, n.1, p.215-221, 2007.
- WALIA H., BRANTLEY, W.A., GERSTEIN, H. An initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files. **J Endod**. n.14, v.7, p.346-351, 1988.
- WASILEWSKI R.J. On the Nature of the Martensitic Transformation. **Metallurgical Transaction A**, v.6A, p.1405-1418. 1975.

- WAYMAN C.M., HARRISON J.D. The Origins of the Shape Memory Effect. **Journal of Metals**. v.9, p. 26-28, 1990.
- YAHATA Y., HAYASHI Y., EBIHARA A., HANAWA T. Phase transformation behaviour and bending property of twisted nickeltitanium endodontic instruments. **Int Endod J**, v. 44, n. 3, p. 253-258, 2011.
- YAHATA Y., YONEYAMA T., HAYASHI Y. Effect of heat treatment on transformation temperatures and bending properties of nickel-titanium endodontic instruments. **Int Endod J**, v. 42, p. 621–626, 2009.
- YANG G.B. ZHOU X.D. ZHENG Y.L., ZHANG H., SHU Y., WU H.K. Shaping ability of progressive versus constant taper instruments in curved root canals of extracted teeth. **Int Endod J**, v.40, n. 9, p. 707-714, 2007.
- YE J., GAO Y. Metallurgical characterization of M-Wire nickel-titanium shape memory alloy used for endodontic rotary instruments during low-cycle fatigue. **J Endod**, v. 38, n. 1, p. 105–107, 2012.
- YOO Y., JEONG J., JU LEE J., HO LEE C. Effect of heat treatment on the two-way recovery stress of tube-shaped NiTi. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v. 23, p. 1161–1168, 2012.
- YUM J., CHEUNG GS-P., PARK J-K., HUR B., KIM H-C. Torsional strength and toughness of nickel-titanium rotary files. **J Endod**, v. 37, n. 3, p. 382–386, 2011.
- ZHANG W., AO S., OLIVEIRA J.P., ZENG Z., HUANG Y., LUO Z. Microstructural Characterization and Mechanical Behavior of NiTi Shape Memory Alloys Ultrasonic Joints Using Cu Interlayer. **Materials**, v. 11, n.10, p. 1830, 2018.
- ZHANG X., WANG S., YAN X., YUE D., SUN R., ZHOU X. Probabilistic analysis for the functional and structural fatigue of NiTi wires. **Materials & Design**, v. 102, p. 213-224, 2016.

ZHAO D., SHEN Y., PENG B., HAAPASALO M. Root canal preparation of mandibular molars with 3 nickel-titanium rotary instruments: a micro-computed tomographic study. **J Endod**, v. 40, p. 1860–1864, 2014.

ZHOU H., PENG B., ZHENG YF. An Overview of the mechanical properties of nickel-titanium endodontic instruments. **Endodontic Topics**. V. 29, p. 42-54, 2013.

ZINELIS S., DARABARA M., TAKASE T. The effect of thermal treatment on the resistance of nickel-titanium rotary files in cyclic fatigue. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 103, p. 843–8477, 2007.

ZUPANC J., VAHDAT-PAJOUH N., SCHÄFER E. New thermomechanically treated NiTi alloys - a review. **Int Endod J**, v. 51, n. 10, p. 1088–1103, 2018.

ZURBITU J., KUSTOV S., ZABALETA A., CESARI E., AURREKOETXEA J. Thermo-Mechanical Behaviour of NiTi at Impact. **Shape Memory Alloys**, p. 17-40, 2010.