

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

**VICTOR TALARICO LEAL VIEIRA**

**FLEXIBILIDADE E RESISTÊNCIA A FADIGA DE INSTRUMENTOS  
ENDODÔNTICOS DE NiTi**

**Rio de Janeiro**

**2013**

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**VICTOR TALARICO LEAL VIEIRA**

**FLEXIBILIDADE E RESISTÊNCIA A FADIGA DE INSTRUMENTOS  
ENDODÔNTICOS DE NiTi**

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 Ciência dos Materiais.

Orientadores: Carlos Nelson Elias D.C. – IME

Hélio Pereira Lopes L.D. – UNESA

**Rio de Janeiro**

**2013**

C2013

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro - RJ CEP: 22290-270

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

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

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do autor e dos orientadores.

617.695 Vieira, Victor Talarico Leal

V657f

Flexibilidade e resistência a fadiga de instrumentos endodônticos de NiTi / Victor Talarico Leal Vieira; orientada por Carlos Nelson Elias e Helio Pereira Lopes – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2013.

126p.: il.

Tese (Doutorado) – Instituto Militar de Engenharia – Rio de Janeiro, 2013.

1. Ciência dos materiais – teses, dissertações. 2. endodontia. 3 – Resistência dos materiais – odontologia. I. Elias, Carlos Nelson. II. Lopes, Helio Pereira, III. Título. IV. Instituto Militar de Engenharia.

CDD 617.695

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**VICTOR TALARICO LEAL VIEIRA**

**FLEXIBILIDADE E RESISTÊNCIA A FADIGA DE INSTRUMENTOS  
ENDODÔNTICOS DE NiTi**

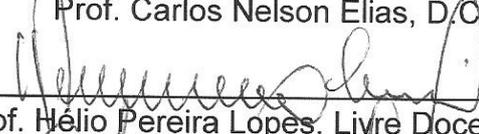
Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência dos Materiais.

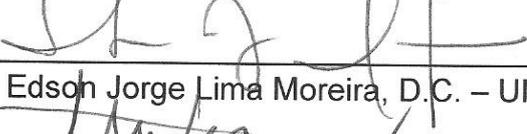
Orientadores: Carlos Nelson Elias, D.C. – IME

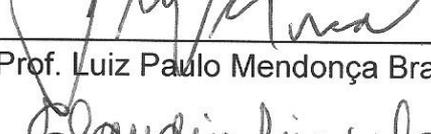
Helio Pereira Lopes L.D. – UNESA

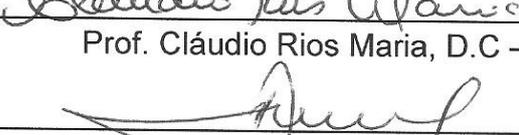
Aprovada em 26 de março de 2013 pela seguinte banca examinadora:

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Carlos Nelson Elias, D.C. – IME

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Hélio Pereira Lopes, Livre Docente – UNESA

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Edson Jorge Lima Moreira, D.C. – UNIGRANRIO

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão, D.C. – IME

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Cláudio Rios Maria, D.C – IME

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Paulo César Dahia Duccos, D.C. – UGF

Rio de Janeiro

2013

Aos meus pais S. Leal Vieira, Salete Talarico  
Vieira, a irmã Luana Talarico Leal Vieira e a noiva  
Lívia Iglesias de Andrade.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pelo dom da vida. Por permitir sentir sua presença cada dia de minha vida. Hoje entendo que as coisas não podem ser do meu jeito ou no meu tempo. Obrigado por fazer as coisas melhor que possa entender! Obrigado Pai!

Ao Prof. Carlos Nelson Elias pela paciência e cuidado dispensado na orientação deste trabalho além de toda informação valiosa transmitida durante todo curso.

Ao Prof. Helio Pereira Lopes pela amizade e pela oportunidade da convivência desde a época do mestrado. Além de toda contribuição no meu crescimento científico desde sempre.

Ao Prof. Edson Jorge Lima Moreira pelo incentivo e exemplo de sempre estar se superando. Tudo começou com a tradução de um livro durante a época de graduação, que rendeu uma especialização, um mestrado e agora o doutorado.

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

Aos meus pais S. Leal Vieira e Salete Talarico Vieira, por todo amor e pelos princípios passados além de todo carinho e atenção. Sem vocês nada disso seria possível.

A minha irmã Luana Talarico Leal Vieira pela companhia durante toda a vida. Não sei o que seriam dos meus 10 dias mensais longe dos meus pais se não fosse por ela.

A minha noiva Lívia Iglesias de Andrade por entender a importância deste trabalho e pelo apoio integral durante todo momento. Pela alegria e entusiasmo compartilhado a cada passo que damos juntos.

Ao meu sogro e minha sogra. Augusto Cesar Andrade e Sayonara Iglesias de Andrade. Pelo carinho com que sempre me receberam e por sempre estarem motivando meu crescimento.

Aos grandes amigos do IME Hector, Leonardo e Joel. Sem a presteza no trabalho e a convivência descontraída deles seria difícil realizar este trabalho.

Aos Professores Marcelo Mangeli e Márcia Valéria pela amizade e constante incentivo na realização deste trabalho.

Aos professores da UNIGRANRIO Henrique Antunes, Ricardo Carvalho, Oswaldo Fonseca e Katiana Vidal. Obrigado por todo conhecimento passado na minha graduação e pela oportunidade de ter trabalhado e acompanhado a equipe.

Aos amigos do IME Letícia Chaves, Daniel Navarro, Rubens Marçal, Ramon Botelho (agradecimento especial pela difração de raios-X), Erriston Campos, Priscila Miranda, Suzana Arleno. E todos que estudaram comigo. Valeu turma!

A todos os amigos e familiares que apoiaram e torceram para que tudo desse certo em meu trabalho.

**MUITO OBRIGADO!**

“Inteligência é a capacidade de se adaptar à mudança”.

(Stephen Hawking)

## SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS.....	12
LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....	14
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS.....	18
<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>22</b>
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>25</b>
2.1 Transformação martensítica no sistema NiTi.....	25
2.1.1 Tipos de transformações martensíticas e as fases formadas.....	25
2.1.2 As fases presentes nas ligas de NiTi.....	27
2.1.2.1 As partículas formados nas ligas NiTi enriquecidas com Ni.....	29
2.1.2.2 A microestrutura da austenita B2.....	29
2.1.2.3 A microestrutura da martensita B19.....	30
2.1.2.4 A microestrutura da martensita B19´.....	31
2.1.3 Diferenças entre a martensita B19´das ligas de NiTi e outras ligas com EMF.....	34
2.1.4 A microestrutura da fase R ou B2´.....	34
2.2 Efeito memória de forma e superelasticidade .....	37
2.2.1 Efeito memória de forma.....	38
2.2.2 Superelasticidade.....	39
2.3 Comportamento termomecânico de ligas metálicas com EMF .....	40
2.3.1 A forma da curva obtida nos ensaios mecânicos de ligas com EMF.....	40
2.3.2 A transformação martensítica induzida por tensão (TMIT).....	43
2.3.3 Efeito da taxa de deformação e temperatura nas propriedades mecânicas do NiTi.....	44
2.3.4 Comportamento termomecânico na fadiga cíclica.....	46
2.4 Técnicas experimentais utilizadas para estudo das ligas e instrumentos de NiTi.....	48
2.5 Instrumentos endodônticos de NiTi.....	49
2.5.1 Processos de fabricação.....	49

2.5.2	Os instrumentos endodônticos TF <sup>®</sup> .....	50
2.5.3	Os instrumentos endodônticos RaCe. ....	51
2.5.4	Fratura dos instrumentos endodônticos de NiTi.....	51
<b>3</b>	<b>PROPOSIÇÃO</b> .....	<b>53</b>
3.1	Objetivo Geral.....	53
3.2	Objetivos específicos.....	53
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>54</b>
4.1	Materiais.....	54
4.2	Microscopia Óptica.....	54
4.3	Espectroscopia de energia de raios-X.....	55
4.4	Difração de raios-X.....	55
4.5	Microscopia eletrônica de varredura.....	55
4.6	Ensaio de flexão em 45 <sup>o</sup> .....	56
4.7	Ensaio de fadiga por flexão rotativa.....	57
4.8	Ensaio de Microdureza Vickers.....	58
4.9	Análise estatística.....	59
4.10	Organograma dos ensaios realizados.....	59
4.10.1	Ensaio de caracterização e grupos controle.....	59
4.10.2	Ensaio dos grupos experimentais de flexão rotativa e flexão.....	60
<b>5</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	<b>61</b>
5.1	Caracterização micromorfológica.....	61
5.2	Análise química semiquantitativa e microestrutural.....	62
5.3	Microscopia eletrônica de Varredura.....	64
5.3.1	Análise no MEV dos instrumentos como recebidos.....	65
5.3.2	Análise no MEV dos instrumentos após a meia vida em fadiga.....	66
5.3.3	Análise no MEV dos instrumentos em 70% da vida em fadiga.....	67
5.3.4	Análise no MEV dos instrumentos em 90% da vida em fadiga.....	69
5.3.5	Análise no MEV dos instrumentos fraturados.....	72
5.3.6	Observação do desgaste dos instrumentos RaCe durante o ensaio de flexão rotativa.....	74

5.4	Ensaio de flexão em 45°.....	76
5.4.1	Flexão em 45° dos instrumentos TF <sup>®</sup> como recebido, em 50, 70 e 90% da vida em fadiga.....	77
5.4.2	Flexão em 45° dos instrumentos RaCe como recebido, em 50, 70 e 90% da vida em fadiga.....	79
5.4.3	Comparação da flexão em 45° dos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe.....	80
5.5	Ensaio de Flexão Rotativa.....	81
5.6	Microdureza Vickers dos instrumentos.....	82
<b>6</b>	<b>DISCUSSÃO</b> .....	<b>83</b>
6.1	Caracterização morfométrica.....	83
6.2	Análise química e microestrutural.....	84
6.3	Microscopia eletrônica de varredura.....	88
6.3.1	Análise no MEV dos instrumentos como recebidos.....	88
6.3.2	Análise no MEV dos instrumentos após a meia vida em fadiga.....	90
6.3.3	Análise no MEV dos instrumentos após 70% da vida em fadiga....	90
6.3.4	Análise no MEV dos instrumentos após 90% da vida em fadiga....	91
6.3.5	Análise no MEV dos instrumentos fraturados.....	91
6.3.6	Análise no MEV do desgaste dos instrumentos RaCe submetidos a flexão rotativa.....	92
6.4	Flexão em cantilever em 45°.....	93
6.4.1	Flexão em 45° dos instrumentos como recebidos.....	94
6.4.2	Flexão em 45° após a meia vida em fadiga.....	96
6.4.3	Flexão em 45° após 70% da vida em fadiga.....	98
6.4.4	Flexão em 45° após 90% da vida em fadiga.....	98
6.5	Ensaio de flexão rotativa.....	98
6.6	Microdureza Vickers dos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe.....	101
<b>7</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>102</b>
<b>8</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>103</b>
<b>9</b>	<b>APÊNDICE</b> .....	<b>110</b>

9.1	<b>APÊNDICE 1:</b> Tabela das medidas obtidas para caracterização micromorfológica dos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe.....	111
9.2	<b>APÊNDICE 2:</b> Tabela com os valores obtidos na energia de difração de raios-x dos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe e suas respectivas médias e desvios padrões.....	112
9.3	<b>APÊNDICE 3:</b> Fichas cristalográficas da liga de NiTi e da martensita B19' respectivamente.....	113
9.4	<b>APÊNDICE 4 :</b> Relatórios dos ensaios de flexão em 45° dos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe em 50, 70 e 90% da vida em fadiga.....	117
9.5	<b>APÊNDICE 5:</b> Tabelas com valores dos tempos estimados para 50, 70 e 90% da vida em fadiga, o tempo medido para atingir os 10% finais para a fratura, o tempo total do processo e o número de ciclos para a fratura para cada instrumento utilizado no ensaio de flexão rotativa.....	125
9.6	<b>APÊNDICE 6:</b> tabela com valores da microdureza vickers dos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe.....	126

## LISTA DE TABELAS

TAB. 2.1	Parâmetros de rede da estrutura B19 e da austenita ( $A_c$ ).....	30
TAB. 2.2	Parâmetros de rede da martensita B19' encontrados em diferentes trabalhos.....	33
TAB. 5.1	Valores dos diâmetros das bases das pontas dos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe.....	61
TAB. 5.2	Valores das conicidades calculadas dos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe .....	61
TAB. 5.3	Médias das porcentagens dos elementos presentes nos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe.....	62
TAB. 5.4	Índices de Miller dos picos encontrados nos difratogramas dos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe.....	64
TAB. 5.5	Valores médios da força (gf) para flexão em 45° dos instrumentos TF <sup>®</sup> (n=10) como recebido e em diferentes estágios de fadiga .....	78
TAB. 5.6	Valores de p das combinações dos ensaios de flexão em 45° nos instrumentos TF <sup>®</sup> para os estágios de fadiga estabelecidos pelo estudo.....	79
TAB. 5.7	Valores médios da força (gf) para flexão em 45° dos instrumentos RaCe (n=10) como recebido e em diferentes estágios de fadiga .....	80
TAB. 5.8	Valores de p das combinações dos ensaios de flexão em 45° nos instrumentos RaCe para os estágios de fadiga estabelecidos pelo estudo.....	80
TAB. 5.9	Valores médios da força (gf) para flexionar os instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe como recebidos, em 50, 70 e 90% da vida em fadiga no ensaio de flexão em 45°.....	80

TAB. 5.10	Tempos parciais (segundo) e para a fratura dos instrumentos TF <sup>®</sup> (n=10) e RaCe (n=10) submetidos à flexão rotativa. Médias do tempo total para fratura e número de ciclos para a fratura (NCF).....	81
TAB. 5.11	Tempo total e NCF médios para fratura dos 10 instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe submetidos ao ensaio de flexão rotativa sem paralisação do ensaio.....	82
TAB. 5.12	Valores médios da microdureza Vickers dos instrumentos TF <sup>®</sup> e RaCe.....	82

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 2.1	Sequências das transformações de fase das ligas de NiTi de acordo com a composição e tratamento térmico.....	25
FIG. 2.2	Estruturas cristalinas encontradas no sistema NiTi. Onde: B2 é a fase matriz, B2' ou R e B19 são as martensitas intermediárias e B19' é a martensita formada no final do processo.....	27
FIG. 2.3	Diagrama de fases das ligas de NiTi ( MALSSALKI & OKAMOTO, 1990) onde as fases de equilíbrio entre B2 e Ti <sub>3</sub> Ni <sub>4</sub> foram adicionadas ( OTSUKA & KAKESHITA, 2002).....	28
FIG. 2.4	Representação dos fenômenos de SE (5-10) e EMF (0-5). Os círculos representam a organização da microestrutura do material. Em A, a austenita (B2), em M <sup>+</sup> a martensita monovariante e em M a martensita auto-acomodada (SHAW et al., 2008) .....	38
FIG. 2.5	Ensaio de flexão em 45° de um instrumento endodôntico TF <sup>®</sup> (VIEIRA et al., 2010). Divisão da curva em três regiões. A seta indica a força crítica para transformação de fase.....	41
FIG. 4.1	Dispositivo para o ensaio de flexão em 45°. Instrumento inserido na morsa e preso por um mandril Jacob (gentileza de Thaianie Gambarra Soares, 2012).....	56
FIG. 4.2	Curvas representativas obtidas em ensaio em diversas velocidades mostrando a variação da altura do platô no ensaio de flexão em 45° dos instrumentos TF <sup>®</sup> .....	57
FIG. 4.3	Dispositivo utilizado nos ensaios de flexão rotativa (A). E ilustração do canal utilizado (B).....	58
FIG. 5.1	Micrografia por esteriomicroscópio do núcleo do instrumento TF <sup>®</sup> mostrando presença de partículas.....	62
FIG. 5.2	Espectro obtido na difração de raios-X dos instrumentos TF <sup>®</sup> . Picos com as respectivas distâncias interplanares e grupo espacial.....	63
FIG. 5.3	Espectro obtido na difração de raios-X dos instrumentos RaCe. Picos com as respectivas distâncias interplanares e grupo espacial.....	64

FIG. 5.4	Morfologia da superfície dos instrumentos. Observa-se ranhuras no instrumento TF <sup>®</sup> (A) e acabamento eletrolítico do instrumento RaCe (B).....	65
FIG. 5.5	Morfologia da superfície dos instrumentos e formas das pontas dos instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B).....	65
FIG. 5.6	Acabamento superficial dos instrumentos. Vazios presentes nos instrumentos TF <sup>®</sup> (A). Superfície eletropolida dos instrumentos RaCe (B).....	65
FIG. 5.7	Acabamento da aresta lateral de corte dos instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B).....	66
FIG. 5.8	Trincas formadas na aresta lateral de corte em região correspondente ao centro de curvatura do canal simulado nos instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B).....	66
FIG. 5.9	Formação de trinca de pequena dimensão na região do centro de curvatura do canal simulado nos instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B).....	66
FIG. 5.10	Início da nucleação de trincas em vazios de partículas e desprendimento de partícula na superfície de um instrumento RaCe.....	67
FIG. 5.11	Região do instrumento que ficou localizada no centro de curvatura do canal simulado usado no ensaio de fadiga (D <sub>5</sub> ). Observa-se o aumento do número de trincas em relação à meia vida em fadiga. Instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B).....	67
FIG. 5.12	Instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B). Após 70% da vida em fadiga. Observa-se grande número de trincas.....	68
FIG. 5.13	Instrumentos após 70% da vida em fadiga. Observa-se a presença de vazios e trincas seguindo trajetos orientados por vazios de partículas. Pode-se observar a presença de trincas secundárias nos instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B). Inclusão deslocada no interior da cavidade demarcada pelo círculo em (B).....	68
FIG. 5.14	Instrumentos após 70% da vida em fadiga. Observa-se a presença de trincas apresentando um padrão de deslocamento na forma de “zig zag”. Instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B).....	68

FIG. 5.15	Trincas nucleando em vazios de partículas e se unindo em um instrumento RaCe.....	69
FIG. 5.16	Morfologia dos instrumentos após 90% da vida em fadiga. Múltiplas trincas na região próxima a D <sub>5</sub> dos instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B)..	69
FIG. 5.17	Aumento da extensão da trinca em direção ao núcleo do instrumento TF <sup>®</sup> (A). Trinca nucleada na aresta lateral de corte se propagando em direção a um vazio de partícula no núcleo do instrumento (B).....	70
FIG. 5.18	Acentuado desgaste e presença de trincas TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B). Presença de desgaste evidenciando um grupo de inclusões marcado pelo círculo (B).....	70
FIG. 5.19	Região demarcada da figura anterior. Presença de diversas partículas agrupadas em região de desgaste em um instrumento RaCe.....	70
FIG. 5.20	Aglomerados de partículas visíveis devido desgaste dos instrumentos RaCe (A). Detalhe da topografia dos aglomerados em maior aumento (B).....	71
FIG. 5.21	Região do centro de curvatura com trincas em forma de “V” responsáveis pelo padrão em “zig zag” da superfície de fratura.....	71
FIG. 5.22	Trincas em forma de “V” evidentes em menor aumento e mais evidentes do que quando observadas em 70% da vida em fadiga.....	71
FIG. 5.23	Seção reta transversal dos instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B) fraturados por fadiga. Os vértices e as arestas apresentaram maior deformação plástica para os instrumentos RaCe. Nos instrumentos TF <sup>®</sup> ocorreu perda de material sob forma de lascas. É possível notar a diferença do acabamento nos canais helicoidais em ambos os instrumentos.....	72
FIG. 5.24	Junção da aresta da seção transversal e canal helicoidal do instrumento TF <sup>®</sup> (A) e vértice do RaCe (B). Ocorrência da perda de material em alguns pontos para o TF <sup>®</sup> (A) e maior deformação plástica para o RaCe (B). Presença de aglomerado de partículas demarcado pelo círculo em (B).....	72

FIG. 5.25	Maior aumento da área demarcada em (B) da FIG. 5.24 mostrando a presença de um aglomerado de partículas no instrumento RaCe.....	73
FIG. 5.26	Região próxima ao vértice do instrumento TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B) mostrando a presença de trinca no ponto crítico onde houve início da fratura.....	73
FIG. 5.27	Partícula encontrada na borda da seção transversal do instrumento TF <sup>®</sup> (A) e em maior aumento em (B).....	73
FIG. 5.28	Topografia da superfície de fratura típica do modo dúctil com presença de partícula demarcada pelo círculo nos instrumentos TF <sup>®</sup> (A) e RaCe (B).....	74
FIG. 5.29	Morfologia da superfície do instrumento como recebido. Região da aresta de corte do instrumento RaCe.....	74
FIG. 5.30	Morfologia da superfície do instrumento após ensaio de fadiga após 60 ciclos. Região da aresta lateral de corte do instrumento RaCe mostrando o desgaste da aresta.....	75
FIG. 5.31	Aresta lateral com rebarbas após 85 ciclos.....	75
FIG. 5.32	Aresta lateral de corte com rebarbas e trincas após 110 ciclos.....	75
FIG. 5.33	Padrão das curvas dos ensaios de flexão em 45° dos instrumentos TF <sup>®</sup> flexionados como recebidos, em 50%, 70% e 90% da vida em fadiga.....	76
FIG. 5.34	Padrão das curvas dos ensaios de flexão em 45° dos instrumentos RaCe flexionados como recebidos, em 50%, 70% e 90% da vida em fadiga.....	77
FIG. 5.35	Curvas do ensaio de flexão do instrumento TF <sup>®</sup> em 45° como recebido em 50%, 70% e 90% da vida em fadiga.....	78
FIG. 5.36	Curvas do ensaio de flexão do instrumento RaCe a 45° como recebido em 50%, 70% e 90% da vida em fadiga.....	79

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

### ABREVIATURAS

LMF	- Ligas de memória de forma
EMF	- Propriedade de efeito memória de forma das LMF
SE	- Propriedade de superelasticidade das LMF
TMIT	- Transformação martensítica induzida por tensão
NCF	- Número de ciclos para a fratura
WLR	- Teoria de Wechsler, Lieberman & Read
BM	- Teoria de Bowles e Mackenzie
DSC	- Calorimetria Diferencial de Varredura
EDS	- Energia de Dispersão de Raios-X
DRX	- Difração de Raios-X
$\mu$ HV	- Microdureza Vickers
MEV	- Microscopia eletrônica de varredura
CCC	- Estrutura cristalina cúbica de corpo centrada
CFC	- Estrutura cristalina cúbica de face centrada
TF <sup>®</sup>	- Instrumentos endodônticos Twisted Files acionados por motor
RaCe	- Instrumentos endodônticos RaCe acionados por motor

### SÍMBOLOS

$A_f$	- Temperatura do final da transformação austenítica
$A_s$	- Temperatura de início da transformação austenítica
$R_f$	- Temperatura do final da transformação da fase R
$R_s$	- Temperatura de início da transformação da fase R
$M_f$	- Temperatura do final da transformação da martensita
$M_s$	- Temperatura do início da transformação da martensita
B2	- Nomenclatura cristalográfica para fase cúbica de corpo centrado
R	- Nomenclatura cristalográfica para estrutura romboédrica
B19	- Nomenclatura cristalográfica para estrutura ortorrômbica
B19'	- Nomenclatura cristalográfica para estrutura monoclinica
P21/m	- Nomenclatura de Hermann-Mauguin para o grupo espacial monoclinico

Pm-3m	- Nomenclatura de Hermman-Mauguin para o grupo espacial CCC
Ti <sub>3</sub> Ni <sub>4</sub>	- Precipitado formado nas ligas de NiTi enriquecidas com níquel
$\epsilon_L$	- Deformação na faixa de deformação de uma LMF
$\sigma^{tr}$	- Tensão Crítica para início de transformação de fase nas LMF
$\sigma_{ms}$	- Tensão crítica para início da transformação da martensita nas LMF
$\sigma_o^{tr}$	- Tensão de transformação inicial nas LMF
T	- Temperatura final da LMF
T <sub>o</sub>	- Temperatura inicial da LMF
b <sub>M</sub>	- Constante do material com EMF
E <sub>A</sub>	- Modulo de elasticidade da austenita
E <sub>M</sub>	- Módulo de elasticidade da martensita
K <sub>IC</sub>	- Fator de intensidade de tensão crítico utilizado nos metais convencionais
K <sub>IA</sub>	- Fator de intensidade de tensão na porção austenítica do material
K <sub>IM</sub>	- Fator de intensidade de tensão na porção martensítica do material
G <sup>P-M</sup>	- Energia livre para transformação da fase B2 para B19'
$\Delta G_{ch}$	- Variação da energia química livre
$\Delta E_{el}$	- Variação na energia elástica de deformação
$\Delta E_{fr}$	- Trabalho irreversível envolvido na transformação martensítica
C	- Conicidade do instrumento
D <sub>13</sub>	- Diâmetro à 13mm da ponta do instrumento
D <sub>3</sub>	- Diâmetro a 3mm da ponta do instrumento
D <sub>5</sub>	- Diâmetro a 5mm da ponta do instrumento
d	- Distância entre os diâmetros D <sub>3</sub> e D <sub>13</sub> do instrumento
$\alpha$	- Nível de significância
n	- Amostra
p	- Probabilidade referente à estatística analítica
mm	- Milímetro
gf	- Grama-força
°	- Graus
mm/min	- Milímetro por minuto
s	- Segundo
$\mu m$	- Micrometro

## RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi determinar o número de ciclos para a fratura (NCF) em flexão rotativa e analisar a influência dos carregamentos cíclicos na flexibilidade dos instrumentos endodônticos comerciais TF<sup>®</sup> e RaCe. Foram utilizados 21 instrumentos de cada marca, com diâmetro da ponta de 0,25 mm e conicidade de 0,06 mm/mm. A caracterização morfológica mostrou que não há diferenças nos diâmetros e na conicidade dos instrumentos. A análise química semiquantitativa com EDS indicou que não há diferença na composição química entre fabricantes. Os resultados das análises por difração por raios-X mostraram que os instrumentos possuem estrutura cristalina austenítica na temperatura ambiente. Os instrumentos apresentaram diferença significativa na microdureza Vickers ( $p \leq 0,05$ ). Dez instrumentos de cada tipo foram utilizados nos ensaios de flexão rotativa para determinar o NCF. Os resultados mostraram que houve diferença entre os grupos dos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe ensaiados sem paralisação do ensaio de fadiga. Um segundo grupo de dez instrumentos de cada tipo foi submetido ao mesmo teste mecânico com interrupção do ensaio em 50, 70 e 90% do NCF. Após cada paralisação do ensaio de fadiga os instrumentos foram submetidos ao ensaio de flexão em 45° e análise no MEV para identificar a possível presença de trincas. Os instrumentos não apresentaram diferença estatística no NCF ( $p > 0,05$ ). A interrupção do ensaio de fadiga não interfere no NCF com paralisação em 50, 70 e 90% da vida em fadiga. Os valores da força para flexão do instrumento TF<sup>®</sup> nos estágios de 70 e 90% do NCF não apresentaram diferenças significantes ( $p > 0,05$ ), o mesmo ocorreu nos instrumentos RaCe. A força para a flexão em 45° dos instrumentos TF<sup>®</sup> foram menores que os instrumentos RaCe ( $p \leq 0,05$ ), exceto para a flexão após 50% do NCF, em que os instrumentos TF<sup>®</sup> apresentaram maior força para flexão em relação aos instrumentos RaCe. Os gráficos força x deformação em flexão dos instrumentos, após as interrupções dos ensaios de fadiga em flexão rotativa, mostraram alterações nos platôs das curvas, justificada pela transformação de fase dos instrumentos. As partículas homogeneamente distribuídos nos instrumentos TF<sup>®</sup> induziram o processo de crescimento das trincas de fratura na forma de zig-zag. Nos instrumentos RaCe por estarem aglomerados o crescimento das trincas foi retilíneo.

## ABSTRACT

The aim of this study was to determine the number of cycles to fracture (NCF) in rotating bending and analyze the influence of cyclic loading on the flexibility of commercial endodontic instruments TF<sup>®</sup> and RaCe. Twenty-one instruments of each brand were used, with tip diameter of 0.25 mm and a taper of 0.06 mm / mm. Morphological characterization showed no differences in diameters and taper of the instruments. Chemical analysis with semiquantitative EDS indicated that there is no difference in chemical composition among manufacturers. The results of analyzes by X-ray diffraction have demonstrated that the instruments have austenitic crystal structure at room temperature. The instruments showed significant differences in microhardness ( $p \leq 0.05$ ). Ten instruments of each type were used in the rotary bending tests to determine the NCF. The results showed that there were differences between groups of TF<sup>®</sup> and RaCe instruments tested without stopping the fatigue test. A second group of ten instruments of each type was subjected to the same mechanical test with interruption of the test at 50, 70 and 90% NCF. After each stoppage of fatigue test instruments were subjected to bending test at 45° and SEM analysis to identify the possible presence of cracks. The instruments showed no statistical difference in NCF ( $p > 0.05$ ). The interruption of the fatigue test does not interfere with the NCF suspended at 50, 70 and 90% of the fatigue life. The values for flexural strength of TF<sup>®</sup> instrument in stages 70 and 90% of NCF showed no significant difference ( $p > 0.05$ ), so did the instruments RaCe. The strength for bending 45° TF<sup>®</sup> instruments were smaller than the instruments RaCe ( $p \leq 0.05$ ), except for flexion after 50% of NCF, where TF<sup>®</sup> instruments showed higher flexural strength compared to the instruments RaCe. The graphics force x strain in bending of the instruments, after the interruptions of fatigue tests in rotating bending, showed changes in the plateaus of the curves, justified by the phase transformation of the instruments. The precipitates homogeneously distributed in the instruments TF<sup>®</sup> induced the growth process of fracture cracks in the form of zig-zag. At RaCe instruments clusters promoted a straight growth of cracks.

## 1 INTRODUÇÃO

A liga de NiTi pertence a um grupo de ligas metálicas com propriedades especiais caracterizadas pelo efeito de memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE). O EMF ocorre quando a liga recupera completamente a sua forma original após a deformação e aquecimento acima de uma determinada ( $A_f$ ), esta temperatura depende da composição química da liga e de tratamentos termomecânico. A SE ocorre quando o material é deformado a uma temperatura maior ou próxima da temperatura de transformação austenítica ( $A_f$ ), e a recuperação da forma ocorre quase que instantaneamente após a interrupção da deformação e retirada da carga, sem necessidade de aquecimento (OTSUKA & REN, 1999; THOMPSON, 2000, TOBUSHI et al., 1998).

Devido ao EMF e a SE os empregos das ligas de NiTi na medicina e odontologia tem aumentado significativamente nos últimos anos. Na medicina, elas são usadas, por exemplo, nas próteses ortopédicas e “*stents*”. As aplicações odontológicas mais comuns são os fios ortodônticos e os instrumentos endodônticos acionados a motor (ESPOSITO et al., 2001).

Os instrumentos endodônticos de NiTi acionados a motor são uma alternativa aos de aço inoxidável uma vez que apresentam melhores desempenhos no preparo químico-mecânico dos canais radiculares (WALIA et al., 1998; SERENE, 1995; SCHAFER, 1997). O melhor desempenho deve-se à sua maior flexibilidade, menor formação de defeitos no preparo dos canais, como degraus ou transporte apical, e redução do tempo de tratamento em 20% quando comparado aos instrumentos de aço (SERENE, 1995).

Apesar de não substituir completamente os instrumentos de aço inoxidável, os sistemas de NiTi são empregados devido a redução no tempo de trabalho e a resolução de casos complexos que exigem a manutenção da forma do canal em situações difíceis como, por exemplo, curvaturas acentuadas.

As ligas com EMF são “*materiais inteligentes*”, ou seja, são capazes de sentir mudanças nos seus ambientes e gerar uma resposta a estes estímulos de acordo com o que se deseja (WILIAN, 2008). A resposta de um material a um estímulo é uma propriedade. A superelasticidade desta liga torna-a mais flexível devido a uma

transformação com a aplicação de tensão, a qual é desejável no centro da curva de um canal dentário.

A SE da liga de NiTi permite a preparação da dentina sem causar desvios na anatomia do canal. A cinemática mais comum deste tipo de instrumento é a rotação contínua. No entanto, devido ao carregamento cíclico, os instrumentos sofrem desgaste e acumulam defeitos microestruturais e conseqüentemente suas propriedades são alteradas com o uso.

As modificações na microestrutura e a nucleação de trincas são fenômenos imperceptíveis clinicamente. Na maioria das vezes, o aspecto dos instrumentos utilizados é muito similar ao do novo, e estes fraturam sem demonstrar deformação plástica aparente. Uma dificuldade clínica é o momento do descarte do material, a superutilização não sinaliza perigo e pode gerar complicações no tratamento.

O custo dos sistemas de instrumentos endodônticos de NiTi ainda é elevado e a sua reutilização é comum. Em consequência disto, o material é submetido à ciclagem térmica proveniente da esterilização. Porém é no preparo do canal que ocorrem maiores níveis de tensão gerando a falha por fadiga. As tensões podem ser compressivas, trativas ou cisalhantes e ocorrem em maior intensidade no centro de curvatura do canal.

Muitos estudos relacionados à fadiga cíclica de instrumentos endodônticos de NiTi foram feitos para comparar diversos sistemas, porém, o entendimento dos efeitos das condições de trabalho na microestruturais ainda não estão bem entendidos e relacionados com suas propriedades.

Alguns estudos feitos com fios e barras de NiTi apresentam informações relevantes sobre o comportamento da liga metálica, porém não inserem variáveis que ocorrem no instrumento acabado. Fatores como o processo de fabricação, a geometria e acabamento superficial dos instrumentos, influenciam nas propriedades do material.

A análise do efeito do carregamento cíclico por flexão rotativa na flexibilidade dos instrumentos de NiTi dependem das modificações microestruturais, as quais ainda não estão bem explicadas. Caracterizar a composição, a microestrutura e investigar as modificações das propriedades mecânicas em momentos distintos da vida dos instrumentos endodônticos, pode gerar uma série de informações relevantes clinicamente.

Dependendo do grau de utilização do instrumento endodôntico, pode ocorrer alteração na sua rigidez e flexibilidade devido a fenômenos que envolvem mudanças microestruturais e ao surgimento de trincas. A variação da composição química com maior ou menor teor de Ni pode induzir a formação de partículas distribuídas homoganeamente na matriz ou concentrados em contornos de grãos. Esta distribuição pode facilitar ou dificultar a transformação de fase ou a propagação e nucleação de trincas por exemplo. Existem muitas variáveis que influenciam no comportamento das ligas de NiTi e o comportamento do material pode ser imprevisível. A investigação em diversos estágios de utilização dos instrumentos endodônticos de NiTi permitirá o entendimento das modificações que ocorrem nos mesmos.

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA NO SISTEMA NiTi

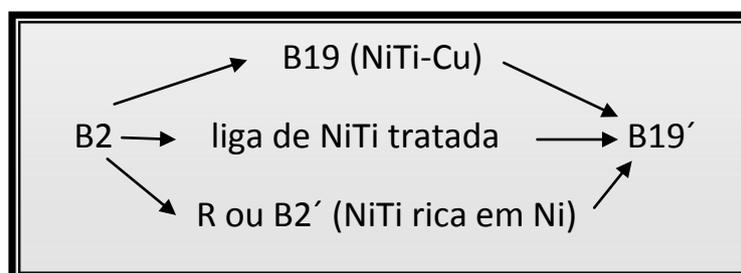
As transformações martensíticas são essenciais para ocorrer a SE e o EMF. O estudo das transformações de fase, a caracterização da estrutura da matriz, da estrutura martensítica intermediária e os tratamentos termomecânicos permitem explicar o comportamento das ligas NiTi.

A liga mais estudada e utilizada na fabricação de instrumentos endodônticos são as binárias NiTi ricas em Ni. Algumas informações como parâmetros de rede são importantes para permitir a caracterização do material dependendo da técnica experimental utilizada. Uma técnica que se utiliza destes parâmetros é a difração de raios-X.

#### 2.1.1 TIPOS DE TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS E AS FASES FORMADAS

No sistema NiTi, as estruturas cristalinas martensíticas encontradas são a monoclinica e a trigonal, esta também denominada romboédrica. Estas estruturas são formadas a partir da austenita cúbica. As fases e as transformações da liga NiTi são sensíveis a composição da mesma. Serão abordadas neste trabalho as fases das ligas NiTi binárias equiatômicas e ricas em Ni.

Conforme esquematizado na FIG. 2.1, existem três tipos distintos de transformações martensíticas das ligas de NiTi. Elas podem ser detectadas através de técnicas experimentais que se baseiam na resistividade elétrica e nas variações de temperatura. Dependendo da forma da curva obtida nos ensaios mencionados é possível detectar os tipos de martensitas formadas.



**FIG. 2.1** Sequências das transformações de fase das ligas de NiTi de acordo com a composição e tratamento térmico.

A Fase R, indicada na FIG. 2.1 é uma fase intermediária metaestável que pode ocorrer ou não nas transformações das ligas NiTi. As transformações possíveis são: B2-B19' (NiTi); B2-R-B19' (NiTi-Fe ou NiTi ricas em Ni) e B2-B19-B19'. As transformações martensíticas do tipo B2-B19' são consideradas termoelásticas pela observação do crescimento e redução das martensitas sob o resfriamento e aquecimento, respectivamente. Isso foi confirmado pela existência da histerese na transformação. Essa transformação é dita termoelástica de primeira ordem (OTSUKA & REN, 2005).

A transformação do tipo B2-R-B19' é detectada facilmente nos ensaios de resistividade elétrica. A curva obtida neste ensaio apresenta um aumento acentuado na resistividade, caracterizando a presença da fase R, e em seguida ocorre uma queda mais suave decorrente da mudança de fase de R para B19'. Apesar de possuir uma queda acentuada e brusca na resistividade, a transformação de B2-R possui uma pequena histerese (1–2 K) na temperatura de transformação. A simetria da fase produto foi inicialmente caracterizada como romboédrica, daí a origem da nomenclatura “R”. Entretanto, posteriormente, ela foi caracterizada como trigonal (OTSUKA & REN, 2005).

A fase R era considerada um comportamento pré-martensítico (efeito precursor), mas está bem estabelecido que ela é uma transformação martensítica por si só, que compete com a transformação subsequente para B19'. A segunda transformação de R-B19' é caracterizada por uma maior temperatura de histerese em relação à transformação B2-R. Essa transformação ocorre tanto nas ligas de NiTi-Fe e NiTi enriquecidas com Ni. As ligas com maiores teores de Ni são sujeitas a formação de precipitados  $Ti_3Ni_4$  durante o tratamento térmico. A transformação de fase R também é encontrada na liga binária NiTi e depende se ela for trabalhada a frio seguida de recozimento na temperatura de 673 K, de modo que uma grande densidade de discordâncias rearranjadas seja deixada no material. As condições para que a transformação passe pela fase R são as que suprimem a transformação para B19', destacando-se a formação de precipitados e de discordâncias (OTSUKA & REN, 2005).

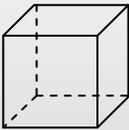
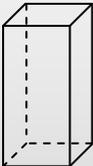
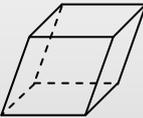
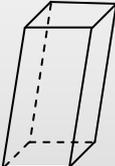
O terceiro tipo de transformação de fase detectada nas ligas NiTi, B2-B19-B19' é obtido quando o Ni da liga binária NiTi é substituído parcialmente por Cu, por exemplo, a liga Ti–40Ni–10Cu. Para estas ligas, a transformação ocorre em duas

etapas. A primeira etapa da transformação é de B2-B19, onde é formada a martensita B19 que possui estrutura ortorrômbica. A segunda transformação é a B19-B19' onde a estrutura ortorrômbica é modificada para monoclinica. Dependendo da porcentagem de Cu a segunda etapa da transformação pode não ocorrer (FUKUDA et al., 1995).

De maneira geral, as ligas do sistema NiTi, possuem uma tendência natural de sofrer transformação de B2 para B19'. Nas ligas tratadas, a transformação ocorre diretamente, enquanto que nas demais situações o processo passa por fases intermediárias metaestáveis quando o material é resfriado. Entretanto, dependendo da composição ou do tratamento térmico, a segunda reação para B19' pode ser perdida. Com a perda desta transformação perde-se o efeito memória de forma (OTSUKA & REN, 2005).

### 2.1.2 AS FASES PRESENTES NAS LIGAS DE NiTi

As possíveis fases das ligas de NiTi estão ilustradas na FIG. 2.2.

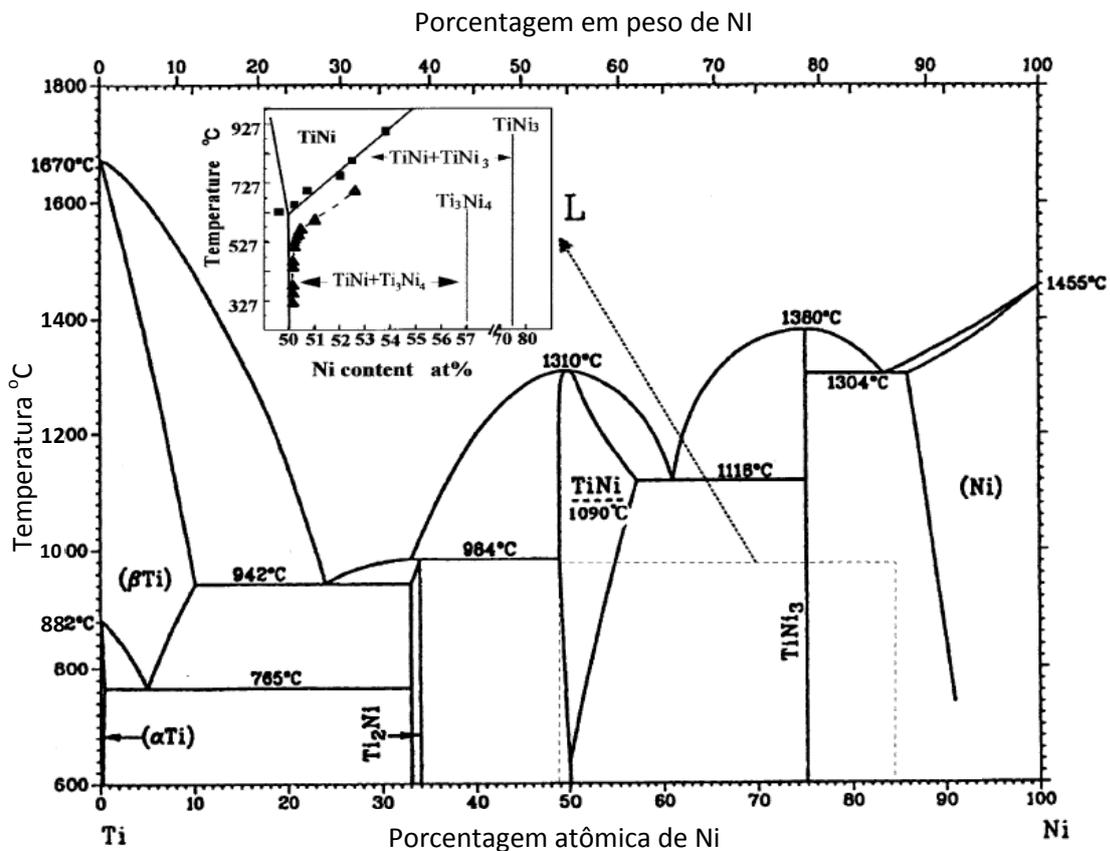
FASES PRESENTES NAS LIGAS DO SISTEMA NiTi				
CÉLULA UNITÁRIA				
FASE	AUSTENITA	MARTENSITA	MARTENSITA	MARTENSITA
SIMETRIA	CÚBICA	ORTORRÔMBICA	ROMBOÉDRICA	MONOCLÍNICA
NOMENCLATURA	B2	B19	B2' OU R	B19'

**FIG. 2.2** Estruturas cristalinas encontradas no sistema NiTi. Onde: B2 é a fase matriz, B2' ou R e B19 são as martensitas intermediárias e B19' é a martensita formada no final do processo.

A sensibilidade das transformações de fase das ligas de NiTi é um fator que dificulta o processo de fabricação. Nos diagramas de equilíbrio as faixas de composição química que são formados os precipitados são estreitas. As fases são formadas com variações de composição mínimas, próximas de 50%. As pequenas

variações de composições químicas podem levar a formação de uma segunda fase sólida  $Ti_3Ni_4$  (precipitados), os quais geram efeitos nas transformações de fase conforme mencionado.

Um modo de obter a fase R é enriquecer a liga com Ni e tratá-la termicamente para formação do precipitado  $Ti_3Ni_4$ . Assim haverá uma tensão na rede cristalina viabilizando a existência da fase intermediária na transformação B2-R-B19'. As faixas de composição para formação de precipitados podem ser identificadas nos diagramas de fases na FIG. 2.3.



**FIG. 2.3** Diagrama de fases das ligas de NiTi (MASSALSKI & OKAMOTO, 1990) onde as fases de equilíbrio entre B2 e  $Ti_3Ni_4$  foram adicionadas (OTSUKA & KAKESHITA, 2002).

### 2.1.2.1 OS PRECIPITADOS FORMADOS NAS LIGAS NiTi ENRIQUECIDAS COM Ni

A região circunvizinha aos precipitados NiTi<sub>2</sub> é rica em Ni. Estas partículas apresentam alta dureza, fragilidade e podem atuar como sítios preferenciais de concentração de tensão quando o material é submetido a tensões térmicas ou mecânicas (LOPEZ et al., 1996).

A ação mecânica da utilização do material possui influências na microestrutura e no comportamento do material. A deformação plástica influencia na tensão interna do material, inclusive na interface matriz-precipitado. O crescimento e a nucleação da martensita dependem da dinâmica desta interface. A deformação plástica pode ser relacionada com a interação matriz-partícula e conseqüentemente com a nucleação e crescimento das fases (LOPEZ et al. 2001).

O deslocamento da interface neste material é rápida devido à natureza adifusional do processo. A transformação é dita militar devido à movimentação ordenada dos átomos que se deslocam em blocos durante a transformação. A transformação martensítica é uma transformação cristalográfica (PORTER & EASTERLING, 1992).

### 2.1.2.2 A MICROESTRUTURA DA AUSTENITA B2

A austenita do sistema NiTi possui estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC). A partir da célula cúbica são formadas as subseqüentes células martensíticas dependendo da composição química da liga. Dois modelos clássicos são utilizados para descrever essas transformações: a teoria de Wechsler, Lieberman & Read (WLR) (WECHSLER, LIEBERMAN & READ, 1953) e a de Bowles e Mackenzie (BM) (BOWLES & MACKENZIE, 1954). Apesar das formulações diferentes, as duas teorias são equivalentes. Segundo elas a deformação e a rotação de uma rede primária, no caso a rede austenítica, é representada por uma matriz como operador, a qual sofre ação de um vetor arbitrário formando assim uma nova estrutura, que seria a martensita.

A estrutura cristalina CCC possui um átomo no centro de sua célula e átomos localizados em cada vértice do cubo. O número de coordenação desta configuração

é oito, isto quer dizer que cada átomo central possui oito átomos vizinhos mais próximos. O fator de empacotamento da célula é de 0,68; essa estrutura é menos densa que a estrutura CFC que possui quatro átomos no interior e fator de empacotamento de 0,74 (máximo possível para uma célula cúbica) (WILIAN, 2002).

No caso do sistema Ni-Ti, a austenita possui uma estrutura cristalina ordenada B2, que pode ser vista como duas redes cúbicas simples interpenetradas uma de Ni e outra de Ti. Esta rede é chamada erradamente de estrutura cúbica de corpo centrado. Isto seria verdade somente se o material fosse monoatômico (SHAW et al., 2008).

### 2.1.2.3 A MICROESTRUTURA DA MARTENSITA B19

A estrutura da martensita das ligas  $Ti_{50}Ni_{50-x}Cu_x$  ( $x = 10-30$ ) foram reportadas primeiramente por SHUGO & HONMA em 1981 como ortorrômbica (B19), e confirmada por TADAKI & WAYMAN (1982). A estrutura é simples, e essencialmente é a mesma das martensitas  $\gamma'_2$  da liga Au-47.5Cd e  $\gamma'_1$  das ligas Cu-Al-Ni (estrutura 2H na notação de Ramsdel). Os parâmetros de rede da fase matriz e da martensita na liga  $Ti_{49.5}Ni_{40.5}Cu_{10}$  são mostrados na TAB 2.1 (SABURI & WATANABE, 1989).

**TAB. 2.1** Parâmetros de rede da estrutura B19 e da austenita ( $A_c$ ).

Parâmetros de rede da estrutura B19	
$a_c$	0,3030 $\eta m$
$a_o$	0,2881 $\eta m$
$b_o$	0,4279 $\eta m$
$c_o$	0,4514 $\eta m$

Potapov et al. (POTAPOV et al., 2001) fizeram uma análise mais criteriosa da estrutura da liga  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ . Estes pesquisadores observaram que há um deslocamento dos átomos de Ni ao longo do eixo c no plano de corpo centrado, o qual eles denominaram "m". Este deslocamento foi encontrado na martensita  $\gamma'_2$  da liga Au-47.5Cd, e ele foi explicado pelo efeito do tamanho atômico. Os autores

sugerem que isto é uma mudança na direção da distorção monoclinica, que irá ocorrer na próxima transformação.

#### 2.1.2.4 A MICROESTRUTURA DA MARTENSITA B19´

A representação B19 se refere a uma estrutura ortorrômbica resultante de uma tensão normal na direção  $\langle 110 \rangle$  da estrutura austenítica, e o símbolo sobrescrito “ ´ ” indica que foi adicionalmente distorcido por uma deformação cisalhante resultando em uma simetria monoclinica (SHAW et al., 2008).

Essa estrutura martensítica ocorre na liga binária de NiTi tratada termicamente em altas temperaturas depois da solubilização dos precipitados. A dificuldade em determinar as estruturas cristalinas nos primeiros estudos representaram um problema para evolução das pesquisas, pois não se conseguia construir modelos condizentes com o observado experimentalmente.

Inicialmente a martensita na liga NiTi foi descrita como hexagonal por Purdy e Parr em 1961 (PURDY & PARR, 1961). Dautovich e Purdy em 1965 (DAUTOVICH & PURDY, 1965), realizaram a difração de raios-X e reportaram que a estrutura seria triclinica com os parâmetros de rede:  $a = 0.460 \text{ nm}$ ,  $b = 0.286 \text{ nm}$ ,  $c = 0.411 \text{ nm}$ ,  $\alpha = 90.1^\circ$ ,  $\beta = 90.9^\circ$ ,  $\gamma = 96.7^\circ$ . Em 1965, Wang et. al. (WANG et al., 1965) afirmaram que esse tipo de martensita é formado pelo cisalhamento na direção  $\langle 111 \rangle$ , porém não definiram a estrutura. Marcinkowski et. al. em 1968 (MARCINKOWSKI et al., 1968) reportaram duas martensitas monoclinicas: uma com parâmetros de rede  $a_M = 0,519 \text{ nm}$ ,  $b_M = 0,496 \text{ nm}$ ,  $c_M = 0,425 \text{ nm}$ ,  $\gamma_M = 99^\circ$  e outra com parâmetros  $a'_M = 0,519 \text{ nm}$ ,  $b'_M = 0,552 \text{ nm}$ ,  $c'_M = 0,425 \text{ nm}$ ,  $\gamma'_M = 116^\circ$ .

Nagasawa et al. em 1969 (NAGAZAWA et al., 1969) se referiram a esta martensita como uma estrutura de longo período, consistindo de simetrias 4H e 12R na notação de Ramsdel. Porém no estado atual da arte, estas estruturas são consideradas diferentes.

Em 1971, Otsuka et. al. (OTSUKA et al., 1971) e Hehemann & Sandrock. (HEHEMANN & SANDROCK, 1971) chegaram aos mesmos parâmetros de rede. Entretanto, as duas estruturas foram diferentes na direção e no plano de mudanças referente ao ângulo da estrutura monoclinica. Michal e Sinclair em 1981 (MICHAL & SINCLAIR, 1981) sugeriram a ocorrência do grupo espacial  $P2_1/m$ , considerando

sistematicamente as reflexões de difração. Eles também analisaram as posições atômicas levando em conta o raio atômico e a força de ligação. Bührer et. al. em 1983 (BÜHRER et al., 1983) obtiveram uma análise estrutural mais próxima da realidade com a utilização da técnica de difração de nêutrons em pó e análise de Rietveld. Eles determinaram os parâmetros atômicos para o grupo espacial  $P2_1/m$  supondo a correção de orientação preferencial com fatores R ( $R_{wp} = 11.6\%$ ,  $R_1 = 4.1\%$ ). (Os fatores R e  $wR$  são parâmetros para difração de raios-X em monocristais).  $R_I$  e  $R_{wp}$  são fatores do método Rietveld utilizados para amostras em pó, e o fator de estrutura F é substituído pela intensidade  $I$  na definição do fator R para  $R_I$ .

A razão que levou a demora da identificação da estrutura da martensita consistiu na dificuldade de obtenção de monocristais. Caso os monocristais estivessem disponíveis, a análise da estrutura pode ser feita de maneira convencional pela utilização do método de difração de raios X. Em 1985 Kudoh et. al. (KUDOH et al., 1985) utilizaram um difratômetro de raios X de quatro círculos e uma câmara de precisão para um monocristal de Ti-49.2Ni. Monocristais na fase matriz (austenita B2) foram crescidos pelo método de deformação de recozimento, e os monocristais martensíticos foram obtidos pela técnica de transformação induzida por tensão.

Os parâmetros de rede foram determinados pelo método dos mínimos quadrados usando quinze reflexões obtidas pelo difratômetro. A análise da estrutura foi feita pelo método padrão dos mínimos quadrados para 307 reflexões independentes.

Diversos parâmetros de rede foram levantados por diversos pesquisadores e resultados similares foram encontrados. A tabela 1 mostra os resultados obtidos por Otsuka et al. em 1971, Hehmann e Sandrock em 1971, Michal e Sinclair em 1981 e Kudoh et al. em 1985. A pequena diferença encontrada por Otsuka et al., foi devido a diferença na composição da liga Ti-49.75Ni.

**TAB. 2.2** Parâmetros de rede da martensita B19' encontrados em diferentes trabalhos.

Parâmetro de rede	OSS	HS	MS	KTMO
a (nm)	0,2889	0,2883	0,28885	0,2898
b (nm)	0,4120	0,4117	0,4120	0,4108
c (nm)	0,4622	0,4623	0,4622	0,4646
$\beta$ (°)	96,8	96,8	96,8	97,78

Estudos como os de Wagner et al. (2008) e Young et al. (2010) levam em conta os parâmetros encontrados por Kudoh et al. (1985), e os parâmetros estão condizentes com os modelos utilizados.

Os parâmetros atômicos foram determinados por alguns autores. Nos primeiros cálculos de YE et al. (1997), foi confirmado que os parâmetros atômicos fornecem o menor nível de energia e são mais estáveis quando comparados aos reportados por outros pesquisadores como Michal e Sinclair (1981) e Bühner et al. (1983) e a estrutura da martensita foi identificada como B19'.

A estrutura B19' não possui um empilhamento bidimensional, como ocorre normalmente em ligas com fase  $\beta$  como CuAl, CuZn, CuSn e AuCd. Ela é uma estrutura CCC empilhada tridimensionalmente (KUDOH et al., 1985). Por isso a estrutura é bem diferente das estruturas com fase  $\beta$ . A liga NiTi de composição aproximada a equiatômica muitas vezes é classificada como uma liga de fase  $\beta$ , porém isto não é o correto. Muitas vezes a austenita é mencionada nos textos como fase  $\beta$  com estrutura B2. No estado atual da arte a nomenclatura mais usual é B2 para a austenita, R para martensita de simetria romboédrica, B19 para martensita de simetria ortorrômbica e B19' para a martensita monoclinica (OTSUKA & REN, 2005).

### 2.1.3 DIFERENÇAS ENTRE A MARTENSITA B19' DAS LIGAS DE NiTi E OUTRAS LIGAS COM EMF

Nas ligas de fase  $\beta$ , a relação  $e/a$  elétron-raio atômico é aproximadamente de 1,5. Cada estrutura CCC é estabilizada pela nidificação da superfície de Fermi na zona de Brillouin. No caso das ligas de NiTi, o valor de  $e/a$  depende de algumas considerações. De acordo com a regra de Hume-Rothery, o elétron de transição de metais é contado como zero (COTTREL, 1962), portanto  $e/a$  resultará em zero. Se os elétrons  $s$  e  $d$  forem contados, a razão  $e/a$  das ligas de NiTi será 7. Em ambos os casos a razão  $e/a$  são maiores que 1,5. Portanto, as ligas de NiTi não deveriam ser classificadas como liga de fase  $\beta$ . Se a liga é classificada em uma categoria diferente, não é de surpreender que a martensita B19' possua uma estrutura diferente da martensita encontrada nas ligas com fase  $\beta$ .

### 2.1.4 A MICROESTRUTURA DA FASE R OU B2'

A nomenclatura B2 se refere à estrutura cúbica (austenita) e o símbolo " ' " representa a distorção desta estrutura que resulta em uma simetria romboédrica também conhecida como R ou B2'. Esta fase é produto de uma transformação martensítica e possui sua própria temperatura de início ( $R_s$ ) e de final ( $R_f$ ) de transformação (SHAW et al., 2008).

A fase R aparece sob certas condições antes da transformação da fase B19'. Esta transformação é caracterizada por um aumento acentuado da resistividade elétrica e uma pequena temperatura de histerese (1–2 K). Na transformação, ocorre o aparecimento de uma acentuada reflexão de super-rede nos padrões de reflexão em posições ao longo das direções  $\langle 110 \rangle^*$  e  $\langle 111 \rangle^*$  da fase matriz (HARA et al., 1997). O entendimento da fase R foi controverso por muitos anos incluindo a natureza do fenômeno em si. O aparecimento das reflexões de super-rede foi a primeira evidência encontrada por Wang et al. (WANG et al., 1965) por uma câmera de precisão de raios X, e foram também observadas posteriormente por difrações de elétron (OTSUKA et al., 1971). Este fenômeno foi interpretado várias vezes como uma transição de ordem desordem (WANG et al., 1965), amolecimento de fônon (CHANDRA & PURDY, 1968) etc., e após extensivos trabalhos de Sandrock et al.

em 1971 foi considerado um fenômeno precursor da pré-transformação martensítica devido ondas de deslocamento, as quais são necessárias para a criação da estrutura martensítica B19' subsequente.

Está bem estabelecido que a transformação B2-R é uma transformação martensítica com estruturas cristalinas bem definidas. A fase R pode ser detectada no microscópio eletrônico de varredura (HWANG et al., 1983). A transformação direta de B2 para B19', sem o efeito precursor, ocorre em certas condições. Outro ponto é que o efeito memória de forma e a superelasticidade (MIYAZAKI & OTSUKA, 1984; KHACHIN et al., 1979; LING & KAPLOV, 1980), as quais são características de transformações martensíticas termoelásticas, são também associados a esse fenômeno. Isto significa que a transformação B2-R é uma transformação martensítica e que ela compete com a transformação B2-B19'.

Quando a fase R é formada antes de outras fases, as transformações serão B2-R-B19'. Entretanto, se a transformação B19' ocorre antes da fase R, esta é inibida. Existem três casos que a fase R ocorre: (a) Baixo percentual de Ni na liga Ti-50Ni, o qual é substituído por Fe ou Al; (b) ligas NiTi ricas em Ni envelhecidas em temperaturas específicas (400°C) para gerar precipitados Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub>; (c) tratamento térmico de ligas de NiTi depois de trabalho a frio para criar estruturas de discordâncias rearranjadas (MIYAZAKI & OTSUKA, 1986). Nestes casos tanto a fase R quanto a B19' são afetadas pelo: (a) terceiro elemento adicionado à liga (Fe, Al ou Cu), (b) campo de tensão gerado pelos precipitados e (c) campo de tensão gerado pelas discordâncias.

A histerese da fase B19' é maior que o da fase R, e isto separa as temperaturas de transformação das fases (OTSUKA & REN, 2005). Como citado inicialmente a fase R foi identificada como tetragonal (MATSUMOTO & HONMA, 1976). Posteriormente, foi identificada uma distorção romboédrica através dos padrões de difração de raios-X do pó. A rede pode ser descrita como o estiramento da rede matriz ao longo da direção diagonal <111>. Se definirmos o ângulo da estrutura B2 como 90°, ele varia com a redução da temperatura (MIYAZAKI et al., 1988). O ângulo inicialmente é agudo e muda continuamente com a temperatura de transformação da fase R (OTSUKA & REN, 2005). Ling e Kaplov (1980) mediram este ângulo para as ligas de NiTi, porém seus ângulos foram obtusos, similarmente

ao encontrados por Dautovich e Purdy (1965) que obtiveram o ângulo de  $90.7^\circ$  para a fase romboédrica, (e  $a = 0,602 \text{ nm}$ , duas vezes maior que o correto).

A diferenciação do ângulo agudo para o obtuso por difração de raios-X utilizando pó é difícil. O ângulo agudo mencionado é provavelmente o correto. VATANAYON e HEHEMANN (1975) apontaram a semelhança dos padrões de difração da fase R e da martensita  $\zeta'_2$  na liga Au–50Cd. Goo e Sinclair (1985) estudaram a estrutura da fase R pelo método de difração de convergência de feixes de elétrons (DCFE), e reportaram o mesmo grupo espacial que VATANAYON e HEHEMANN (1975). Entretanto, os parâmetros atômicos não foram determinados.

OHBA et al. (1992) determinaram a estrutura cristalina da martensita  $\zeta'_2$  na liga de Au–49.5Cd pelo método de difração de raios-X de um monocristal P3, que não possuía um centro de simetria. Considerando esta situação, Hara et al. (1997) estudaram a estrutura da fase R utilizando várias técnicas tais como a DCFE, difração de elétrons (levando em conta o efeito dinâmico), difrações de raios-X (pelos métodos de Pauly e de Rietveld), e um refinamento final foi feito com o método Rietveld. Como resultado eles reportaram que os parâmetros atômicos eram do grupo espacial P3.

Os planos da fase B2 {111} estão empilhados em períodos de seis, com camadas alternadas de Ni e Ti. Já na estrutura P3 um átomo em todo terceiro plano {111} é deslocado para fora do plano, e por causa disto os átomos nos planos adjacentes se movem nos planos {111}. Assim esta estrutura perde o centro de simetria. Por outro lado, a estrutura P31m {111} possui um plano espelhado e isto permite que os átomos permaneçam no plano. Embora semelhante à martensita  $\zeta'_2$  P3 das ligas Au–Cd, a estrutura P31m é mais próxima da realidade do que a P3 (OTSUKA & REN, 2005).

Claramente o fator R para a estrutura P31m é melhor do que para P3, ou seja, a estrutura se encaixa melhor na P31m, isto por causa das distâncias dos átomos constituintes. A variação da distância interatômica é menor pela escolha da estrutura P31m do que P3 (OTSUKA & REN, 2005).

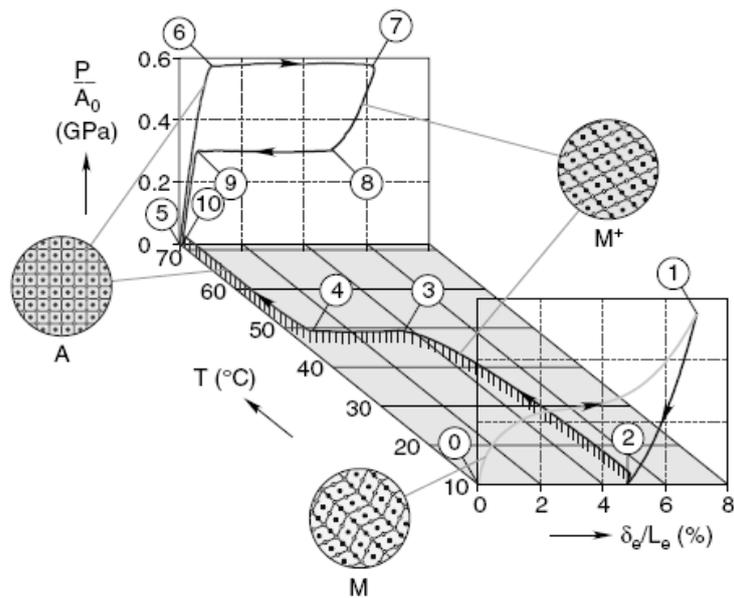
## 2.2 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA E SUPERELASTICIDADE

O efeito memória de forma é explicado pelas transformações martensíticas, estas são transformações adifusionais resultantes de uma movimentação coordenada de átomos (transformação militar) que gera uma deformação cisalhante (alteração de forma). A movimentação atômica deve ser de até um espaçamento interatômico para ser considerada adifusional. A transformação martensítica é cristalográfica e atérmica (nucleação e crescimento progressivo e sob resfriamento) e é caracterizada por um equilíbrio de energia térmica e elástica durante o crescimento. Desta forma, a geração de discordâncias e outros defeitos estruturais durante a mudança de fase é limitada.

Para o entendimento dos fenômenos envolvidos é necessário definir algumas temperaturas de transformação. Durante o aquecimento a martensita inicia a transformar-se em austenita ao atingir a temperatura  $A_s$  e a transformação encerra ao atingir a temperatura  $A_f$ . Com o resfriamento a austenita começa a transformar-se em martensita na temperatura  $M_s$  e a transformação termina na temperatura  $M_f$ .

As temperaturas de transformação de fase da liga NiTi dependem da sua composição química e variam entre  $-50$  e  $110$  °C. Estas transformações de fase podem ser induzidas por tensão ou com a variação da temperatura, envolvendo os fenômenos de SE e EMF respectivamente, os quais envolvem mecanismos distintos que dependem da temperatura de deformação e da estrutura cristalina do material.

Quando o material é deformado na temperatura acima da  $M_f$  ocorre a transformação austenita-martensita. Mas, como a fase estável não é a martensítica, com o aquecimento acima da temperatura  $M_f$  esta martensita transforma-se em austenita caracterizando o EMF. O EMF é a capacidade de o material recuperar a forma da fase inicial através do aquecimento quando uma deformação é feita abaixo de  $M_f$ . A SE é a capacidade do material recuperar esta forma quando aplicada uma deformação no material a uma temperatura acima de  $A_f$ . As ligas de NiTi possuem as duas propriedades simultaneamente a FIG. 2.4 ilustra a SE e o EMF destas ligas.



**FIG. 2.4** Representação dos fenômenos de SE (5-10) e EMF (0-5). Os círculos representam a organização da microestrutura do material. Em A, a austenita (B2), em M<sup>+</sup> a martensita monovariante e em M a martensita auto-acomodada (SHAW et al., 2008).

## 2.2.1 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA

A formação da martensita induzida por temperatura é internamente maclada, onde variantes relacionadas às maclas criam imagens coerentes da rede ao longo de cada contorno de macla (planos cristalográficos especiais). Há alguns requisitos para a o efeito memória de forma ocorrer. Primeiramente, a transformação B2-B19' deve ocorrer com pouca mudança de volume e as tensões de distorção relativas à austenita devem ser da ordem de 10%. Outro ponto é que a troca de estrutura deve ocorrer por mudanças pequenas e coordenadas das posições atômicas sem difusão. O efeito memória de forma surge da capacidade da martensita se rearranjar de maneira auto acomodada, com estrutura maclada, de pequena ou nenhuma deformação macroscópica em relação à austenita (SHAW et al., 2008). Ele ocorre quando é possível a reversão da martensita para a austenita.

Se um monocristal na fase austenítica for resfriado abaixo da temperatura  $M_f$  ele pode se transformar em até 24 variantes (24 planos de hábito cristalograficamente equivalentes) de martensita auto-acomodante sem mudança de forma macroscópica. No entanto, se uma tensão for aplicada essa multiorientação

desaparecerá, resultando em uma martensita de orientação única (martensita monovariante). Schroedrer e Wayman (1977), estudando um monocristal de CuZn mostraram que este comportamento é causado pela reorientação das maclas na direção preferencial e também devido à reorientação de certas placas de martensita orientadas desfavoravelmente. Isto significa que uma placa com orientação preferencial cresce à custa de outra com a movimentação da interface martensita-martensita. Como resultado final, das 24 variantes, restará aquela cuja componente da deformação de forma permita o máximo de alongamento da amostra como um todo na direção de tração. A recuperação de forma ou a reversão do monocristal de martensita em austenita é obtida com o aquecimento da amostra acima da temperatura  $A_S$ , sendo que na temperatura  $A_F$  o ciclo se completa. A esta recuperação de forma é dado o nome de efeito de memória de forma.

Se a martensita for suficientemente tensionada em baixas temperaturas, ela consome certas variantes pela movimentação de contornos de macla formando uma variante preferencial alinhada com a tensão. Esta é a denominada martensita orientada, monovalente ou monovariante (SHAW et al., 2008).

Quando o material não é submetido a tensões, a rede martensítica de baixa simetria pode existir em algumas variantes correspondentes, 12 no caso do NiTi. Elas são rotações ou reflexões umas das outras. Assim, a martensita pode ocorrer com muitas microestruturas diferentes dependendo da história termo-mecânica do material (BHATTACHARYA, 2003).

## 2.2.2 SUPERELASTICIDADE

A origem da SE está relacionada com a transformação martensítica induzida por tensão (TMIT). Quando o material é deformado acima da temperatura  $A_f$ , a estrutura austenítica apresenta a formação de martensita induzida por tensão. Com o descarregamento, ocorre a transformação inversa martensita-austenita. Estas transformações permitem que o material absorva energia sob forma de tensão e continue atuando no regime elástico. É importante que após a transformação austenita-martensita induzida por tensão, não seja ultrapassado o limite de escoamento na fase martensítica para recuperação da forma. A pseudodeformação elástica que envolve a superelasticidade é de 6 a 8% (LIU et al., 1998; SCHIMIDT,

2006; MANJERI et al., 2010), ou seja maior que nos metais que não possuem essas propriedades.

Com a remoção da tensão a estrutura é revertida para a cúbica (B2) e a deformação é recuperada. A forma inicial do espécime é recuperada devido aos pequenos acomodamentos atômicos e a alta simetria da estrutura cúbica com sua única variante relativa à estrutura martensítica (SHAW et al., 2008).

## 2.3 COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DE LIGAS METÁLICAS COM EMF

Para o bom entendimento dos processos de transformação de fases nas ligas com EMF que envolvem o EMF e a SE algumas informações sobre o comportamento térmico-mecânico destas se fazem necessárias. Pela própria natureza da transformação, separar os dois comportamentos se torna impraticável. Didaticamente, eles são analisados separadamente, porém na prática isto não é possível. Por exemplo, quando aplicada uma deformação o material libera calor e isto pode alterar a sua microestrutura.

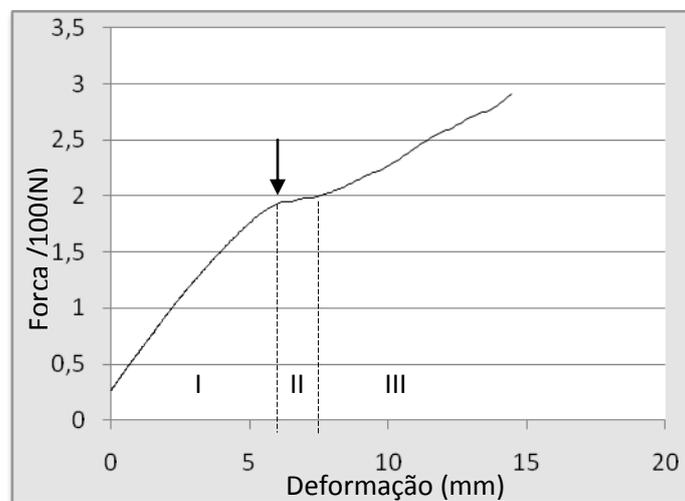
Historicamente as martensitas geradas por temperatura e por tensão eram denominadas martensita maclada e não maclada respectivamente, porém na maioria dos casos a martensita está em um material policristalino e não consegue reverter completamente as maclas para uma única variante sem a concorrência da deformação plástica (SHAW et al., 2008).

### 2.3.1 A FORMA DA CURVA OBTIDA NOS ENSAIOS MECÂNICOS DE LIGAS COM EMF

As curvas dos ensaios de tração das LMF possuem um aspecto típico devido à propriedade de superelasticidade da liga, isto ocorre, pois o material é testado em uma temperatura acima de  $A_f$  (temperatura na qual o material estará completamente austenítico na fase B2). Quando o material é deformado nesta fase ele sofre uma transformação martensítica induzida por deformação que permite uma recuperação entre 6 e 8% (LIU et al., 1998; SCHIMIDT, 2006; MANJERI et al., 2010), ou seja, bem maior que nos metais sem EMF e SE que apresentam recuperação elástica em torno de 0,2%. Com o descarregamento, ocorre a transformação inversa de B19'-

B2. Estas transformações permitem que o material absorva mais energia que os metais convencionais no regime elástico.

A forma da curva dos ensaios mecânicos das ligas de NiTi possui aspecto típico e ocorre em diversos ensaios como de tração (LIU et al., 1998), flexão, compressão (MANJERI et al., 2010) e impacto (ZURBITU et al., 2009). A simetria da curva é comum a estes ensaios, ela ocorre devido às alterações na microestrutura do material ocasionadas pela TMIT. Este fenômeno ocorre também em escala microscópica, como em estudos que utilizam micropilares de NiTi (MANJERI et al., 2010).



**FIG. 2.5** Ensaio de flexão em 45° de um instrumento endodôntico TF® (VIEIRA et al., 2010). Divisão da curva em três regiões. A seta indica a força crítica para a transformação de fase.

Algumas características da curva representam fenômenos que estão ocorrendo no âmbito microestrutural. Pode-se dividir a curva basicamente em três partes onde são observados fenômenos distintos (LIU et al., 1998). Outros dados que podem ser obtidos são: a tensão crítica para a transformação de fase ( $\sigma_{ms}$ ), os módulos de elasticidade de cada fase no material e a tensão de ruptura do material.

A primeira região (I) consiste na deformação elástica da fase austenítica que possui um módulo de elasticidade ( $E_A$ ) maior que o da martensita ( $E_M$ ). Um erro comum é supor que a martensita na liga NiTi seja mais dura que a austenita como ocorre no aço, porém nesta liga ocorre o inverso. Com o tratamento térmico da liga NiTi pode ocorrer formação de certa quantidade de variantes da fase R

transformadas da fase B2 em baixas tensões. É possível detectar a presença desta fase na região (I) realizando o descarregamento antes que o material atinja a tensão crítica para a transformação ( $\sigma_{ms}$ ). Quando isto é feito, ocorre uma pequena histerese em forma de “loop” com uma pequena variação de temperatura (1-2 °C). Por meio de câmeras termográficas é possível detectar esta variação (ZURBITU et al., 2009). Esta variação de 2°C de temperatura corrobora o resultado obtido com emprego da técnica experimental da resistividade elétrica do material (MIYAZAKI & OTSUKA, 1984).

A segunda região (II) tem início quando é atingida a tensão crítica ( $\sigma_{ms}$ ) e termina quando todo o material se encontra na fase martensítica. A austenita se torna termodinamicamente instável e o custo energético para continuar deformando a austenita plasticamente se torna maior do que para a TMIT (ZURBITU et al., 2009). A TMIT apresenta um platô, onde a tensão permanece quase constante devido à maclagem, esta tensão constante ao longo da região é denominada de tensão de transformação ( $\sigma^{tr}$ ). A deformação encontrada nesta faixa de transformação  $\epsilon_L$  é uma constante, enquanto que  $\sigma^{tr}$  pode ser expressa pela relação de Clausius-Clapeyron (MALETTA et al., 2009).

$$\sigma^{tr} = \sigma_o^{tr} + b_M(T - T_o)$$

Onde:

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_o^{tr} \rightarrow \text{É a tensão de transformação inicial} \\ T_o \rightarrow \text{Temperatura inicial} \\ b_M \rightarrow \text{Constante do material} \end{array} \right.$$

Na terceira região (III), ocorre uma segunda inclinação da curva ( $E_M$ ). Toda a austenita foi transformada em martensita. A partir deste ponto a martensita apresenta comportamento elastoplástico. Quando altas tensões são aplicadas, o material acumulará defeitos como discordâncias e ocorreram deslizamentos de planos cristalinos, ocorrendo deformação plástica na forma de empescoçamento (no ensaio de tração) e a subsequente ruptura do material (ZURBITU et al., 2009).

O comportamento tensão-deformação das ligas de NiTi podem mudar significativamente depois do processo de deformação a frio, mesmo se os ciclos

mecânicos forem repetidos nos limites de superelasticidade, por exemplo, sem exceder o platô de transformação (MALETTA et al., 2009). Isto ocorre devido mudanças microestruturais irreversíveis durante a ciclagem mecânica do material que são principalmente atribuídas à formação de martensita estável. Deste modo a inclinação da curva aumenta e a tensão crítica para transformação diminui. Conseqüentemente os módulos de Young  $E_A$  e  $E_M$  também são modificados (MALETTA et al., 2011).

Normalmente, nas ligas de NiTi não ocorre um empescoamento aparente no material devido ao rápido aumento da tensão de escoamento. O encruamento do material inibe os estados de tensões triaxiais nas agulhas de martensita necessários para o surgimento de microvazios. Assim ocorre uma deformação plástica homogênea da martensita até que a tensão atinja um nível crítico para nucleação e crescimento de trincas (LOPEZ et al., 2001).

A pequena simetria da estrutura monoclinica e a presença de precipitados frágeis são outros fatores que dificultam a deformação plástica (LOPEZ et al., 2001). Alguns estudos demonstram que ocorrem interações das discordâncias nas maclas e contornos de maclas durante a segunda etapa do processo de deformação, indicando que esta ocorrendo à deformação plástica do material (LIU et al., 1999; XIE et al., 1998).

### 2.3.2 A TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR TENSÃO (TMIT)

Quando o material atinge a tensão crítica é iniciada a transformação que ocorre até o término do platô que mantém a tensão quase constante (Região II da FIG. 2.5). Ao final do platô o corpo de prova estará na forma de martensita auto-acomodada, possuindo diversas orientações. Doze no caso das ligas de NiTi (BHATTACHARYA, 2003). Com a manutenção da tensão esta martensita irá assumir uma orientação preferencial, onde uma variante irá crescer à custa de outras (SABURI et al., 1980) Essa martensita preferencial segue o fator Schmid. A teoria é baseada em que a variante selecionada irá permitir maior deformação para a transformação sob tensão. Este fator define uma orientação para formação da martensita monovariante que surgirá à medida que for aplicada tensão na região III da FIG. 2.5 (OTSUKA et al., 1976). Com a remoção da tensão o material sofrerá

transformação reversa e a martensita monovariante irá se transformar na austenita B2 novamente.

Os materiais que sofrem a TMIT possuem um comportamento mecânico diferenciado dos materiais convencionais. Por exemplo, a tensão na ponta de uma microtrinca induz a transformação de fase e gera uma distribuição de tensão diferente da que ocorre convencionalmente nos metais. O alto valor de tensão localizada gerada próxima ao defeito pode gerar uma modificação na microestrutura como a reorientação de martensita ou a TMIT. A coexistência de duas fases torna o estudo do fenômeno mais complexo, onde cada fase possuirá uma propriedade diferente.

As teorias convencionais como a de Griffith, desenvolvidas para materiais frágeis sem EMF para prever a evolução das trincas, não podem ser aplicadas nas ligas de NiTi devido as múltiplas fases presente no material. O modelo para estas ligas necessita utilizar outros fatores. Por exemplo, nos metais convencionais calcula-se o  $K_{IC}$ , este fator define quando uma trinca se torna instável e se propaga catastróficamente. Nas ligas de NiTi a região austenítica irá possuir o fator  $K_{IA}$ . Na segunda região (martensítica), para se definir a distribuição de tensão, há necessidade de determinar o fator  $K_{IM}$ . A TMIT possui um efeito de melhoria da tenacidade, pois a fratura ocorre na região martensítica transformada onde valerá o fator  $K_{IM}$  (MALETTA et al., 2009).

### 2.3.3 EFEITO DA TAXA DE DEFORMAÇÃO E TEMPERATURA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO NiTi

Sabe-se que a transformação martensítica induzida por tensão é exotérmica e a transformação reversa é endotérmica. Esta característica da liga permite que estudos sejam feitos analisando as frentes de propagação de transformação martensítica no impacto (ZURBITU et al., 2009) e transformações martensíticas induzidas por tensão nas pontas de trincas (MALETTA et al., 2011).

A tensão crítica de transformação depende da temperatura do espécime e da taxa de deformação, as quais alteram os fenômenos de transferência de calor. Assim, a temperatura do corpo de prova pode variar ou não durante a deformação

modificando a resposta mecânica da liga de NiTi (SHAW & KIRIADES, 1995). Isto influencia na amplitude da histerese.

De acordo com a taxa de carregamento, o material possuirá um comportamento diferente induzido pela transformação que liberará mais ou menos calor. Abaixo de certa taxa de deformação ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), o comportamento mecânico do NiTi é independente da taxa de deformação (SCHMIDT, 2006; SHAW & KIRIADES, 1995) e essa pode ser considerada a taxa de deformação limite abaixo da qual há tempo suficiente para permitir que todo calor da transformação seja completamente trocado com o ambiente. Como a temperatura não muda nos espécimes e o processo de deformação pode ser considerado como isotérmico, não alterando o comportamento mecânico mantendo constantes as tensões de deformação.

Quando a taxa de deformação é aumentada, a tensão da transformação direta aumenta enquanto a tensão da transformação reversa diminui tornando maior a histerese (SCHMIDT, 2006; ZURBITU et al., 2009; SHAW & KYRIAKIDES, 1995; VITIELLO et al., 2005). A elevação da tensão crítica ocorre pois a austenita é mais estável em altas temperaturas, assim é necessária uma maior energia de ativação para a transformação. Essa energia pode ser fornecida ao sistema sob forma de tensão. Abaixo de certa taxa de deformação ocorrem mudanças. A tensão da transformação direta para de crescer e se torna constante depois de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , e a tensão da transformação reversa muda sua tendência e aumenta para taxas de deformação maiores que  $10^{-3} - 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (SCHMIDT, 2006; ZURBITU et al., 2009; VITIELLO et al., 2005; TOBUSHI et al., 1998; PIECZYSKA et al., 2006). A combinação desses fatores estreita a histerese.

Em altas taxas de deformação, o tempo para troca de calor do espécime com o meio é reduzido e parte do calor de transformação é gasto no aquecimento ou no resfriamento do espécime, mudando as tensões de deformação. Sabe-se que isso tende a continuar até o intervalo de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (ZURBITU et al., 2009) mas não se sabe a evolução da temperatura nessas altas taxas de deformação. O tempo para troca de calor é drasticamente modificado e o processo ocorre então em condições adiabáticas.

#### 2.3.4 COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO NA FADIGA CÍCLICA

Pelton em 2011, relacionou as transformações microestruturais que ocorrem nas ciclagens mecânicas e térmicas. Uma diferença é que nos ciclos térmicos não ocorrem ações de tensões externas nos experimentos simples, que não fornecem a tensão ao sistema. A ciclagem térmica não é muito usual, porém é utilizada para monitorar os efeitos da fadiga. Por isto, o foco deste trabalho será a fadiga com ciclagem mecânica que ocorre, por exemplo, em materiais médicos como instrumentos rotatórios utilizados em tratamentos endodônticos e stents cardíacos, ambos confeccionados em ligas LMF.

No estudo das ligas metálicas o termo fadiga representa o aumento do enfraquecimento localizado devido à ação de cargas dinâmicas. Os resultados obtidos nestes ensaios são representados pelo diagrama de Woler. Um parâmetro importante obtido é o limite de fadiga o qual garante a integridade do material para valores de carregamento abaixo de um valor. Os ensaios de fadiga podem ser executados em dois modos. Modo de controle de deformação e modo de controle de tensão. Estes modos se equivalem, porém mudam o ponto de vista de análise do ensaio.

Um exemplo de fadiga com modo de controle de tensão seria realizar a fratura de instrumentos endodônticos utilizando um canal artificial com um raio de curvatura fixo. Isto iria induzir o mesmo estado de tensão em todos os grupos estudados. O modo de controle de deformação seria obtido mantendo a mesma deformação em todos os instrumentos e variando a tensão no mesmo, isto poderia ser obtido alterando a área do instrumento ou o raio de curvatura do canal.

Melton & Mercier (1979) foram os pioneiros no estudo da fadiga cíclica mecânica das ligas NiTi, e constataram alguns pontos importantes. Primeiramente, a liga de NiTi superelástica possui maior vida em fadiga e limite de fadiga em modo de controle de tensão que a martensita obtida termicamente. A ciclagem do material leva a um aumento na deformação mesmo sob tensões constantes isto devido ao acúmulo de defeitos resultantes da deformação plástica. Outro ponto é que a vida em fadiga com o controle de deformação do NiTi da martensita obtida termicamente é maior que o NiTi superelástico isto devido seu menor módulo de elasticidade e menor energia mecânica por ciclo (menor área presente na histerese). Ciclos

repetitivos sob controle de deformação levam ao endurecimento do material sob amplitudes de tensão constante, isto é atribuído ao aumento da densidade de discordâncias com o aumento de número de ciclos (MELTON & MERCIER, 1979).

Provavelmente a liga de NiTi superelástica resiste a maiores tensões devido a TMIT que absorveu energia durante a ciclagem. A austenita por ter maior módulo de elasticidade no início do processo, o material necessita de maiores tensões para desestabilizar esta fase, resistindo a maiores tensões. A liga de NiTi tratada termicamente (recozida) tendo a fase martensítica, possui um menor módulo de elasticidade, isto permite que o material sofra maiores deformações quando comparado a liga superelástica.

Apesar de sofrer maior deformação a menores tensões, a liga de NiTi martensítica sofre deformação plástica. Ou seja, apresenta perda da SE, isto limita sua aplicação e pode levar a seleção de um material de menor custo, como o aço, ou de outra liga onde não seja necessário um alto módulo de elasticidade. As aplicações diferenciadas do material estão baseadas na SE que possui origem nas TMIT.

A plasticidade gerada no material é devido à movimentação das interfaces da martensita. O acúmulo de discordâncias modificam o comportamento de transformação do material alterando sua temperatura de transformação, deformação (sob controle de tensão) e tensão (sob o controle de deformação) (PELTON et al., 2011).

Xie et al. em 1998 estudaram a ciclagem mecânica das ligas NiTi sob tração e compressão observando em microscopia eletrônica de transmissão o que ocorreria com a microestrutura da martensita formada na TMIT. Antes do ensaio, as martensitas se mostraram auto-acomodadas umas com as outras, presença de maclas  $\langle 011 \rangle$  tipo II como as principais deformações invariantes de rede. Depois da ciclagem mecânica, as martensitas continuaram auto-acomodadas e as maclas tipo I (11 $\bar{1}$ ) foram as mais observadas. Além da reorientação da martensita induzida por tensão e a movimentação do contorno de maclas vários defeitos de rede foram criados na junção das martensitas e entre as maclas e isto pode explicar o endurecimento do material.

O processamento também influencia nas propriedades de fratura das ligas de NiTi. Uma dificuldade nos instrumentos endodônticos é a usinagem que deixa

marcas que funcionam como concentradores de tensão e interferem nos resultados. LOPES et al. em 2010 mostram que o acabamento de superfície influencia no número de ciclos que um instrumento pode sofrer. Além disto, instrumentos polidos apresentaram trincas com deslocamentos na forma de “zig-zag”, enquanto que os não polidos apresentaram trincas ao longo das marcas de usinagem.

Os instrumentos TF<sup>®</sup> apresentam ranhuras de fabricação provenientes de trefilação, que são orientadas ao longo eixo do instrumento. Isto dificultaria a propagação das trincas quando comparado aos instrumentos usinados que possuem marcas de usinagem perpendiculares ao longo eixo.

## 2.4 TÉCNICAS EXPERIMENTAIS UTILIZADAS PARA ESTUDO DAS LIGAS E INSTRUMENTOS DE NiTi

Os ensaios mecânicos convencionais, e a correlação com ensaios que evidenciem a microestrutura como a difração de raios-X são importantes para entender os fenômenos intrínsecos do material.

Muitos autores utilizavam as alterações na resistividade elétrica de uma amostra durante o resfriamento e o aquecimento para avaliar as transformações de fase no estado sólido dos materiais. Todavia, a correlação entre as alterações na resistividade e as mudanças de fase muitas vezes é complexa (HODGSON et al., 2000).

Para as ligas de NiTi, a análise DSC indica qual das três fases (martensítica, fase R ou austenítica) estará presente a uma dada temperatura. A difração de raios-x é um método complementar na identificação da microestrutura, entretanto, só é capaz de revelar a estrutura até cerca de 50 $\mu$ m da superfície, ao passo que a DSC fornece informação de todo o material da amostra (BRANTLEY et al., 2002). Shaw et al. em 2008 realizaram um estudo onde foi abordada a utilização do DSC para as ligas de memória de forma, evidenciando alguns aspectos que podem facilitar o ensaio e evitar erros.

A fenomenologia das transformações de fase está bem descrita na literatura e a relação das transformações de fase com os ensaios mecânicos podem ser encontradas em alguns trabalhos (LIU et al., 1998; MANJERI et al., 2010; ZURBITU et al., 2009).

O entendimento da curva típica obtidas nos ensaios mecânicos das LMF permite correlacionar às propriedades mecânicas com a microestrutura. Assim, a microestrutura pode ser estudada indiretamente. A forma das curvas dos ensaios de ligas com EMF possuem um aspecto clássico e pode fornecer diversos parâmetros associáveis a microestrutura importante para o trabalho.

## 2.5 INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE NiTi

Devido sua propriedade mecânica diferenciada a liga de NiTi é utilizada na fabricação de instrumentos endodônticos. Tradicionalmente, a liga empregada para confecção dos instrumentos endodônticos é o aço inoxidável, que ainda é indispensável na prática clínica, porém este material apresenta limitações de emprego. Com o aumento do diâmetro do instrumento de aço ele perde a flexibilidade e pode deformar um canal com curvatura acentuada. Por isto, a grande dedicação dos pesquisadores para o aprimoramento dos instrumentos de NiTi.

Walia et al. em 1988 utilizaram pela primeira vez a liga de NiTi na endodontia. Eles relataram que as limas de diâmetro 0,15 mm apresentam elasticidade de duas a três vezes maior em comparação com as limas de aço inoxidável e exibem boa resistência à fratura por torção.

A liga de NiTi empregada na endodontia apresenta módulo de elasticidade cerca de um quarto a um quinto menor que o aço inoxidável, possuindo grande elasticidade. A força necessária para flexionar um instrumento de NiTi de número 45 é equivalente à necessária para flexionar uma lima convencional de aço inoxidável de número 25 (SERENE et al., 1995).

Quanto à microdureza, uma haste de aço inoxidável possui microdureza Vickers variando de 342 a 522, ao passo que a de níquel-titânio possui entre 303 a 362 HV (SERENE et al., 1995).

### 2.5.1 PROCESSOS DE FABRICAÇÃO

O processo de fabricação dos instrumentos endodônticos de NiTi é mais complexo do que a produção de instrumentos de aço inoxidável, até então, todas as limas eram usinadas em vez de torcidas (THOMPSON, 2000). Isto por que a

superelasticidade não permite que ela mantenha a forma helicoidal quando deformada. Quando a liga sofre uma deformação permanente o processo de fabricação por torção contínua pode levar a fratura do instrumento (SCHÄFER, 1997).

As limas de níquel-titânio são fabricadas por usinagem de uma haste metálica cônica de seção reta transversal circular (SERENE et al., 1995). Ela consiste no trabalho de corte realizado por máquinas-ferramentas para a obtenção de uma peça com determinada forma, dimensão e acabamento (LOPES et al., 2004).

Nos instrumentos endodônticos, a haste helicoidal é obtida por um processo mecânico de usinagem denominado roscamento externo e a ponta por torneamento cônico externo. O roscamento externo é um processo mecânico de usinagem destinado à obtenção de filetes (arestas laterais de corte) por meio da abertura de um ou mais canais helicoidais em superfícies cilíndricas ou cônicas. Torneamento é um processo destinado à obtenção de superfícies de revolução com o auxílio de ferramentas de usinagem mecânica (LOPES et al., 2004) .

Até 2008 os instrumentos eram produzidos somente pelo processo de usinagem. A partir desta data, surgiram os instrumentos TF<sup>®</sup> fabricados com o emprego de uma tecnologia mencionada pelo fabricante como “tecnologia de fase R”, a qual emprega a torção do fio até então admitida somente para o aço. Assim os primeiros instrumentos torcidos de NiTi foram lançados no mercado pela empresa SybronEndo. A tecnologia de fabricação deste instrumento não é divulgada pelo fabricante, assim como a composição do material e seu tratamento térmico.

### 2.5.2 OS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS TF<sup>®</sup>

Os instrumentos TF<sup>®</sup> são fabricados com a liga de NiTi com estrutura cristalina de transição, denominada fase R, obtida por um processo de resfriamento e aquecimento do fio metálico primitivo. Eles são fabricados pela torção de uma haste metálica com forma piramidal e seção reta transversal triangular. Segundo o fabricante, este processo de fabricação aumenta a dureza do material e melhora a resistência mecânica a fratura em torção e flexão (LOPES et al., 2010).

A ponta dos instrumentos é cônica e circular com extremidade arredondada. O ângulo da ponta é em média 30°, possuindo ângulo de transição. Os ângulos de

inclinação das hélices em relação ao longo eixo aumentam em direção ao intermediário (15-30°).

### 2.5.3 OS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS RaCe

Os instrumentos RaCe são fabricados através da usinagem de um fio metálico de NiTi. As pontas dos instrumentos possuem forma de um cone circular e possuem extremidade arredondada. O ângulo da ponta é de 40° (inferior ao mínimo preconizado 60°), e possui curva de transição entre a ponta e o corpo. A partir da ponta, as arestas de corte estão dispostas alternadamente em relação ao eixo do instrumento na direção longitudinal (paralela) e oblíqua (helicoidal). O ângulo de hélice é variável de 25 a 30° (LOPES et al., 2010). Estes instrumentos são submetidos ao processo de tratamento eletroquímico com finalidade de melhorar o acabamento superficial e reduzir as ranhuras advindas da fabricação, isto reduz a concentração de tensão nos defeitos e melhora a vida em fadiga do material (LOPES et al., 2010).

A seção reta pode possuir seção reta triangular ou quadrangular. A triangular possui ângulo da aresta de 60° enquanto que a quadrangular apresenta ângulos de 90°. Os instrumentos número 25 utilizados neste trabalho possuem seção reta triangular.

### 2.5.4 FRATURA DOS INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS DE NiTi

Os instrumentos endodônticos possuem dimensões críticas (pequenas), ângulos vivos que concentram tensão e forma complexa, o que aumenta o custo da fabricação. Eles possuem inúmeros defeitos oriundos do processo de fabricação que podem ser observados no microscópio eletrônico de varredura, como por exemplo, a presença de marcas de usinagem e crateras. Os instrumentos de aço também possuem defeitos, porém por serem fabricados por torção eles são dispostos longitudinais ao longo eixo. A maioria dos instrumentos de NiTi, por serem usinados, apresentam defeitos perpendiculares ao longo eixo, isto é uma situação mais crítica para a fratura.

Outra condição que favorece a fratura é a própria condição de uso do instrumento. Durante o emprego ocorre um estado de tração e de compressão que depende da anatomia do canal e da técnica do operador. A ciclagem mecânica altera a microestrutura do material adicionando defeitos e modificando o encruamento. Conseqüentemente, as propriedades mecânicas como a resistência à tração, compressão, torção, microdureza e flexão são alteradas.

Basicamente, dois fenômenos estão associados com a fratura dos instrumentos de NiTi, a torção do instrumento devido o travamento e a flambagem. Na torção ocorre uma deformação plástica no ponto de imobilização do instrumento onde há um aumento do encruamento do material. Com a continuidade da aplicação de tensões cisalhantes, ocorre a ultrapassagem do limite de resistência à fratura ocorrendo assim à fratura do instrumento. Na flambagem o instrumento é submetido a um carregamento compressivo na direção do seu eixo isto forma um arco de flecha. O aumento do carregamento pode ultrapassar o limite de escoamento do material e provocar uma deformação plástica. Isto ocorre quando a velocidade de avanço do instrumento em direção apical (ponta da raiz) é maior do que a sua velocidade de corte (LOPES et al., 2000).

As limas TF<sup>®</sup> apresentaram uma maior resistência à fratura por flexão rotativa quando comparadas com outras limas fabricadas pelo método de usinagem, (KIM et al., 2010; GAMBARINI et al., 2008; LARSEN et al., 2009). Apesar da similaridade na morfologia da superfície de fratura e mecanismos de fratura, os instrumentos com maior número de marcas de usinagem possuem uma menor vida em fadiga normalmente.

### 3 PROPOSIÇÃO

#### 3.1 OBJETIVO GERAL

Determinar a resistência a fadiga e analisar a influência de carregamentos cíclicos na flexibilidade de instrumentos endodônticos de NiTi fabricados por diferentes métodos.

#### 3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Comparar as dimensões dos instrumentos;
- b) Determinar a composição química semiquantitativa por EDS e identificar as fases por difração de raios-X;
- c) Determinar a resistência a fadiga de instrumentos endodônticos de NiTi submetidos a ensaios de rotação em canais dentários simulados;
- d) Analisar a influência dos carregamentos induzidos pela rotação em canais curvos na flexibilidade de dois tipos de instrumentos endodônticos comerciais acionados a motor. Um fabricado por torção (TF<sup>®</sup>) e outro por usinagem (RaCe);
- e) Analisar a morfologia dos instrumentos no microscópio eletrônico de varredura (MEV) antes e após os ensaios de flexão;
- f) Determinar a microdureza Vickers dos instrumentos.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Mostra-se nos itens 4.10.1 e 4.10.2 os organogramas dos ensaios realizados, os quais serão descritos a seguir.

### 4.1 MATERIAIS

No presente trabalho foram utilizados 20 instrumentos RaCe (FKG Dentaire La Chaux-de-Fonds, Suíça) e 20 instrumentos TF<sup>®</sup> (SybronEndo, California).

### 4.2 MICROSCOPIA ÓPTICA

A microscopia óptica foi utilizada para determinar as dimensões dos instrumentos. Foi avaliado o comprimento da base da ponta e a conicidade. Para isto foi utilizado o microscópio ZEISS com câmera pixeLINK modelo PL- a662 acoplada com fonte de luminosidade ZEISS 1500 LCD.

A imagem para aferir a base da ponta foi obtida com um zoom de 5x e objetiva de 1,0x com uma luminosidade de 3000K e a imagem para cálculo da conicidade foi obtida com aumento de 1,6x com objetiva de 1,0x com uma luminosidade de 2800K.

As medidas foram obtidas através do programa AxioVision<sup>®</sup> 5.1. A base da ponta foi medida a 1 mm da ponta tangenciando a margem na parte superior e inferior do instrumento. A conicidade real dos instrumentos foi calculada de acordo com a fórmula abaixo.

$$C = (D_{13}-D_3)/d$$

C – Conicidade aferida

D<sub>13</sub> – Diâmetro a 13 mm da ponta do instrumento

D<sub>3</sub> – Diâmetro a 3 mm da ponta do instrumento

d – Distância entre D<sub>13</sub> e D<sub>3</sub>

Um instrumento de cada marca foi embutido em resina conforme descrito no item 4.6 para avaliar a possível ocorrência de partículas no núcleo do instrumento. Estes foram observados com o microscópio metalográfico ZEISS Axiovert 40 MAT.

#### 4.3 ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DE RAIOS-X

Fez-se a análise semiquantitativa da composição química empregando-se a técnica de EDS. Empregou-se a microsonda Noram acoplada ao MEV.

#### 4.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Fez-se a análise de difração de raios-X com o difratômetro PANalytical X'Pert Pro em configuração foco linha, sendo o feixe gerado por um tubo de Cobalto. Foram utilizados filtro de Fe, tensão de 45kV e corrente elétrica de 40mA. O detector do equipamento foi um PIXcel, fabricado pela PANalytical. As amostras foram fixadas em uma placa de vidro, com o auxílio de uma fita adesiva dupla-face.

#### 4.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Cinco instrumentos de cada tipo foram selecionados aleatoriamente e analisados no Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL, modelo LSM 5800LV. Foram feitas análises dos instrumentos como recebidos e após a interrupção do ensaio de flexão rotativa em 50%, 70%, 90% da vida em fadiga e após a fratura. Os defeitos superficiais em torno de  $D_5$  foram observados para verificar a extensão e quantidade das trincas no material após os ensaios mecânicos. Esta região corresponde ao centro de curvatura do canal simulado.

A inspeção como recebido visou verificar o acabamento do material e possíveis defeitos existentes que poderiam interferir no resultado do ensaio de fadiga em flexão rotativa. Em um segundo momento, o material ciclado até sua meia vida foi analisado para verificar a nucleação de trincas ou aumento de defeitos pre-existentes. Após a fratura, o material foi observado para detecção do ponto de início da fratura e caracterização da morfologia da superfície de fratura.

Foram observadas as seguintes regiões dos instrumentos:

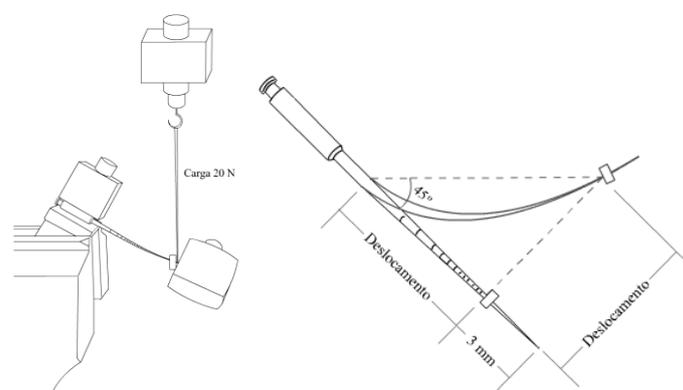
- Aresta lateral de corte.
- Ponta do instrumento.
- Superfície de acabamento.
- Diâmetro em  $D_5$ . (aproximadamente no centro de curvatura do canal simulado no ensaio de flexão rotativa).

#### 4.6 ENSAIO DE FLEXÃO EM 45°

Os ensaios de flexão em 45° foram realizados com uma máquina de ensaio universal EMIC DL10000. A célula de carga utilizada foi a de 20 N. Nos ensaios determinou-se a variação das forças para flexionar os instrumentos até 45°.

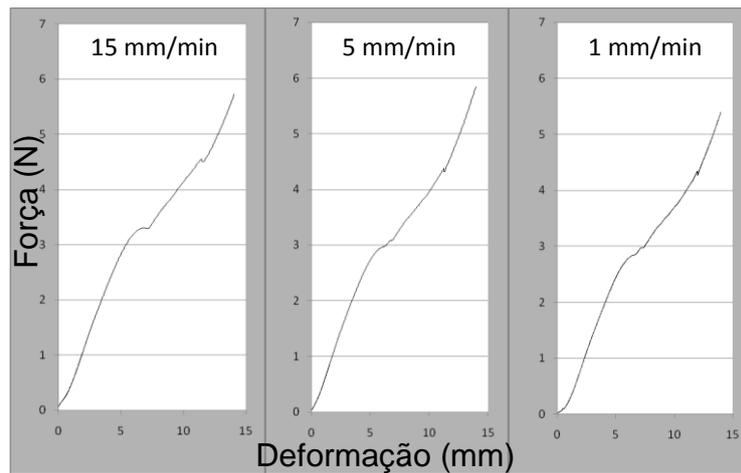
Os instrumentos foram submetidos aos ensaios com base na norma nº 28 da American Dental Association (ELIAS & LOPES, 2007). Uma morsa de aço protegida com uma lâmina de cobre foi usada para imobilizar os instrumentos à 3mm da ponta. Os cabos dos instrumentos foram mantidos à 45° fixados em uma morsa confeccionada propriamente para o ensaio conforme ilustrado na FIG.4.1.

Os resultados foram analisados pelo programa Tesc versão 3.04 onde registrou-se: a força máxima (gf), as forças em três ângulos (21, 37 e 45°) e a deformação na força máxima (mm). Foram medidas as forças em três pontos. Onde, Ponto 1: deslocamento 5 mm (≈ 21°); ponto 2: deslocamento 10mm (≈ 37°). Ponto 3: deslocamento 13mm (45°).



**FIG. 4.1** Dispositivo para o ensaio de flexão em 45°. Instrumento inserido na morsa e preso por um mandril de Jacob (gentileza de Thaianne Gambarra Soares).

A taxa de deformação foi ajustada em um ensaio piloto. Instrumentos adicionais foram ensaiados nas velocidades de 15, 5 e 1 mm/min. As curvas estão representadas na FIG. 4.2. O objetivo foi analisar a influencia da velocidade de deformação no platô de transformação de fase, conforme explicado no item 2.3.3. A velocidade eleita foi a de 15 mm/min. O critério de eleição levou em conta o tempo de duração do ensaio e a definição do platô.

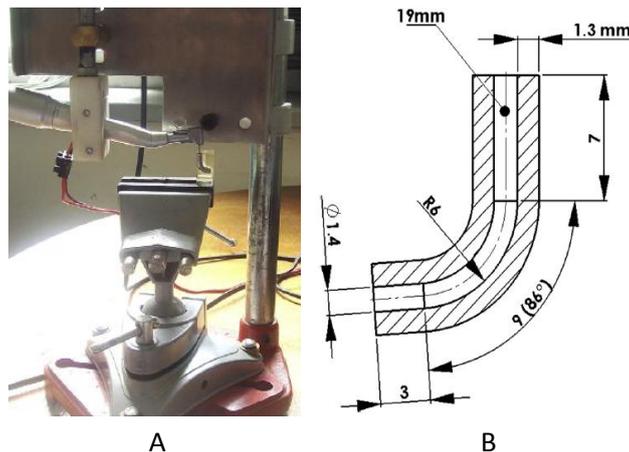


**FIG. 4.2** Curvas representativas obtidas em diversas velocidades mostrando a variação da altura do platô no ensaio de flexão em 45° dos instrumentos TF<sup>®</sup>.

#### 4.7 ENSAIO DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA

Este ensaio foi realizado com emprego de um dispositivo desenvolvido pela equipe do Laboratório de Biomateriais do IME (FIG.4.3 (A)). Canais simulados confeccionados com tubos de aço foram fixados na morsa do aparelho, de modo a permitir a inserção do instrumento instalado no motor em um eixo coincidente com a direção da parte reta do canal (FIG. 4.3 (B)).

O canal simulado utilizado neste estudo foi o mesmo utilizado por MOREIRA (2006). Segundo Moreira, o centro de curvatura deste canal, dista 4,75 mm da extremidade, portanto este seria o ponto crítico para fratura dos instrumentos  $\approx$  a 5 mm da ponta ou seja próximo ao D<sub>5</sub>.



**FIG. 4.3** Dispositivo utilizado nos ensaios de flexão rotativa (A). E ilustração do canal utilizado (B).

O tempo da vida em fadiga dos instrumentos foi determinado como o tempo máximo em rotação para ocorrer a fratura. Após determinar a vida média dos instrumentos foram realizados novos ensaios de fadiga com interrupção em 50%, 70% e 90% do tempo do ciclo para a fratura. Após cada ensaio os instrumentos foram submetidos a flexão em  $45^\circ$  e inspecionados no MEV. Utilizou-se os mesmos instrumentos para continuar o ensaio de fadiga até a fratura. Nas interrupções do ensaio foram avaliados a formação de trincas nas superfícies dos instrumentos e obteve-se dados através do ensaio de flexão.

#### 4.8 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados para determinar a influência do carregamento cíclico na dureza da liga após a fratura por fadiga.

Foi utilizado o microdurômetro Micromet 2003 Bueler. As indentações foram feitas com 100gf durante 15s e avaliadas com um aumento de 40x.

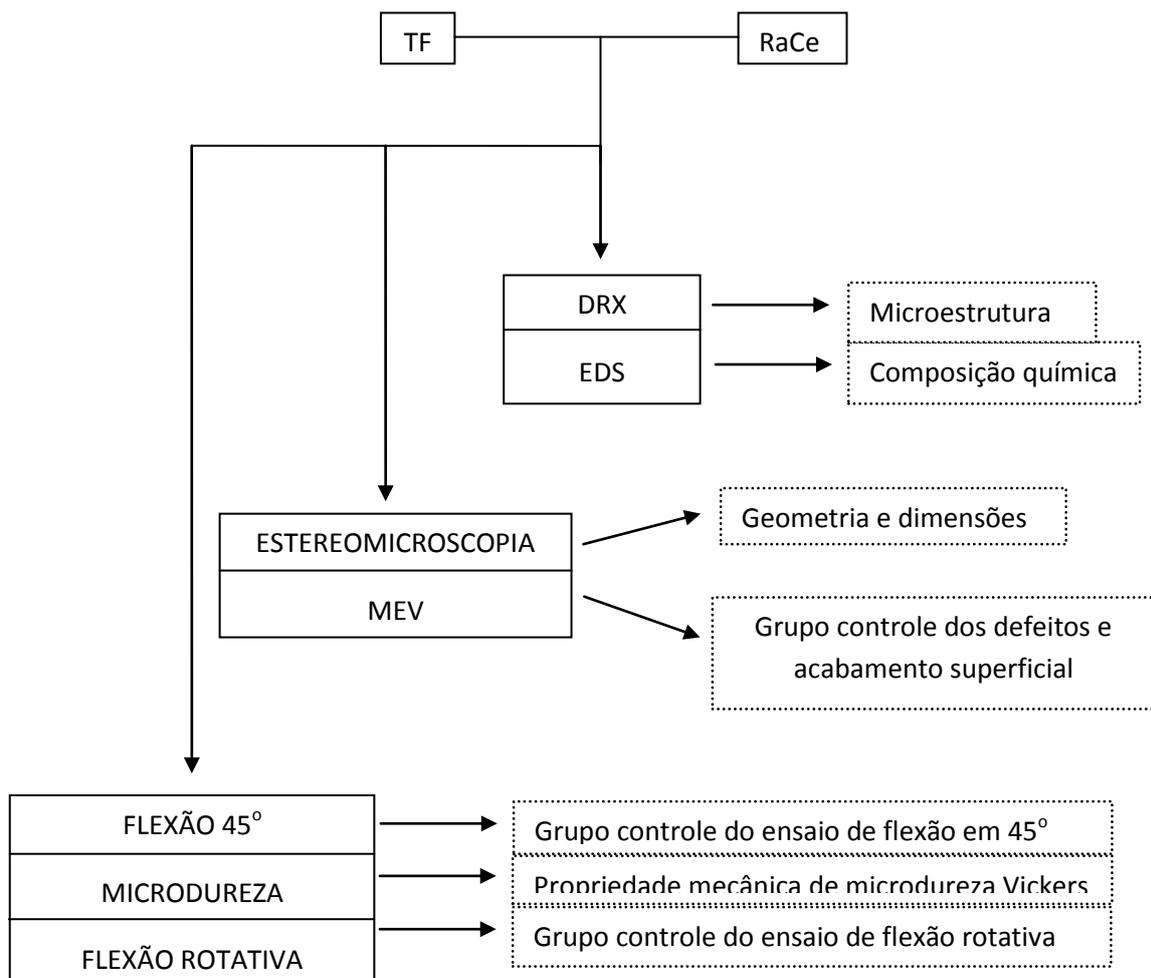
Os instrumentos foram embutidos em resina cristal (Duque Fibras; Duque de Caxias - RJ). A haste de fixação do instrumento foi mantida paralela à base do recipiente com a finalidade da manutenção da ponta do instrumento após o embutimento. Foram utilizadas lixas Norton de granulação 200, 300, 400, 600 e 1200 para o desgaste até o núcleo do instrumento e alumina de granulações 1; 0,5 e 0,25  $\mu\text{m}$  para o polimento seguido de pasta de diamante.

## 4.9 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados da microscopia óptica foram submetidos ao teste de Mann Whitney. Nos ensaios de flexão em 45° eles foram submetidos ao teste t-student (análise entre TF<sup>®</sup> e RaCe) e t pareado (análise do mesmo instrumento em condições diferentes). Os resultados de flexão rotativa foram submetidos a ANOVA e os de Microdureza Vickers ao teste t-student para determinar possíveis diferenças estatísticas. O nível de significância ( $\alpha$ ) escolhido em todas as análises foi de 5%.

## 4.10 ORGANOGRAMA DOS ENSAIOS REALIZADOS

### 4.10.1 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO E GRUPOS CONTROLE





## 5 RESULTADOS

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO MICROMORFOLÓGICA

Os valores das medidas das dimensões dos instrumentos são apresentados no apêndice 9.1. Entre as dimensões medidas, os valores dos diâmetros das bases das pontas e as conicidades são os mais importantes para as análises dos comportamentos dos instrumentos, os quais são representados nas tabelas 5.1 e 5.2.

**TAB. 5.1** Valores dos diâmetros das bases das pontas dos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe.

Instrumento (n=5)	TF <sup>®</sup> conicidade 0,06 mm/mm	RaCe conicidade 0,06 mm/mm
Média	0,24 ± 0,01	0,23 ± 0,01

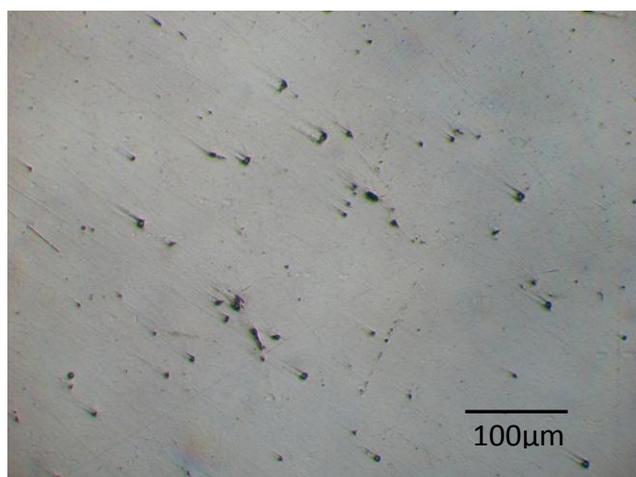
**TAB. 5.2** Valores das conicidades calculadas dos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe.

Instrumento	TF <sup>®</sup> conicidade nominal 0,06 (mm/mm)	RaCe conicidade nominal 0,06 (mm/mm)
1	0,059	0,063
2	0,055	0,063
3	0,060	0,060
4	0,061	0,064
5	0,059	0,064
Média	0,059 ± 0,0022	0,063 ± 0,0016

Os valores das conicidades e das bases das pontas dos instrumentos foram submetidos à análise estatística através do teste Mann Whitney com nível de

significância ( $\alpha$ ) em 5% onde constatou-se que não há diferença estatística significativa entre os grupos testados  $p > 0,05$ .

O núcleo do instrumento foi observado em um microscópio metalográfico Zeiss Axiovert 40 MAT e foram encontrados vazios de partículas como observados na FIG. 5.1.



**FIG. 5.1** Micrografia por esteriomicroscópio do núcleo do instrumento TF<sup>®</sup> mostrando presença de partículas.

## 5.2 ANÁLISE QUÍMICA SEMIQUANTITATIVA E MICROESTRUTURAL

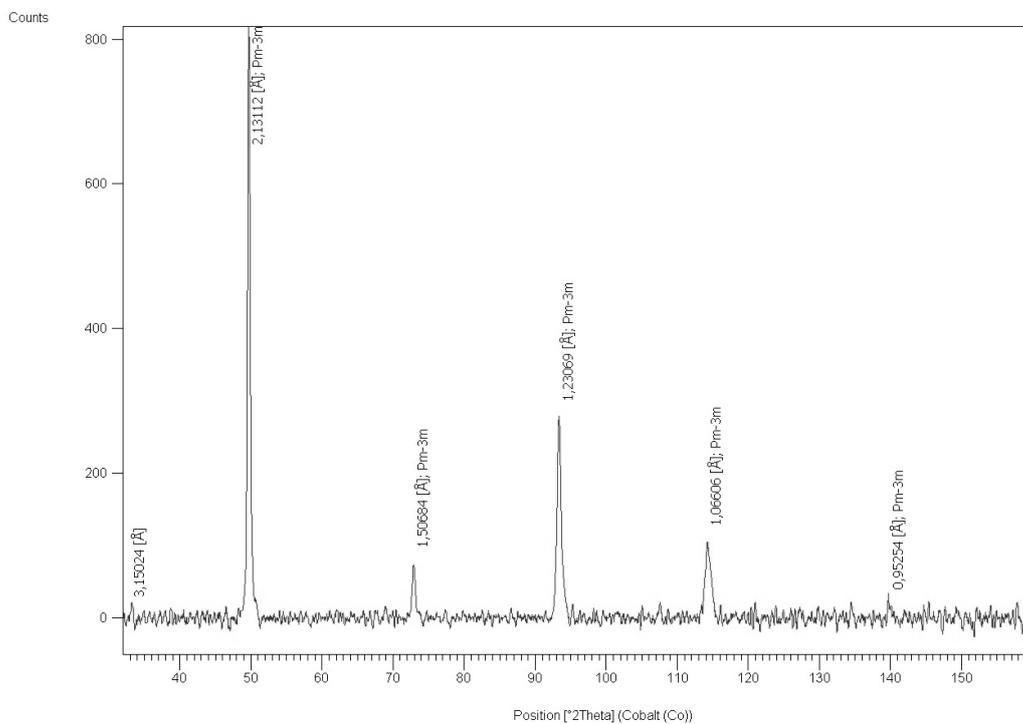
Os valores médios das composições químicas semiquantitativas obtidas por espectroscopia de energia de Raios-X estão apresentados na TAB. 5.3. Os valores parciais obtidos no ensaio estão apresentados no apêndice 9.2.

**TAB. 5.3** Médias das porcentagens dos elementos presentes nos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe.

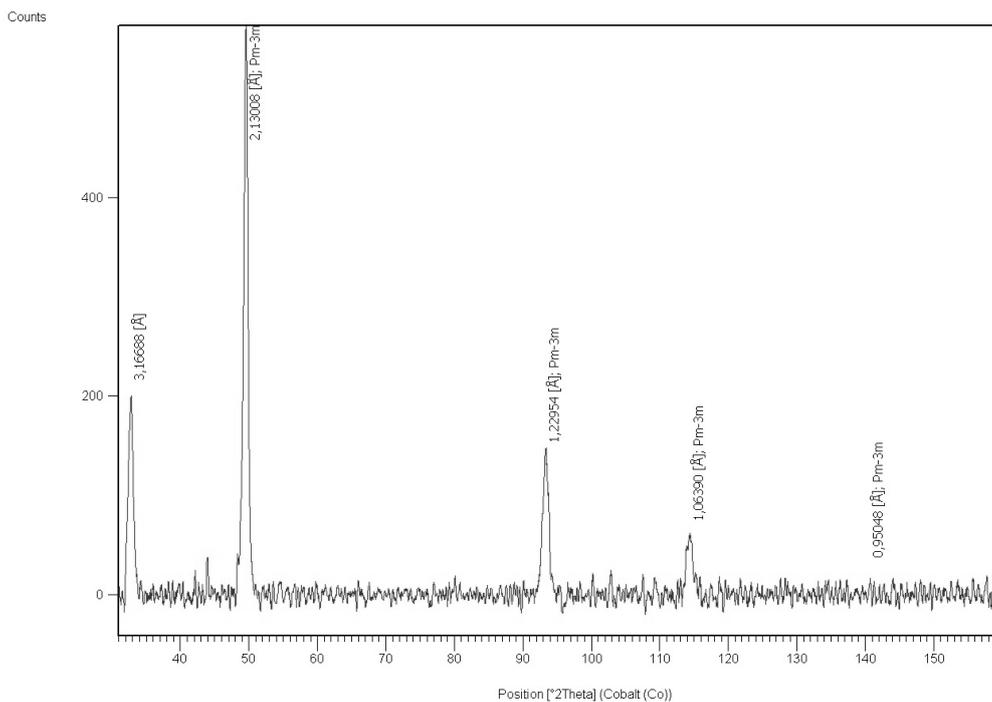
Instrumentos (n=10)	Composição Química			
	% Peso		% Atômica	
	Ni	Ti	Ni	Ti
TF <sup>®</sup>	57,2 ± 2,6	42,8 ± 2,6	50,9 ± 5,2	49,1 ± 5,2
RaCe	55,7 ± 3,9	44,3 ± 3,9	50,7 ± 3,7	49,3 ± 3,7

Os resultados de difração dos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe mostraram picos característicos das ligas de NiTi comprovando a pureza da liga que o instrumento foi fabricado. As fichas cristalográficas utilizadas para análise das possíveis fases presentes estão apresentadas no apêndice 9.3.

Foram encontrados picos de austenita B2 cúbica de corpo centrado (grupo espacial Pm-3m na nomenclatura de Hermman-Mauguin) em ambos os instrumentos. Não foram encontrados picos de martensita tipo B19' (grupo espacial P21/m) em nenhuma das amostras analisadas. Portanto na temperatura ambiente o material é exclusivamente austenítico.



**FIG 5.2** Espectro obtido na difração de raios-X dos instrumentos TF<sup>®</sup>. Picos com as respectivas distâncias interplanares e grupo espacial.



**FIG. 5.3** Espectro obtidos na difração de raios-X dos instrumentos RaCe. Picos com as respectivas distâncias interplanares e grupo espacial.

Os índices de Miller dos picos encontrados nos espectros estão apresentados na TAB. 5.4.

**TAB. 5.4** Índices de Miller dos picos encontrados nos difratogramas dos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe.

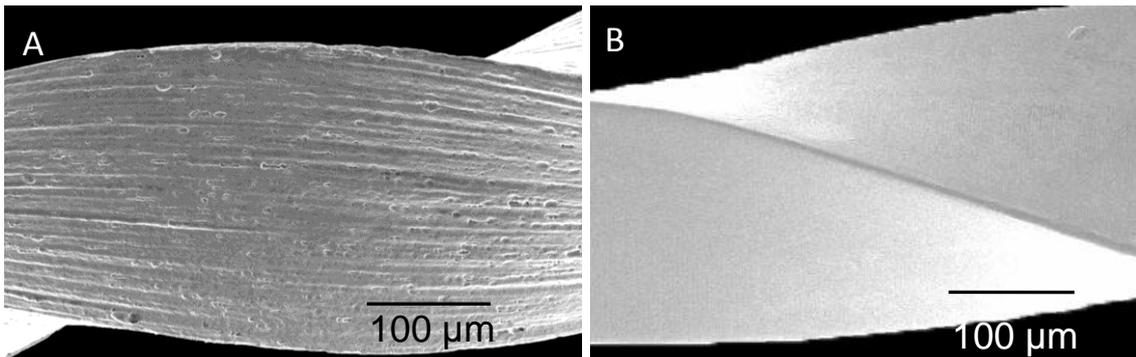
Pico	1	2	3	4	5
2θ	49,7°	73°	93,5°	114,6°	140,3°
h k l	(110)	(200)	(211)	(220)	(310)

### 5.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

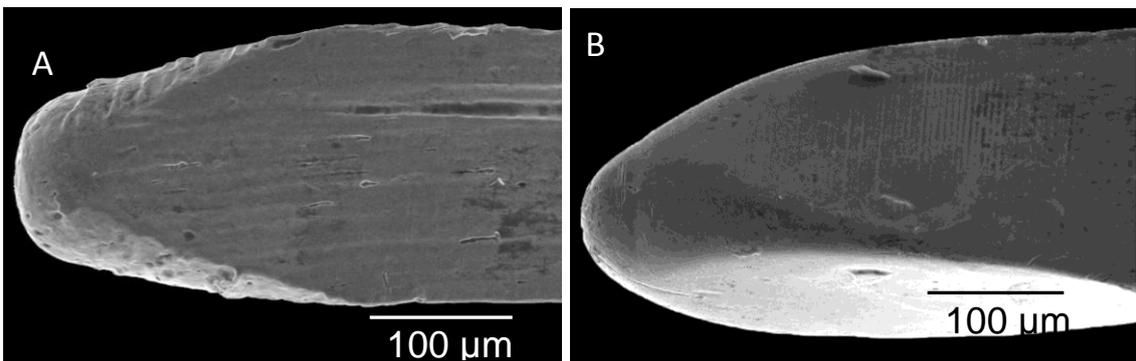
As imagens dos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe como recebidos e após os ensaios de fadiga estão apresentadas a seguir e agrupadas de acordo com o momento de interrupção do ensaio de flexão rotativa.

### 5.3.1 ANÁLISE NO MEV DOS INSTRUMENTOS COMO RECEBIDOS

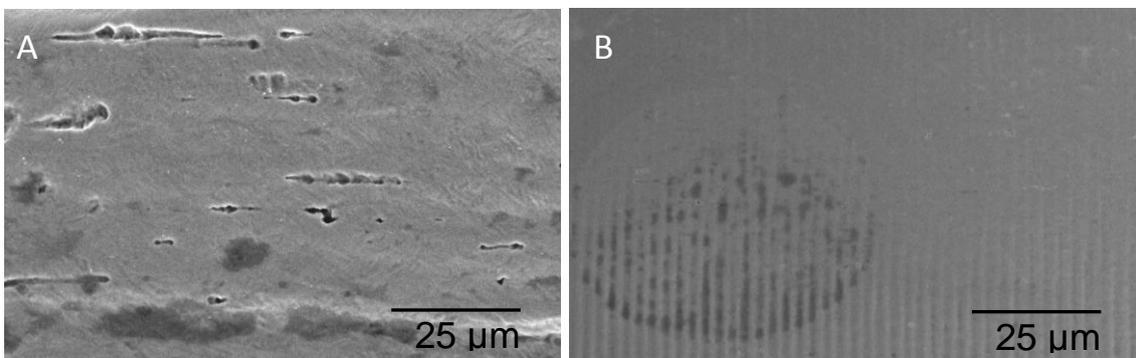
As imagens da microscopia eletrônica dos instrumentos como recebidos estão apresentadas nas figuras 5.4 a 5.7. Foram encontrados defeitos em todas as regiões analisadas, no geral o acabamento superficial dos instrumentos TF<sup>®</sup> foi pior que o dos instrumentos RaCe.



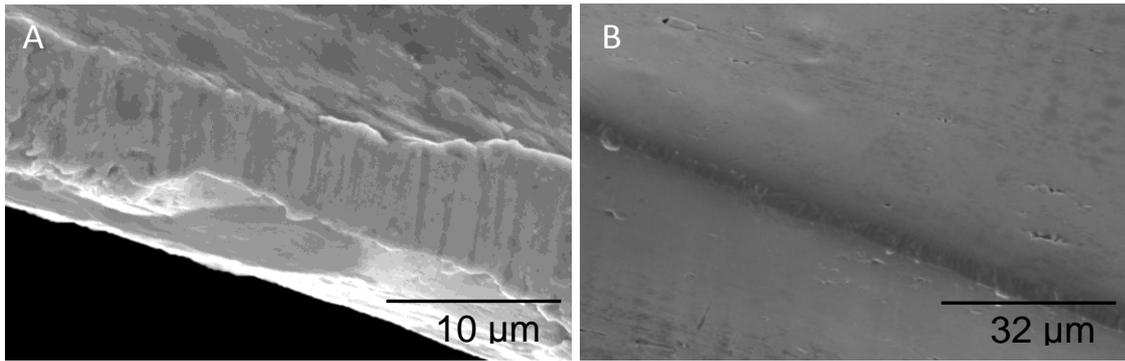
**FIG. 5.4** Morfologia da superfície dos instrumentos. Observa-se ranhuras no instrumento TF<sup>®</sup> (A) e acabamento eletrolítico no instrumento RaCe (B).



**FIG. 5.5** Morfologia da superfície dos instrumentos e formas das pontas dos instrumentos. TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B).



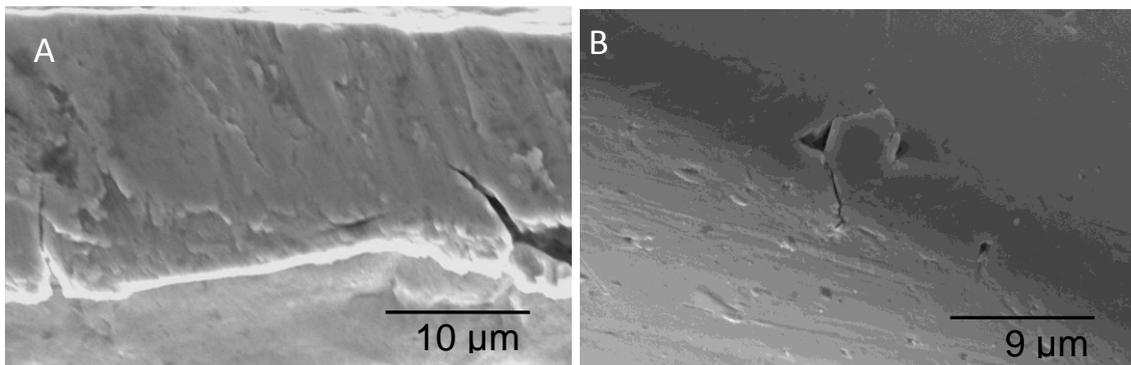
**FIG. 5.6** Acabamento superficial dos instrumentos. Vazios presentes nos instrumentos TF<sup>®</sup> (A). Superfície eletropolidada dos instrumentos RaCe (B).



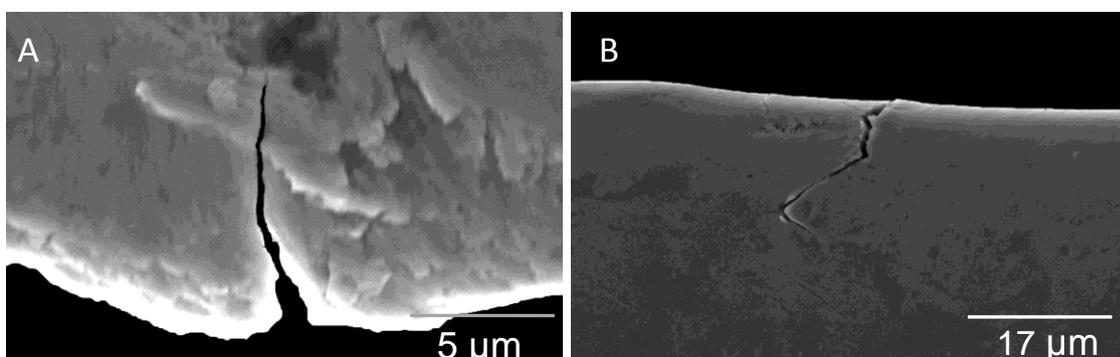
**FIG. 5.7** Acabamento da aresta lateral de corte dos instrumentos TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B).

### 5.3.2 ANÁLISE NO MEV DOS INSTRUMENTOS APÓS A MEIA VIDA EM FADIGA.

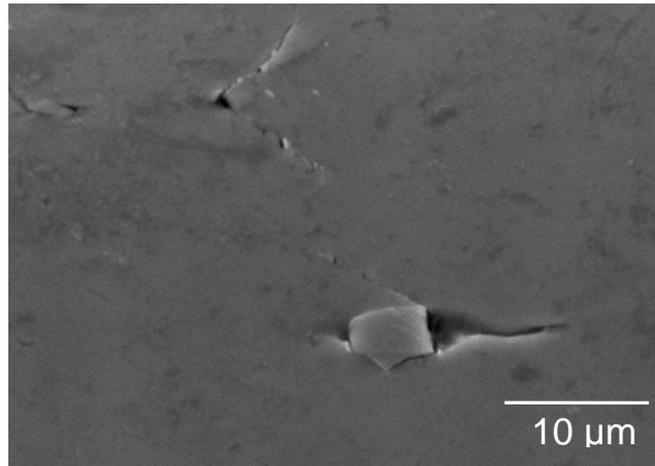
As imagens da microscopia eletrônica dos instrumentos após a meia vida em fadiga estão apresentadas nas figuras 5.8 a 5.10. Foram encontradas trincas próximas à região D<sub>5</sub> em todos os instrumentos analisados.



**FIG. 5.8** Trincas formadas na aresta lateral de corte em região correspondente ao centro de curvatura do canal simulado nos instrumentos TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B).



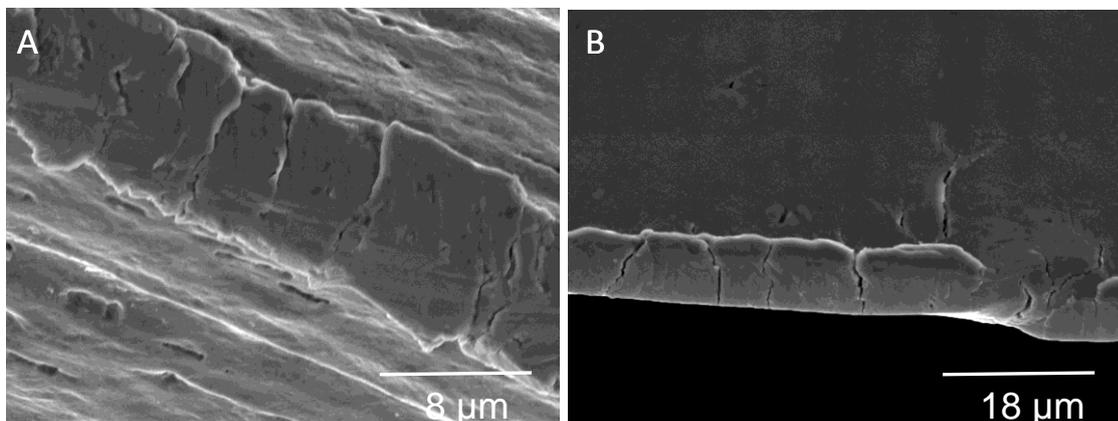
**FIG. 5.9** Formação de trinca de pequena dimensão na região do centro de curvatura do canal simulado nos instrumentos TF<sup>®</sup> (A) RaCe (B).



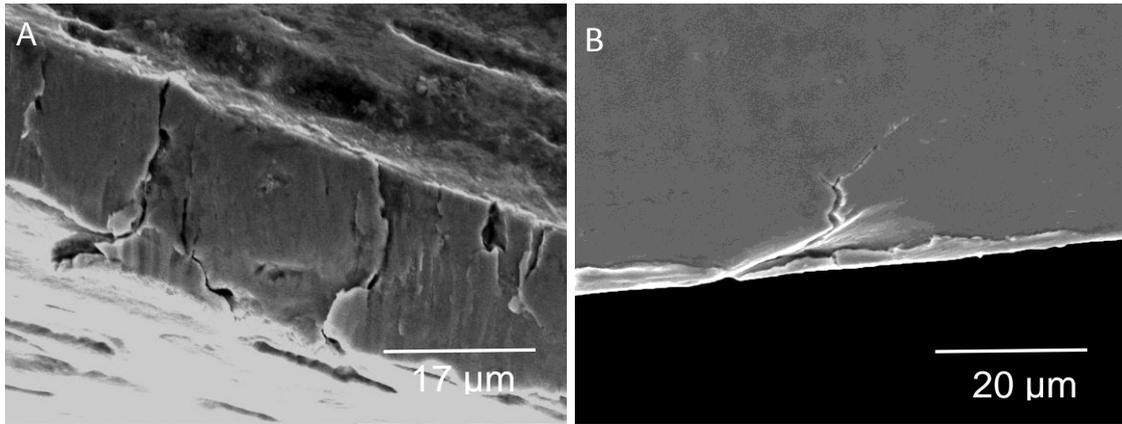
**FIG. 5.10** Início da nucleação de trincas em vazios de partículas e desprendimento de partícula na superfície de um instrumento RaCe.

### 5.3.3 ANÁLISE NO MEV DOS INSTRUMENTOS EM 70% DA VIDA EM FADIGA

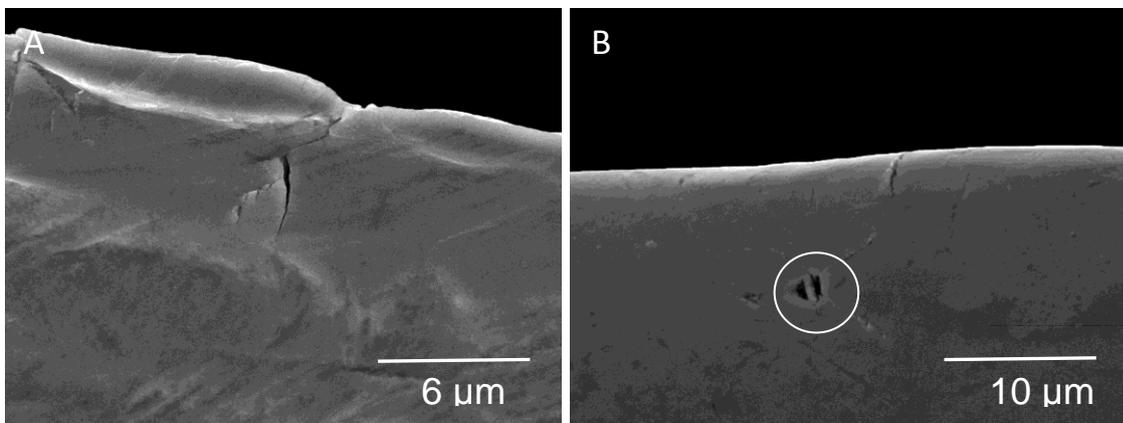
As imagens da microscopia eletrônica dos instrumentos em 70% da vida em fadiga estão apresentadas nas figuras 5.11 a 5.15. As trincas aumentaram em tamanho e número em ambos os instrumentos. Os mesmos instrumentos foram analisados após os diferentes tempos de ensaio de flexão rotativa.



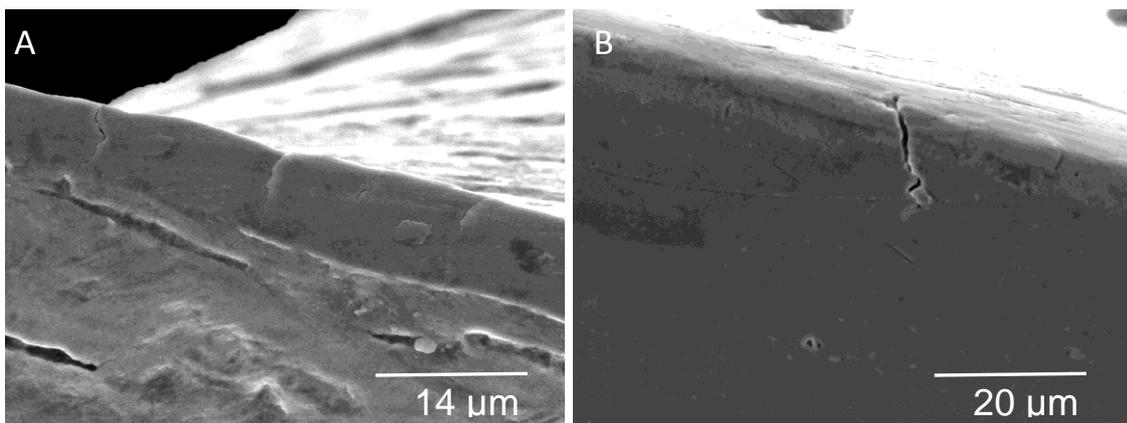
**FIG. 5.11** Região do instrumento que ficou localizada no centro de curvatura do canal simulado usado no ensaio de fadiga ( $D_5$ ). Observa-se aumento do número de trincas em relação à meia vida em fadiga. Instrumentos TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B).



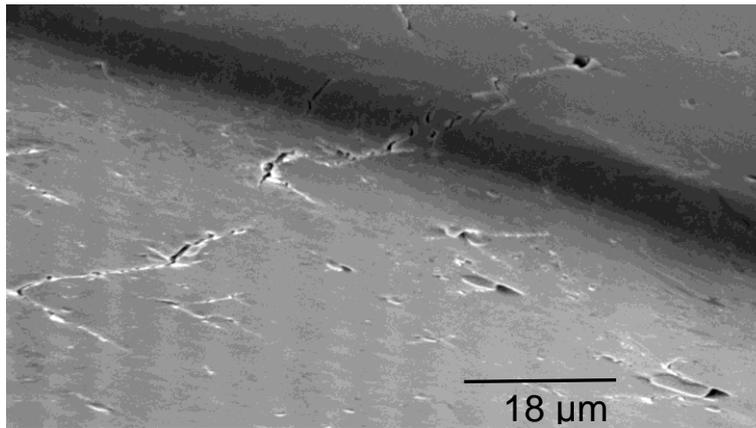
**FIG. 5.12** Instrumentos TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B). Após 70% da vida em fadiga. Observa-se grande número de trincas.



**FIG. 5.13** Instrumentos após 70% da vida em fadiga. Observa-se a presença de vazios e trincas seguindo trajetórias orientadas por vazios de partículas. Pode-se observar a presença de trincas secundárias nos instrumentos TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B). Inclusão deslocada no interior da cavidade demarcada pelo círculo em (B)



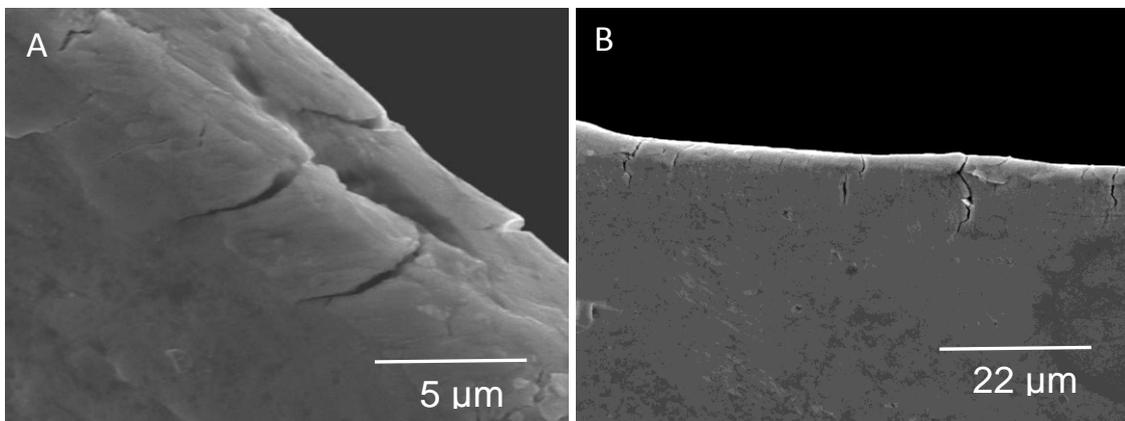
**FIG. 5.14** Instrumentos após 70% da vida em fadiga. Observa-se a presença de trincas apresentando um padrão de deslocamento na forma de “zig zag”. Instrumentos TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B).



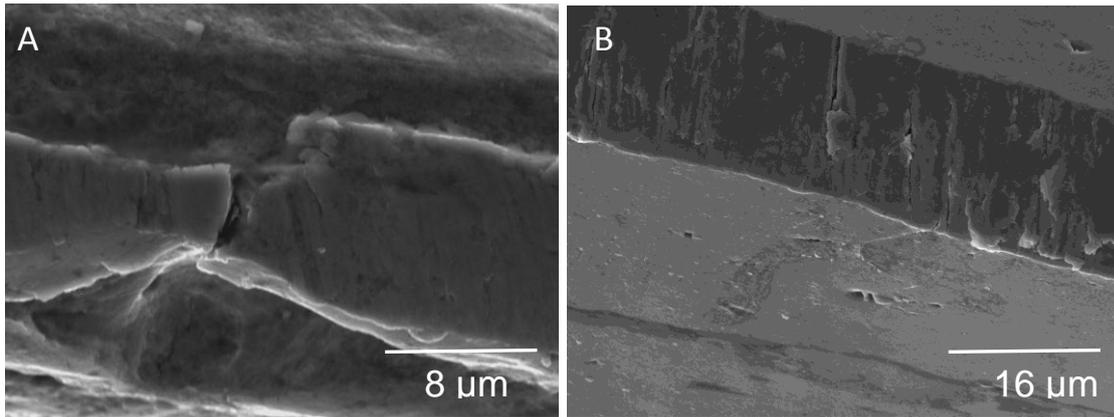
**FIG. 5.15** Trincas nucleando em vazios de partículas e se unindo em um instrumento RaCe.

#### 5.3.4 MEV DOS INSTRUMENTOS EM 90% DA VIDA EM FADIGA

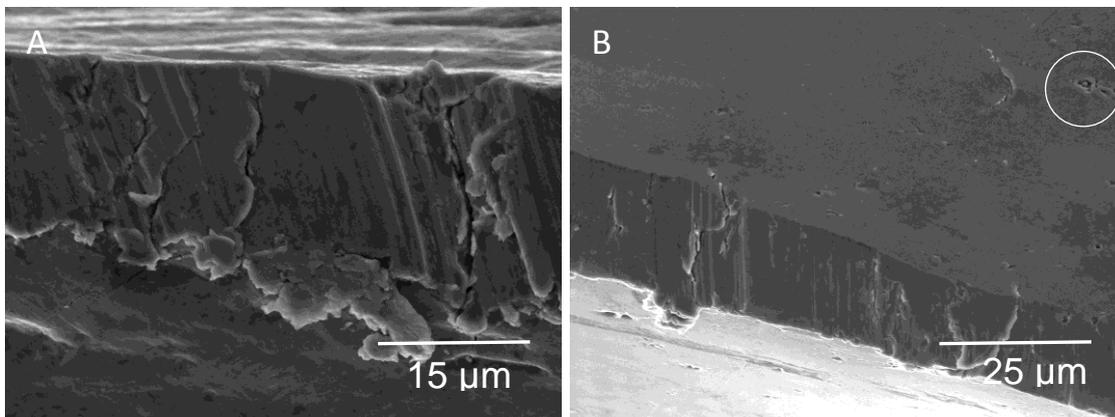
As imagens da microscopia eletrônica dos instrumentos em 90% da vida em fadiga estão apresentadas nas figuras 5.16 a 5.22. Observou-se maior abertura das trincas e desgaste superficial dos instrumentos.



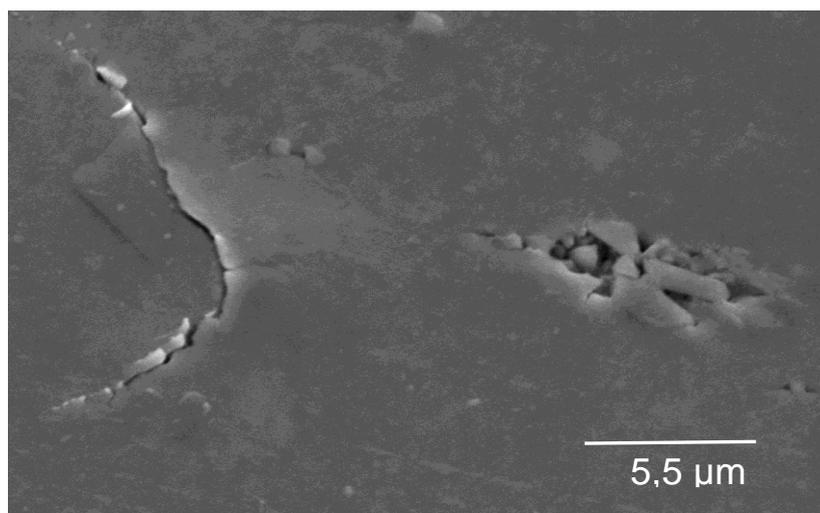
**FIG. 5.16** Morfologia dos instrumentos após 90% da vida em fadiga. Múltiplas trincas na região próxima a  $D_5$  dos instrumentos TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B).



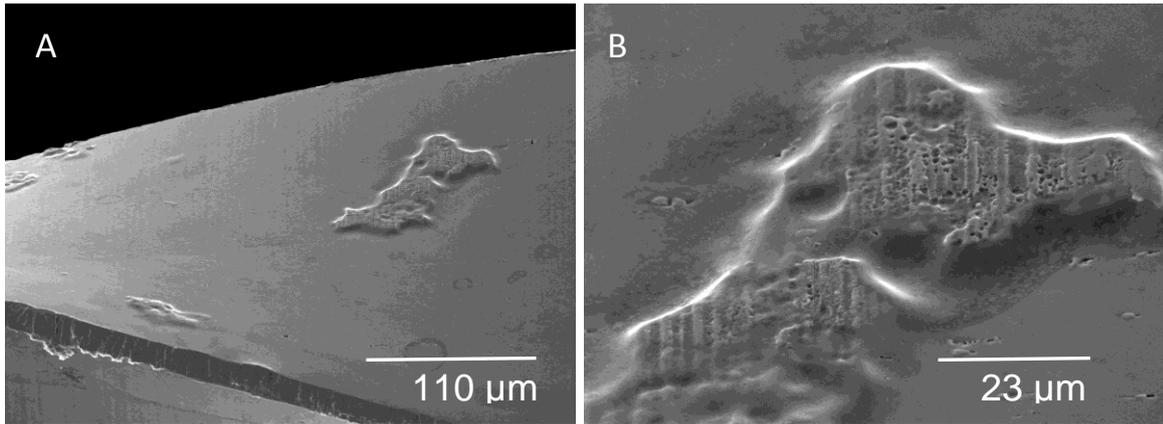
**FIG. 5.17** Aumento da extensão da trinca em direção ao núcleo do instrumento TF<sup>®</sup> (A). Trinca nucleada na aresta lateral de corte se propagando em direção a um vazio de partícula no núcleo do instrumento (B).



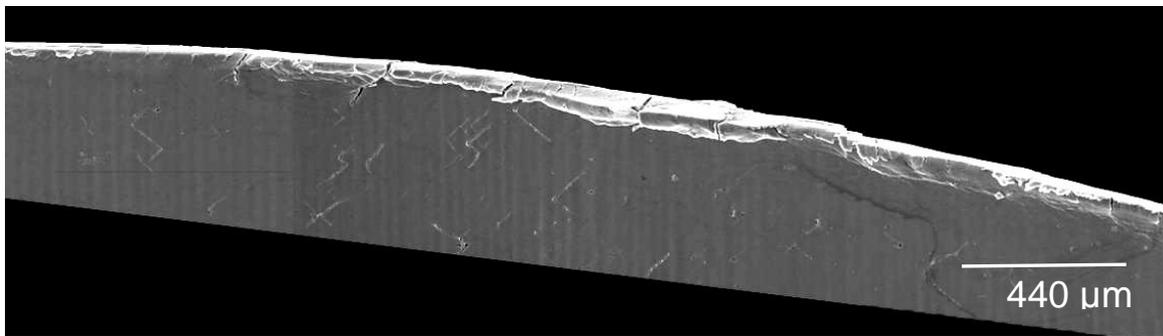
**FIG.5.18** Acentuado desgaste e presença de trincas TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B). Presença de desgaste evidenciando um grupo de inclusões marcado pelo círculo (B).



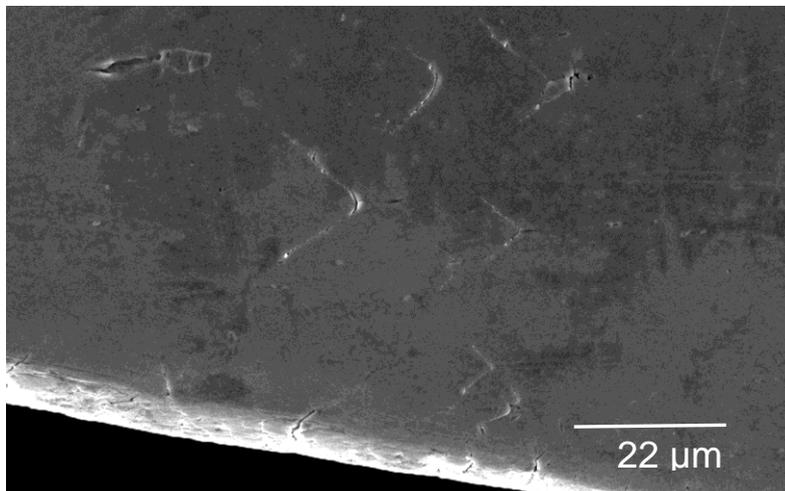
**FIG. 5.19** Região demarcada da figura anterior. Presença de diversas partículas agrupados em região de desgaste em um instrumento RaCe.



**FIG. 5.20** Aglomerados de partículas visíveis devido desgaste dos instrumentos RaCe (A). Detalhe da topografia dos aglomerados em maior aumento (B).



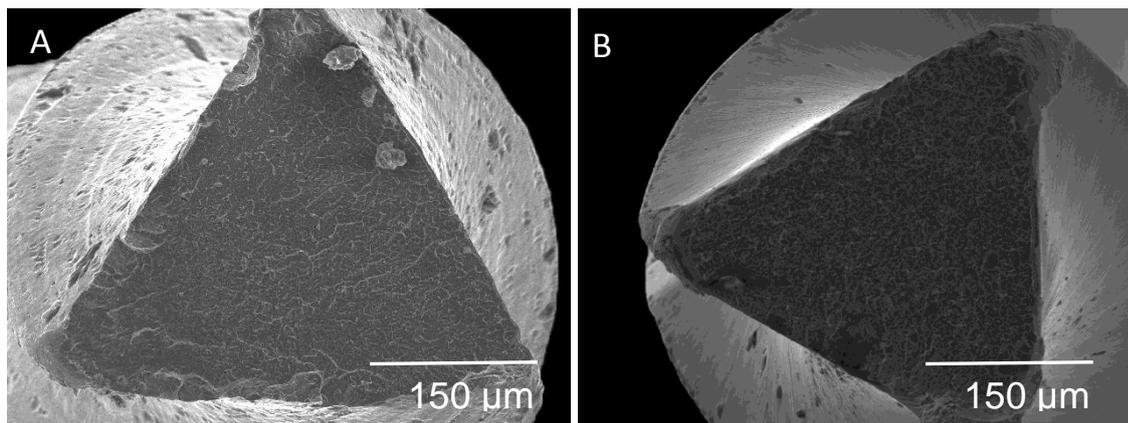
**FIG. 5.21** Região do centro de curvatura com trincas em forma de “V” responsáveis pelo padrão em “zig zag” da superfície de fratura.



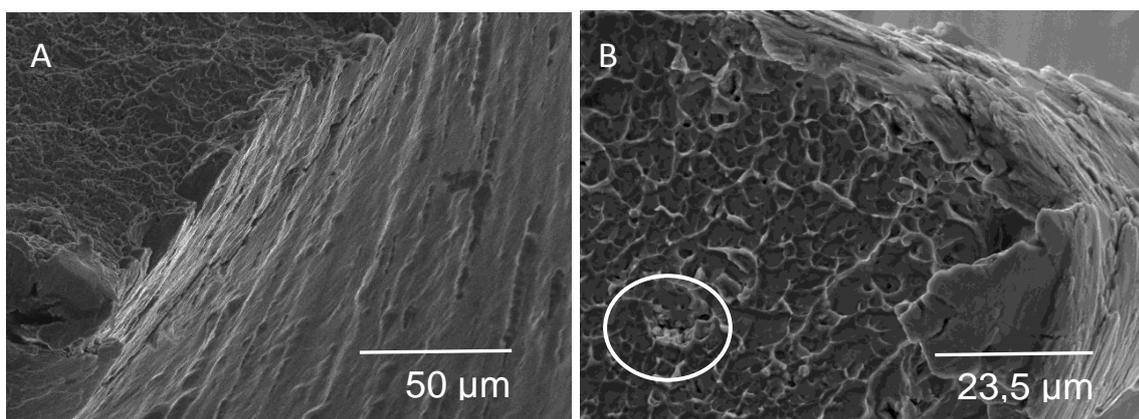
**FIG. 5.22** Trincas em forma de “V” evidentes em menor aumento e mais evidentes do que quando observadas em 70% da vida em fadiga.

### 5.3.5 ANÁLISE NO MEV DOS INSTRUMENTOS FRATURADOS

As superfícies de fratura após a fadiga estão apresentadas nas figuras 5.23 a 5.28. Os instrumentos foram inspecionados sem lavagem prévia no ultrassom para evitar o desprendimento das partículas, fato observado no preparo para microdureza Vickers e para avaliação metalográfica do núcleo. Por isto algumas imagens apresentam fragmentos que não fazem parte do instrumento.

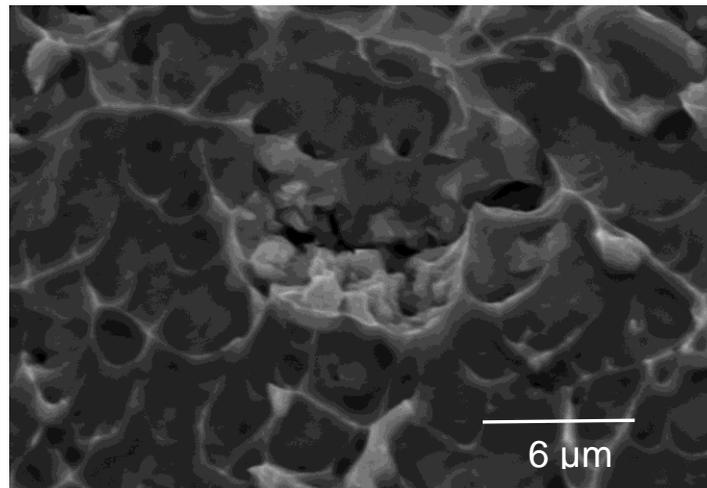


**FIG. 5.23** Seção reta transversal dos instrumentos TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B) fraturados por fadiga. Os vértices e as arestas apresentaram maior deformação plástica para os instrumentos RaCe. Nos instrumentos TF<sup>®</sup> ocorreu perda de material sob forma de lascas. É possível notar a diferença do acabamento nos canais helicoidais em ambos os instrumentos.

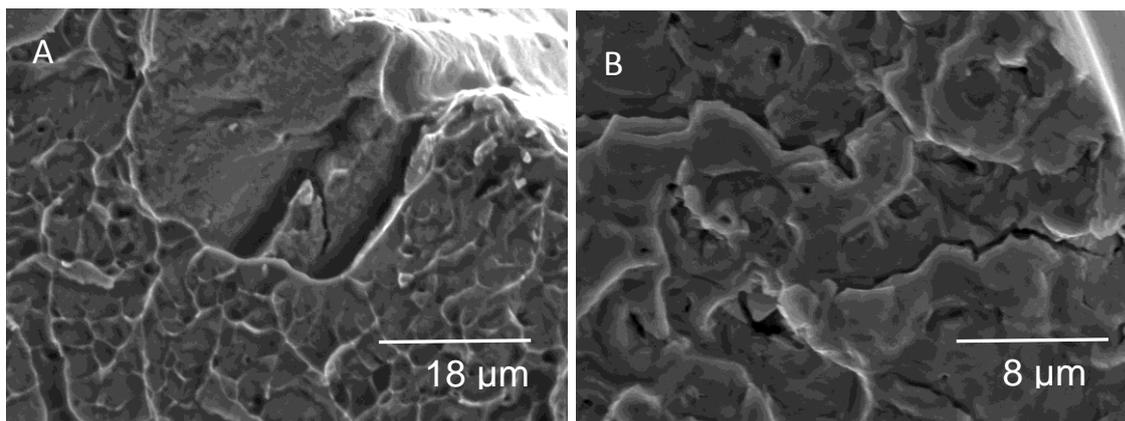


**FIG. 5.24** Junção da aresta da seção transversal e canal helicoidal do instrumento TF<sup>®</sup> (A) e vértice do RaCe (B). Ocorrência da perda de material em alguns pontos

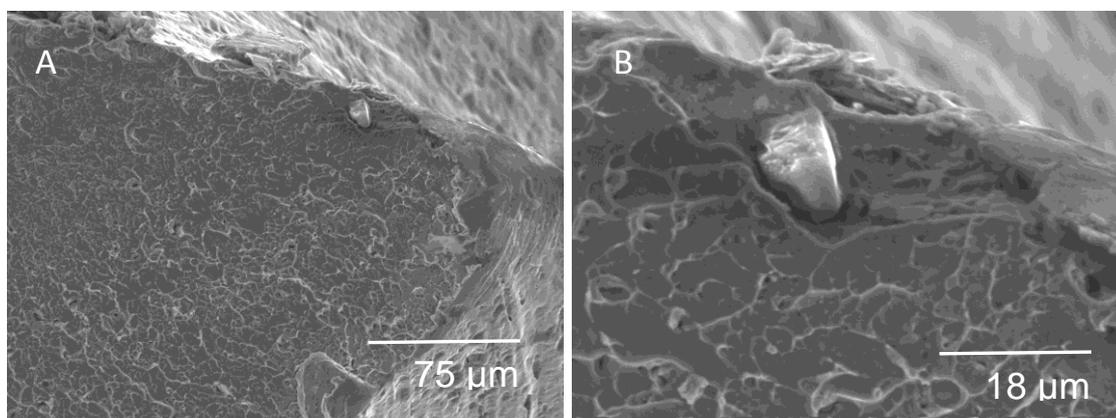
para o TF<sup>®</sup> (A) e maior deformação plástica para o RaCe (B). Presença de aglomerado de partículas demarcado pelo círculo em (B)



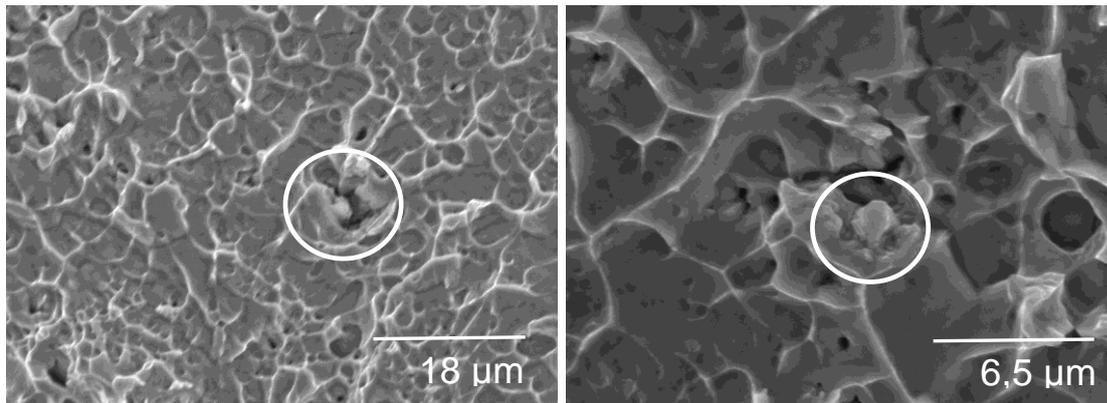
**FIG. 5.25** Maior aumento da área demarcada em (B) da FIG. 5.24 mostrando a presença de um aglomerado de partículas no instrumento RaCe.



**FIG. 5.26** Região próxima ao vértice do instrumento TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B) mostrando a presença de trinca no ponto crítico onde houve início da fratura.



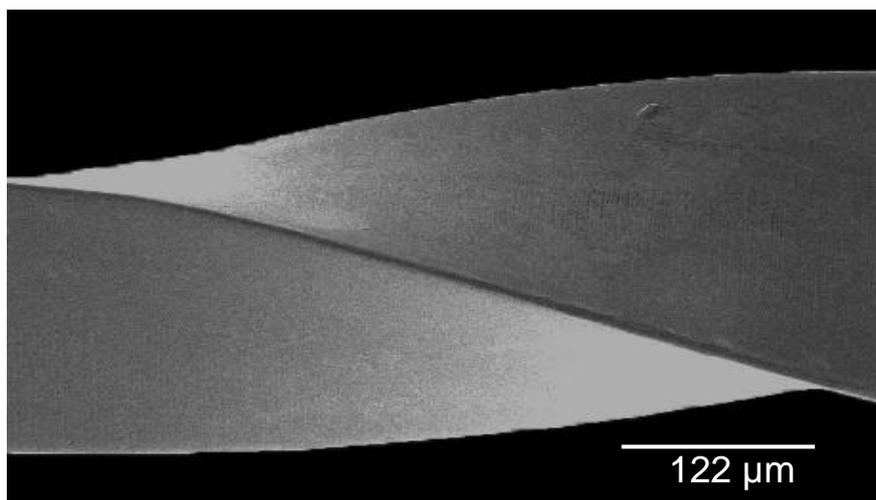
**FIG. 5.27** Partícula encontrada na borda da seção transversal do instrumento TF<sup>®</sup> (A) e em maior aumento em (B)



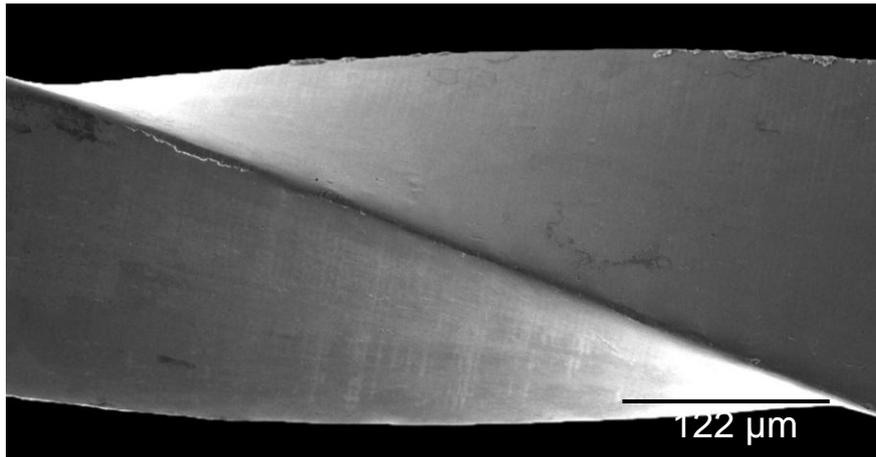
**FIG. 5.28** Topografia da superfície de fratura típica do modo dúctil com presença de partícula demarcada pelo círculo nos instrumentos TF<sup>®</sup> (A) e RaCe (B).

### 5.3.6 OBSERVAÇÃO DO DESGASTE DOS INSTRUMENTOS RaCe DURANTE O ENSAIO DE FLEXÃO ROTATIVA

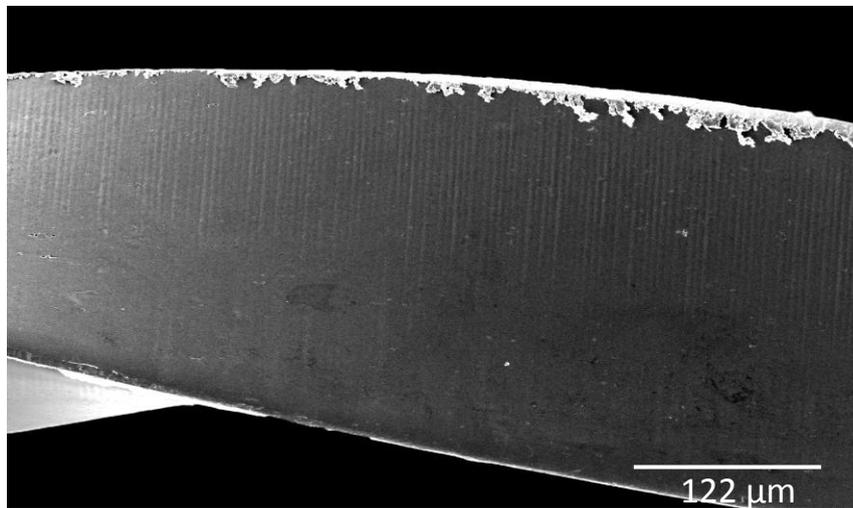
Devido ao bom acabamento superficial, os instrumentos RaCe permitiram a observação do desgaste da aresta lateral de corte. A evolução deste processo pode ser observado nas figuras 5.29 a 5.32.



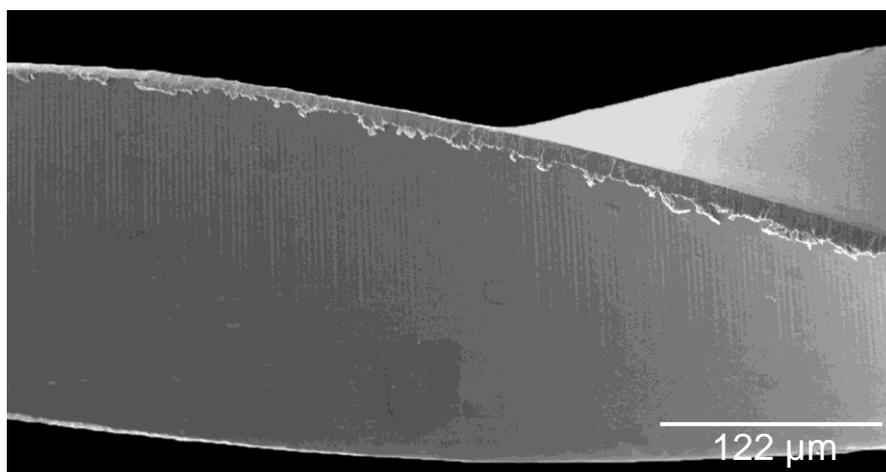
**FIG. 5.29** Morfologia da superfície do instrumento como recebido. Região da aresta de corte do instrumento RaCe.



**FIG. 5.30** Morfologia da superfície do instrumento após ensaio de fadiga após 60 ciclos. Região da aresta lateral de corte do instrumento RaCe mostrando o desgaste da aresta.



**FIG. 5.31** Aresta lateral com rebarbas após 85 ciclos.

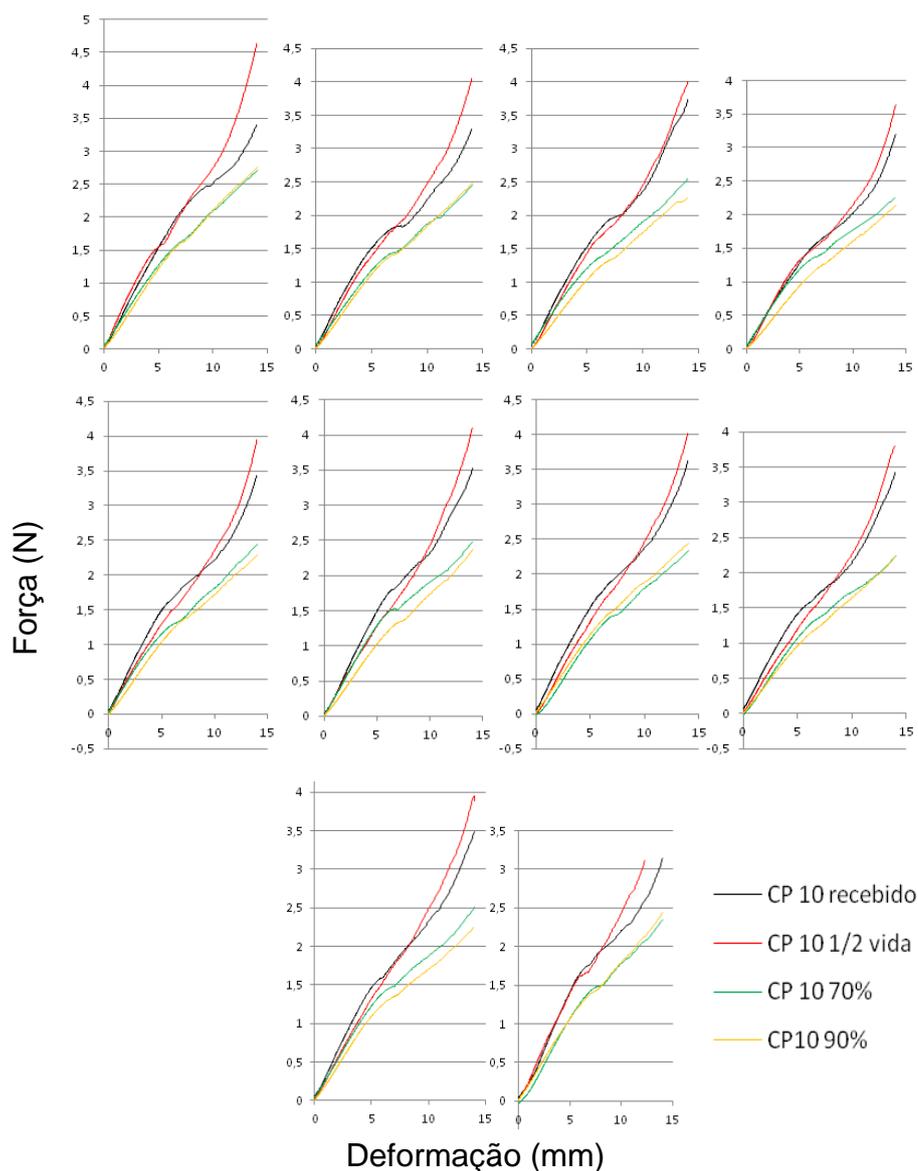


**FIG. 5.32** Aresta lateral de corte com rebarbas e trincas após 110 ciclos.

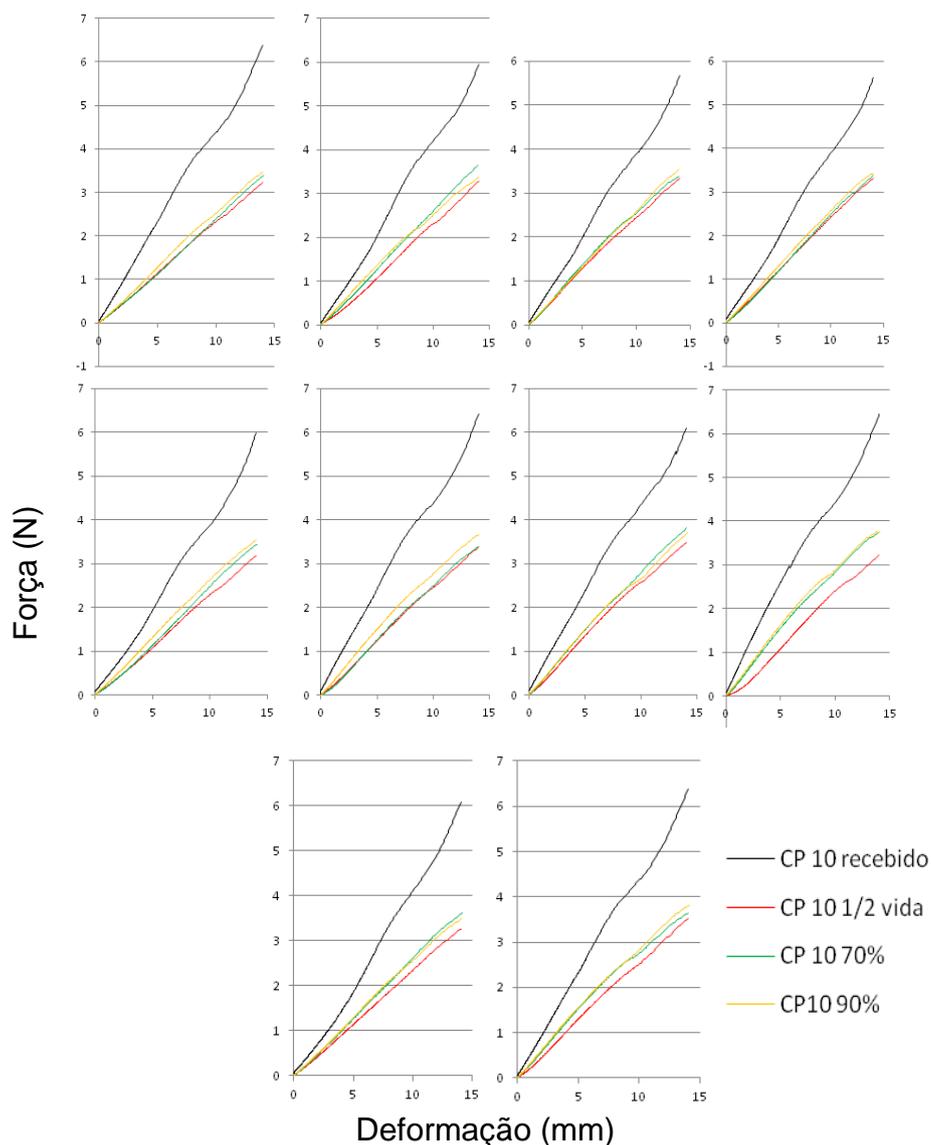
## 5.4 ENSAIO DE FLEXÃO EM 45°

Os relatórios completos dos ensaios de flexão em 45° estão apresentados no apêndice 9.4.

Em geral as curvas dos ensaios de flexão apresentaram o aspecto típico dos materiais que possuem SE, como mencionado no item 2.3.1. Os 10 instrumentos testados apresentaram comportamentos semelhantes. Nas figuras 5.33 e 5.34 são apresentadas as curvas representativas obtidas nos ensaios de flexão.



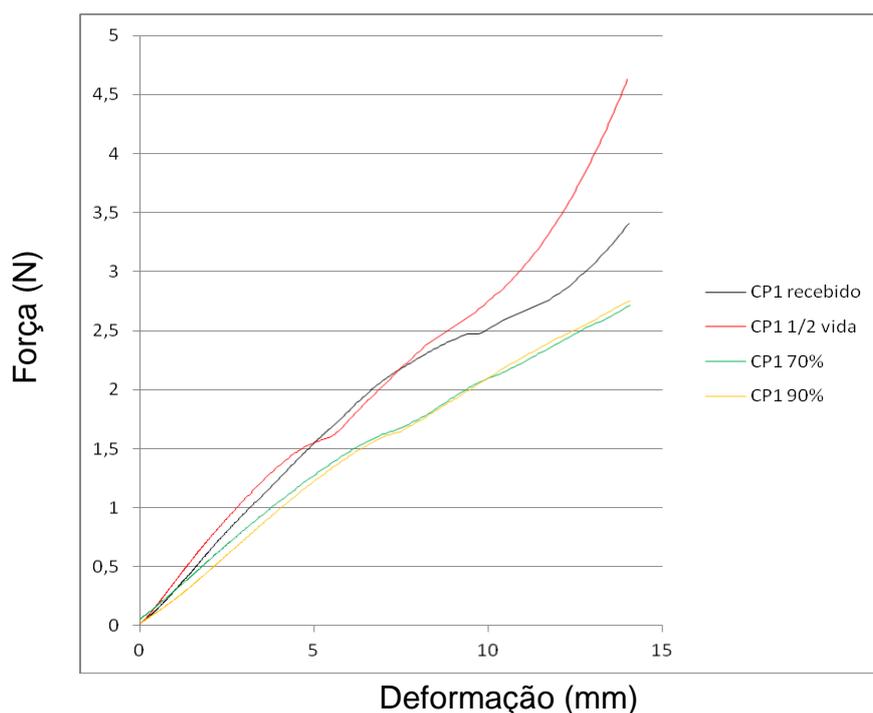
**FIG. 5.33** Padrão das curvas dos ensaios de flexão em 45° dos instrumentos TF<sup>®</sup> flexionados como recebidos, em 50%, 70% e 90% da vida em fadiga.



**FIG. 5.34** Padrão das curvas dos ensaios de flexão em 45° dos instrumentos RaCe flexionados como recebidos, em 50%, 70% e 90% da vida em fadiga.

#### 5.4.1 FLEXÃO EM 45° DOS INSTRUMENTOS TF<sup>®</sup> COMO RECEBIDO, EM 50, 70% E 90% DA VIDA EM FADIGA.

A força necessária para deformar os instrumentos TF<sup>®</sup> até a região dos patamares (flexão em 45°) variou com o tempo de ensaio de fadiga (como recebido, 50%, 70% ou 90%) (FIG. 5.35). Além disso, os valores da força máxima para flexionar o instrumento em 45° apresentaram diferenças estatisticamente significantes (TAB. 5.6).



**FIG. 5.35** Curvas do ensaio de flexão do instrumento TF<sup>®</sup> em 45° como recebido em 50%, 70% e 90% da vida em fadiga.

**TAB. 5.5** Valores médios da força (gf) para flexão em 45° dos instrumentos TF<sup>®</sup> (n=10) como recebido e em diferentes estágios de fadiga.

TF <sup>®</sup>	Recebido (gf)	50% (gf)	70% (gf)	90% (gf)
Média ± DP	308,49 ± 19,34	353,44 ± 23,41	230,54 ± 13,97	224,97 ± 16,96

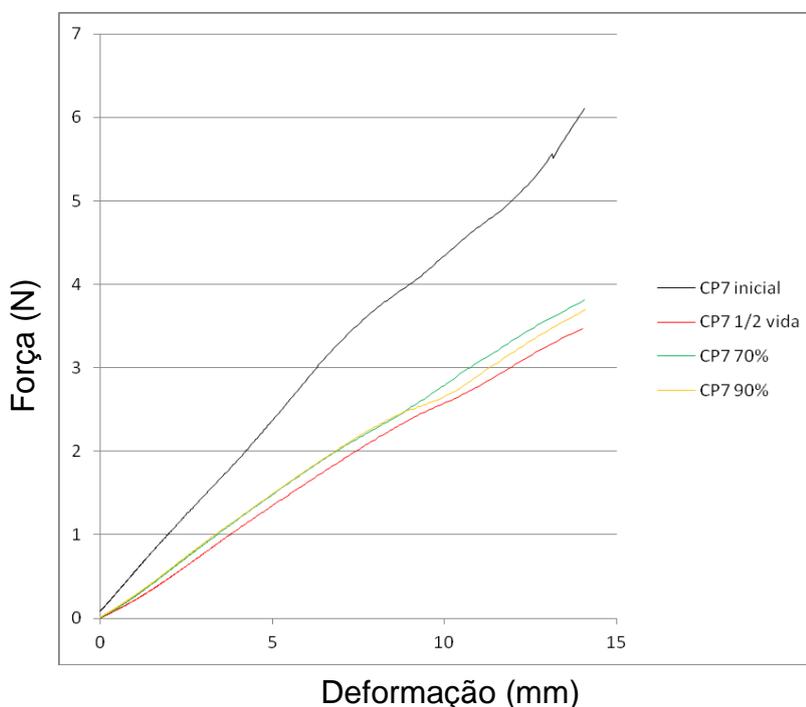
Os valores da força para flexionar os instrumentos TF<sup>®</sup> após os diferentes estágios de fadiga foram submetidos a análise estatística utilizando o teste t pareado com nível de significância em 5%. Para todas as combinações possíveis, constatou-se que não houve diferença estatisticamente significativa na comparação das forças para flexionar os instrumentos TF<sup>®</sup> fadigados em 70 e 90% ( $p > 0,05$ ). Para as demais condições houve diferença estatística significativa ( $p \leq 0,05$ ).

**TAB. 5.6** Valores de p das combinações dos ensaios de flexão em 45° nos instrumentos TF<sup>®</sup> para os estágios de fadiga estabelecidos pelo estudo.

Nível de Fadiga	recebido	50%	70%	90%
recebido		p = 0,001	p = 0,001	p = 0,001
50%			p = 0,001	p = 0,001
70%				p = 0,161
90%				

#### 5.4.2 FLEXÃO EM 45° DOS INSTRUMENTOS RaCe COMO RECEBIDO, EM 50, 70 E 90% DA VIDA EM FADIGA.

Os patamares para flexionar os instrumentos RaCe em 45° apresentaram aspecto diferente dos TF<sup>®</sup> de acordo com o tempo de paralisação do ensaio de fadiga (como recebido, 50%, 70% ou 90%) (FIG. 5.36). Além disto, os valores da força máxima para flexionar o instrumento à 45° apresentaram diferenças estatisticamente significantes (TAB. 5.7).



**FIG. 5.36** Curvas do ensaio de flexão do instrumento RaCe em 45° como recebido em 50%, 70% e 90% da vida em fadiga.

**TAB. 5.7** Valores médios da força (gf) para flexão em 45° dos instrumentos RaCe (n=10) como recebido e em diferentes estágios de fadiga.

Instrumento	Recebido (gf)	50% (gf)	70% (gf)	90% (gf)
Média ± DP	553,08 ± 28,44	315,33 ± 11,77	340,13 ± 17,13	344,68 ± 14,99

Os valores da força para flexionar os instrumentos RaCe nos diferentes estágios de fadiga foram submetidos a análise estatística utilizando o teste t pareado com nível de significância em 5% para todas as combinações possíveis, onde constatou-se que não houve diferença estatisticamente significativa na comparação das forças para flexionar os instrumentos TF<sup>®</sup> fadigados em 70 e 90% ( $p > 0,05$ ). Para as demais condições houve diferença estatística significativa ( $p \leq 0,05$ ).

**TAB. 5.8** Valores de p das combinações dos ensaios de flexão em 45° nos instrumentos RaCe para os estagios de fadiga estabelecidos pelo estudo.

Nível de Fadiga	recebido	50%	70%	90%
recebido		p = 0,001	p = 0,001	p = 0,001
50%			p = 0,002	p = 0,001
70%				p = 0,362
90%				

#### 5.4.3 COMPARAÇÃO DA FLEXÃO EM 45° DOS INSTRUMENTOS TF<sup>®</sup> E RaCe

Os valores médios da força (gf) para flexionar os 10 instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe o em 45° como recebido pelo fabricante e em 50%, 70% e 90% da vida em fadiga estão apresentados na TAB.5.9. Os valores da força para flexionar cada instrumento em 45° nas condições de fadiga estudadas se encontram no apêndice 9.4.

**TAB. 5.9** Valores médios da força (gf) para flexionar os instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe como recebidos, em 50, 70 e 90% da vida em fadiga no ensaio de flexão em 45°.

Instrumento	Como recebido	50%	70%	90%
TF <sup>®</sup>	308,49 ± 19,34	353,44 ± 23,41	230,54 ± 13,97	224,97 ± 16,96
RaCe	553,08 ± 28,44	315,33 ± 11,77	340,13 ± 17,13	344,68 ± 14,99

Os valores das forças para flexionar os instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe como recebidos, em 50, 70 e 90% da vida em fadiga em 45° foram submetidos a análise estatística. Foi utilizando o teste t-student com nível de significância em 5%, onde se constatou que  $p = 0,001$  ( $p \leq 0,05$ ). Portanto, houve diferença estatística entre os grupos testados.

Nas condições de como recebido, em 70 e 90% da vida em fadiga, os instrumentos TF<sup>®</sup> necessitaram menor força para atingir o ângulo de 45° quando comparados aos RaCe. Porém, na condição de 50% da vida em fadiga estes instrumentos apresentaram maior força para serem flexionados.

## 5.5 ENSAIO DE FLEXÃO ROTATIVA

Após o ensaio do primeiro grupo de instrumentos até a fratura, fez-se a estimativa do possível tempo para atingir 50%, 70% e 90% da vida. Na TAB.5.10 são mostrados os tempos estimados, o tempo medido para atingir os 10% do final da vida e o tempo total para a fratura. A tabela contendo os valores para cada instrumento está apresentada no apêndice 9.5.

**TAB. 5.10** Tempos parciais (segundos) e para a fratura dos instrumentos TF<sup>®</sup> (n=10) e RaCe (n=10) submetidos à flexão rotativa. Médias do tempo total para fratura e número de ciclos para a fratura (NCF).

Instrumento	50%	70%	90%	10% final	Tempo (s)	NCF
TF <sup>®</sup>	40	16	16	14,7 ± 8,33	86,7 ± 8,33	433,5 ± 41,64
RaCe	12	5	5	7,4 ± 3,69	29,4 ± 3,69	147 ± 18,44

Os valores médios do número de ciclos e tempo para a fratura dos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe foram submetidos a análise estatística utilizando o teste t-student com nível de significância em 5%. Constatou-se que  $p = 0,001$  ( $p \leq 0,05$ ), ou seja, houve diferença estatística significativa entre os grupos testados.

**TAB. 5.11** Tempo total e NCF médios para fratura dos 10 instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe submetidos ao ensaio de flexão rotativa sem paralisação do ensaio.

Instrumento	Tempo		NCF	
	TF <sup>®</sup>	RaCe	TF <sup>®</sup>	RaCe
Média	80,4 ± 8,57	25,2 ± 5,43	414,86 ± 44,27	130,03 ± 28,03

O número de ciclos para a fratura dos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe com e sem interrupção do ensaio foram submetidos a análise estatística utilizando o teste t-student com nível de significância em 5%. Constatou-se que  $p = 0,345$  ( $p > 0,05$ ) para os instrumentos TF<sup>®</sup> e  $p = 0,127$  ( $p > 0,05$ ) para os instrumentos RaCe. Portanto não houve diferença estatística significativa entre os grupos testados.

## 5.6 MICRODUREZA VICKERS DOS INSTRUMENTOS

Os resultados médios da microdureza Vickers dos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe se encontram na TAB. 5.12. Os valores da microdureza de cada instrumento se encontram no apêndice 9.6.

**TAB. 5.12** Valores médios da microdureza Vickers dos instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe.

Instrumento (n=5)	TF <sup>®</sup> (HV)	RaCe (HV)
Média	272,4 ± 31,6	330,04 ± 16,12

Os resultados da microdureza média dos instrumentos foram submetidos a análise estatística através do teste t-student que constatou que  $p \leq 0,05$  ( $p=0,007$ ). Portanto, há diferença estatisticamente significativa entre os grupos testados.

## 6 DISCUSSÃO

### 6.1 CARACTERIZAÇÃO MORFOMÉTRICA

Como mencionado por LOPES et al., 2004; LOPES et al., 2000; MOREIRA (2006) e CASTRO (2010), as dimensões dos instrumentos endodônticos influenciam em suas propriedades mecânicas. Em consequência, nos trabalhos de análise das propriedades destes instrumentos, a secção transversal e as dimensões devem ser equivalentes e atender a recomendação da norma nº 28 da American Dental Association. No presente trabalho, as dimensões analisadas nos instrumentos atenderam a tolerância dimensional preconizada por esta norma (TAB. 5.1 e TAB. 5.2).

A base da ponta dos instrumentos foram analisadas, pois ela é uma região crítica para o controle da qualidade durante a fabricação. Quando o fabricante possui capacidade para controlar as dimensões desta região as outras partes do instrumento possivelmente estarão dentro das dimensões desejadas. No presente trabalho foram verificadas a conicidade e o diâmetro da ponta. A conicidade depende das dimensões de dois diâmetros e da distância entre eles. Quando a conicidade é coerente com o valor nominal estabelecido pelo fabricante, as medidas dos demais diâmetros atendem os padrões especificados. Por isto estes dois pontos foram escolhidos para avaliação da morfometria dos instrumentos.

O instrumento TF<sup>®</sup> apresentou a tendência em possuir um maior diâmetro da ponta (0,24 mm) em relação o RaCe (0,23 mm). Porém o valor médio não é relevante, pois o desvio padrão mostrou que há uma variação de 0,01 para os 2 instrumentos. Em consequência os valores das dimensões do instrumento RaCe e TF<sup>®</sup> não apresentaram diferença estatística significativa. Com base apenas neste resultado, era esperado que os instrumentos apresentassem propriedades mecânicas semelhantes. No entanto, para a flexão do instrumento TF<sup>®</sup> foi necessário uma força de 308,49 gf, enquanto que para o RaCe foi necessário 553,08 gf (TAB. 5.9). Portanto, a força necessária para flexão em 45° dos instrumentos TF<sup>®</sup> é aproximadamente 44% menor que a do instrumento RaCe. Este comportamento será analisado em item subsequente.

As medidas dos diâmetros dos instrumentos para o cálculo da conicidade foram realizadas em  $D_3$  e  $D_{13}$ . A região entre estes dois pontos é a mais solicitada na aplicação clínica, é a mais crítica e compreende a parte de trabalho dos instrumentos. Os valores encontrados para ambos os instrumentos foram compatíveis com a conicidade nominal fornecida pelos fabricantes (TAB. 5.2). Este resultado mostra que existe controle dimensional por parte dos fabricantes, apesar de usarem processos de fabricação diferentes. Isto mostra que é possível fabricar instrumentos com liga de NiTi tanto por usinagem quanto por torção com uma boa precisão dimensional.

Existem várias configurações de canais com diversos raios de curvatura, por exemplo, CASTRO (2010) utilizou uma configuração com ponto crítico (região com maior probabilidade de fratura) em  $D_3$ . No entanto, na clínica, a região crítica apical dista 5 mm do ápice radicular, uma vez que neste local se encontram grande parte dos acidentes anatômicos. Em consequência, no presente trabalho a configuração do canal utilizada foi tal que o ponto crítico (centro de curvatura) ficou localizado em  $D_5$ , região 5 mm distante da ponta do instrumento (FIG. 4.2). Esta mesma forma de canal foi utilizada por MOREIRA (2006). Além disto, em  $D_5$ , o volume de material é maior, a flexibilidade é menor e a possibilidade de fratura é maior (LOPES 2004).

## 6.2 ANÁLISE QUÍMICA E MICROESTRUTURAL

Verificou-se que os instrumentos apresentaram austenita (B2) à temperatura ambiente e ausência de martensita. Normalmente, durante a preparação da amostra para análise microscópica pode ocorrer a transformação austenita-martensita, apesar dos cuidados tomados. Durante o corte, lixamento e polimento podem ocorrer aquecimento e deformação plástica microscópica da amostra. No presente trabalho a técnica de preparação das amostras foi adequada, uma vez que não foi observada a transformação austenita-martensita. Segundo Zurbitu (ZURBITU et al., 2009), a transformação martensítica é sensível à temperatura e a variação de apenas 2 °C pode induzir a transformação de fase. A presença de agulhas de martensita (B19') à temperatura ambiente é o indicativo que o preparo do corpo de prova foi inadequado devido a criação de defeitos que impossibilitam a reversão da martensita. Esta observação é importante também para a preparação da amostra

para medida da microdureza Vickers, uma vez que pode ocorrer a transformação martensítica.

As composições químicas (TAB. 5.3) obtidas através de EDS foram compatíveis com as mencionadas por OTSUKA & WAYMAN (1998), OTSUKA & REN (2005), MAGALHÃES (2010) e CASTRO (2010) para a liga de NiTi.

Ao avaliar a porcentagem atômica dos elementos encontrada neste estudo pode-se constatar que as ligas em questão são ricas em Ni (TAB. 5.3). A maior porcentagem de Ni explica a formação das partículas observados em ambos os instrumentos que puderam ser observados na microscopia eletrônica de varredura (FIG. 5.28). A tendência da liga NiTi equiatômica convencional é formar uma matriz homogênea livre de outras fases sólidas. Porém, como mostra o diagrama de fase (FIG. 2.3) quando há mais átomos de Ni o sistema procura consumir estes átomos formando o precipitado no momento da solidificação.

A presença de partículas está relacionada à transformação de fase passando pela fase R (MIYAZAKI et al., 1986). O resultado da análise EDS mostrou que o instrumento TF<sup>®</sup> possuiu uma tendência a ter maior teor de Ni em relação ao RaCe (TAB. 5.3). Possivelmente, o fabricante para induzir a presença da fase R e de partículas e, para permitir a deformação por torção da matéria prima durante a produção dos instrumentos, aumentou o teor de Ni da liga. Por outro lado, considerando que os instrumentos RaCe são fabricados por usinagem, não há a necessidade da fase R para permitir a deformação plástica da matéria prima. Os resultados de ensaio de flexão (FIG. 5.33 e FIG. 5.34) confirmam esta hipótese mostrando platô de transformação mais definido para o instrumento TF<sup>®</sup>.

O diagrama de fases apresentado por OTSUKA & REN (2005) (FIG. 2.3) mostra que a quantidade das partículas é sensível ao percentual de Ni que a liga apresenta. Eles são formados na faixa de 50 e 57% de porcentagem atômica de Ni. Quanto maior a porcentagem do elemento Ni, maior a quantidade de partículas formados. Isto corrobora com os resultados encontrados no EDS, que apesar de semi-quantitativo, mostrou uma pequena diferença no teor de Ni para os instrumentos testados. Devido ao erro do método não se pode afirmar que os teores de Ni nas ligas são diferentes, mas os instrumentos TF<sup>®</sup> tendem a apresentar maior teor de Ni.

Isto pode explicar o fato da quantidade de partículas observadas nos instrumentos TF<sup>®</sup> ter sido maior que a encontrada nos instrumentos RaCe. Outro fato importante é que nos instrumentos TF<sup>®</sup> as partículas se apresentaram de forma dispersa enquanto que nos RaCe eles foram observados sob forma de aglomerados. O motivo para a aglomeração ou dispersão das partículas pode se relacionar com a homogeneização do material no processamento termomecânico do fio máquina. A liga do fio dos instrumentos RaCe provavelmente não sofreram uma homogeneização tão adequada quanto a do TF<sup>®</sup>.

Em relação à microestrutura das ligas NiTi, a coexistência de austenita e martensita na temperatura ambiente é possível e foi observada por MIYAI et al. (2006) e CASTRO (2010) através da difração de raios X. Porém neste trabalho os difratogramas de ambos os instrumentos mostraram somente picos de austenita assim como encontrado por MAGALHÃES (2010) para os mesmos instrumentos. A martensita encontrada pelos primeiros autores não foi induzida por nenhum defeito inserido, pois eles foram analisados como recebido pelo fabricante.

A ausência de martensita nos instrumentos TF<sup>®</sup> pode ser atribuída ao processo de fabricação por torção. A torção é feita na fase R e não induz o encruamento do material, não gera defeitos que poderiam aprisionar a martensita, uma vez que a deformação é feita na fase R.

Os resultados de difração de raios-X corroboram os resultados metalográficos. Os difratogramas não possuem picos de martensita e da fase R no material (FIG. 5.2 e FIG. 5.3). A ausência da fase R era esperada, pois a fase R é uma martensita metaestável formada na transição de B2 para B19' (OTSUKA & REN 2005). Segundo o fabricante os instrumentos TF<sup>®</sup> possuem fase R, a qual proporciona maior flexibilidade ao instrumento. Esta fase pode estar presente durante a fabricação, mas não é estável à temperatura ambiente e não foi encontrada no instrumento acabado. Se esta fase pode estar sob a forma retida no material ela deve se encontrar em uma quantidade muito pequena tornando sua detecção difícil.

Após os ensaios de flexão rotativa, esperava-se que fossem encontrados picos de martensita aprisionada no material devido à fadiga sofrida, pois, discordâncias geradas pelo encruamento podem aprisionar esta fase. Entretanto, a afirmação da inexistência da mesma pode ser um equívoco, pois ela pode estar

localizada no núcleo do instrumento onde a técnica experimental utilizada não teve resolução para detectar. A difração de raios-X só é capaz de revelar a estrutura cristalina a cerca de 50 $\mu$ m da superfície (BRANTLEY et al., 2002).

A detecção de martensita na liga de NiTi é difícil, pois qualquer trabalho mecânico ou térmico pode alterar a microestrutura do material. Uma pequena variação de temperatura pode levar a transformação de fase da liga (ZURBITU et al., 2009). Uma alternativa para detectar a presença de martensita seria utilizar uma técnica que não exigisse o preparo do corpo de prova para a difração de raios-X ou para a ressonância nuclear magnética. Foram feitas tentativas para determinar a presença de martensita usando a ressonância. Entretanto, a tentativa foi inviável, pois, a martensita da liga NiTi (tipo B19') não é magnética como no aço inoxidável (tipo B19).

Segundo OTSUKA & WAYMAN (1998) as ligas de NiTi contendo cerca de 55% de Ni e 45% de Ti exibem superelasticidade. As ligas dos instrumentos estudados neste trabalho possuem composição nesta faixa (TAB. 5.3) e a superelasticidade pôde ser constatada através dos testes de flexão à 45° que exibiram curvas (FIG. 5.35 e FIG. 5.36) com padrões similares aos apresentados por estudos como de LIU et al., (1998); SHIMIDT et al., (2006); SHAW et al., (2008); MALETTA et al., (2009); ZURBITU et al., (2009); MANJERI et al., (2010) e VIEIRA et al., (2010).

As partículas encontradas nas ligas de NiTi ricas em Ni possuem influência na transformação de fase, onde a nucleação ocorre com uma morfologia semelhante a uma estrela. Os precipitados atuam como sítios preferenciais de nucleação de martensita e funcionam como obstáculos para a propagação de interfaces de martensita (LOPEZ et al., 2001). Portanto, os ensaios mecânicos tanto de flexão à 45° quanto o de flexão rotativa foram influenciados pela existência das partículas que se distribuíram de maneira diferente para os dois tipos instrumentos.

## 6.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A pesar das diferenças nas propriedades mecânicas e de acabamento dos instrumentos estudados, as análises após os ensaios de flexão rotativa, mostraram a presença de trincas com crescimentos e distribuição semelhantes. Esta constatação foi verificada nas análises após os diferentes tempos do ensaio de fadiga. Apesar das vidas em fadiga serem diferentes entre os instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe, as morfologias das trincas foram semelhantes. Não foi possível comparar as formas das trincas para tempos iguais de ensaios, pois os instrumentos TF<sup>®</sup> possuem uma vida em fadiga 66% maior que os RaCe. Logo, os últimos não chegariam nem a meia vida dos TF<sup>®</sup>.

Foi possível observar partículas distribuídas em ambos os instrumentos, tanto nos núcleos quanto nas superfícies (FIG. 5.1 e FIG. 5.28). Isto está de acordo com a análise química semiquantitativa por EDS. A microscopia eletrônica de varredura permitiu avaliar a distribuição e a quantidade destas partículas que influenciaram nos resultados dos ensaios mecânicos.

### 6.3.1 ANÁLISE NO MEV DOS INSTRUMENTOS COMO RECEBIDOS

Através da observação da orientação das ranhuras oriundas do processo de fabricação é possível estimar a metodologia de produção. As ranhuras longitudinais indicam que os instrumentos foram fabricados por torção (FIG. 5.4 A) e as ranhuras transversais indicam que foram usinados (FIG. 5.6 B). Com a observação da superfície de acabamento fica claro o processo de torção dos instrumentos TF<sup>®</sup> (FIG. 5.6 A) e a usinagem dos RaCe (FIG. 5.6 B). O acabamento superficial influencia na vida em fadiga, pois os defeitos atuam como concentradores de tensão (LOPES et al., 2010) e como centros de nucleação de trincas.

Teoricamente, nos instrumentos usinados a orientação destes defeitos favorece a fratura já que estes estão na mesma direção de propagação da trinca (FIG. 5.6 B). Enquanto que no instrumento torcido as ranhuras possuem orientação desfavorável para propagar e formar a superfície de fratura (FIG. 5.4 A). Este seria um dos fatores que favoreceram a maior vida em fadiga dos instrumentos TF<sup>®</sup> quando comparados com os RaCe (TAB. 5.10).

A vida em fadiga dos instrumentos TF<sup>®</sup> é maior que dos RaCe. Este resultado não pode ser associado somente ao acabamento superficial, uma vez que os instrumentos RaCe possuem melhor acabamento. Deve-se analisar a presença e orientação dos defeitos oriundos do processo de fabricação dos instrumentos. O instrumento TF<sup>®</sup>, apesar de possuir maior número de defeitos, a orientação das ranhuras oriundas do processo de fabricação possui orientação desfavorável ao estado de tensão que induz o crescimento das trincas. No instrumento TF<sup>®</sup>, as trincas formadas nas ranhuras possuem tendência de crescerem longitudinalmente ao eixo do instrumento com abertura na direção das tensões normais. Ao passo que nos instrumentos RaCe há a tendência das trincas nuclearem e crescerem na direção das ranhuras, acompanhando as tensões cisalhantes induzidas pelo estado de torção e com menor deformação plástica. A quantidade de defeitos encontrados nos instrumentos TF<sup>®</sup> é maior que os encontrados nos RaCe. Isto poderia sugerir que na clínica existe menor segurança na utilização deste instrumento.

As microcavidades encontradas nas superfícies dos instrumentos TF<sup>®</sup> (FIG. 5.6 A) são vazios de onde se desprenderam partículas. As partículas foram localizadas em toda a superfície do instrumento, inclusive em seu núcleo, como observado na FIG. 5.1. A presença de partículas dificulta o acabamento do instrumento TF<sup>®</sup>, uma vez que durante o processamento do fio, eles são removidos deixando vazios na superfície. Enquanto que os instrumentos RaCe apresentam superfície lisa com melhor acabamento superficial.

A vida em fadiga dos instrumentos TF<sup>®</sup> é maior que as do RaCe. Este comportamento pode ser associado a vários fatores, entre eles:

- a) composição química,
- b) distribuição de partículas,
- c) flexibilidade e,
- d) microdureza Vickers.

As arestas laterais de corte dos instrumentos TF<sup>®</sup> apresentaram rebarbas e descontinuidades (FIG. 5.7 A). Os instrumentos RaCe apresentaram arestas de corte bem definidas e planas (FIG. 5.7 B), o que pode influenciar positivamente na capacidade de corte do instrumento. Devido ao acabamento ruim a observação do desgaste do instrumento TF<sup>®</sup> durante a rotação no interior do canal simulado foi prejudicada, por isto esta análise foi feita somente para os instrumentos RaCe.

### 6.3.2 ANÁLISE NO MEV DOS INSTRUMENTOS APÓS A MEIA VIDA EM FADIGA

Após o ensaio de flexão até a meia vida, os instrumentos RaCe apresentaram deformação plástica em sua aresta lateral de corte ficando similar aos instrumentos TF<sup>®</sup> (FIG. 5.8 e FIG. 5.9). Um material com este tipo de defeito perde, em parte, sua capacidade de corte, que é uma função primordial para a remoção mecânica de dentina das paredes dos canais radiculares.

Pode-se observar a nucleação de trincas pequenas e esparsas, visíveis somente em aumentos entre 3000 e 4500 x. A nucleação das trincas ocorreu preferencialmente em regiões com defeitos ou nos vazios deixados pela remoção das partículas que funcionaram como concentradores de tensão (FIG 5.10). As trincas encontradas apresentaram tamanhos na faixa de 5 a 20 µm.

### 6.3.3 ANÁLISE NO MEV DOS INSTRUMENTOS APÓS 70% DA VIDA EM FADIGA

Nesta condição ambos os instrumentos apresentaram um aumento considerável no número de trincas, principalmente na região equivalente ao centro de curvatura do canal. Nesta etapa pôde-se observar o crescimento das trincas que passaram a ser visíveis com aumentos de 2000 x (FIG. 5.11 e FIG. 5.12).

Pode-se constatar que de fato o ponto de maior concentração de tensão foi em D<sub>5</sub> de acordo com MOREIRA (2006). A utilização do instrumento até 70% da sua vida induziu múltiplas trincas de grandes proporções que foram encontradas neste ponto. Na região circunvizinha a D<sub>5</sub> foram encontradas trincas menores, inerentes a menores níveis de tensão (FIG. 5.13 e FIG. 5.14).

Com a evolução das trincas pôde-se observar que os defeitos superficiais, como os vazios de partículas e ranhuras, influenciam na vida em fadiga e na morfologia da superfície de fratura (FIG 5.13 B). Foram observadas trincas com propagação na forma de “zig-zag” como mencionado por (LOPES et al., 2010). Os centros nucleadores das trincas formam pequenas trincas em forma de “V” que posteriormente coalescem e geram este padrão em forma de “zig-zag” (FIG. 5.15).

#### 6.3.4 ANÁLISE NO MEV DOS INSTRUMENTOS APÓS 90% DA VIDA EM FADIGA

Nesta etapa do trabalho pode-se constatar a presença de aglomerados de partículas nos instrumentos RaCe (FIG. 5.18, FIG. 5.19 e FIG. 5.20), os quais não foram observados nos instrumentos TF<sup>®</sup>. Nos instrumentos TF<sup>®</sup> as partículas apresentaram distribuição dispersa (FIG. 5.6 A e FIG. 5.1). Esta organização das partículas de forma diferente no corpo do instrumento gera estados de tensões diferenciados que influenciam na TMIT e na sua vida em fadiga.

O aglomerado de partículas nos instrumentos RaCe ficou evidenciado devido ao estágio avançado de desgaste do instrumento. Estes aglomerados funcionam como grandes vazios e concentradores de tensão que favorecem a separação do material (FIG. 5.20). Os vazios dispersos dos TF<sup>®</sup> facilitaram a nucleação de diversas trincas em “V” (FIG. 5.21 e FIG. 5.22) e aumentaram o raio das pontas das trincas formadas, gerando seu embotamento. Com base na teoria da mecânica de fratura, o aumento do raio da trinca dificulta a propagação dos defeitos e absorve parte da energia que seria empregada na propagação das trincas, isto dificulta o processo de fratura.

#### 6.3.5 ANÁLISE NO MEV DOS INSTRUMENTOS FRATURADOS

Normalmente, a técnica de preparo de amostras para observação dos instrumentos endodônticos em microscopia eletrônica de varredura envolve a limpeza do material em uma cuba ultrassônica. A ausência desta etapa no processo foi proposital e teve como finalidade permitir que fossem observadas as possíveis partículas no interior de suas cavidades (FIG. 5.27 e FIG. 5.28).

Em relação ao modo de fratura os instrumentos RaCe e TF<sup>®</sup> apresentaram fratura característica do tipo dúctil compatível com diversos trabalhos encontrados na literatura (FIG. 5.23 e FIG. 5.24) (MOREIRA, 2006; LOPES et al., 2010; LOPES et al. 2011).

Um fato observado foi uma região de maior deformação plástica nas arestas dos instrumentos RaCe. Isto ocorreu devido ao maior grau de encruamento que o instrumento se encontra pelo seu processo de fabricação que emprega usinagem, assim em sua porção externa que compreende a aresta lateral de corte irá se

encontrar em um estágio de encruamento maior apresentado maior dureza e viabilizando maior deformação (FIG. 5.23 e FIG. 5.24).

Outra hipótese para explicar este comportamento é que a martensita retida no material proporciona esta deformação plástica. Porém, isto não procede, pois não foram encontrados indícios desta fase na difração de raios-X (FIG. 5.3) o que mostra que o tratamento térmico realizado pelo fabricante foi eficaz para recuperação do material. A presença de martensita retida na superfície é deletéria, pois ela facilita a deformação plástica do material e inviabiliza a TMIT na sua superfície.

As arestas das secções transversais dos instrumentos também apresentaram diferenças. Os TF<sup>®</sup> apresentaram regiões com microcavidades (FIG. 5.24) não observadas nos instrumentos RaCe. Isto pode ser atribuído à presença de partículas maiores nos instrumentos TF<sup>®</sup> que funcionaram como pontos críticos para separação do material (FIG. 5.27). A observação das partículas grandes é difícil devido à facilidade pelo qual eles se desprendem e são perdidos da matriz.

Assim como na etapa de 90% em fadiga foram observados aglomerados de partículas nos instrumentos RaCe, confirmando a presença desta configuração no material (FIG. 5.24 e FIG. 5.25). Este foi um dos pontos que apresentou influencia negativa nas propriedades mecânicas deste material.

### 6.3.6 ANÁLISE NO MEV DO DESGASTE DOS INSTRUMENTOS RaCe SUBMETIDOS A FLEXÃO ROTATIVA

Em um primeiro momento não foi dada importância à observação do desgaste dos instrumentos, porém no decorrer do estudo observou-se que o desgaste se apresentava como um fenômeno regular e que poderia ser investigado trazendo informações relevantes.

Ao analisar o material como recebido os instrumentos apresentaram aresta lateral de corte definida, sem rebarbas (FIG. 5.29). Após o ensaio de flexão rotativa as arestas sofreram um desgaste que aumentou com a evolução do ensaio como esperado (FIG. 5.30).

Em 50% da vida em fadiga os instrumentos começaram a exibir deformação plástica em alguns pontos da aresta, mas nada que sugerisse o comprometimento da sua capacidade de corte. Diferente da condição de 70% de fadiga, onde houve

deformação plástica generalizada na faixa que corresponde ao centro de curvatura do canal (em  $D_5$ ) e rebarbas que poderiam se desprender do corpo do instrumento (FIG. 5.31).

Após 90% da vida em fadiga, a superfície dos instrumentos foram semelhantes a 70% (FIG. 5.32). Em ambas as condições a capacidade de corte do instrumento ficou comprometida. Em 90% de uso o material apresentou maior possibilidade de fratura devido ao alto grau de desgaste e a presença de trincas maiores (FIG. 5.17 e FIG. 5.18).

O emprego clínico do instrumento até 70% ou a 90% da sua vida em fadiga representa um risco. A perda de corte do instrumento levaria o clínico a imprimir maior força para que o instrumento alcance o terço apical radicular. Assim, níveis de tensão excessivos poderiam levar a fratura do instrumento.

#### 6.4 FLEXÃO EM CANTILEVER EM 45°

A liga de NiTi é sensível à deformação plástica a frio e a temperatura, portanto uma técnica não destrutiva se faz necessária para quantificar martensita. Uma alternativa seria a ressonância nuclear magnética, porém diferentemente do aço na liga de NiTi a fase martensítica não é magnética. Portanto, esta técnica não pode ser empregada para o estudo das ligas de NiTi. O comportamento da martensita B19' (monoclínica) e B19 (ortorrômbica) são diferentes também em relação às propriedades mecânicas onde a B19' possui menor módulo de elasticidade (LIU et al., 1998; VIEIRA et al. 2010) e B19 possui maior módulo em relação à austenita.

Um meio alternativo de verificar a presença de martensita transitória é através do ensaio de flexão à 45° que permite a visualização da transformação de fases pela presença de um platô na curva de ensaio (FIG. 5.33, FIG. 5.34, FIG. 5.35 e FIG. 5.36). Este fenômeno está descrito na literatura (LIU et al., 1998; MALETTA et al., 2009; ZURBITU et al. 2009; MANGERI et al., 2010; VIEIRA et al. 2010) e é uma evidência da ocorrência da TMIT e conseqüentemente da presença desta martensita. Evidentemente, esta martensita não pode ser quantificada, pois com a remoção da tensão a fase matriz é a única que passa a existir novamente.

A composição química encontrada no presente trabalho através da técnica de EDS é compatível com a SE do material. Os instrumentos endodônticos fabricados com a liga de NiTi podem se deformar elasticamente até 8% (LIU et al., 1998; SCHIMIDT, 2006; MANJERI et al., 2010) enquanto que os instrumentos de aço atingem  $\approx 1\%$  antes de sua deformação plástica. Esta grande deformação é permitida pela TMIT que por sua vez esta relacionada às transformações martensíticas reversíveis. A presença de martensita retida não pôde ser detectada por DRX, porém a queda dos níveis da força máxima e a modificação da altura dos platôs de transformação de fase são evidências de que a TMIT foi alterada pela ciclagem do material em ambos os tipos de instrumentos testados. Isto ocorreu devido à difração não possuir resolução para atuar no núcleo do instrumento e a quantidade de martensita na superfície do material não existir devido tratamento térmico prévio realizado pelo fabricante.

#### 6.4.1 FLEXÃO EM 45° DOS INSTRUMENTOS COMO RECEBIDOS

Os precipitados incoerentes contribuem para a geração de tensões internas devido às diferenças no módulo de elasticidade e no tamanho entre o precipitado e a matriz. A interface matriz-precipitado é um sítio preferencial de nucleação de martensita que compete com as discordâncias, isto gera a redução das tensões elásticas ao redor do precipitado (LOPEZ et al. 2001). Logo, a distribuição homogênea ou heterogênea das partículas nos instrumentos influencia na SE devido à interferência na TMIT da liga. Um dos fatores que influenciaram na definição do platô foi à facilidade para transformar de fase que o instrumento TF<sup>®</sup> possuiu, e isto se deu devido à distribuição homogênea das partículas. Isto explica o fato dos instrumentos RaCe apresentarem um gráfico força deformação retilíneo (FIG. 5.36) e os TF<sup>®</sup> apresentarem um platô evidente (FIG. 5.37).

Apesar de possuírem morfometria e seção reta transversal compatível, os instrumentos possuíram diferenças quanto à flexibilidade (TAB. 5.9). Portanto, as ligas empregadas na fabricação dos instrumentos e seus tratamentos térmicos possuem impacto significativo. Isto está relacionado diretamente com a distribuição das partículas e a TMIT.

Por apresentarem aglomerados de partículas os instrumentos RaCe apresentaram um grande núcleo de TMIT enquanto que os TF<sup>®</sup> apresentaram vários centros de nucleação distribuídos por todo material. A TMIT é apresentada de forma clara na curva de flexão dos instrumentos TF<sup>®</sup> enquanto que nos RaCe ela é imperceptível e fica prejudicada pela organização das suas partículas. Por possuir menor módulo de elasticidade, a martensita transitória no material após o platô, permitiu que os instrumentos TF<sup>®</sup> atingissem os 45° de deformação com uma menor intensidade de força.

O processo de fabricação dos instrumentos influencia na transformação de fase da liga NiTi. O percentual volumétrico das partículas esta relacionado à composição química, ao tratamento térmico e a homogeneização do material realizado por cada fabricante. Por isto os instrumentos TF<sup>®</sup> apresentaram uma resistência 13% menor que os RaCe para serem flexionados à 45° (TAB. 5.9).

A presença de partículas é um dos quesitos para que a TMIT passe pela fase R (MIYAZAKI et al., 1986). Portanto, é importante para a fabricação dos instrumentos TF<sup>®</sup>, que segundo o fabricante, se utiliza de uma tecnologia de fase R para sua produção. Em alguns casos pôde-se observar a presença de uma mudança de inclinação antes do platô de transformação martensítica indicando a passagem pela fase R. A liga utilizada pelo fabricante, rica em Ni conforme verificado por este estudo, proporciona as partículas e a ocorrência da fase R. A diferença de 0,2 em % atômica de Ni, apesar de não possuírem significância quantitativa devido o erro da técnica (EDS), mais uma vez parece estar de acordo com a intenção do fabricante e com os fenômenos encontrados.

Os instrumentos RaCe apresentaram somente um platô de transformação de fase (FIG. 5.36) isto corrobora com a composição da liga na qual o instrumento foi fabricado, dentre as duas a deste instrumento é a que apresenta a composição mais próxima da equiatômica. Quanto mais próximo da composição equiatômica, maior a preponderância da fase B19' em relação a R (OTSUKA & REN, 2005).

A aglomeração de partículas influencia na formação da fase R, pois ela é favorecida por campos de concentração de tensão (MIYAZAKI et al., 1986). O aglomerado funciona como um grande campo de concentração de tensão, e seria mais vantajoso que existissem pequenos campos dispersos, pois assim, seria

gerada maior superfície relativa, favorecendo a presença da fase transitória de maneira mais eficaz. Isto ocorre nos instrumentos TF<sup>®</sup>.

Foi possível detectar a presença de dois fenômenos importantes na análise das forças dos instrumentos presentes na TAB 5.9. O encruamento e a formação martensita residual. As maiores variações ocorreram quando a provável retenção de martensita ocorreu. Ou seja, de como recebido para meia vida nos instrumentos RaCe (redução de 43% da força inicial) e de 50% para 70% em fadiga nos instrumentos TF<sup>®</sup> (redução de 35% da força inicial). O encruamento ocorreu em uma única etapa nos instrumentos TF<sup>®</sup> ocasionando um aumento de 13% na força para flexão. Estes fenômenos serão discutidos adiante.

#### 6.4.2 FLEXÃO EM 45° APÓS A MEIA VIDA EM FADIGA

Ao comparar os gráficos iniciais de flexão e da meia vida em fadiga dos instrumentos TF<sup>®</sup> (FIG. 5.35) constatou-se que ocorreu o aumento da força para levar instrumentos à 45°. Este aumento na força está relacionado ao encruamento do material. No processo de fadiga do material são geradas discordâncias oriundas da deformação plástica a frio e isto leva ao endurecimento do mesmo. Ocorreu um aumento de aproximadamente 13% na força para flexionar o instrumento nesta condição (TAB. 5.9).

Nos instrumentos RaCe o efeito foi diferente, pois os defeitos acumulados na ciclagem mecânica levaram a redução na força para flexionar os instrumentos à 45°. Estes instrumentos são fabricados por usinagem o que já gera algum encruamento nos mesmos, assim a quantidade de defeitos do processo de fabricação se soma a da fadiga, gerando um nível de tensão na rede cristalina que aprisiona martensita na microestrutura. Esta martensita residual é que influencia na flexibilidade do material, devido seu menor módulo de elasticidade (OTSUKA & SHIMIZU, 1986). Ocorreu uma redução de aproximadamente 43% da força para flexionar o instrumento esta condição (TAB. 5.9).

Defeitos cristalinos criados no material durante a ciclagem promovem o aprisionamento de martensita. Quando o nível de tensão interna no material atinge um nível crítico, escorregamentos irreversíveis ocorrem e a capacidade de recuperar a fase parente é perdida e conseqüentemente a SE. A introdução de discordâncias

leva o material a um estado energético que estabiliza a martensita (OTSUKA & SHIMIZU, 1986).

Portanto dependendo do estágio de encruamento do material pode-se obter o endurecimento da liga ou o aumento da flexibilidade. Se a densidade de discordâncias não aprisionar a martensita como no caso dos instrumentos TF<sup>®</sup> ocorre o endurecimento, ou pode haver o aprisionamento tornando o instrumento mais flexível como nos instrumentos RaCe.

Com o encruamento do instrumento TF<sup>®</sup> e o aprisionamento de martensita dos instrumentos RaCe, neste momento das realizações dos ensaios, os instrumentos RaCe apresentaram força para flexão em 45° 11% menor que os TF<sup>®</sup>. Em todas as outras condições do ensaiadas (inicial, 70% e 90%) os níveis de força do instrumento TF<sup>®</sup> foram menores que o RaCe (TAB. 5.9).

Por se tratar de ligas com composições diferentes e por possuírem processamentos diferentes, era de se esperar propriedades mecânicas diferentes. O aspecto linear do gráfico dos instrumentos RaCe permaneceu mesmo após a meia vida em fadiga devido a possível interferência do processo de usinagem, do tratamento térmico e da composição estabelecidos pelo fabricante na transformação de fases. A curva apresentou aspecto semelhante (FIG. 5.36), porém a força para flexionar o instrumento a 45° foi reduzida pela possível presença de martensita residual como já mencionado (TAB 5.9).

Nos instrumentos TF<sup>®</sup> o platô de transformação de fase pôde ser observado (FIG. 5.35). Após a meia vida em fadiga ocorreu um deslocamento do platô para um nível mais baixo de tensão devido a incorporação de defeitos gerados pelo ensaio de flexão rotativa como ocorreu nos estudos de MALETTA & FURGIUELE (2011). Estes defeitos são regiões mais energéticas e funcionam com centros nucleadores de martensita. Assim, com este facilitador para transformação é necessário fornecer menor energia para o sistema, ou seja, realizar um menor trabalho o que significa empregar um menor nível de tensão. Apesar disto, o material manteve suas propriedades de EMF e SE após o ensaio, o que mostra que o material se manteve em maior parte, austenítico.

#### 6.4.3 FLEXÃO EM 45° APÓS 70% DA VIDA EM FADIGA

Ao levar os instrumentos TF<sup>®</sup> a 70% da sua vida em fadiga, a forma do gráfico foi alterada assumindo uma forma similar ao gráfico do instrumento RaCe (FIG. 5.34 e FIG. 5.35), isto ocorreu pois o nível de defeitos incorporados nesta etapa já foi suficiente para aprisionar martensita na matriz austenítica. Neste caso a deformação plástica foi permitida pela fração de martensita e pôde ser vista pelo desgaste observado no material. Para que haja presença de trincas é necessária deformação plástica do material, mesmo que microscópica. Termodinamicamente o custo energético para transformação martensítica é menor que o gasto energético para deformar plasticamente a austenita (ZURBITU et al 2009), assim para que o material sofra deformação plástica ele deverá estar na fase martensítica.

O aprisionamento da martensita ficou evidenciado em ambos os instrumentos pela diminuição nos valores das forças para flexionar os instrumentos em 45°. Neste caso houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos testados onde o instrumento TF<sup>®</sup> volta assumir a condição de mais flexível necessitando uma força 32% menor (TAB.5.9).

#### 6.4.4 FLEXÃO EM 45° APÓS 90% DA VIDA EM FADIGA

Houve diferença estatisticamente significativa entre os instrumentos TF<sup>®</sup> e RaCe. Porém, a análise das forças para flexionar o mesmo grupo de instrumento em 70% e 90% da vida em fadiga não mostrou diferença estatisticamente significativa (TAB 5.9). Isto leva a supor que a fração de martensita aprisionada atingiu um nível crítico permitido pelo material. A partir deste ponto as propriedades mecânicas se estabilizam, e o que ocorre é o crescimento gradual das trincas quanto maior o número de ciclos, até que ocorra a fratura do instrumento.

#### 6.5 ENSAIO DE FLEXÃO ROTATIVA

O ensaio de flexão rotativa possui grande valia para este estudo uma vez que ele submete o material a estímulos semelhantes ao que ocorre no emprego clínico, gerando defeitos que irão influenciar nas suas propriedades. Entende-se por

propriedade a resposta do material aos estímulos externos. E esta resposta variou de acordo com a etapa do estudo conforme descrito nos ensaios de flexão em 45°. Isto confirma a hipótese de que a flexão rotativa dos instrumentos altera suas propriedades mecânicas os tornando, no geral, mais flexíveis.

Não foi encontrada diferença estatística entre os tempos dos ensaios realizados continuamente e sem a paralisação. Conseqüentemente o mesmo ocorreu para o número de ciclos (TAB. 5.10 e TAB. 5.11). Isto demonstra que o efeito da flexão rotativa no instrumento possui caráter acumulativo, e a vida útil de cada instrumento esta programada para um determinado número de ciclos e isto não depende da paralisação do ensaio ou da velocidade do mesmo.

A quarta etapa do processo consistia em levar o instrumento em 90% da sua vida em fadiga até seu colapso, e alguns instrumentos levaram tempos muito baixos. Foram obtidos, por exemplo, tempos de 2s e 4s conforme mostra as tabelas no apêndice 9.5. Isto mostra que a estimativa de divisão das etapas do ensaio de flexão rotativa foi correta e a metodologia funcionou.

A quantidade de partículas e sua disposição no núcleo dos instrumentos foi o fator que, juntamente com as propriedades da liga, influenciou no comportamento mecânico deste ensaio. A explicação do comportamento dos instrumentos pode ser feita através da distribuição das partículas e pela análise termodinâmica do sistema.

O balanço da energia termoelástica na transformação direta pode ser descrito termodinamicamente pela expressão (LIU & MCCORMIC, 1994; NISHIDA et al., 1986; STROZ et al., 1988; LOPEZ et al., 1996; LIU et al., 1999; XIE et al., 1998):

$$G^{P-M} = \Delta G_{ch} + \Delta E_{el} + \Delta E_{fr} = 0$$

Onde:

$G^{P-M}$  = energia livre para transformação da fase parente (B2) para a martensita (B19').

$\Delta G_{ch}$  = variação de energia química livre (como não há mudança na composição química, a transformação ocorre no estado sólido, este termo não participa do processo).

$\Delta E_{el}$  = variação na energia elástica de deformação (inclui a deformação elástica de acomodação da transformação e campos de tensão elásticos devido a defeitos). Este termo pode ser negativo ou positivo dependendo da direção da transformação.

$\Delta E_{fr}$  = trabalho irreversível envolvido na transformação (associado à energia de fricção gerada na propagação de uma frente de martensita).

As partículas participam atenuando ou favorecendo a fratura do material. O tamanho e número das partículas possui importância na transformação martensítica, quanto maior o volume maior o efeito sobre o termo  $\Delta E_{el}$ . O crescimento dos discos de martensita ocorre para redução da tensão elástica ao redor destas partículas, assim ocorre diminuição do balanço energético geral devido à redução de tensões na rede. Isto ocorre para que a energia do sistema permaneça em equilíbrio ( $G^{P-M} = 0$ ). O aumento no termo  $\Delta E_{el}$  é compensado pela TMIT. Logo, a presença de partículas é um meio facilitador da TMIT.

Quando realizado o ensaio de flexão rotativa, os instrumentos endodônticos acumulam martensita. Esta martensita retida pode ser explicada, termodinamicamente, pela perda de energia sob a forma de calor (efeito Joule). O material perde uma fração de energia que seria utilizada na reversão da fase B19' para B2. Com o termo  $\Delta E_{fr}$  não pode ser compensado (trabalho irreversível) o sistema não é capaz de encontrar um estado de equilíbrio ( $G^{P-M} \neq 0$ ), ou seja, a transformação martensítica ou sua reversão é inviável. Portanto uma fração de martensita fica retida pela perda de calor da transformação direta.

A organização dispersa das partículas nos instrumentos TF<sup>®</sup> colaborou para dificultar a propagação das trincas, pois, o encontro da ponta da mesma com os vazios das partículas geraram seu embotamento, ou seja, quando a ponta da trinca encontra a superfície arredondada seu raio diminui, dificultando a propagação.

Os instrumentos RaCe possuíam inclusões agrupadas formando aglomerados, que apesar de funcionarem como um centro de nucleação de martensita, prejudicaram o desempenho do material (FIG. 5.18 e FIG. 5.19). Pois este aglomerado funciona como uma partícula grande e a concentração de tensão em uma região deste tipo facilitou o rompimento do material. A existência deste aglomerado funciona como um defeito de grande volume no material, o que não é o ideal, pois ele não distribui tensão como diversos defeitos pequenos espalhados.

Os instrumentos TF<sup>®</sup> apresentaram uma vida em fadiga 66% maior que os RaCe (TAB 5.10) devido a distribuição das suas partículas, que por sua vez estão relacionados com a composição química e com a homogeneização da matéria prima que foi feito o fio primário.

## 6.6 MICRODUREZA VICKERS DOS INSTRUMENTOS TF<sup>®</sup> E RACE

O ensaio de microdureza Vickers possuiu importância para este trabalho, pois ele excluiu algumas variáveis que são de difícil controle ou não dependem do pesquisador. Por exemplo; a geometria do instrumento, a superfície de acabamento, a temperatura de realização do ensaio e componentes mecânicos que possam ser prendidos em posições diferentes.

Os valores da microdureza corroboram os resultados dos testes de flexão em 45°. Os instrumentos TF<sup>®</sup> apresentaram microdureza Vickers 18% menor que os instrumentos RaCe (TAB. 5.12). Isto está de acordo com os resultados de flexão em 45°, onde os instrumentos TF<sup>®</sup> apresentaram um valor médio 13% menor que os RaCe (TAB.5.9).

O valor da microdureza Vickers é um dado numérico que se refere unicamente à liga do instrumento, que poderá apresentar diferenças por causa das condições de processamento que são estabelecidas pelo fabricante. Neste trabalho ela pode ser associada à composição química do material e ao processo de fabricação.

Os valores obtidos no ensaio (TAB. 5.12) foram compatíveis com o de outros estudos como de LOPES & ELIAS (2004) encontraram valores médios de 345 HV para limas de NiTi (Limas NiTi- flex). SERENE et al.(1995) encontraram valores entre 303 e 362 em ligas de NiTi utilizadas para confecção de instrumentos endodônticos. Os resultados dos instrumentos TF<sup>®</sup> apresentaram valores menores devido às propriedades da liga associadas à composição (TAB. 5.3) e ao processamento térmico do processo de fabricação.

O fabricante do instrumento TF<sup>®</sup> menciona que o tratamento termomecânico na fase R diminui a dureza do material, e os valores encontrados apresentados na TAB. 5.12 corroboram com esta informação. Os dados apresentados possuem diferença estatisticamente significativa e os valores de microdureza Vickers estão abaixo do encontrado para instrumentos de NiTi de outros fabricantes.

## 7 CONCLUSÕES

1. Os instrumentos TF<sup>®</sup> apresentaram maior flexibilidade mesmo possuindo características morfológicas de diâmetros da ponta e conicidade equivalentes às dos instrumentos RaCe;
2. A análise por EDS dos instrumentos TF<sup>®</sup> mostrou que a liga NiTi empregada na fabricação dos instrumentos possui composição química com tendência de maior teor de Ni que o sistema RaCe.
3. Os difratogramas não mostraram picos de martensita nos instrumentos estudados demonstrando que, na temperatura ambiente, a liga é austenítica para ambos.
4. Apesar do pior acabamento superficial, os instrumentos TF<sup>®</sup> apresentaram maior resistência a fadiga que os RaCe. A maior vida em fadiga dos instrumentos TF<sup>®</sup> pode ser associada a presença de:
  - a. partículas que atuam como concentradores de tensão e geram uma propagação em “zig-zag” da trinca, requerendo maior energia para propagar;
  - b. o encontro da ponta da trinca com os vazios das partículas, que aumentaram o raio da ponta da trinca;
5. A ciclagem influencia na flexibilidade do material. Os instrumentos TF<sup>®</sup> (torcidos) encruaram e endureceram na meia vida enquanto os instrumentos RaCe (usinados) se tornaram mais flexíveis. Porém em 70% e 90% da vida em fadiga, os instrumentos TF<sup>®</sup> recuperaram a flexibilidade;
6. Analisar a morfologia dos instrumentos no microscópio eletrônico de varredura (MEV) antes e após os ensaios de flexão;
7. A microdureza Vickers dos instrumentos TF<sup>®</sup> foi menor que dos RaCe o que foi coerente com os ensaios de flexão rotativa e flexão em 45°.

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BHATTACHARYA K. Microstructure of Martensite: why It Forms and How It Gives Rise to the Shape-Memory Effect. **Oxford Series on Materials - Modelling** Oxford University Press. n.1, 2003.
- BOWLES, J.S.; MACKENZIE, J.K. The crystallography of martensite transformations. **Acta Metall.** v.2, nº 1, p.129-137, 1954.
- BUHRER, W.; GOTTHARDIT, R.; KULIK, A.; MERCIER, O.; STAUB, F. Powder neutron diffraction study of nickel-titanium martensite. **J Phys F.** n.5, L77, 1983.
- BRANTLEY, W.A.; SVEC, T.A.; IJIMA, M.; POWERS, J. M.; GRENTZER, T. H. Differential scanning calorimetric studies of nickel titanium rotary endodontic instruments. **J Endod.** v.28, n.8, p.567-572, 2002.
- COTTRELL A.H. Theoretical structural metallurgy. London: **Edwards Arnold Publishers**; p. 130, 1962.
- CASTRO, A.C.V. **Influência do uso clínico simulado sobre a flexibilidade de diferentes sistemas endodônticos de NiTi.** Tese de Doutorado apresentada na Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, 148 p. 2010.
- CHANDRA, K.; PURDY, G.R. Observations of Thin crystals of TiNi in Premartensitic States. **J Appl Phys.** v.39, n.21, p.2176, 1968.
- COTTRELL, A.H. **Theoretical structural metallurgy.** London: Edwards Arnold Publishers, 1962.
- DAUTOVICH, D.P.; PURDY, G.R. Phase transformations in TiNi. **Can Metall Q.** n.2, p.129-143, 1965.
- ELIAS C. N.; LOPES H. P. **Materiais Dentários Ensaio mecânicos.** Editora Santos. Rio de Janeiro, 2007.
- ESPOSITO, M.; BRUNETTE, D.M.; TENGVALL, P.; TEXTOR, M.; THOMSEN, P. **Titanium for dental applications. Titanium in Medicine, Material Science, Surface Science, Engineering, Biological Responses and Medical Applications.** Springer, Berlin, p. 827-873. 2001.
- FUKUDA, T.; SABURI, T.; CHIHARA, T.; TSUZUKI, Y. Mechanism of B2-B19-B19' Transformation in Shape Memory Ti-Ni-Cu Alloys. **Mater Trans, JIM.** v.36, n.10, p.1244-1248, 1995.
- GAMBARINI, G.; GRANDE, N.M.; PLOTINO, G.; SOMMA, F.; GARALA, M.; LUCA, M.; TESTARELI, L. Fatigue Resistance of Engine-driven rotary Nickel-Titanium Instruments Produced by New Manufacturing Methods. **J Endod,** v.34, p.1003-1005, 2008.

- GOO, E.; SINCLAIR, R. The B2 to R Transformation in Ti49.5Ni.50.5 alloys. **Acta Metall.** v.33, n.9,p.1717-1723, 1985.
- HARA, T.; OHBA, T.; OKUNISHI, E.; OTSUKA, K. Structural study of R-phase in Ti-50.23 and Ti-47.75 at % Fe alloys. **Mater Trans JIM.** v.38, n.1, 1997.
- HEHEMANN, R.F.; SANDROCK, G. Relations between the premartensitic instability and the martensite structure in TiNi. **Scripta Metall.** v.5, p.801-805, 1971.
- HODGSON, D.E. Using nitinol alloys. 2 ed. San Jose, CA:Inc. **Shape Memory Applications.** 2000.
- HWANG, C.M.; MEICHLER, M.; SALAMON, M.B.; WAYMAN, C.M. Transformation behaviour of a Ti<sub>50</sub>Ni<sub>47</sub>Fe<sub>3</sub> alloy I. Premartensitic phenomena and the incommensurate phase. **Philos Mag A.** v.47, n.1, p.9-30, 1983.
- KHACHIN, V.N.; GJYUNTER, V.E.; SIVOKHA, V.P.; SAVVINOV, A.S. **Proc Int Conf on Martensitic Transformation (ICOMAT- 79).** p.474, 1979.
- 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, p.147-52, 2010.
- KUDOH, Y.; TOKONAMI, M.; MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K. Crystal structure of the martensite in Ti49.2 at % Ni alloy analysed by the single crystal X-ray diffraction method. **Acta Metall.** v.33, n.11, p.2049-2056, 1985.
- LARSEN, C.M.; WANTANABLE, I.; GLICKMAN, G.N. Cyclic Fatigue Analysis of a New Generation of Nickel Titanium Rotary Instruments. **J Endod,** v.35, p.401-403, 2009.
- LING, H.C.; KAPLOV, R. Phase transitions and shape memory in niTi. **Metall Trans A.** v.11A, 1980.
- LIU Y.; MCCORMICK P.G. Thermodynamic analysis of the martensitic transformation in NiTi - I. Effect of heat treatment on transformation behaviour. **Acta Metall. Mater.**, v.42, n.7, p.2401-2406,1994.
- LIU, Y.; XIE, Z.; HUMBEECK, J.V.; DELAEY, L. Asymmetry of stress-strain curves under tension and compression for niti shape memory alloys. **Acta Metallurgica Inc.** v.46, n.12, p.4325-4338, 1998.
- LIU, Y.; LIU, Y.; HUMBEECK J.V. Two-way shape memory effect developed by martensite deformation in NiTi. **Acta Mater.**, v.47, n.1, p.199-209, 1999.

- LOPES, H. P.; ELIAS, C.N.; SIQUEIRA JÚNIOR, J. F. Instrumentos endodônticos. In: LOPES, H.P.; SIQUEIRA JÚNIOR, J.F. **Endodontia: Biologia e Técnica**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan Medsi, p. 323-417. 2004.
- LOPES, H.P.; SIQUEIRA Jr, J.F.; ELIAS, C.N. Mecanismos de fratura dos instrumentos endodônticos. In: LOPES, H.P.; SIQUEIRA Jr, J.F. **Endodontia Biologia e Técnica**. 2ª ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, p.481-508, 2004.
- 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, Jul/Ago 2000.
- LOPES, H. P.; ELIAS, C.N.; SIQUEIRA JÚNIOR, J. F. Instrumentos endodônticos. In: LOPES, H.P.; SIQUEIRA JÚNIOR, J.F. **Endodontia: Biologia e Técnica**. Rio de Janeiro : Gen Guanabara Koogan, p. 388-91. 2010.
- LOPES, H.P.; ELIAS, C.N.; VIEIRA, V.T.L; MOREIRA, E.J.L.; MARQUES R.V.L; OIVEIRA, J.C.M; DEBELIAN, G.; SIQUEIRA JÚNIOR, J.F. Effects of Electropolishing Surface Treatment on the Cyclic Fatigue Resistance of BioRace Nickel-Titanium Rotary Instruments. **J Endod**, v.36, n.10, 2010.
- LOPES, HP.; SOUZA L.C.; VIEIRA V.T.L.; SILVEIRA A.M.V; VIEIRA M.V.B; ELIAS C.N. Fratura dos instrumentos endodônticos.Recomendações clínicas. **Rev. bras. odontol.**, v. 68, n. 2, p. 152-6, 2011.
- LOPEZ, H.F.; SALINAS, R.A.; RODRIGUEZ J.L.G. Microstructural Aspects of precipitation and martensitic transformation in a Ti rich Ni-Ti alloy **Scripta Mater.**, vol. 34, nº4, p. 659, 1996.
- LOPEZ, H.F.; SALINAS, A.; CALDERON, H. Plastic Straining Effects on the Microstructure of a Ti-Rich NiTi Shape Memory Alloy. **Metal And Mat Trans A**, v.32A, p.717-729, 2001.
- MAGALHÃES, R.R.S. **Análise das características dimensionais e resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi Twisted Files e RaCe**. Dissertação de Mestrado apresentada na Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, 124 p. 2010.
- MALETTA, C.; FALVO, A.; FURGIUELE, F.; REDDY, J.N. A phenomenological model for superelasticity in NiTi alloys. **Smart Materials and Structures**. n.18, p.250-05, 2009.
- MALETTA, C.; FURGIUELE, F. Fracture control parameters for NiTi based shape memory alloys. **International Journal of Solids and Structures**. n.48, p.1658–64, 2011.
- MANJERI, R.M.; QIU, S.; MARA, N., MISRA, A., VAIDYANATHAN, R. Superelastic response of 111 and 101 oriented NiTi micropillars. **J. of applied physics**. n.108, 2010.

- MARCINKOWSKI, M.J.; SASTRI, A.S.; KOSKIMAKI, D. Martensitic behavior in the equi-atomic Ni-Ti alloy. **Philos Mag.** v.18, n.155, p.945-958, 1968.
- MASSALSKI, T.B.; OKAMOTO, H.; SUBRAMANIAN, P.R., KACPRZAK, L. Binary alloy phase diagrams. **Materials Park, OH: ASM International.** n.3, v.2, p.2874, 1990.
- MATSUMOTO, M; HONMA T. **Proc 1st JIM Int Symp on New Aspects of Martensitic Transformations (ICOMAT-76)** Sendai: Japan Institute of Metals. 1976.
- MELTON, K.N.; MERCIER, O. Fatigue of NiTi Thermoelastic Martensites. **Acta Metall**, v.27, p.137-144, 1979.
- MICHAL, G.M.; SINCLAIR, R. The structure of TiNi martensite. **Acta Crystallogr B.** v.37, n.10, p.1803-1807, 1981.
- MIYAI, K.; EBIHARA, A.; HAYASHI, Y.; DOI, H.; SUDA, H.; YONEYAMA, T. Influence of phase transformations on the torsional and bending properties of hybrid nickel-titanium rotary endodontic instruments. **International Endodontic Journal**, v. 39, p. 119-126, 2006.
- MIYAZAKI, S.; OTSUKA K. Mechanical behaviour associated with the premartensitic rhombohedral-phase transition in a  $Ti_{50}Ni_{47}Fe_3$  alloy. **Philos Mag A.** v.50, n.3, p.393-408, 1984.
- MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K. Deformation and transition behavior associated with the R-phase in Ti-Ni alloys. **Metall Trans A.** v.17a, n.1, 1986.
- MIYAZAKI, S.; KIMURA, S.; OTSUKA, K. Shape-memory effect and pseudoelasticity associated with the R-phase transition in Ti-50.5 at % Ni single crystals. **Philos Mag A.** v.57, n.3, p.467-478, 1988.
- MOREIRA, E. J. L. **Análise da fratura de instrumentos endodônticos de NiTi** . Tese de Doutorado apresentada no Instituto Militar de Engenharia, 150 p. 2006.
- NAGASAWA, A.; MAKI, T.; KAKINOKI, J. Close Packed Layer Structures of NiTi martensite. **J Phys Soc Jpn.** v.26, p.1560, 1969.
- NISHIDA M.; WAYMAN C.M.; HONMA T. Precipitation process in near-equiatomic TiNi shape memory alloys. **Metall. Trans. A,** v. 17, n.9, p.1505-1515, 1986.
- OHBA, T.; EMURA, Y.; OTSUKA, K. Structure determination of the  $\zeta_2'$  Martensite and the mechanism of  $\beta_2 \rightarrow \zeta_2'$  Transformation in a Au-49.5 at % Cd Alloy. **Mater Trans JIM.** v.33, n.1, p.29-37, 1992.
- OTSUKA, K.; SAWAMURA, T.; SHIMIZU, K. Crystal structure and internal defects of equiatomic TiNi martensite. **Phys Status Solidi A.** V.5, n.2, p.457-470, 1971.

- OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M.; NAKAI, K.; SAKAMOTO, H.; SHIMIZU, K. Superelasticity effects and stress-induced martensitic transformation in Cu Al Ni alloys. **Acta Metall.** 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.; SHIMIZU, K. Pseudoelasticity and shape memory effects in alloys. **Int. Metals Rev.**, v.31, p.93-114, 1986.
- OTSUKA, K.; REN, X. Martensitic transformations in nonferrous shape memory alloys. **Materials Science and Engineering A.** n.89, v.273-275, p.89-105, 1999.
- OTSUKA, K.; KAKESHITA, T. Elastic-constant Behavior in Ti-Ni-Based Alloys. **MRS Bulletin.** n.27, p.91-100, 2002.
- OTSUKA, K.; XEN, R. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. **Progress in Materials Science.** n.50, p.511-678, 2005.
- PELTON, A.R. Nitinol Fatigue: A Review of Microstructures and Mechanisms. **Journal of Materials Engineering and Performance.** v.20, p.613-617, 2011.
- PIECZYSKA, E.A.; T., H.; GADAJ, S.P.; NOWACKI, W.K. Superelastic deformation behaviors based on phase transformation bands in TiNi shape memory alloy. **Materials Transactions,** v. 47, n.3, p.670-676, 2006.
- PORTER D. A.; EASTERLING K. E. **Difusionless transformations In:Phase Transformation in Metals and Alloys,** 2a ed, CRC press. Taylor & Francis Group, 1992.
- POTAPOV, P.L.; SHELYAKOV, A.; SCHRYVERS, D. On the Crystal Structure of TiNi-Cu Martensite. **Scripta Mater.** v.44, p.1-7, 2001.
- PURDY, G.R.; PARR, J.G. Institute of Metals Division - The composition Range of Ti<sub>2</sub>Co.**Trans AIME.** n.221, p.636, 1961.
- SABURI, T.; WAYMAN, C.M.; TAKATA, K.; NENNO, S. The shape memory mechanism in 18R martensitic alloys. **Acta Metall.** v.28, n.1, p.15-32, 1980.
- SABURI, T.; WATANABLE, Y.; NENNO, S. Morphological Characteristics of the Orthorombic Martensite in a Shape Memory Ti-Ni-Cu Alloy. **ISIJ Internat.** v.29, n.5, p.405-411, 1989.
- SANDROCK, G.D.; PERKINS, A.J.; HEHEMANN, R.F. Premartensitic behavior of the Electrical Resistivity of NiTi. **Metall Trans.** v.2, p.2769-2781, 1971.
- SCHAFER, E. Root canal instruments for manual use: a review. **Endodontics and Dental Traumatology.** v.13, p.51-64, 1997.

- SCHMIDT I. A phenomenological model for superelastic NiTi wires based on plasticity with focus on strain-rate dependency caused by temperature. **Transactions of the ASME Journal of Engineering Materials and Technology**. n.128, v.3, p.279-84, 2006.
- SCHOEDRER, T.A.; WAYMAN, C.M. The two-way shape memory effect and other “training” phenomena in Cu-Zn single crystal. **Scripta Metall.** v.11, p.225-50, 1977.
- SERENE, T.P; ADAMS, J.D.; SAXENA, A. **Nickel-Titanium instruments - Applications in endodontics**. St Louis: Ishiyaku EuroAmerica, p.113 1995.
- SHAW, J.A.; KIRIADES, S. Thermo-mechanical aspects of NiTi. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**. v.43, n.8, p.1243-81, 1995.
- 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**. Setembro/Outubro 2008.
- SHUGO, Y.; HASEGAWA, F.; HONMA, T. **Bulletin Research Institute of Mineral Dressing and Metallurgy**, Tohoku University. n.37, 1981.
- STROZ D.; KWARCIAK J.; MORAWIEC H. Effect of ageing on martensitic transformation in NiTi shape memory alloy. **J. Mater. Sci.**, v.23, n.11, p. 4127-4131, 1988.
- TADAKI, T.; WAYMAN C.M. **Metallography**. v.15, p.223-245, 1982.
- THOMPSON, S. A. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. **Int Endod J**, v.33, p.297-310, 2000.
- TOBUSHI, H.; S.,Y; HACHISUKA, T.; TANAKA. Influence of strain rate on superelastic properties of TiNi shape memory alloy. **Mechanics of Materials**, v.30, n.2, p.141-150, 1998.
- VATANAYON, S.; HEHEMAN, R.F. In: Perkins J, editor. **Shape memory effects in alloys**. New York Plenum Press, 1975.
- VIEIRA, V.T.L.; ELIAS, C.N., LOPES, H.P.; MOREIRA, E.J.L. A NiTi rotary instrument manufactured by twisting - morphology characterization and mechanical properties. **Dental Press Endod**. n.1, v.1, p.21-27, 2010.
- VIEIRA, V.T.L. **Caracterização e propriedades mecânicas de uma lima rotatória de NiTi fabricada através de torção**. Dissertação de Mestrado apresentada na faculdade UNIGRANRIO. 80 p., 2010.

- VITIELLO, A.G.; MORACE, R.E. Analysis of thermo-mechanical behaviour of Nitinol wires with high strain rates. **Smart Materials and Structures**, v.14, n.1, p.215-221, 2005.
- WAGNER, M.F.-X.; WINDL, W. Lattice stability, elastic constants and macroscopic moduli of NiTi martensites from first principles. **Acta Materialia**. v.56, n.20 p.6232-6245, 2008.
- 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.346-51, 1988.
- WANG, F.E.; BUEHLER, W.J.; PICKART, S.J. Crystal Structure and Unique "Martensitic" Transition of NiTi. **J Appl Phys**. v.36, n.10, p.3232, 1965.
- WECHSLER, M.S.; LIEBERMAN, D.S.; READ, T.A. Institute of Metals Division – On The Theory of the Formation of Martensite. **Trans AIME**. n.197, p.1503, 1953.
- WILIAN D. C. Jr. **Ciência e engenharia de materiais uma introdução**. 7<sup>a</sup> edição. Gen/LTC. Rio de Janeiro. 2008.
- XIE, Z.L.; LIU, Y.; HUMBEECK, V. Microstructure Of NiTi Shape Memory Alloy due to Tension-Compression Cyclic Deformation. **J. Acta mater**. v. 46, n.2, p.1989-2000, 1998.
- YE, Y.Y.; CHAN, C.T.; HO, K.M. Structural and electronic properties of the martensitic alloys TiNi, TiPd, and TiPt. **Phys Rev B**. v.56, n.7 p.3678-3689, 1997.
- YOUNG, M.L.; WAGNER, M.F.X.; FRENZEL, J.; SCHMAHL, W.W.; EGGELER, G. Phase volume fractions and strain measurements in an ultrafine-grained NiTi shape-memory alloy during tensile loading. **Acta Materialia**. v.58, n.7, p.2344-2354, 2010.
- ZURBITU, J.; CASTILLO, G.; ARETXABALETA, L.; AURREKOETXEA, J. Phase transformation fronts propagation during the Stress Induced Martensitic transformation in NiTi Shape Memory Alloy wires at impact strain rates. **ESOMAT 2009 - The 8th European Symposium on Martensitic Transformations**. 2009.
- ZURBITU, J.; KUSTOV, S.; ZABALETAA, A.; CESARIB, E.; AURREKOETXEA, J. Low-energy tensile-impact behavior of superelastic NiTi shape memory alloy wires. **Mechanics of Materials**. n.41, v.9, p.1050-8, 2009.

## **9 APÉNDICE**

9.1 APÊNDICE 1: TABELA DAS MEDIDAS OBTIDAS PARA CARACTERIZAÇÃO MICROMORFOLÓGICA DOS INSTRUMENTOS TF<sup>®</sup> E RaCe.

	D <sub>0</sub>	D <sub>3</sub>	D <sub>13</sub>	Parte Ativa	Nº de hélices
TF <sup>®</sup> 1	25	43	102	17,0 mm	10
TF <sup>®</sup> 2	23	42	97	17,0 mm	10
TF <sup>®</sup> 3	22	39	99	16,8 mm	10
TF <sup>®</sup> 4	25	44	105	16,9 mm	10
TF <sup>®</sup> 5	24	42	101	17,0 mm	10
RaCe 1	24	43	106	16,3 mm	7
RaCe 2	22	42	105	16,1 mm	7
RaCe 3	22	44	104	16,0 mm	7
RaCe 4	24	42	106	16,2 mm	7
RaCe 5	23	41	105	16,2 mm	7

9.2 APENDICE 2: TABELA COM OS VALORES OBTIDOS NA ENERGIA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DOS INSTRUMENTOS TF<sup>®</sup> E RaCe E SUAS RESPECTIVAS MÉDIAS E DESVIOS PADRÕES.

Elemento	TF <sup>®</sup>		RaCe	
	% At	% Peso	% At	% Peso
Ti	47,48	42,25	47,9	43,19
Ni	52,52	57,75	52,1	56,81
Ti	47,65	42,51	46,39	40,49
Ni	52,35	57,49	53,6	59,51
Ti	44,25	39,31	49,08	45,01
Ni	55,75	60,69	50,92	54,99
Ti	58,05	46,63	55,77	50,71
Ni	41,95	53,38	44,23	49,29
Ti	48,28	43,56	47,48	42,25
Ni	51,72	56,44	52,52	57,75

		TF <sup>®</sup>		RaCe	
		% At	% Peso	% At	% Peso
MEDIA	Ti	49,1	42,8	49,3	44,3
	Ni	50,9	57,2	50,7	55,7
DP	Ti	5,2	2,6	3,7	3,9
	Ni	5,2	2,6	3,7	3,9

### 9.3 APÊNDICE 3: FICHAS CRISTALOGRÁFICAS DA LIGA DE NiTi E DA MARTENSITA B19' RESPECTIVAMENTE

#### **Name and formula**

Reference code: 03-065-4572  
ICSD name: Nickel Titanium  
Empirical formula: NiTi  
Chemical formula: NiTi

#### **Crystallographic parameters**

Crystal system: Cubic  
Space group: Pm-3m  
Space group number: 221

a (Å): 3,0070  
b (Å): 3,0070  
c (Å): 3,0070

Alpha (°): 90,0000  
Beta (°): 90,0000  
Gamma (°): 90,0000

Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 27,19  
Z: 1,00  
RIR: 9,86

#### **Subfiles and Quality**

Subfiles: Inorganic  
Alloy, metal or intermetallic  
NIST Pattern

Quality: Calculated (C)

#### **Comments**

Sample preparation: Mixture of the elements was annealed at 1000 ° C for 5 days in evacuated quartz ampoule then quenched into water.

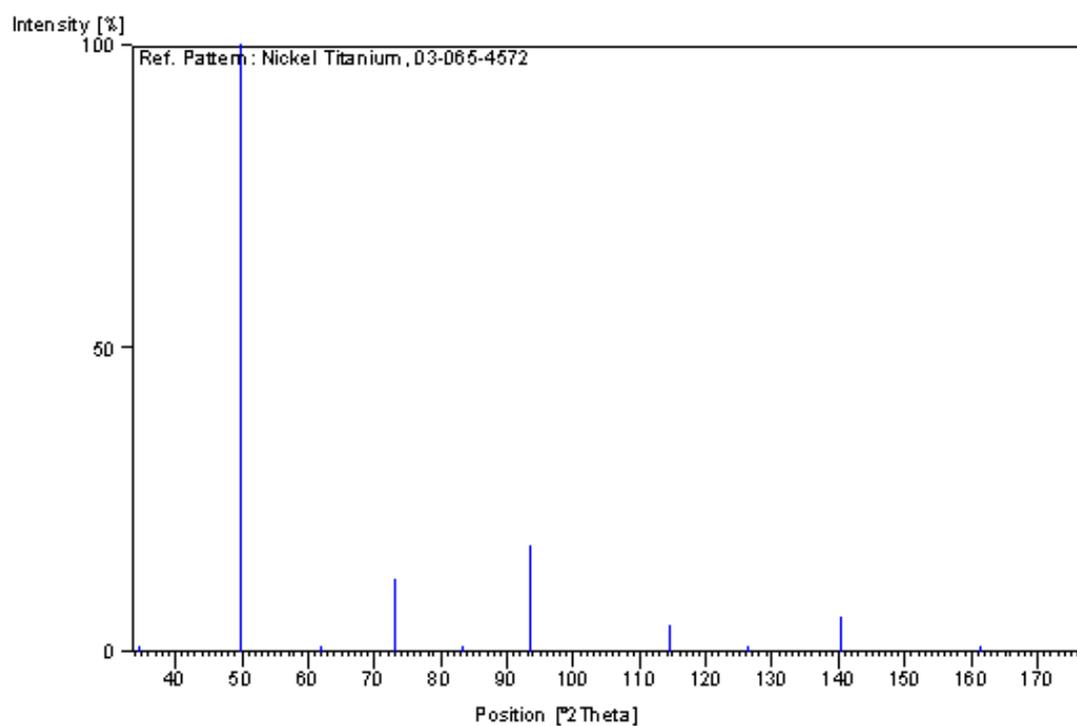
#### **References**

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

## Peak list

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

## Stick Pattern



## **Name and formula**

Reference code: 00-035-1281  
PDF index name: Nickel Titanium  
Empirical formula: NiTi  
Chemical formula: NiTi

## **Crystallographic parameters**

Crystal system: Monoclinic  
Space group: P21/m  
Space group number: 11

a (Å): 2,8850  
b (Å): 4,6220  
c (Å): 4,1200  
Alpha (°): 90,0000  
Beta (°): 90,0000  
Gamma (°): 96,8000

Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 54,55  
Z: 2,00  
RIR: -

## **Subfiles and Quality**

Subfiles: Inorganic  
Alloy, metal or intermetallic  
Common Phase  
Educational pattern  
Quality: Indexed (I)

## **Comments**

Sample preparation: Obtained from alloy of composition 50.0(1) atomic % Ni balance Ti, hot rolled and annealed at 973 K for 41 hours.

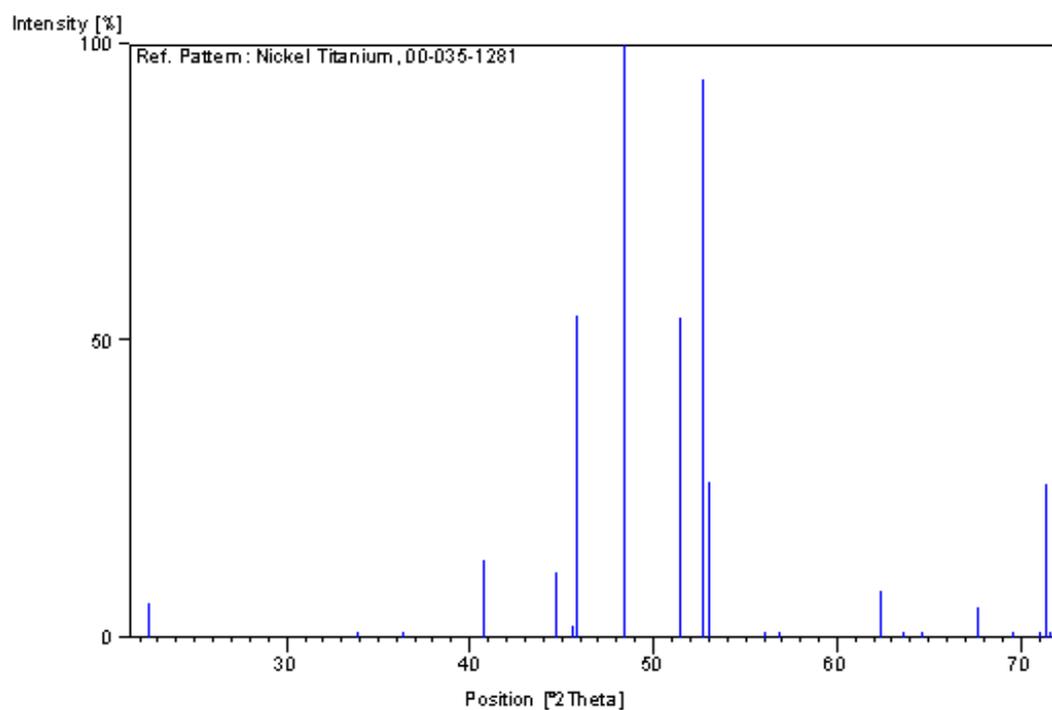
## **References**

Primary reference: Michal, G., Sinclair., *Acta Crystallogr., Sec. B*, **37**, 1803, (1981)

## Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	1	0	4,59000	22,476	6,0
2	0	1	1	3,06600	33,925	1,0
3	1	0	0	2,86500	36,386	1,0
4	1	-1	0	2,57000	40,737	13,0
5	1	0	1	2,35200	44,707	11,0
6	1	1	0	2,31100	45,544	2,0
7	0	2	0	2,29500	45,879	54,0
8	1	-1	1	2,18100	48,427	100,0
9	0	0	2	2,06000	51,472	54,0
10	1	1	1	2,01600	52,681	94,0
11	0	2	1	2,00500	52,992	26,0
12	1	-2	0	1,90400	56,043	1,0
13	0	1	2	1,87900	56,856	1,0
14	1	-2	1	1,72800	62,350	8,0
15	1	2	0	1,69600	63,663	1,0
16	1	0	2	1,67300	64,643	1,0
17	1	-1	2	1,60700	67,646	5,0
18	1	2	1	1,56800	69,567	1,0
19	1	1	2	1,53800	71,127	1,0
20	0	2	2	1,53300	71,394	26,0
21	0	3	0	1,53000	71,556	1,0

## Stick Pattern



















9.5 APÊNDICE 5: TABELAS COM VALORES DOS TEMPOS ESTIMADOS PARA 50, 70 E 90% DA VIDA EM FADIGA, O TEMPO MEDIDO PARA ATINGIR OS 10% FINAIS PARA A FRATURA, O TEMPO TOTAL DO PROCESSO E O NÚMERO DE CICLOS PARA A FRATURA PARA CADA INSTRUMENTO UTILIZADO NO ENSAIO DE FLEXÃO ROTATIVA.

Inst. TF <sup>®</sup>	50%	70%	90%	10% final	Tempo total	NCF
1	40	16	16	31	103	515
2	40	16	16	5	77	385
3	40	16	16	4	76	380
4	40	16	16	10	82	410
5	40	16	16	8	80	400
6	40	16	16	13	85	425
7	40	16	16	19	91	455
8	40	16	16	20	92	460
9	40	16	16	20	92	460
10	40	16	16	17	89	445
MED $\pm$ DP	-	-	-	14,7 $\pm$ 8,33	86,7 $\pm$ 8,33	433,5 $\pm$ 41,64

Inst. RaCe	50%	70%	90%	10% final	Tempo total	NCF
1	12	5	5	9	31	155
2	12	5	5	5	27	135
3	12	5	5	7	29	145
4	12	5	5	9	31	155
5	12	5	5	10	32	160
6	12	5	5	2	24	120
7	12	5	5	2	24	120
8	12	5	5	13	35	175
9	12	5	5	11	33	165
10	12	5	5	6	28	140
MED $\pm$ DP	-	-	-	7,4 $\pm$ 3,69	29,4 $\pm$ 3,69	147 $\pm$ 18,44

9.6 APÊNDICE 6: TABELA COM VALORES DA MICRODUREZA VICKERS DOS INSTRUMENTOS TF<sup>®</sup> E RaCe.

Instrumento	TF <sup>®</sup> (HV)	RaCe (HV)
1	268	310,2
2	308,9	315,3
3	225,1	344,5
4	268	343
5	292	337,2
Média	272,4 ± 31,6	330,04 ± 16,12