

**Fernando Antonio Elias Claro**

**AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DE LIMAS  
ENDODÔNTICAS DE NÍQUEL-TITÂNIO APÓS  
TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE**

**Taubaté – SP**

**2004**

**Fernando Antonio Elias Claro**

**AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DE LIMAS  
ENDODÔNTICAS DE NÍQUEL-TITÂNIO APÓS  
TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE**

**Dissertação apresentada para obtenção do  
Título de Mestre pelo Curso de Pós-  
graduação do Departamento de Engenharia  
Mecânica da Universidade de Taubaté,**

**Área de concentração: Materiais e Processos**

**Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Paula Rosifini  
Alves**

**Taubaté – SP**

**2004**

Claro, Fernando Antonio Elias

Avaliação do Desempenho de limas endodônticas de níquel-titânio após tratamento de superfície./F. A. E. Claro.Taubaté: UNITAU, 2004, 108 f.

Orientadora: Profa. Dra. Ana Paula Rosifini Alves

Dissertação (mestrado) - Universidade de Taubaté, Departamento de Engenharia Mecânica, 2004

1. limas endodônticas. 2. níquel-titânio. 3. implantação iônica

FERNANDO ANTONIO ELIAS CLARO

AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DE LIMAS ENDODÔNTICAS DE NÍQUEL-TITÂNIO  
APÓS TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE

UNIVERSIDADE DE TAUBATÉ, TAUBATÉ, SP

Data: \_\_\_\_\_

Resultado: \_\_\_\_\_

COMISSÃO JULGADORA

Prof. Dr. \_\_\_\_\_ Instituição \_\_\_\_\_

Assinatura \_\_\_\_\_

Prof. Dr. \_\_\_\_\_ Instituição \_\_\_\_\_

Assinatura \_\_\_\_\_

Prof. Dr. \_\_\_\_\_ Instituição \_\_\_\_\_

Assinatura \_\_\_\_\_



## **DEDICO ESTE TRABALHO**

A **Cristiane**, minha esposa e parceira de todos os momentos.

A **minha família**, companheiros de jornada.

A **meus filhos**, que todos os dias me mostram um pouco mais o que é realmente importante nesta passagem.

## **AGRADECIMENTOS**

“Nenhum homem é uma ilha. Para combater o Bom Combate, precisamos de ajuda”.

Paulo Coelho em “O diário de um Mago”

Professora Doutora **Ana Paula Rosifini Alves**, orientadora neste trabalho e na minha retomada da carreira científica, pelo estímulo, paciência, amizade e habilidade na arte de ensinar.

Professor Doutor **José Rubens de Camargo**, dinâmico amigo, cuja colaboração foi fundamental para a preparação do dispositivo de ensaio e realização dos testes de dureza.

Professor Doutor **Antonio Carlos Bombana**, pelo apoio com os ensaios de flexibilidade dos instrumentos.

Físico **Carlos Sales Lambert**, pelos ensinamentos e ajuda com o tratamento de superfície.

Professora **Rita Vinhas** pela valiosa ajuda com a espectroscopia.

Professor Doutor **Durval Rodrigues Jr.** pelo inestimável suporte com as análises de microscopia.

**Dentsply**, na pessoa de **Daniela Granato**, pela gentil cessão das amostras usadas neste trabalho.

**Osny Agostinho**, pela assistência com a avaliação dimensional das limas.

**Luis Flavio Martins Pereira e José Arauto Ribeiro**, técnicos do Laboratório da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNITAU, sempre presentes com uma solução criativa para superar as dificuldades da parte experimental deste estudo.

Todos aqueles, não citados aqui pelo receio de cometer alguma omissão, que direta ou indiretamente contribuíram para este estudo na forma de críticas, sugestões e comentários.

Claro, F. A. E. **Avaliação do desempenho de limas endodônticas de níquel-titânio após tratamento de superfície**. 2004. 108 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Taubaté, Taubaté.

## **RESUMO**

O objetivo do presente trabalho experimental foi determinar a resistência ao desgaste e a flexibilidade de limas endodônticas tipo K de aço inoxidável e de níquel-titânio disponíveis comercialmente, submeter estas últimas a implantação iônica por imersão em plasma e avaliar os efeitos deste tratamento sobre as mesmas propriedades. A resistência ao desgaste das limas foi determinada “*in vitro*” utilizando um dispositivo motorizado para aplicação de movimentos horizontais de limagem sobre placas previamente preparadas de resina fenólica de fixação a quente. A flexibilidade dos instrumentos foi avaliada através do ensaio de momento de dobramento a 30° e 45° conforme especificação número 28 da American Dental Association (A.D.A.). A microdureza no núcleo das limas e na seção transversal das placas de desgaste foi ensaiada pelo método Vickers. Ainda como parte do programa de testes das limas, dimensões funcionais foram medidas com projetor de perfil, o estado de superfície analisado por microscopia eletrônica de varredura e a composição química da superfície dos instrumentos tratados determinada por espectroscopia foto-eletrônica de Raios-X. Com os resultados obtidos foi possível concluir que a implantação iônica por imersão em plasma aumentou significativamente a resistência ao desgaste das limas de nitinol sem alterar sua flexibilidade.

Palavras-Chaves: lima endodôntica, níquel-titânio, implantação iônica.

Claro, F. A. E.; **Performance Evaluation of nickel-titanium endodontic files after surface treatment**. 2004. 108 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Taubaté, Taubaté.

## **ABSTRACT**

The purpose of the present work was to measure the wear resistance and flexibility of commercially available type K stainless steel and nickel-titanium endodontic files, submit the nitinol files to plasma immersion ion implantation and assess the treatment effects on the same properties. The wear resistance was determined “*in vitro*” by using an electric powered device designed for the application of filing horizontal movements on previously prepared notched plates made of phenolic thermosetting resin. The instruments flexibility was measured throughout the bending moment test at 30° and 45° according to the American Dental Association (A.D.A.) specification n° 28. The microhardness on the files core and wear plates cross section was measured by the Vickers method. As part of the files testing program, functional dimensions were measured with a profile projector, the surface state was observed throughout scanning electronic microscopy and the surface chemical composition of treated instruments was determined throughout the X-Rays photoelectron spectroscopy. The results found have led to the conclusion that the surface treatment significantly increased the nitinol files wear resistance without changing its flexibility.

Key-words: endodontic files, nickel-titanium, ionic implantation.

## SUMÁRIO

Resumo	5
Abstract	6
Lista de Tabelas	8
Lista de Figuras	10
1 Introdução	14
2 Revisão da Literatura	16
3 Proposição	52
4 Material e Método	53
5 Resultados	73
6 Discussão	85
7 Conclusões	91
Referências Bibliográficas	92
Apêndice	99

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Microdureza Vickers de placas de desgaste	60
Tabela 2	Controle dimensional das limas endodônticas	73
Tabela 3	Microdureza Vickers nas limas endodônticas	74
Tabela 4	Momento de dobramento das limas endodônticas	75
Tabela 5	Massa removida nos ensaios de desgaste	77
Tabela 6	Razões atômicas Ni :Ti e N : Ti	84
Tabela 7	Parâmetros associados com a normalidade das amostras	99
Tabela 8	Estatística descritiva e teste “t” para microdurezas das placas de fêmur bovino e de baquelite	102
Tabela 9	ANOVA de um fator – microdureza Vickers das limas	103
Tabela 10	Comparações múltiplas - microdureza Vickers das limas	103
Tabela 11	ANOVA de um fator – Momento de dobramento a 30° das limas	103
Tabela 12	Comparações múltiplas – Momento de dobramento a 30° das limas	104
Tabela 13	ANOVA de um fator – Momento de dobramento a 45° das limas	104
Tabela 14	Comparações múltiplas – Momento de dobramento a 45° das limas	104
Tabela 15	ANOVA de um fator – Massa removida pelo desgaste do entalhe 1 com as limas	105
Tabela 16	Comparações múltiplas – Massa removida pelo desgaste do entalhe 1 com as limas	105
Tabela 17	ANOVA de um fator – Massa removida pelo desgaste do entalhe 2 com as limas	105

Tabela 18	Comparações múltiplas – Massa removida pelo desgaste do entalhe 2 com as limas	106
Tabela 19	ANOVA de um fator – Massa removida pelo desgaste dos entalhes (3 + 4) com as limas	106
Tabela 20	Comparações múltiplas – Massa removida pelo desgaste dos entalhes (3 + 4) com as limas	106
Tabela 21	ANOVA de um fator – Massa removida pelo desgaste de todos os entalhes com as limas	107
Tabela 22	Comparações múltiplas – Massa removida pelo desgaste de todos os entalhes com as limas	107

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Características selecionadas dos elementos níquel e titânio	20
Figura 2	Propriedades típicas das ligas de níquel-titânio	20
Figura 3	Apresentação esquemática do processo de implantação iônica por imersão em plasma	25
Figura 4	Etapas de desenvolvimento da bainha do plasma	26
Figura 5	Composição química dos instrumentos	35
Figura 6	Propriedades mecânicas dos instrumentos	35
Figura 7	Variação da dureza Vickers em função do tratamento térmico	36
Figura 8	Capacidade de corte versus perda média de peso	38
Figura 9	Razão N/Ti e Ni/Ti na superfície da amostra	46
Figura 10	Representação esquemática da metodologia a ser empregada no trabalho	53
Figura 11	Limas endodônticas utilizadas no trabalho	54
Figura 12	Projeto de perfil modelo ST1000	55
Figura 13	Microdurômetro Vickers modelo FM-300-E	55
Figura 14	Microscópio eletrônico de varredura	56
Figura 15	Vista Geral do analisador XPS	56
Figura 16	Vista em detalhe da câmara de colocação de amostra	57
Figura 17	Vista do sistema de análise	57
Figura 18a	Troptrômetro	58



Figura 18b	Detalhe da lima no equipamento	58
Figura 19	Placas de osso bovino e de polimetilmetacrilato	61
Figura 20	Etapas da preparação das placas de desgaste	62
Figura 21a	Prensa de embutimento	63
Figura 21b	Politriz automática modelo DPU-10	63
Figura 22	Placa de desgaste e gabarito de abertura de ranhuras	63
Figura 23	Etapas do teste de desgaste	64
Figura 24a	Estufa Fanen	65
Figura 24b	Balança digital	65
Figura 25	Detalhe do porta - placa	66
Figura 26	Guias de alinhamento do entalhe da placa à lima	66
Figura 27	Posicionamento da lima dentro do entalhe	66
Figura 28a	Dispositivo para ensaios de desgaste (vista de topo)	67
Figura 28b	Dispositivo para ensaios de desgaste (vista frontal)	67
Figura 29	Ciclos de desgaste	68
Figura 30	Aplicação de carga na lima	68
Figura 31	Variação da microdureza Vickers ao longo da lâmina de corte das limas	74
Figura 32	Momento de dobramento a 30° e 45° nas limas endodônticas de aço inoxidável e de nitinol	76
Figura 33	Desgaste das limas endodônticas	78
Figura 34 a	Lima endodôntica de aço inoxidável conforme recebida (MEV – 250 X)	79

Figura 34 b	Lima endodôntica de aço inoxidável conforme recebida (MEV – 1000 X)	79
Figura 35 a	Lima endodôntica de aço inoxidável após teste de dobramento (MEV – 250 X)	79
Figura 35 b	Lima endodôntica de aço inoxidável após teste de dobramento (MEV – 1000 X)	79
Figura 36 a	Lima endodôntica de aço inoxidável após teste de desgaste (MEV – 250 X)	80
Figura 36 b	Lima endodôntica de aço inoxidável após teste de desgaste (MEV – 1000 X)	80
Figura 37 a	Lima endodôntica de nitinol conforme recebida (MEV – 250 X)	80
Figura 37 b	Lima endodôntica de nitinol conforme recebida (MEV – 1000 X)	80
Figura 38 a	Lima endodôntica de nitinol antes do tratamento de superfície e após teste de dobramento (MEV – 250 X)	80
Figura 38 b	Lima endodôntica de nitinol antes do tratamento de superfície e após teste de dobramento (MEV – 1000 X)	80
Figura 39 a	Lima endodôntica de nitinol antes do tratamento de superfície e após teste de desgaste (MEV – 250 X)	81
Figura 39 b	Lima endodôntica de nitinol antes do tratamento de superfície e após teste de desgaste (MEV – 1000 X)	81
Figura 40 a	Lima endodôntica de nitinol após tratamento de superfície (MEV – 250 X)	81
Figura 40 b	Lima endodôntica de nitinol após tratamento de superfície (MEV – 1000 X)	81
Figura 41 a	Lima endodôntica de nitinol após tratamento de superfície e teste de dobramento (MEV – 250 X)	81
Figura 41 b	Lima endodôntica de nitinol após tratamento de superfície e teste de dobramento (MEV – 1000 X)	81

Figura 42 a	Lima endodôntica de nitinol após tratamento de superfície e teste de desgaste (MEV – 250 X)	82
Figura 42 b	Lima endodôntica de nitinol após tratamento de superfície e teste de desgaste (MEV – 1000 X)	82
Figura 43	Espectro para o elemento titânio	82
Figura 44	Espectro para o elemento nitrogênio	83
Figura 45	Espectro para o elemento níquel	83
Figura 46	Aspecto do fio de corte de lima de nitinol sem tratamento de superfície, após teste de desgaste (área selecionada da figura 39a)	89
Figura 47	Aspecto do fio de corte de lima de nitinol com tratamento de superfície, após teste de desgaste (área selecionada da figura 42a)	89
Figura 48	Igualdade de variâncias entre as microdurezas das placas de fêmur bovino e de baquelite	100
Figura 49	Igualdade de variâncias entre as microdurezas das limas de aço inoxidável e de nitinol como recebida (NCR) e após tratamento (NTS)	100
Figura 50	Igualdade de variâncias entre os momentos de dobramento a 30º das limas	100
Figura 51	Igualdade de variâncias entre os momentos de dobramento a 45º das limas	101
Figura 52	Igualdade de variâncias entre os resultados de desgaste das limas no entalhe 1	101
Figura 53	Igualdade de variâncias entre os resultados de desgaste das limas no entalhe 2	101
Figura 54	Igualdade de variâncias entre os resultados de desgaste das limas nos entalhes (3 + 4)	102
Figura 55	Igualdade de variâncias entre os resultados de desgaste das limas no total dos entalhes 1/4	102

## 1 INTRODUÇÃO

A liga níquel-titânio apresenta propriedades como o efeito memória de forma, a pseudoelasticidade e a biocompatibilidade as quais a tornam adequada a várias aplicações na área industrial (por exemplo: atuadores termomecânicos, acoplamentos hidráulicos e armações para óculos) e na área da bioengenharia (por exemplo: implantes, instrumentos endoscópicos e cabos de guia).

No campo da Odontologia, as primeiras aplicações da liga níquel-titânio datam do início dos anos setenta, quando foram introduzidos os fios ortodônticos de níquel-titânio, permitindo reduzir o desconforto experimentado pelo paciente no alinhamento de arcadas dentárias com redução do tempo de tratamento (ANDREASEN e HILLEMANN, 1971).

Os precursores do uso da liga de níquel-titânio na endodontia são Walia, Brantley e Gerstein (1988) que, partindo de um fio ortodôntico com 0,5 mm de diâmetro, fabricaram a primeira lima endodôntica usinada em liga níquel-titânio. Este instrumento, graças a sua excepcional ductilidade, ofereceria maior facilidade na manutenção da forma original de canais curvos durante o tratamento, vindo a tornar-se o substituto ideal da lima de aço inoxidável. Mais recentemente, graças a esta mesma propriedade, as limas de níquel-titânio passaram a ser utilizadas com modernas ferramentas rotatórias, dando origem a um novo avanço no desenvolvimento da prática endodôntica (BAHCALL e BARSS, 2000).

Além da característica de ductilidade, o bom desempenho das limas endodônticas pressupõe a presença de outras propriedades igualmente importantes: resistência à corrosão, para fazer frente ao trabalho com as soluções químicas usadas na instrumentação do canal; resistência à tração e à torção, para minimizar a possibilidade de fratura durante a modelagem do canal; e capacidade de corte da dentina, fator este fundamental à eficiência do tratamento.

As limas de níquel-titânio apresentam maior resistência à tração (HODGSON, WU e BIERMANN; 1999) e menor resistência à torção (CANALDA-SAHLI, BRAU-AGUADÉ e BERÁSTEGUI-JIMENO; 1996) do que as limas de aço inoxidável; a diferença em resistência à corrosão entre

elas não é relevante (STOKES *et al*; 1999) e trabalhos desenvolvidos para se determinar a resistência ao desgaste das limas tem apresentado resultados controversos (SILVA, 2001; AMARAL, 2002; KAZEMI, STENMAN e SPÅNGBERG, 1996; BRAU-AGUADÉ, CANALDA-SAHLI e BERÁSTEGUI-JIMENO, 1996). Ainda que a ausência da publicação, pela American Dental Association (A. D. A.), de um procedimento para uniformizar a metodologia do teste de capacidade de corte possa em parte ser responsável pela discrepância entre as conclusões existentes, é razoável supor que a dureza das limas de níquel-titânio, sendo significativamente menor que a das limas de aço inoxidável, leve estas últimas a uma maior capacidade de corte.

Trabalhos experimentais foram desenvolvidos com sucesso por pesquisadores adeptos desta hipótese, buscando conferir aos instrumentos endodônticos de níquel-titânio uma dureza superficial que possa tornar a capacidade de corte destas limas competitiva com a das limas de aço inoxidável (LEE *et al*, 1996; RAPISARDA *et al*, 2000; TRIPI *et al*, 2002). Tratamentos de implantação de íons boro e nitrogênio, nitretação térmica, deposição baseada na reação de amônia com o níquel-titânio a alta temperatura (300°C) e tratamento pela técnica de deposição química de vapor a partir de metal orgânico (MOCVD) usando  $Ti(Et_2N)_4$  como precursor de titânio e nitrogênio estão disponíveis na literatura, entretanto a pesquisa sobre o efeito de tais tratamentos na flexibilidade das limas é incipiente e não consolidado.

Baseado nestes fatos, o presente trabalho busca determinar a resistência ao desgaste e a flexibilidade de limas de aço inoxidável e de níquel-titânio disponíveis comercialmente, submeter estas últimas à implantação iônica por imersão em plasma e avaliar os efeitos deste tratamento sobre as mesmas propriedades.

## **2 REVISÃO DA LITERATURA**

### **2.1 A liga níquel-titânio**

#### **2.1.1 Histórico**

No início dos anos sessenta o metalurgista W.F. Buehler, do “Naval Ordnance Laboratory” em Maryland nos Estados Unidos, realizando investigações com ligas não-magnéticas e resistentes à corrosão para o programa espacial, veio a desenvolver uma liga de níquel-titânio, a qual denominou-se “Nitinol”, acrônimo para os elementos do qual o material é composto; ni de níquel, ti de titânio e no das iniciais do laboratório citado acima (THOMPSON, 2000 apud BUEHLER *et al*, 1963). Esta liga, composta por aproximadamente 56% em peso de níquel e 44% em peso de titânio - combinação próxima do equiatômico - apresentava boas características de biocompatibilidade, resistência à fadiga e à corrosão, além de propriedades peculiares de memória de forma e superelasticidade as quais as tornavam especialmente adequadas a aplicações biomédicas substituindo, em muitos casos com vantagens, o aço inoxidável.

#### **2.1.2 Memória de forma e superelasticidade**

A maior parte dos materiais metálicos apresenta um comportamento elástico no qual, dentro de certos limites, a deformação causada é diretamente proporcional à força aplicada, sendo esta relação conhecida como *Lei de Hooke*. Se a força excede determinado limite, provoca no corpo uma deformação permanente. O efeito memória de forma ocorre quando o corpo é capaz de recuperar completamente sua forma original, meramente sendo aquecido acima de determinada temperatura, a qual é característica de sua composição. A superelasticidade (ou pseudoelasticidade) é resultante da enorme elasticidade apresentada pela liga níquel-titânio em comparação aos metais tradicionais. Enquanto estes últimos podem ser deformados elasticamente até 0,1% ou 0,2% de seu comprimento inicial, as ligas níquel-titânio alcançam até 8% de deformação elástica, sem guardar nenhuma deformação residual. Nestas ligas portanto a *Lei de Hooke*, a partir de determinado grau de deformação, não é mais

observada e a força ao invés de aumentar a medida que o material se deforma, permanece praticamente constante num comportamento similar ao de algumas borrachas. Além disto, o material responde de maneira diferente conforme a deformação aumenta ou diminui, dando origem a uma *curva de histerese*, pouco comum em metais, mas típica de tecidos humanos como cabelo e ossos. Ambos, superelasticidade e memória de forma, são aspectos do mesmo efeito, resultantes de transformação cristalina denominada *transformação martensítica termoelástica* (REIS e ELIAS; 2001).

### **2.1.3 Transformação martensítica termoelástica**

As ligas de níquel-titânio passam por uma transformação alotrópica em estado sólido fazendo com que possam existir duas fases cristalinas principais presentes de acordo com a temperatura aplicada ao material: austenita com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC ou B2) e martensita cuja estrutura é monoclinica (B19). A transformação da austenita em martensita, ou transformação martensítica, é exotérmica e se inicia quando a liga ao ser resfriada passa por uma temperatura crítica denominada  $M_s$  (“martensite start” ou início da transformação da martensita) completando-se em  $M_f$  (“martensite finish” ou final da transformação da martensita), quando praticamente toda a estrutura é martensítica. No sentido oposto, a transformação reversa ou transformação austenítica, se inicia no aquecimento na temperatura  $A_s$  (“austenite start” ou início da transformação da austenita) completando-se em  $A_f$  (“austenite finish” ou final da transformação da austenita) quando a estrutura é completamente austenítica. Existe uma histerese térmica associada às transformações, portanto há uma faixa de temperatura em que ambas as fases co-existem. Uma terceira fase chamada fase-R, também pode ser formada. Esta fase tem estrutura romboédrica e precede a transformação martensítica, porém ocorre apenas com composições específicas e a certas temperaturas de recozimento, o que torna sua aplicação limitada. A transformação martensítica é não-difusional (os átomos não tem tempo para se recombinar e percorrem distâncias muito pequenas na rede cristalina) e ocorre através de um movimento coordenado em diferentes

orientações, dando origem a formação de *variantes da martensita*. Como a ocorrência de cada variante é aleatória, a alteração de volume provocada por uma variante em uma direção é balanceada pela variação de volume de outra variante em outra direção, de tal sorte que não há variação volumétrica apreciável do material (FORD e WHITE, 1995).

#### **2.1.4 Comportamento elástico das ligas níquel-titânio**

Cada átomo do metal está equilibrado em sua posição na rede cristalina por um perfeito balanço entre as forças de atração e repulsão exercidas por todos os átomos vizinhos na estrutura. Estas forças atômicas podem ser imaginadas como uma mola rígida, que liga cada átomo da rede aos seus vizinhos mais próximos. Quando uma força é aplicada ao corpo, os átomos são deslocados de suas posições de equilíbrio, o que se reflete no comprimento do corpo (quando os átomos se afastam, o comprimento do corpo aumenta) e desde que a força permaneça dentro do limite elástico do material, eles retornam as suas posições originais, tão logo a força é removida. Esta é a explicação do comportamento elástico da maioria dos metais. Se, entretanto, o limite elástico foi excedido, haverá o deslizamento de planos inteiros uns sobre os outros; defeitos serão gerados na rede e aqueles já existentes se movimentarão gerando outros num processo multiplicativo das imperfeições. Como os átomos não retornam exatamente as suas posições originais, não há nenhuma “memória” de forma. Nas ligas de níquel-titânio, o mecanismo é diferente e o comportamento elástico varia de acordo com a fase presente. Se a estrutura é totalmente martensítica e forças pequenas estão atuando o comportamento elástico visto anteriormente prevalecerá, com afastamento gradual dos átomos de suas posições de equilíbrio. Entretanto, quando a força se torna maior, em vez de ocorrer deslizamento dos planos cristalinos e deformação plástica, as variantes da martensita se reorientam na direção da força aplicada. As variantes no sentido favorável da força “crescem”, e as no sentido contrário se desfazem. A deformação macroscópica observada é justamente a variação de volume surgida devido a esta reorientação, que ocorre a força praticamente constante. Tal deformação é permanente, pois se a força é



retirada a martensita permanece estável, só que orientada de maneira que uma das variantes predomine sobre as demais. Se o corpo, entretanto, é aquecido acima de  $A_s$ , a martensita e suas variantes, não mais estáveis nesta temperatura, revertem-se em austenita e a forma do corpo é recuperada caracterizando-se o efeito memória de forma. No segundo caso, em que a liga é deformada acima de  $A_f$ , o corpo é completamente austenítico. Novamente, se a força é de baixa magnitude, ocorre o clássico comportamento elástico, resultante do deslocamento dos átomos na rede. Porém a partir de certo nível de força, a austenita torna-se instável e busca a estabilidade transformando-se em martensita; ou seja, a força mecânica supre a energia necessária à transformação, antes proveniente da energia térmica. Esta martensita surgida da aplicação de tensão é chamada *martensita induzida por tensão*, e tem comportamento análogo ao da martensita térmica, com crescimento de algumas variantes às custas de outras, provocando a deformação macroscópica observada. Esta deformação entretanto, ao contrário do caso anterior, não é permanente, pois tão logo a força é retirada a martensita se desfaz revertendo-se em austenita, fase mais estável, com o corpo retomando sua forma original. Uma vez que não há deformação permanente do material e tendo em vista a grande deformação possível quando comparado a outros metais, este comportamento é chamado de *superelástico ou pseudoelástico* (FORD e WHITE, 1995; REIS e ELIAS; 2001), sendo basicamente o grande direcional das limas endodônticas de níquel-titânio (DUERIG, PELTON e STOCKEL; 1999). Algumas das características elementares mais importantes do níquel e do titânio estão apresentadas na figura 1 e algumas das propriedades típicas das ligas de nitinol, as quais dependem da estrutura cristalina em que o material se encontra, são apresentadas na figura 2.

CARACTERÍSTICAS	níquel	titânio
Número atômico	28	22
Peso atômico (uma)	58,69	47,88
Densidade do sólido a 20° C (g/cm <sup>3</sup> )	8,90	4,51
Estrutura cristalina a 20° C	CFC	HC
Raio Atômico (nm)	0,125	0,145

Figura 1 - características selecionadas do níquel e do titânio (Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma introdução; W.D. Callister, Jr. 5<sup>a</sup> ed.).

PROPRIEDADES	estrutura cristalina	
	austenita	martensita
FÍSICAS/MECÂNICAS		
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	6,45	
Ponto de Fusão (°C)	1310	
Coef. de expansão térmica (x 10 <sup>-6</sup> / °C)	11,0	6,6
Dureza Rockwell B	89	
Módulo de Young (GPa)	120	50
Resistência ao Escoamento (MPa)	379	138
Resistência a Tração (MPa)	690 - 1380	
Alongamento (%)	13 – 40	
MEMÓRIA DE FORMA		
Temperatura de transformação (°C)	-50 a +100	
Deformação recuperável por memória de forma (%)	6,5 – 8,5	
Resistência à fadiga (a 2,0% de deformação)	10 <sup>5</sup> ciclos	

Figura 2 - Propriedades típicas das ligas de níquel-titânio (Thompson, S.A.; An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry, Intern. Endod. Journal, v. 33, p.297-310, 2000)

## **2.2 Limas Endodônticas**

### **2.2.1 Generalidades**

Limas endodônticas são instrumentos odontológicos usados no tratamento de canais com os objetivos de promover limpeza mecânica em associação com soluções químicas auxiliares e realizar o desgaste das paredes dentinárias modelando o canal em formato cônico contínuo (MOYSÉS *et al*, 2001). O sucesso do tratamento resulta fundamentalmente da soma entre a técnica do operador e o emprego de instrumentos adequados cujas características metalúrgicas, geométricas e forma de uso são brevemente descritas a seguir.

### **2.2.2 Aspectos metalúrgicos**

Até 1960 o único material usado na fabricação de limas era o aço carbono, de natureza rígida e frágil. Durante a década de sessenta, foram introduzidas as limas de aço inoxidável, mais flexíveis e dúcteis que as de aço carbono, e no final da década de oitenta foram lançadas as limas de níquel-titânio, as quais acabaram por tornar-se presença dominante na endodontia, especialmente no tratamento de canais curvos (BAHCALL e BARSS, 2000). As principais propriedades mecânicas requeridas das limas endodônticas, fundamentalmente associadas a sua metalurgia, são resistência ao desgaste da dentina, flexibilidade e resistência à fratura (BRAU-AGUADÉ, CANALDA-SAHLI e BERASTÉGUI-JIMENO; 1996); propriedades estas que não devem ser negativamente afetadas em presença dos agentes químicos usados na limpeza do canal e frente as múltiplas esterilizações ao longo da vida do instrumento (STOKES *et al*, 1999; RAPISARDA *et al*, 1999).

### **2.2.3 Características geométricas**

Limas endodônticas são providas de estrias de corte através das quais se realiza a limpeza e a conformação do canal dentário. A seção transversal da estria de corte pode ser quadrada, triangular ou romboédrica, a ponta da lima pode ser cortante ou não-cortante. As limas

de aço inoxidável podem ser manufaturadas por torção ou por usinagem, enquanto as de níquel-titânio são confeccionadas apenas por usinagem. Instrumentos com diferentes graus de conicidade já estão disponíveis comercialmente (até recentemente todos os instrumentos eram fabricados com conicidade de 0,02 mm/mm). Diante de tantas opções cabe ao clínico, conhecendo a geometria e o método de fabricação do instrumento, selecionar a combinação que lhe permita a obtenção de resultados com consistência e qualidade.

#### **2.2.4 Forma de uso**

As limas manuais são utilizadas com movimentos de limagem, alargamento, alargamento e limagem e rotação alternada. Com o advento das limas de níquel-titânio tornou-se também possível o uso de instrumentos rotatórios em conjunto com dispositivos manuais elétricos ou pneumáticos, os quais usados em velocidade rotacional consistente (entre 150 e 300 rotações por minuto) reduzem a probabilidade de fratura da lima e aumentam a eficiência do tratamento.

#### **2.2.5 Manufatura de instrumentos endodônticos**

A manufatura de limas de níquel-titânio é feita por usinagem e não por torção, visto que a superelasticidade da liga não permitiria a manutenção da forma espiral. O perfil dos instrumentos é retificado e as maiores dificuldades encontradas na manufatura incluem a eliminação de irregularidades superficiais (marcas de usinagem) e rebarbas finas dobradas nas arestas de corte que possam comprometer a capacidade de remoção de dentina dos instrumentos (THOMPSON, 2000).

### **2.3 Tratamento de implantação de íons por imersão em plasma**

#### **2.3.1 Introdução**

A implantação de íons tem origem na física atômica de estado sólido, particularizando-se pela ausência de uma interface definida entre a região superficial implantada e o núcleo do material em tratamento; em contraste com processos usuais de modificação de superfícies (deposição

de filmes, nitretação, carbonetação e outros) nos quais uma transição abrupta entre o núcleo e a região superficial, geralmente um filme, cria tensões que prejudicam ou destroem a adesão entre as camadas.

O processo, cuja patente foi registrada por Shockley em 1954, ganhou escala industrial apenas em meados dos anos setenta com aplicação predominante na área da microeletrônica voltada à fabricação de semicondutores e circuitos altamente integrados por meio da técnica de implantação por feixe de íons. Logo depois, com a continuidade das pesquisas, percebeu-se que a implantação iônica poderia competir com processos difusionais para obtenção de camadas, em busca de melhores propriedades mecânicas (tribológicas, fadiga, corrosão, microdureza e ductilidade) em ligas e metais.

Em meados dos anos oitenta, J.R. Conrad e sua equipe na Universidade de Wisconsin, desenvolveram o método alternativo de implantação de íons por imersão em plasma que, embora ainda não tenha largo emprego na indústria, vem sendo estudado em muitos centros de pesquisa ao redor do mundo (BURAKOWSKI e WIERZCHÓN, 1999).

### **2.3.2 Diferenças básicas entre os processos de implantação de íons por feixe e por imersão em plasma**

O propósito da implantação iônica é a modificação da estrutura sub-superficial de sólidos por meio de íons, os quais podem ser originados de um plasma formado ao redor da superfície do material sendo tratado ou de um acelerador de íons, entretanto, qualquer que seja a forma utilizada, uma característica comum entre ambos os processos é o direcionamento, por meio de energia elétrica, de íons positivos de alta energia cinética que penetram a uma profundidade tipicamente inferior a um micrometro na superfície do material sendo tratado.

As diferenças básicas entre as duas técnicas podem ser resumidas aos seguintes aspectos:

a) O plasma usado no método de imersão é formado por um conjunto de elétrons e íons de baixa energia (comumente  $10^{-2}$  a  $10^3$  keV), apresentando todas as características de um gás, isto é, pressão,

temperatura e quase-neutralidade elétrica. No método do feixe, o plasma é formado por íons positivos de energia mais alta (1 keV até muitos MeV).

b) Os processos de imersão e de feixe de íons são praticados sobre diferentes pressões parciais. Normalmente no método do feixe iônico, a pressão é de uma a duas ordens de magnitude menor do que no método do plasma.

c) A exposição do objeto tratado aos íons também é diferente. Na técnica do plasma o tratamento afeta simultaneamente toda a superfície do objeto, enquanto o ataque de íons na técnica do feixe fica limitado à área de direcionamento, condição esta que torna necessário movimentar o objeto sendo tratado, a fim de evitar o efeito de sombra (BURAKOWSKI e WIERZCHÓN, 1999).

### **2.3.3 Implantação de íons por imersão em plasma**

Neste processo, cujos acrônimos mais freqüentes são I.I.I.P. ou simplesmente I.P., a peça a ser tratada é isolada eletricamente e colocada em uma câmara de vácuo, à qual, por meio de sistemas de bombeamento e alimentação, se faz a admissão de um gás ativo a baixa pressão, que será então convertido em um plasma ocupando todo o volume da câmara de vácuo ao redor do objeto a ser tratado (o plasma é por vezes chamado de quarto estado da matéria, pois se suficiente energia é fornecida a um sólido este se transforma em líquido; continuando-se o fornecimento de energia o líquido se transforma em gás e este passa a se ionizar, tornando-se um plasma). Na seqüência, um alto pulso de tensão negativa é aplicado ao objeto em tratamento fazendo com que os elétrons do plasma existente sejam fortemente repelidos enquanto os cátions (íons positivos) deste mesmo plasma, devido a inércia própria de seu maior peso, irão permanecer em suas posições, levando a formação de uma zona uniforme de cargas positivas, chamada “bainha” de íons. No instante seguinte, devido as forças de atração elétrica, estes íons serão acelerados com alta energia cinética em direção perpendicular a superfície do objeto, onde podem penetrar resultando a implantação ou sofrer retro-espalhamento. Neste último caso, parte da energia é transferida para os átomos da superfície que podem ser ejetados (“sputtering”). Este material

removido passa então a fazer parte do plasma e, dependendo do seu estado de ionização, pode também ser implantado concorrendo com os íons do gás precursor. Finalmente, a redução na densidade de íons na zona interna do plasma causa uma queda correspondente na densidade de elétrons de tal forma que a bainha se expande em alta velocidade.

O pulso de tensão, que é suficientemente curto (da ordem de microssegundos) para evitar que a expansão da bainha de íons atinja as paredes do implantador abrindo arco, é então repetido reiniciando-se o processo. Na figura 3 é apresentado esquematicamente o processo de implantação iônica por imersão em plasma e na figura 4 as etapas de desenvolvimento da bainha de plasma.

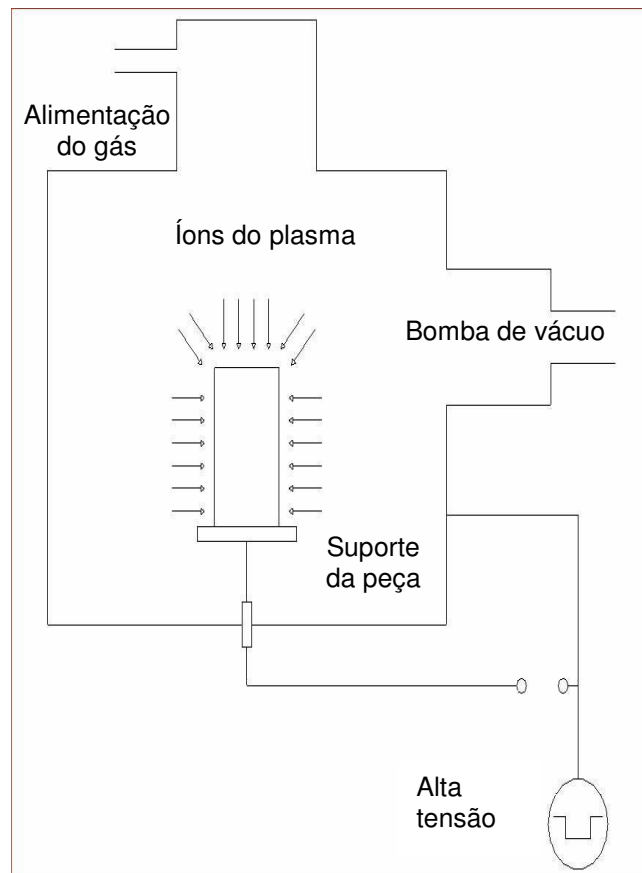


Figura 3 – apresentação esquemática do processo de implantação iônica por imersão em plasma

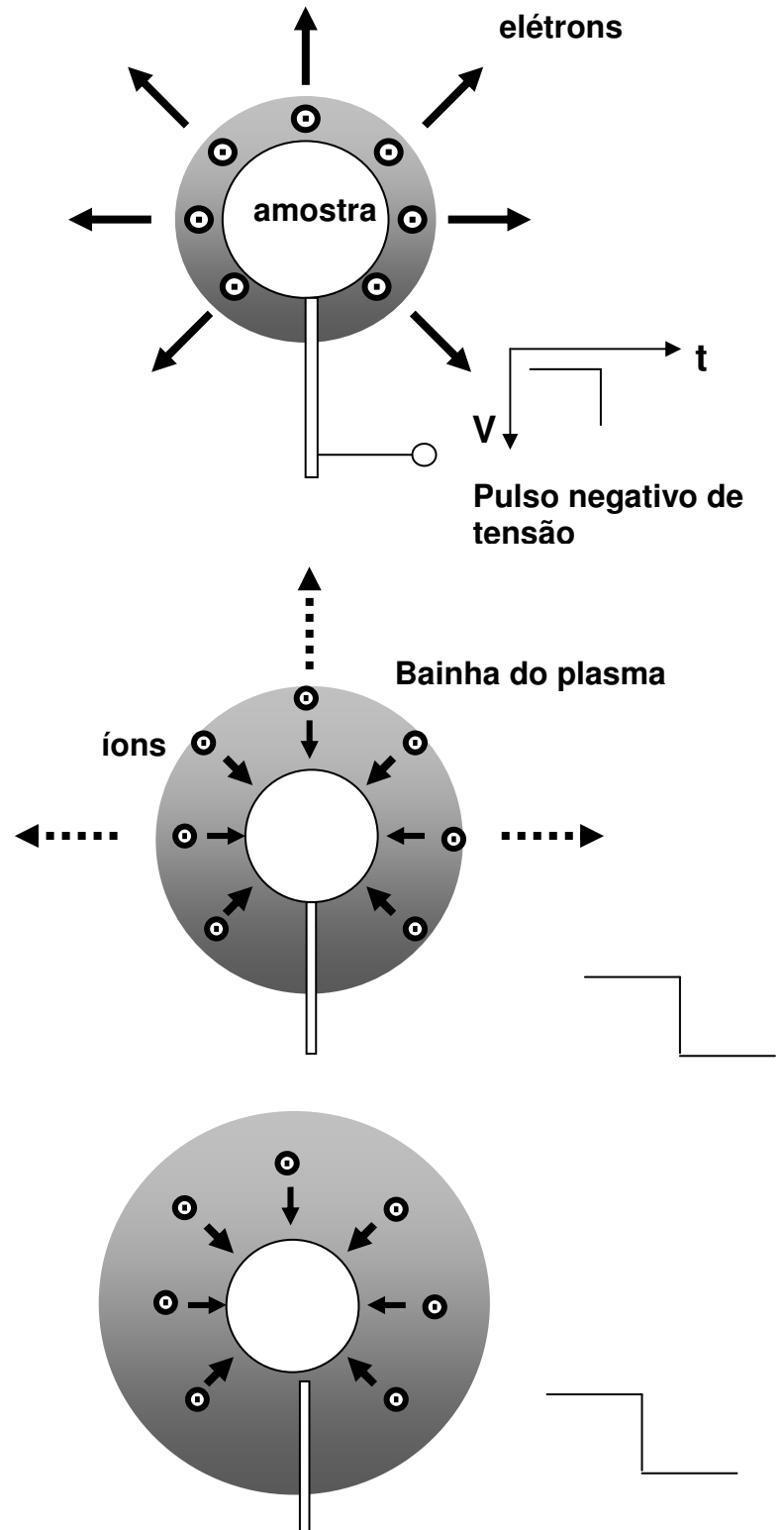


Figura 4- Etapas de desenvolvimento da “bainha” do plasma.



O gás ativo utilizado no processo é normalmente nitrogênio, hidrogênio ou argônio. O plasma pode ser produzido por diferentes técnicas, entre elas a descarga luminescente (glow) com corrente contínua, radiofrequência ou excitação por microondas.

A pressão do plasma é aproximadamente  $(2 \text{ a } 3) \cdot 10^{-4}$  mbar. A polarização, obtida normalmente com fontes pulsadas de alta voltagem, é da ordem de 50 a 100 kV, tem curta duração e é repetida em intervalos de centenas de microssegundos.

A corrente elétrica no implantador é alta (entre 100 a 1000 mA) em contraste com a faixa de 10 a 15 mA usada no processo de feixe de íons. A potência elétrica no implantador de plasma pode alcançar até 1kW e quanto maior a potência maior a densidade do plasma.

O aquecimento do objeto sendo tratado resulta da taxa de energia depositada durante o tratamento e amplia a espessura da implantação permitindo que o processo seja realizado em tempos menores; embora o limite de temperatura seja ditado pela aplicação a ser dada ao material sendo tratado, em especial, tolerância à presença de novas fases ou alterações das fases existentes.

As doses de íons implantados são comumente da ordem de  $10^{16}$  a  $10^{17}$  íons/cm<sup>2</sup>, unidade esta equivalente ao número de íons implantados e retidos em uma camada de 1 cm<sup>2</sup> de área e 1 cm de profundidade (GOMES, 2000), e os tempos de implantação podem variar entre duas e três horas, sendo que normalmente quanto maior o tempo maior a dose (BURAKOWSKI e WIERZCHÓN, 1999 e ENSINGER, 1996).

#### **2.3.4 Modificação de propriedades dos materiais implantados**

Dentre todos os elementos passíveis de serem implantados, o mais largamente utilizado, especialmente para ferramentas de corte e conformação, é o nitrogênio. O aumento da resistência ao desgaste é consequência de um endurecimento da zona superficial devido à formação de tensões de compressão e de inclusões duras (normalmente nitretos) finamente dispersas.

A concentração de íons nitrogênio na superfície do material-alvo deverá ser superior a solubilidade destes íons na rede cristalina, sendo

que o excesso irá reagir com os elementos químicos do substrato (especialmente o titânio) para a formação de nitretos.

Devido ao caráter heterogêneo da superfície, o desgaste de materiais implantados é não-uniforme sendo usualmente menor no começo do trabalho em atrito e aumentando subsequente.

A profundidade na qual as propriedades do material implantado são modificadas é da ordem de nanômetros, entretanto, a despeito desta limitada espessura, o aumento da resistência ao desgaste é significativo em decorrência das altas propriedades mecânicas encontradas na superfície.

Além de exercer marcante influência para a obtenção de propriedades mecânicas superiores, o nitreto de titânio tem boa biocompatibilidade, não apresentando nenhum efeito citotóxico em fluidos corporais, razão pela qual é freqüentemente empregado como cobertura de instrumentos cirúrgicos e odontológicos (BURAKOWSKI e WIERZCHÓN, 1999).

### **2.3.5 Preparação do objeto para o processo de implantação**

É realizada fora do implantador, consistindo na remoção de contaminantes químicos e orgânicos da superfície, normalmente por meios físico-químicos (vibração ultra-sônica em banhos de lavagem).

### **2.3.6 Características típicas do processo de implantação por imersão em plasma**

- O processo pode ser conduzido em temperaturas que não provocam alterações de estrutura, forma e dimensão;
- Todos os íons (monoatômicos ou moleculares) no plasma são implantados. Se, por exemplo, o gás utilizado for nitrogênio o plasma será constituído de uma mistura de íons  $N_2$  e  $N$ , sendo estes últimos dominantes em quantidade;
- Não estritamente mono-energético, depende principalmente da pressão de gás e forma do pulso;
- O monitoramento da dose *in situ* é difícil e requer calibração;

- Como não ocorre formação de camada, mas sim alteração nas propriedades da superfície, não se cria o problema da adesão peculiar aos processos de deposição de filmes;
- Baixo consumo de energia elétrica e materiais de processo;
- Processo é limpo (vácuo) e não polui o meio-ambiente;
- Equipamento é mais simples e barato que o utilizado na implantação por feixe iônico;
- Como o processo ocorre de forma simultânea, não há restrição ao tratamento de formas geométricas complexas ou não-acessíveis por outros métodos (LE COUER *et al*; 2000).

## **2.4 Trabalhos Experimentais**

### **2.4.1 Propriedades mecânicas e microestrutura**

Walia, Brantley e Gerstein (1988) fabricaram pioneiramente limas de níquel-titânio no tamanho 15 com seção transversal triangular, através da usinagem de fio ortodôntico de diâmetro 0,5 mm. Os instrumentos foram submetidos a ensaios de dobramento e de torção (em ambos os sentidos - horário e anti-horário), mostrando resistência e flexibilidade elástica maiores do que a de limas produzidas em aço inoxidável pelo mesmo processo. As superfícies fraturadas em torção foram observadas ao microscópio eletrônico de varredura e mostraram uma morfologia plana para ambas as limas de aço inoxidável e níquel-titânio. Foi possível pré-curvar permanentemente as limas de nitinol, da mesma maneira que os clínicos freqüentemente fazem com as limas de aço inoxidável. Os resultados obtidos sugeriram aos pesquisadores que as limas de níquel-titânio viriam a se tornar um recurso especialmente adequado na preparação clínica de canais curvos.

Melo, Pesce e Sydney (1988) estudaram as propriedades de torção e flexibilidade em limas de aço inoxidável do tipo K-Flex e Flexo-file. Foram utilizadas 110 limas de cada, distribuídas eqüitativamente entre os tamanhos ISO ("International Organization for Standardization") 15 a 40

para os testes de torção e números ISO 15 a 35 para os testes de flexão. Os ensaios foram feitos em aparelho “Torque Meter” e os resultados, após submissão a tratamento estatístico, permitiram concluir que ambos os tipos de limas, em toda a gama de calibres ensaiados, atenderam os requisitos contidos na especificação n° 28 da American Dental Association (A. D. A.) e ainda que as limas K-Flex apresentaram maior resistência a torção e menor flexibilidade que as limas Flexo-File de calibre similar.

Davies, Corcoran e Craig (1991) conduziram uma investigação para avaliar e comparar as propriedades mecânicas e de corte entre limas endodônticas manufaturadas por usinagem e por torção. Cinco diferentes limas foram testadas ( Brassler tipo K e Canal Master; Kerr tipo K e K-flex e Caulk tipo Flex-O) quanto a eficiência de corte usando o aparelho de DeJongh-Willoughby e momento de dobramento a 45° e resistência à torção medidos com torquímetro. Para o ensaio de eficiência de corte as limas foram sujeitas a quinhentos ciclos de amplitude 5 mm em movimento unidirecional com carga de 150 g sobre bloco de metil-metacrilato. Metade das limas foi então sujeita a exposições repetidas a hipoclorito de sódio, lavagem em água corrente e secagem ao ar para observar-se o efeito da corrosão sobre a eficiência de corte dos instrumentos. Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente e indicaram que as limas fabricadas por torção tinham maior eficiência de corte do que limas fabricadas por usinagem. A lima Flex-O foi a mais flexível em todos os tamanhos ensaiados. As limas usinadas tinham maior resistência à ruptura em sentido anti-horário do que as limas feitas sob torção, enquanto em sentido contrário ocorria o oposto. As amostras foram ainda inspecionadas dimensionalmente observando-se que as dimensões das limas Flex-O estavam freqüentemente em desacordo com os valores recomendados nas especificações da American National Standards Institute (A. N. S. I.).

Camps e Pertot (1995) realizaram um estudo para comparar rigidez e resistência à fratura de quatro marcas de limas níquel-titânio tipo K em tamanhos variando de 15 a 40, usando como grupo de controle limas Colorinox de aço inoxidável de fabricação Maillefer. A resistência à fratura foi verificada em torção, medindo-se o torque e a deflexão angular máxima no instante da falha. A rigidez foi determinada medindo-se o momento

necessário para dobrar o instrumento em um ângulo de 45°. O ângulo de deformação permanente, formado entre a ponta e as estrias do instrumento após alívio da carga, também foi registrado. Os ensaios foram executados segundo a especificação nº 28 da American Dental Association e dez amostras de cada tamanho foram testadas. Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente levando às seguintes conclusões:

a) resistência à fratura por torção: todas as limas níquel-titânio, com exceção a lima calibre 40 da Maillefer e a lima calibre 30 da Spadden, atendem aos requisitos especificados embora tenham torque inferior ao das limas de aço inoxidável. Observou-se também que o torque máximo para a falha aumenta com o tamanho da lima;

b) deflexão angular na falha: todas as limas níquel-titânio atendem os requisitos especificados; a deflexão angular não aumenta com o tamanho da lima; limas de aço inoxidável apresentam maior deflexão angular que as limas de níquel-titânio, exceto para os tamanhos 15 e 20;

c) rigidez: também quanto a esta propriedade, todas as limas atenderam aos requisitos especificados; as limas de níquel-titânio mostraram-se cinco a seis vezes mais flexíveis que as limas de aço inoxidável;

d) ângulo de deformação permanente: nas limas de aço inoxidável verificou-se a presença de um ângulo entre 9,94° e 18,14°, remanescente após o alívio da carga. Nas limas de níquel-titânio não houve formação deste ângulo; isto é, uma vez removido o esforço mecânico da lima dobrada a mesma retornou à posição original.

Camps, Pertot e Levallois (1995) avaliaram o relacionamento existente entre a rigidez e o calibre de limas endodônticas tipo K de níquel-titânio. Foram utilizados três grupos de instrumentos com diferentes seções transversais (triangular, quadrada e triangular modificada) em tamanhos de 15 a 40 ou 60 conforme especificação nº 28 da American Dental Association para avaliação do momento de dobramento em deflexão angular de 45°. Os resultados obtidos foram tratados estatisticamente e mostraram que as limas quadradas possuem o mais alto momento de dobramento seguindo-se em ordem decrescente as limas triangular e triangular modificada (a modificação consistiu em tornar côncavas as faces

das limas 45 a 60). O relacionamento entre calibre e rigidez foi equacionado mostrando-se exponencial para as limas de seção transversal quadrada e triangular e linear para a lima triangular modificada. Como o experimento foi feito com limas especialmente produzidas para esta finalidade o método de manufatura e o metal foram os mesmos, suportando a conclusão que a rigidez dos instrumentos é afetada pela massa dos mesmos. Em comparação com dados obtidos em trabalho prévio realizado nas mesmas condições, foi concluído adicionalmente que o momento de dobramento para limas de níquel-titânio é de três a quatro vezes menor que os encontrados para as limas de aço inoxidável, independente do tipo de seção transversal considerada.

Blockburst e Denholm (1996) realizaram medições de dureza Vickers em seis limas tipo K e quatro alargadores de aço inoxidável manufaturados por três fabricantes objetivando avaliar a variabilidade nos resultados de dureza dentro desta amostragem, inferir sobre o método de fabricação usado para estes instrumentos e sugerir correlação entre valores de dureza, resistência à tração e expectativa de corte de dentina. Foram utilizados instrumentos nos tamanhos ISO 15 e 40 com comprimento de 21 mm nos quais foram executadas sete impressões com carga de 300 g, tempo de permanência de 15 segundos, distanciadas em intervalos de 2 mm. Os resultados foram tratados estatisticamente mostrando substancial variação de dureza (403 a 651 HV) dentro da população ensaiada. Uma fórmula de correlação entre dureza e resistência tração foi utilizada. Os valores encontrados permitiram concluir que os instrumentos são fabricados a partir de material endurecido por trabalho a frio; existe uma significativa variação de dureza e resistência entre os diferentes tipos e tamanhos de instrumentos e, finalmente, que existe potencial para melhoria da resistência de alguns instrumentos pela escolha de materiais de maior dureza e resistência do que os usados atualmente.

Canalda-Sahli, Brau-Aguadé e Berástegui-Jimeno (1996) realizaram um estudo para comparar momento de torção e deflexão angular para fratura e momento de dobramento a 45° de limas tipo K de seção transversal triangular fabricadas em níquel-titânio (Nitiflex, Naviflex), titânio (Microtitane) e aço inoxidável (Flexofile, Flex-R). Foram testados

dez instrumentos de cada tipo nos tamanhos 25 a 40 (totalizando 200 instrumentos) conforme as especificações A. D. A. nº 28 e ISO nº 3630.

Os seguintes resultados foram encontrados:

a) momento de dobramento a 45°: todos os grupos testados apresentaram resultados em acordo com a especificação A. D. A. nº 28; as limas de níquel-titânio foram as de maior flexibilidade seguidas em ordem decrescente pela lima de titânio e pelas limas de aço inoxidável com a diferença entre elas tornando-se mais pronunciada nos tamanhos maiores.

b) momento de torção para a falha: as limas Nitiflex e Microtitane no tamanho 40 não atenderam o requisito especificado. As limas de aço inoxidável apresentaram os maiores valores seguindo-se os resultados encontrados para as limas Naviflex, Microtitane e Nitiflex.

c) deflexão angular na fratura: todos os grupos testados apresentaram resultados em acordo com a especificação A. D. A. nº 28; as limas de aço inoxidável foram as mais resistentes seguidas em ordem decrescente pela lima de titânio e pelas limas de nitinol.

Os resultados obtidos foram tratados estatisticamente e permitiram concluir que as limas de níquel-titânio apresentaram a maior flexibilidade e as de aço inoxidável a maior resistência à fratura. As diferenças em deflexão angular entre os cinco grupos foram maiores do que as diferenças em momento de torção, levando assim a crer que a deflexão angular é a propriedade mais indicada para avaliar a resistência à fratura por torção.

Rowan, Nicholls e Steiner (1996) compararam propriedades de torção entre limas endodônticas de aço inoxidável (Flex-O-File) e de níquel-titânio (NiTi-Quality) com calibres ISO 15, 25, 35, 45 e 55. Os autores utilizaram cem limas de cada fabricante (vinte de cada calibre) e realizaram os ensaios em uma máquina de teste Instron, aplicando a carga de torção independentemente nos sentidos horário e anti-horário. Verificaram que a deflexão angular média no sentido horário é superior a deflexão no sentido anti-horário para ambos os materiais; que a deflexão angular das limas de aço inoxidável é significativamente maior que a das limas de níquel-titânio no sentido horário, o inverso ocorrendo no sentido anti-horário. Quanto ao torque de ruptura observou-se que os valores encontrados, tanto nas limas de aço inoxidável quanto nas limas de níquel-

titânio, são essencialmente iguais qualquer que seja o sentido (horário ou anti-horário) da torção

Haïkel *et al* (1998) conduziram um estudo com 480 limas endodônticas de níquel-titânio, provenientes de quatro fabricantes e com calibres entre 15 e 40, nas quais foram avaliadas as características de resistência à torção e deflexão angular na fratura, momento de dobramento a 45° e deflexão angular permanente comparando os resultados com outros encontrados em estudo prévio para instrumentos de aço inoxidável. O estudo também submeteu parte das limas de níquel-titânio a tratamento por 12 e 48 horas em hipoclorito de sódio comparando as propriedades mecânicas encontradas com as de limas sem tratamento. Após avaliação estatística dos resultados encontrados, os autores concluíram que os instrumentos de níquel-titânio apresentaram deflexão angular permanente desprezível, maior flexibilidade e menor resistência à torção do que instrumentos de aço inoxidável, suas propriedades mecânicas atendem ou excedem os requisitos da especificação A. D. A. nº 28 (exceto a lima Maillefer calibre 40 em resistência à torção) e que o tratamento realizado com o hipoclorito de sódio não tem efeito sobre as propriedades mecânicas dos instrumentos de níquel-titânio.

Kazemi, Stenman e Spångberg (2000) com o propósito de comparar qualidades clinicamente relevantes em instrumentos fabricados com ligas diferentes, realizaram ensaios mecânicos com limas tipo H, de hélice dupla, tamanho 30, de aço inoxidável e de níquel-titânio (vinte instrumentos visualmente livres de defeito de cada tipo de metal), produzidas experimentalmente com características dimensionais idênticas. As amostras obtidas foram submetidas aos seguintes ensaios: (a) determinação da composição química (% em peso); (b) momento de torção em sentido horário a 2 rpm até a fratura do instrumento (g.cm); (c) deflexão angular na fratura do instrumento (graus); (d) momento de dobramento a 45° (g.cm) e (e) análise da superfície fraturada em microscópio eletrônico de varredura. Os ensaios mecânicos foram realizados conforme especificações A. D. A. nº 28 e ISO nº 3630/1 e os valores encontrados tratados estatisticamente. Os resultados obtidos foram os seguintes:



Tipo de instrumento	% Fe	% Cr	% Ni	% Ti
aço inoxidável	71,15	18,05	8,89	-
níquel-titânio	0,05 máximo	-	55,80	44,01

Figura 5 - composição química dos instrumentos

Tipo de instrumento	Momento torsor para fratura (g.cm)	Deflexão angular na fratura (graus)	Momento de dobramento a 45° (g.cm)
aço inoxidável	81,95 ± 1,76	602,65 ± 42,24	73,20 ± 3,25
níquel-titânio	61,40 ± 2,46	763,55 ± 90,22	29,00 ± 1,26

(valores médios ± desvio-padrão)

Figura 6 - Propriedades mecânicas dos instrumentos

A análise por microscopia eletrônica de varredura revelou fratura frágil nos instrumentos de aço inoxidável e dúctil nos instrumentos de níquel-titânio. Baseado nos resultados acima, obtidos a partir de instrumentos com características dimensionais idênticas, os autores concluíram que as limas de níquel-titânio são mais flexíveis em dobramento, entretanto podem sofrer fratura por deformação sob menor força.

Kuhn, Tavernier e Jordan (2001) investigaram a influência da estrutura proveniente de diferentes tratamentos térmicos sobre a falha em fratura de instrumentos endodônticos rotatórios de níquel-titânio das marcas Profile (Maillefer) e Hero (Micro-mega) com calibres 20 a 40, comprimento 25 mm e conicidade entre 0,04 e 0,06 mm/mm. Os resultados obtidos basearam-se em ensaios de difração de Raios-X para detectar as fases presentes na temperatura ambiente, microscopia eletrônica de varredura para estudo do estado superficial e de microdureza Vickers sobre limas. O resultado obtido na análise de difração de Raios-X mostrou

que a estrutura presente em temperatura ambiente é plenamente austenítica e que a lima foi submetida a endurecimento por trabalho a frio.

Os ensaios de microdureza foram realizados sobre limas novas e sobre limas tratadas termicamente em banho de sal e resfriadas em água.

Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente e os valores médios estão apresentados na figura 7.

Limas Endodônticas			Tratamento Térmico		Dureza Vickers
Marca	Conicidade (mm/mm $\times 10^2$ )	Calibre	Temp. (°C)	Tempo (minuto)	
Hero	6	20	-	-	421,0
Profile	6	20	-	-	475,2
Profile	4	20	350	10	407,2
Profile	4	20	400	10	420,0
Profile	4	20	450	10	401,6
Profile	4	20	510	10	372,4
Profile	4	20	600	10	258,0
Profile	4	20	600	15	258,0
Profile	4	20	700	10	254,4
Profile	4	20	700	15	254,2

Figura 7 – Variação da dureza vickers em função do tratamento térmico

Como antes do tratamento térmico as durezas obtidas foram superiores a 400 HV, pode-se confirmar que elas já haviam sido endurecidas por trabalho a frio, provavelmente induzindo a formação de precipitados. As amostras tratadas abaixo de 600°C apresentaram menor densidade de defeitos (deslocamentos) e para temperaturas acima deste valor a liga recristalizou com desaparecimento parcial dos precipitados. As análises através de microscopia eletrônica de varredura mostraram marcas de usinagem, irregularidades e trincas. Estes defeitos ficaram mais evidentes pelo fato da lima ter sido curvada artificialmente para induzir deformação. Com base neste trabalho, cujo propósito principal foi tentar relacionar a condição de microestrutura com falhas prematuras dos instrumentos, os

autores concluíram que quando o material é submetido a deformações e tensões de usinagem, uma alta densidade de defeitos no látice é produzida. Estes defeitos e as tensões internas agem negativamente sobre a mobilidade das interfaces de martensita. Em condições clínicas, a curvatura do canal distorce o instrumento endodôntico causando fadiga cíclica por repetição de tensões de tração-compressão. A nucleação e propagação das trincas ocorrem principalmente nas regiões em tensão (lado externo da porção curvada), sendo estes processos facilitados pela alta densidade de defeitos superficiais. Para aumentar a vida das limas os autores sugerem que elas sejam termicamente tratadas (recuperação) antes da usinagem de modo a ser possível reduzir o endurecimento por trabalho a frio; usar condições apropriadas de usinagem e utilizar eletropolimento para reduzir os danos superficiais de usinagem.

#### **2.4.2 Eficiência de Corte**

Webber, Moser e Heuer (1980) realizaram trabalho experimental para propor um procedimento de teste que pudesse avaliar a eficiência de corte em diferentes tipos de instrumentos endodônticos. O modelo experimental consistiu das seguintes características:

- a) Utilização de limas de seção transversal triangular, quadrada e Hedström; e alargadores de seção transversal quadrada e triangular nos tamanhos 30 e 50;
- b) Remoção de material de fêmur bovino úmido;
- c) Amplitude de corte 12,5 mm em movimento linear recíproco a uma velocidade constante de 3 ciclos por segundo durante 5 minutos;
- d) Remoção realizada simultaneamente por 4 instrumentos sobre espessura de osso de 5 milímetros;
- e) Carga de 150 gramas sobre o instrumento de corte;
- f) Eficiência de corte medida por diferença de peso em balança com sensibilidade de 0,1 mg;
- g) Limpeza das laminas de corte dos instrumentos após cada período de cinco minutos;
- h) Ciclos de cinco minutos repetidos por três vezes, desta forma testando-se 12 instrumentos de cada tipo e tamanho.

Os resultados de capacidade de corte expressos através da perda média de peso (mg / 5 minutos), estão apresentados na figura 8.

Designação do Instrumento	Primeiro desgaste		Terceiro desgaste	
	Calibre 30	Calibre 50	Calibre 30	Calibre 50
Lima triangular	58(1)	97(13)	52(22)	62(17)
Lima quadrada	58(15)	58(9)	79(16)	83(15)
Alargador triangular	56(12)	67(6)	62(2)	49(14)
Alargador quadrado	35(2)	40(10)	50(16)	42(15)
Lima Hedström	38(5)	66(9)	32(8)	33(19)

(valores entre parênteses expressam desvio-padrão)

Figura 8 – capacidade de corte versus perda média de peso

Os resultados obtidos foram submetidos a tratamento estatístico permitindo extrair as seguintes conclusões:

- O osso bovino úmido foi um material adequado para avaliação de eficiência de corte de instrumentos endodônticos;
- A eficiência de corte de todos os tipos de instrumentos ensaiados variou significativamente ao longo do número de usos;
- Instrumentos fabricados com seção transversal triangular foram inicialmente mais eficientes, porém perderam o corte após uso sucessivo;
- Instrumentos fabricados em seção transversal quadrada apresentaram maior retenção do corte;
- Limas Hedström sofreram rápida perda de corte com os usos sucessivos;

Brau-Aguadé, Canalda-Sahli e Berástegui-Jimeno (1996) conduziram um estudo *“in vitro”* envolvendo diferentes limas de seção transversal triangular (tipo K), com tamanhos ISO 25, ISO 30, ISO 35 e ISO 40, fabricadas em níquel-titânio (Nitiflex, Naviflex), titânio (Microtitane) e aço inoxidável (Flexofile e Flex-R). O objetivo da pesquisa foi comparar a eficiência de corte de limas novas e não esterilizadas submetendo-as linearmente a um ciclo de 100 movimentos motorizados de vai-vem contra um bloco de resina de metil-metacrilato (dureza 60 HV, similar a da

dentina) sob carga controlada e de valor em gramas igual ao tamanho ISO de cada lima. O experimento foi realizado sob irrigação de água corrente e utilizou um total de duzentas limas, dez unidades para cada tipo sendo testada. A partir da medição ao final de cada ciclo, da profundidade da ranhura resultante da remoção do material, foram obtidos os resultados que quando posteriormente submetidos a tratamento estatístico permitiram ordenar a eficiência de corte na seguinte ordem decrescente: Flexofile, Flex-R, Nitiflex, Microtitane e Naviflex.

Haïkel, *et al* (1996) avaliaram a eficiência de corte de instrumentos endodônticos ISO 30 de aço inoxidável, com cinco diferentes geometrias, por meio de um arranjo experimental baseado em um dispositivo motorizado de teste. Neste experimento todo o comprimento da ponta ativa da lima (16 mm) atuava sobre blocos de Plexiglass (dureza 33 HV, homogênea e similar a da dentina) inclinados em conicidade de 2%, igual a dos instrumentos sob análise, visando promover uma distribuição de força ao longo de todo o comprimento de trabalho. Com cada um dos tipos de lima, o autor realizou quatro series de 25 cortes, cada qual sobre uma nova superfície, usando movimento composto por  $\frac{1}{4}$  de volta no sentido horário seguido de movimento linear no sentido de tração a uma velocidade de 16 mm/s, sob carga fixa de 325 g. A irrigação para o corte foi feita durante cada procedimento a uma taxa de 85 ml/s. A eficiência de corte foi avaliada em termos de massa de plexiglass removido por unidade de energia consumida pelo instrumento (isto é, mg/J). Os resultados obtidos mostraram que a lima Unifile apresentou a maior eficiência de corte seguindo-se em ordem decrescente as limas Flexofile, K-flex, Helifile e K-reamer.

Kazemi e Spångberg (1996) conduziram um estudo “*in vitro*” para avaliar a capacidade de remoção de dentina e resistência ao desgaste de limas endodônticas ISO 30 de níquel-titânio. O estudo incluiu oito tipos e marcas diferentes de instrumentos e avaliou trinta limas de cada. A metodologia de teste empregada foi similar a utilizada anteriormente pelos mesmos autores para limas de aço inoxidável. A carga utilizada no experimento foi constante e igual a 100 g. O desgaste foi realizado através de cinco ciclos de movimentos de vai-vem em plano horizontal a sessenta

golpes por minuto, alternando-se entre dentina com um total de 300 movimentos e plexiglass com total de 600 movimentos. Durante o trabalho da lima manteve-se irrigação contínua com água deionizada a temperatura ambiente. Os resultados obtidos foram tratados estatisticamente e mostraram haver considerável variação em eficiência de corte e resistência ao desgaste entre os instrumentos analisados. Quando tais resultados foram comparados com os obtidos em estudo prévio com limas de aço inoxidável, pode-se concluir que limas de níquel-titânio são tão ou mais duráveis e eficientes em remoção de dentina que instrumentos similares em aço inoxidável.

Zuolo e Walton (1997) realizaram trabalho experimental para comparar a deterioração em uso clínico de limas de níquel-titânio (manual e rotatórias) e de aço inoxidável. Os autores utilizaram sessenta instrumentos de cinco tipos, provenientes de três fabricantes e separados em cinco grupos de 12 unidades cada. Os espécimes consistiram de dentes extraídos de humanos (primeiro e segundo molares com canais mesiais de curvatura moderada – 15 a 39°). A preparação dos canais foi feita manualmente e segundo rotina preestabelecida. As limas foram usadas sob irrigação copiosa com solução 2,6% de hipoclorito de sódio em tempos variando de 2 até um máximo de 22 minutos ou até evidência de desgaste excessivo ou ruptura. A monitoração do estado das limas foi feita por microscopia eletrônica de varredura no grupo de controle e nas demais em intervalos espaçados. No estado de novo todos os instrumentos foram encontrados em perfeitas condições. Em resposta ao uso, instrumentos de aço inoxidável tenderam a se desgastar mais rapidamente (6 minutos de uso), seguidos pelos instrumentos rotatórios de níquel-titânio (12 minutos de uso). Os instrumentos manuais de níquel-titânio foram os mais resistentes ao desgaste (após 22 minutos a grande maioria dos instrumentos ainda estava adequada ao uso). A incidência de quebra de limas foi pequena, concentrada nas limas de níquel-titânio (uma unidade do tipo manual e duas do tipo rotatório) ocorrendo apenas no final de vida útil em limas de pequeno calibre (ISO 2 e 3). Embora nos grupos de instrumentos de níquel-titânio tenha sido verificada a maior frequência de fratura (3 instrumentos de um total de 36), pode-se em geral observar que

estas limas (particularmente as do tipo manual) quando comparadas com instrumentos de aço inoxidável oferecem maior resistência à deterioração.

Haïkel *et al* (1998) avaliaram “*in vitro*” a eficiência de corte de limas de aço inoxidável tipo K e limas de níquel-titânio com seção transversal triangular e tipo Unifile, em presença e ausência de tratamento com hipoclorito de sódio. A eficiência de corte foi medida em equipamento motorizado usando-se placas cônicas (2º) de plexiglass como material de desgaste; a carga exercida sobre a lima foi de 325 g distribuída sobre todo o comprimento de trabalho (16 mm) e a irrigação feita com água num fluxo de 85 ml/min para remoção dos resíduos do material plástico. Quatro marcas de limas foram testadas, sendo três delas de níquel-titânio (Brasseler, JS Dental e McSpadden) e uma de aço inoxidável (Maillefer), todas tamanho ISO 30. Dez amostras de cada fabricante foram ensaiadas em cada uma das três condições, a saber: conforme recebida, tratadas por 12 horas e por 48 horas em hipoclorito de sódio. Cada instrumento foi testado em cinquenta movimentos de corte unidirecional a uma velocidade de 16 mm/s. A eficiência de corte foi expressa como a razão entre a massa de plexiglass removida pela energia consumida e os resultados obtidos analisados quanto a significância estatística, permitiram alcançar as seguintes conclusões: a) na ausência do tratamento com hipoclorito de sódio a lima Brasseler apresentou a maior eficiência de corte seguida em ordem decrescente pelas limas Maillefer, JS Dental e McSpadden; (b) a mudança causada na eficiência de corte pelos tratamentos com hipoclorito de sódio foi discreta e não estatisticamente significativa a um nível de significância de 5%.

Moysés *et al* (2001) realizaram avaliação “*in vitro*” da capacidade de corte segundo o número de uso de limas endodônticas K-Flex, Flexofile e Flex-R sobre 72 dentes humanos unirradiculares com canal reto, divididos em três grupos de 24 unidades em cada. O método de trabalho consistiu em realizar a pesagem inicial dos dentes, fazer o preparo químico-cirúrgico dos mesmos utilizando em ordem crescente de número as limas de primeiro, segundo, terceiro e quarto uso respectivamente em cada seis dentes de cada grupo, irrigando com solução de hipoclorito de sódio a 1% entre a mudança de um instrumento para outro. Ao final desta etapa se

determinava o peso final de cada dente e, por diferença com o valor inicial, a quantidade de dentina removida durante o preparo. Os resultados obtidos receberam tratamento estatístico e permitiram concluir que a lima Flex-R apresentou a maior capacidade de corte, seguindo-se em ordem decrescente as limas K-Flex e Flexofile. Concluiu-se adicionalmente que em todos os instrumentos endodônticos testados, a capacidade de corte foi inversamente proporcional ao número de utilizações.

Silva (2001) realizou testes comparativos entre limas endodônticas tipo K calibre 35 - comprimento 25 mm - de aço inoxidável (Flexofile) e de níquel - titânio (Nitiflex) com o objetivo de estimar a eficiência de corte das mesmas. Os testes foram realizados em dispositivo de simulação com movimento horizontal linear de limagem dos instrumentos sobre placas de osso bovino executando um ciclo de 45 minutos por placa divididos por nove entalhes pré-existentes. O corte de material foi realizado a 138 movimentos/minuto, com uma amplitude de 3 mm, sob carga de 150 g e refrigeração com água destilada. A eficiência de corte foi quantificada pela variação dimensional dos entalhes. Com base nos resultados obtidos o autor concluiu que as limas de aço inoxidável apresentaram capacidade de corte superior e decréscimo mais rápido de rendimento quando comparadas as limas de níquel-titânio.

Amaral (2002) realizou testes comparativos entre limas endodônticas tipo K calibre 35 - comprimentos 21 e 25 mm - de aço inoxidável (Flexofile) e de níquel- titânio (Nitiflex) com o objetivo de estimar a eficiência de corte das mesmas. Os testes foram realizados em dispositivo motorizado de simulação com movimento horizontal linear de limagem dos instrumentos sobre placas de osso bovino executando um ciclo de quarenta minutos por placa divididos eqüitativamente por oito entalhes pré-existentes. O corte de material foi realizado a 277,5 movimentos/minuto, com uma amplitude de 2 a 3 mm, sob carga de 104,61 g e refrigeração com solução fisiológica. A eficiência de corte foi quantificada pela variação dimensional dos entalhes. Com base nos resultados obtidos o autor concluiu que as limas de níquel-titânio apresentaram maior capacidade de corte do que as limas de aço-inoxidável; que o comprimento do instrumento não interfere sobre a capacidade de corte e que ambas as



limas de níquel-titânio e de aço inoxidável perderam a capacidade de corte com o uso, sendo esta perda mais significativa do primeiro para o segundo uso.

### **2.4.3 Tratamentos de superfície**

Rapisarda *et al* (2000) realizaram um estudo para verificar se tratamentos de nitretação térmica e implantação iônica em limas endodônticas rotatórias de níquel-titânio resultariam em alterações superficiais ou subsuperficiais que produzissem um aumento na resistência ao desgaste e eficiência de corte. Trinta limas novas (Profile-Maillefer Instruments SA), sendo metade delas calibre 15 e outra metade calibre 30, foram subdivididas em três grupos cada qual com cinco unidades de cada um dos tipos de instrumentos descritos acima. Um dos grupos foi mantido como de controle e os dois remanescentes receberam tratamento de superfície como se segue: (a) implantação iônica com 150 keV de íons nitrogênio em doses de  $1 \times 10^{17}$  ion/cm<sup>2</sup> sob alto-vácuo ( $10^{-7}$  torr) e temperatura ambiente com monitoração constante da corrente iônica. A uniformidade das doses foi garantida por uma “varredura” dos íons em uma área de 2 cm<sup>2</sup>, com os instrumentos girando em frente da banda iônica a 6 revoluções por minuto durante 5 horas; e (b) nitretação térmica a 500°C por 8 horas. As composições químicas dos instrumentos na superfície e abaixo em profundidades de 5, 7, 20, 40 e 60 nm, foram determinadas usando-se espectroscopia foto-eletrônica de Raios-X. Para avaliação da eficiência de corte todas as limas foram usadas em blocos de resina para treinamento endodôntico, a uma constante de 340 rotações por minuto. A remoção de material foi feita sob irrigação abundante (10 ml) de solução fisiológica em três etapas de 80 segundos - cada qual em um novo simulador de treinamento - divididas em 16 subciclos de 5 segundos cada. A quantidade de material removido foi determinada pela perda média de peso do bloco de resina, realizada no início do experimento e depois de cada um dos sub-ciclos, traduzindo-se, após tratamento estatístico, na medida comparativa da avaliação da eficiência de corte entre os instrumentos estudados. Os resultados obtidos foram:

a) razão atômica N/Ti: quando medida na superfície o valor encontrado para o grupo de controle foi inferior a 0,1; crescendo para 0,5 no grupo nitretado termicamente e para 1,2 no grupo com implantação de íons sugerindo, nestes dois últimos, a presença de camada superficial estequiométrica de nitreto de titânio com aproximadamente 10 nm de espessura.

b) eficiência de corte: comparando-se os três grupos estudados a maior eficiência foi verificada para as amostras com implantação de íons, seguindo-se em ordem decrescente as amostras nitretadas termicamente e as do grupo de controle.

A partir dos resultados obtidos pode-se concluir que ambos os tratamentos de implantação de íons e nitretação térmica promovem maior resistência ao desgaste e eficiência de corte nas limas níquel-titânio.

Rapisarda *et al* (2001) investigaram o efeito da implantação de íons nitrogênio sobre a resistência ao desgaste de vinte limas endodônticas rotatórias Profile (Maillefer Instruments S.A.) calibre 25 de níquel-titânio. Os vinte instrumentos foram separados em dois grupos, um de controle e outro com tratamento superficial realizado com os seguintes parâmetros: implantação com íons Nitrogênio de 250 KeV de energia, corrente da ordem de  $10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  constantemente monitorada durante 5 horas, doses de implantação de  $2 \times 10^{17}$  ions/ $\text{cm}^2$ , alto-vácuo ( $10^{-7}$  Torr) e temperatura ambiente. Em busca de uniformidade nas doses, os íons foram “varridos” sobre uma área de aproximadamente  $2 \text{ cm}^2$  e os instrumentos endodônticos mantidos sob rotação de 6 ciclos por minutos no caminho da banda iônica. Todas as amostras (de controle e implantadas) foram testadas por um mesmo operador, sob irrigação abundante de solução fisiológica, a velocidade constante de 340 rotações por minuto e realizando quatro preparações de 1 minuto cada (subdivididas em seis sessões de 10 segundos) em blocos de treinamento endodôntico, os quais eram substituídos por outro novo a cada etapa de 60 segundos. Nenhuma das amostras foi esterilizada em autoclave. Áreas estratégicas, fundamentais ao desempenho dos instrumentos, foram observadas em diferentes ampliações (53X a 12000X) ao microscópio eletrônico de varredura antes do início dos testes, após a etapa inicial de um minuto e ao final da

avaliação (240 segundos). Fotomicrografias provenientes das observações sobre as limas experimentais e de controle foram avaliadas por um profissional quanto a seis critérios: micro-fraturas, fratura completa, quebra da aresta de corte, dobras (metal strips), corrosão por “pitting” e por “fretting”. A análise das imagens fotográficas conduziu aos seguintes resultados:

- (a) não se constatou nenhuma diferença entre as amostras de controle e experimental antes do trabalho nos blocos de resina;
- (b) após 60 segundos de corte do bloco endodôntico as amostras do grupo de controle mostraram os primeiros sinais de desgaste com a presença de dobras nas pontas, pitting e micro-fraturas nas lâminas. As amostras do grupo experimental não apresentaram alterações significantes;
- (c) após 240 segundos de instrumentação no bloco endodôntico o desgaste das amostras de controle foi ainda mais evidente, e embora as amostras experimentais não apresentassem alterações significativas, perceberam-se os primeiros sinais de “pitting”.

Como conclusão ao estudo os autores reportaram que a implantação iônica aumenta a vida dos instrumentos, mantendo sua precisão e a forma de suas lâminas, mesmo após uso repetido em simuladores endodônticos.

Tripi *et al* (2002) realizaram um estudo comparativo entre dois diferentes métodos de deposição de camadas ricas em nitrogênio sobre a superfície de limas endodônticas rotatórias calibre 20 de níquel-titânio. O primeiro método foi baseado na reação de amônia ( $\text{NH}_3$ ) úmida com níquel-titânio a alta temperatura ( $300^\circ\text{C}$ ) e o segundo procedimento utilizado foi a deposição química de vapor por metal orgânico (MOCVD – Metal Organic Chemical Vapor Deposition) utilizando  $\text{Ti}(\text{Et}_2\text{N})_4$  como precursor do titânio e nitrogênio. A deposição foi feita a pressão reduzida (1 Torr), o  $\text{Ti}(\text{Et}_2\text{N})_4$  foi evaporado a  $25^\circ\text{C}$  e difundido na zona de deposição, a qual foi mantida a  $300^\circ\text{C}$ . Neste estudo foram utilizados 15 instrumentos endodônticos divididos em três grupos (um de controle e um para cada método de deposição descrito acima) os quais foram analisados por três diferentes técnicas: Difração de Raios-X (XRD – “X-rays diffraction”) que permitiria identificar possíveis alterações na estrutura cristalina das amostras;

Espectroscopia Foto-eletrônica por Raios-X (XPS – “photoelectron spectroscopy”) para analisar a composição da superfície das amostras e Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM – “scanning electronic microscopy”) para verificar alterações no perfil dos instrumentos. Os resultados encontrados mostraram que:

- a) Ambos os processos de deposição não introduziram novas fases cristalinas na estrutura do material;
- b) As composições químicas de superfície das amostras estudadas apresentaram as seguintes variações:

	Razão N/Ti	Razão Ni/Ti
Grupo de controle	0,20	0,30
Grupo tratado com NH <sub>3</sub> úmida	0,90	0,25
Grupo tratado com MOCVD	2,00	0,18

Figura 9 – razão N/Ti e Ni/Ti na superfície da amostra

c) As análises de microscopia eletrônica por varredura, realizadas com baixas ampliações (53/170X), não mostraram quaisquer alterações relevantes no perfil dos instrumentos, entretanto, quando analisadas a alta magnificação (2400X) as amostras dos grupos experimentais mostraram-se ligeiramente diferentes das do grupo de controle, apresentando as camadas de material depositado com a perda das características longitudinais típicas do processo de manufatura das amostras de controle. Observou-se adicionalmente que a superfície dos instrumentos tratados com MOCVD é mais homogênea e plana do que a superfície dos instrumentos tratados com deposição de NH<sub>3</sub>.

Com base nos resultados obtidos os autores puderam concluir que:

- a) Ambos os tratamentos de deposição efetuados introduziram uma camada de nitreto de titânio na superfície dos instrumentos, a qual por sua dureza, contribui para maior eficiência de corte e previne possível oxidação superficial dos instrumentos durante esterilização em autoclave;

- b) O método de deposição por MOCVD permitiu depositar na camada superficial uma concentração de nitrogênio duas vezes maior do que a concentração observada em amostras tratadas por implantação de íons ou deposição de  $\text{NH}_3$ ;
- c) As camadas depositadas pelos dois processos tratados neste estudo apresentaram diferentes características morfológicas;
- d) As análises realizadas mostrando que a menor concentração de níquel na superfície ocorreu em simultâneo com a maior taxa N/Ti sugerem que processos de deposição causam uma migração de níquel da superfície em direção ao núcleo do material.

#### **2.4.4 Outras propriedades**

Himel, Moore e Hicks (1994) realizaram avaliação “*in vitro*” da efetividade de três limas endodônticas e as técnicas com as quais são usadas. O experimento consistiu na utilização de noventa blocos de resina divididos em três grupos e instrumentados usando limas rotatórias e manuais de nitinol e limas manuais de aço inoxidável. Com auxílio de computador, foram feitas imagens dos blocos antes e após a instrumentação, as quais foram a seguir superpostas medindo-se as diferenças encontradas. A lima manual de nitinol usada em movimento de limagem causou uma remoção significativamente maior da parede externa do canal entre 3 a 6 mm abaixo do comprimento de trabalho. As limas de aço inoxidável removeram significativamente mais material da região externa do canal no comprimento de trabalho e na zona de perigo, do que fora removido pelas demais limas. As limas rotatórias de nitinol foram significativamente mais rápidas e mantiveram uma melhor instrumentação do canal em relação às limas dos demais grupos testados. Baseados nos resultados obtidos os autores indicaram que limas de nitinol devem ser usadas em movimento de alargamento e são efetivas na conformação de canais.

D’Souza, Walton e Maixner (1995) analisaram a uniformidade da seção transversal nos níveis coronal e apical de sete marcas comerciais de limas com o objetivo de comparar os resultados encontrados com os

diagramas apresentados pelos fabricantes. A presença das arestas de corte também foi examinada. As limas utilizadas foram manufaturadas por torção (K-file, K-reamer e K-flex) ou por usinagem (Flex-R, Unifile, S-file e Hedstrom) sendo a amostragem formada por 12 unidades de cada marca e tamanho (calibres 10, 25 e 40), coletadas de diferentes lotes de cada fabricante. As amostras foram embutidas em acrílico, cortadas transversalmente na altura das estrias apical e coronal e fotografadas ao microscópio. Seis clínicos analisaram independentemente as amostras e atribuíram escores às imagens projetadas sobre uma tela comparando-as com a da secção correspondente conforme projeto do fabricante. Adicionalmente realizaram também inspeção visual das arestas de corte. Os resultados obtidos permitiram concluir que as inconsistências localizavam-se primariamente nas limas usinadas de calibres menores e nas seções apicais dos instrumentos, embora, de forma geral, todas apresentassem boa qualidade e se mostrassem consistentes com o projeto dos fabricantes no que diz respeito à forma da secção transversal e a presença das arestas de corte.

Esposito e Cunningham (1995) realizaram um estudo para comparar a capacidade de limas de aço inoxidável tipo-K e de limas manuais e rotatórias de níquel-titânio em manter a forma original do canal de raízes curvas durante instrumentação. A manutenção do trajeto do canal foi determinada pela superposição de radiografias tomadas após cada instrumento utilizado (limas calibres 25, 30, 35, 40 e 45) com radiografia pré-instrumentação na qual o canal era verificado com lima calibre 10. Os resultados obtidos mostraram que os instrumentos de nitinol mantiveram em todos os casos o trajeto original do canal. Durante a instrumentação com limas de aço inoxidável a incidência de desvios do trajeto original aumentou progressivamente com o calibre da lima utilizada tornando-se a diferença, deste grupo com os de níquel-titânio, estatisticamente significativa com instrumentos acima do tamanho 30.

Stokes *et al* (1999) realizaram um estudo para avaliar e comparar a susceptibilidade à corrosão de 120 limas endodônticas calibre ISO 20, comprimento 25 mm, de aço inoxidável e de níquel-titânio imersas em solução de hipoclorito de sódio. As limas, comercializadas por diferentes

fabricantes, foram divididas em cinco grupos (sendo três deles com instrumentos de aço inoxidável e os demais com instrumentos de níquel-titânio) e foram imersas em solução de hipoclorito de sódio a 5,25% por uma hora a temperatura ambiente, registrando-se o potencial de circuito aberto (OCP – open circuit potential) medido através de um potenciômetro e um eletrodo padrão de referência de calomel. O OCP representa o potencial no qual todas as reações de oxidação e redução estão ocorrendo simultaneamente. Os gráficos de Potencial de Circuito Aberto foram classificados de acordo com a estabilidade em três critérios: estável; instável e errático. Após o período de imersão, todas as limas foram inspecionadas através de microscopia a 25 ampliações, classificadas segundo critério de agressividade do ataque, com uma amostra de cada tipo de material com maior concentração de corrosão examinada por microscopia eletrônica de varredura e em espectrometria por dispersão de energia (EDS – “energy dispersive spectrometry”). Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente permitindo extrair as seguintes conclusões:

- a) O percentual de corrosão visível nos lotes de limas de aço inoxidável fornecidos por três fabricantes variou de 4 a 25%; entre as limas de níquel-titânio fornecidas por dois fabricantes esta variação foi de 0 a 8%. Os testes estatísticos realizados confirmaram não haver relacionamento entre corrosão e material da liga, entretanto mostraram que limas de diferentes fornecedores apresentaram diferentes comportamentos de resistência à corrosão (ao final dos ensaios observou-se que limas com e sem a presença de corrosão provinham de uma mesma embalagem);
- b) Os critérios instável e errático de potencial de circuito aberto variaram de 12% a 75% para as limas de aço inoxidável e de 0% a 62% para as limas de níquel-titânio;
- c) O estudo não permitiu demonstrar um relacionamento direto entre corrosão e as medições de OCP, pois das 120 limas testadas, 29 mostraram classificação instável ou errática sem apresentar corrosão visível;
- d) O exame com EDS na lima de aço inoxidável, feito comparando-se concentrações de elementos químicos entre uma área corroída e outra não

corroída da mesma amostra, mostrou que na área atacada havia uma redução significativa no teor de Cromo. No caso da lima de níquel-titânio o exame não permitiu alcançar quaisquer conclusões, com ambas as áreas mostrando-se similares.

Dobó-Nagy *et al* (2002) compararam as características de modelagem em instrumentação manual de limas de níquel-titânio tipo S e tipo K. Os autores empregaram dentes humanos extraídos, divididos em três grupos conforme o tipo de raiz: (a) com canais retos; (b) curvos apicalmente e (c) continuamente curvos, cada um dos quais foi então dividido em dois subgrupos, um deles instrumentado com limas tipo S e o outro com limas tipo K. A performance das limas foi avaliada através de superposição de imagens radiográficas em pontos específicos, feitas antes e após preparo. Com o resultado encontrado foi observado que a preparação dos canais com limas tipo K é mais rápida do que a preparação com limas tipo S, sendo esta diferença, entretanto, não estatisticamente significativa. O estudo permitiu ainda concluir que a preparação de raízes apicalmente curvas com limas tipo K produz conformação mais apropriada do que com as limas tipo S.

Zinelis *et al* (2002) examinaram o estado atual de padronização dos instrumentos endodônticos através de medição dimensional de limas de aço inoxidável tipo H e K (calibres 8 – 40) e limas rotatórias de níquel-titânio (calibres 15 – 40), comercializadas por três diferentes fabricantes. As características selecionadas para medição foram o diâmetro da primeira parte protudente do instrumento ( $D_m$ ), o ângulo ( $\alpha$ ) e o diâmetro ( $d_1$ ) projetado na ponta do instrumento (este último calculado conforme a norma ISO), buscando-se determinar a partir destas medições:

- a) A incidência e grau de desvio do diâmetro da ponta em relação a norma ISO 3630-1:1992;
- b) A mesma dimensão em limas tipo H e K com calibres entre 8 – 25, produzidas por um mesmo fabricante, calculando-se o desvio padrão da amostragem ( $n=6$ ) e estimando-se através de teste estatístico a diferença entre os valores obtidos e os padronizados e adicionalmente, com base nos resultados anteriores, calcular o percentual de diferença entre os diâmetros de limas seqüenciais entre os calibres 8 e 40. O estudo foi



conduzido utilizando-se um microscópio universal de medição marca Leitz, modelo UWM-SKI, operando em modo de transmissão com uma resolução de 0,1  $\mu\text{m}$ . Os resultados encontrados mostraram que:

- (a) Na grande maioria das limas dimensionadas o diâmetro ( $d_1$ ) encontra-se dentro do campo de tolerância, embora em nenhum dos casos coincida com o valor nominal;
- (b) Na grande maioria das limas tipo K dimensionadas os diâmetros encontrados foram ligeiramente acima do nominal, o inverso ocorrendo para as limas tipo H;
- (c) Há uma grande variação na diferença relativa entre dois tamanhos consecutivos de instrumentos, sendo esta diferença mais pronunciada nas limas com calibres entre 8 e 25.

Com base nos resultados alcançados, os autores concluíram que devido a amplitude de tolerância prescrita pela norma ISO ( $\pm 0,02$  mm para todos os diâmetros), quando o diâmetro de ponta de um instrumento encontrava-se próximo ao limite inferior de especificação e o diâmetro de ponta da lima seqüencial seguinte estava próximo do limite superior da norma, a diferença entre ambos tornava-se exagerada. Ocorrendo o inverso, duas limas que em tese seriam seqüenciais poderiam na realidade estar se superpondo. Em muitas ocasiões, estes desvios constituem-se na maior fonte de dificuldades encontradas nos tratamentos clínicos, especialmente quando o canal é de natureza curva ou estreita.

### **3 PROPOSIÇÃO**

O presente trabalho propõe-se a comparar limas endodônticas de níquel-titânio, tipo K, ISO 35, submetidas ao tratamento de implantação de íons por imersão em plasma, com limas não-tratadas de aço inoxidável e de níquel-titânio, avaliando:

- a) os efeitos sobre a resistência ao desgaste dos instrumentos;
- b) os efeitos sobre a flexibilidade dos instrumentos.

#### 4 MATERIAL E MÉTODO

Na figura 10 é apresentado um esquema da metodologia empregada na execução deste trabalho.

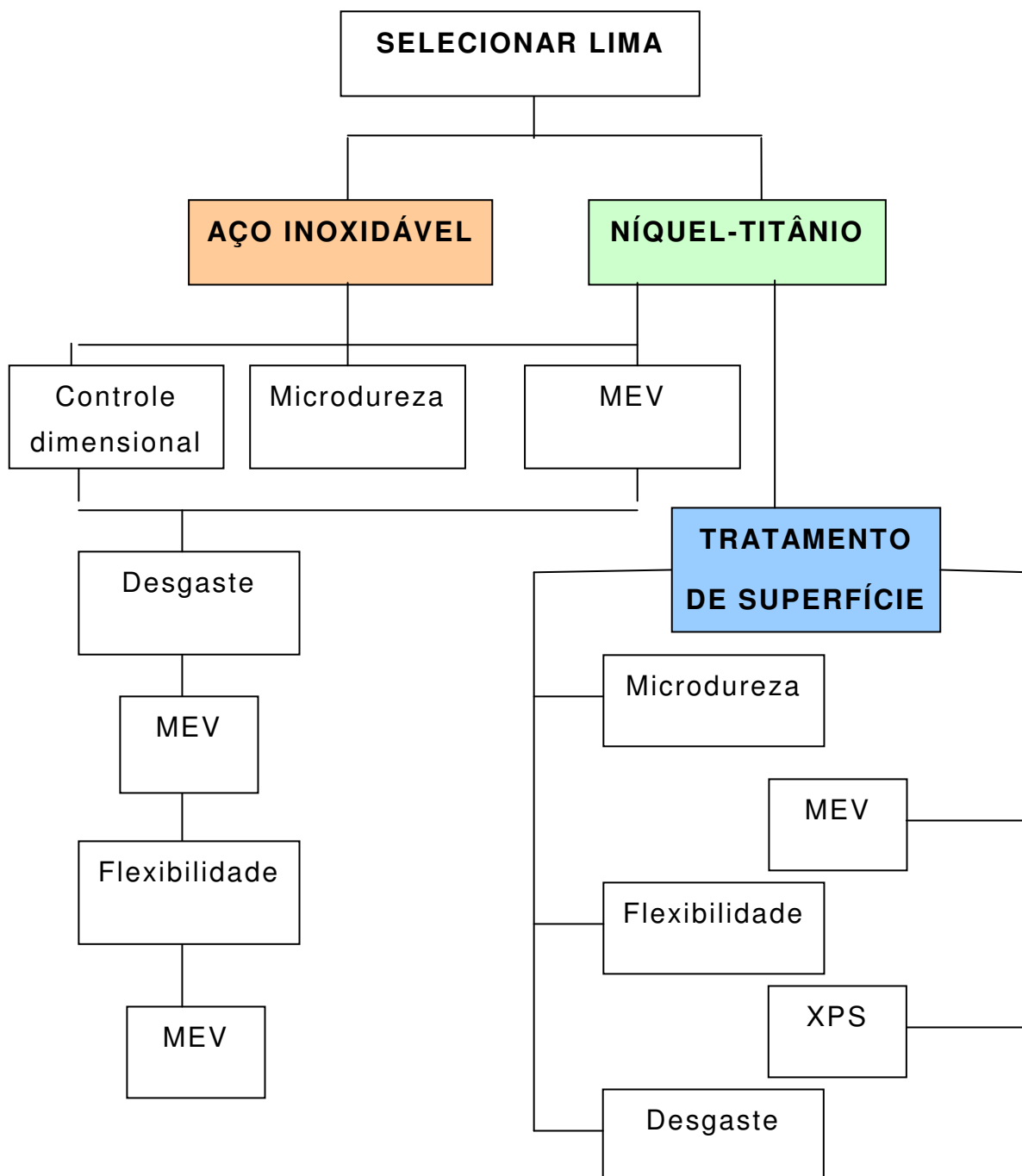


Figura 10– Representação esquemática da metodologia empregada no trabalho

Os testes inicialmente realizados com as limas de aço inoxidável e de nitinol foram microdureza Vickers, controle dimensional, flexibilidade e desgaste, além da microscopia eletrônica de varredura realizada em três instantes, a saber: no recebimento, após ensaio de desgaste e após ensaio de flexibilidade. Em seqüência ao tratamento de superfície as limas de nitinol foram submetidas a microdureza Vickers, testes de flexibilidade e desgaste, microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia foto-eletrônica de Raios-X. Neste trabalho foram utilizadas limas endodônticas manuais (figura 11) de fabricação Maileffer – Suíça, tipo K, calibre ISO 35, comprimento 25 mm de aço inoxidável (modelo Flexofile) e de níquel-titânio (modelo Nitiflex). As limas foram utilizadas no estado de recebimento, sem qualquer esterilização.

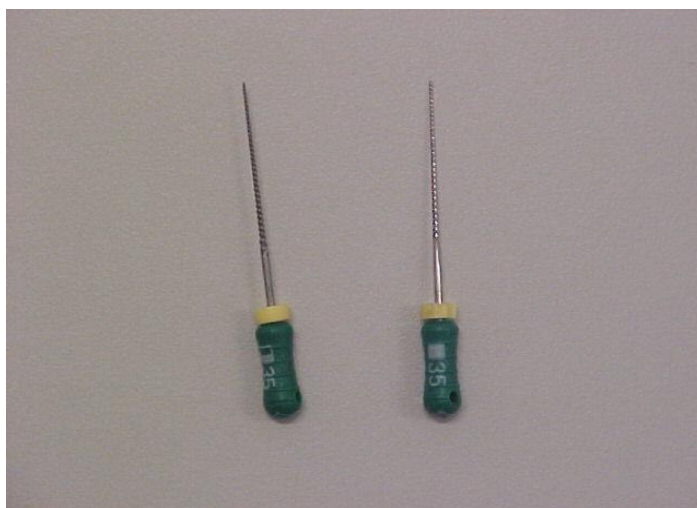


Figura 11 – Limas endodônticas utilizadas no trabalho

#### 4.1 Controle dimensional

Duas unidades de cada tipo de lima foram submetidas à inspeção dimensional em um projetor de perfil modelo ST 1000 (Figura 12), fabricado por Heinrich Schneider – Germany, determinando-se o comprimento da lâmina cortante, o número de estrias e o diâmetro e ângulo das hélices em duas posições  $D_0$  e  $D_{13}$  sendo as medições em  $D_0$  feitas na ponta do instrumento, e em  $D_{13}$  a 13 mm da extremidade da lâmina cortante. As medições foram realizadas com uma ampliação de 50x.



Figura 12 – Projektor de perfil modelo ST 1000

#### 4.2 Microdureza Vickers

A microdureza Vickers foi realizada no núcleo das limas, ao longo do comprimento de corte (eixo longitudinal) do instrumento, em seis pontos espaçados a cada 3 mm aproximadamente. Os ensaios foram feitos com carga de 300 g e tempo de permanência 15 s, usando-se o equipamento modelo FM-300-E (figura 13), fabricado por Future-Tech, Japan. Foram ensaiadas duas limas de aço inoxidável, e quatro limas de nitinol (duas antes e duas após o tratamento de superfície).



Figura 13 – Microdurômetro Vickers modelo FM-300-E

### 4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

Para avaliar a superfície das limas foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura Leo 1450V (figura 14), pertencente ao Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia Química de Lorena (FAENQUIL) – SP.



Figura 14 - Microscópio Eletrônico de Varredura

### 4.4 Espectroscopia Foto-eletrônica de Raios-X

Os ensaios de espectroscopia foto-eletrônica de Raios-X (XPS) foram realizados em um equipamento (figuras 15 a 17) pertencente ao Instituto de Física da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).

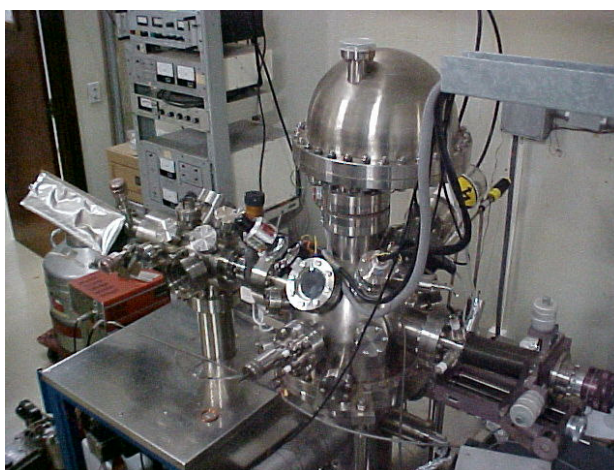


Figura 15 – vista geral do analisador XPS

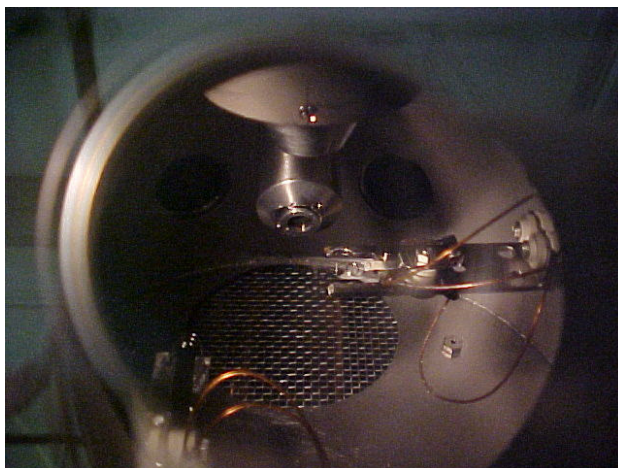


Figura 16 – vista da câmara de colocação da amostra

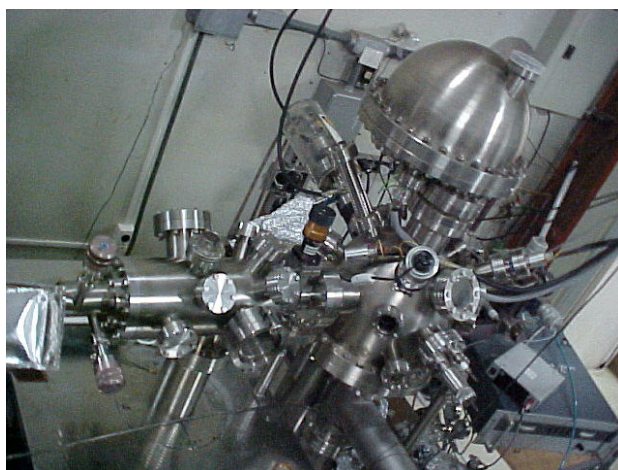


Figura 17 – vista do sistema de análise

Com a utilização desta técnica foi determinada a composição da superfície das limas de nitinol após o tratamento de implantação de íons por imersão em plasma. Os espectros de fotoelétrons de Raios-X das amostras ensaiadas foram obtidos com um analisador hemisférico HA 100 VSW operado em modo de transmissão com energia de 44 eV. A pressão durante as medições foi sempre menor do que  $2 \times 10^{-8}$  mbar.

#### 4.5 Ensaio de Flexibilidade

A flexibilidade das limas foi medida pelo momento de dobramento a  $30^\circ$  e a  $45^\circ$ . Os ensaios foram realizados em um equipamento chamado *troprômetro* (figuras 18a/18b), pertencente ao Departamento de Dentística da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, e projetado conforme requisitos da especificação A.D.A. n° 28.



A metodologia do ensaio consistiu nas seguintes etapas: a) Remoção do cabo do instrumento endodôntico, no ponto de encontro com o eixo metálico da lima; b) Fixação da lima perpendicularmente ao mandril, ocupando um comprimento de 3 mm a partir da ponta; c) Aproximação da lima a um ponto de encosto, localizado a 17 mm da ponta do instrumento; d) Aplicação manual de uma carga crescente na ponta do instrumento provocando flexão no eixo da lima. A força de reação a este esforço era então lida em uma balança digital Mettler, modelo PB 3002, sensibilidade 0,0010 g, sobre a qual o ponto de encosto se encontrava apoiado. Simultaneamente, esta força normal era transferida, por um mecanismo de cremalheiras, a um eixo dotado de um ponteiro que defletia sobre um transferidor, permitindo a leitura do ângulo de dobramento.



Figura 18 – (a) Troprômetro; (b) Detalhe da lima no equipamento



#### 4.6 Confeção das placas de desgaste

A escolha de um método gravimétrico (diferença de peso) para medição da eficiência de corte das limas endodônticas foi feita pela simplicidade oferecida e na expectativa que sua utilização pudesse reduzir a controvérsia existente entre os resultados já obtidos por outros pesquisadores usando diferentes técnicas.

Entretanto, mediante os reduzidos valores encontrados para a perda de peso do material sendo desgastado pelo trabalho de limagem, o sucesso da técnica selecionada, tornou-se fortemente dependente da capacidade de se evitar que fatores outros que não a própria perda de corte da lima viessem a interferir no resultado obtido.

Nossa opção pelo uso da resina fenólica, utilizada comumente no embutimento a quente de materiais, foi precedida de pesquisa exploratória com algumas das alternativas encontradas na literatura, as quais entretanto, apresentaram os seguintes inconvenientes:

(a) Dentes humanos: sabendo de antemão que neste trabalho seriam necessárias várias amostras, descartou-se esta alternativa pela dificuldade em se conseguir dentes com dureza homogênea, buscando bloquear uma variável indesejável à medição da eficiência de corte.

(b) Ossos de fêmur bovino: a pesquisa realizada com este material mostrou sua incapacidade devido a forte higroscopia encontrada. Todas as placas de desgaste foram retiradas de um único fêmur bovino, fervido por 1 h e deixado imerso em hipoclorito de sódio 2,5% por 24 h a temperatura ambiente. A seguir, o osso foi cortado e lixado para confecção das placas na dimensão padrão (30 mm de comprimento x 20 mm de largura x 3 mm de espessura), as quais foram posteriormente armazenadas em soro fisiológico até o instante de uso. Ao ser condicionado a um nível de umidade de 15%, típico de dentes humanos (HELPER et al; 1972), o osso bovino busca estabilizar sua umidade com a do ambiente tornando-se, por este motivo, um fator de grande interferência ao resultado do trabalho de limagem, o que foi percebido pela oscilação do peso da placa de desgaste quando se tentou fazer sua medição em balança digital. Tentativas realizadas no sentido de proteger parte da superfície do osso bovino com verniz acrílico de base

aquosa (Acrilex, ref. 15010) também não foram satisfatórias para contornar esta dificuldade.

(c) Polimetilmetacrilato (acrílico ou Plexiglass): avaliações práticas deixaram claro a impossibilidade de se optar por este material, o qual, por sua baixa dureza e alta ductilidade, respondeu ao ciclo de desgaste sem qualquer perda de peso (provavelmente por se deformar, ao invés de se desgastar, sob ação da limagem). Os resultados de microdureza Vickers em placas de desgaste confeccionadas em baquelite, osso de fêmur bovino e acrílico são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Microdureza Vickers de placas de desgaste

Tipo de placa	Identificação da placa	Região do ensaio			Média	Desvio Padrão
		1	2	3		
Osso de fêmur bovino úmido	1	43,0	41,4	41,0	41,8	1,1
	2	42,9	39,5	40,2	40,8	1,8
	3	33,9	42,0	43,0	39,6	5,0
	4	42,9	40,3	39,9	41,0	1,6
	5	32,6	33,2	40,4	35,4	4,3
Baquelite	1	38,9	40,4	39,5	39,6	0,7
	2	39,6	37,4	38,8	38,6	1,1
	3	39,7	40,2	40,4	40,1	0,4
	4	38,3	37,4	40,4	38,7	1,5
	5	41,9	42,6	43,4	42,6	0,7
Acrílico	1	20,9	21,4	21,2	21,2	0,2
	2	21,2	20,8	20,9	21,0	0,2
Osso bovino desidratado	1	60,5	68,5	64,4	64,5	4,0
	2	66,4	64,6	64,7	65,2	1,0

O valor médio de microdureza das placas de acrílico foi o menor dentre todos os materiais pesquisados para uso neste trabalho. A desidratação do osso de fêmur bovino provocou sensível aumento na microdureza deste material, gerando o maior valor médio entre as alternativas estudadas. As microdurezas das placas de baquelite e do osso de fêmur bovino úmido foram comparadas utilizando-se o teste “t” para médias em amostras independentes. O resultado obtido ( $p$ -value = 0,886) demonstra existir significativa evidência estatística para concluir que as médias são iguais, o que valida o uso das placas de baquelite como um substituto razoável do osso úmido, sem apresentar os inconvenientes causados por este último. As placas de polimetilmetacrilato e de fêmur de osso bovino testadas são apresentadas na figura 19.

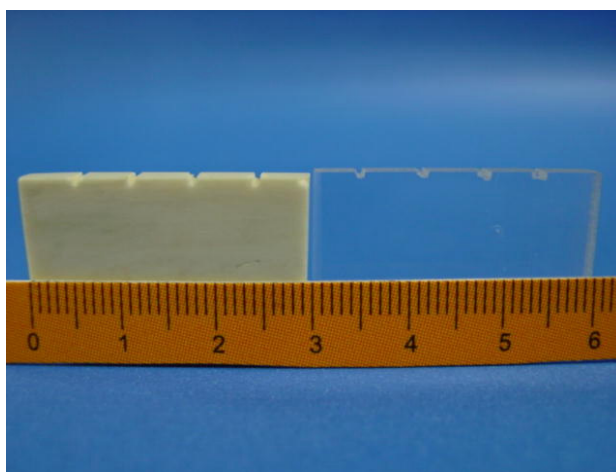


Figura 19 - placas de osso bovino e de polimetilmetacrilato

Os fatos descritos levaram a escolha da resina fenólica de embutimento a quente (baquelite) pelas seguintes razões:

- Dureza homogênea e muito similar a do osso bovino úmido;
- Baixa higroscopia;
- Boa estabilidade dimensional;
- Baixo custo de preparação;
- Reprodutibilidade controlável na preparação das amostras;
- Apresenta perda de peso em resposta ao ciclo de limagem.

As etapas de preparação da placa de desgaste estão esquematicamente apresentadas na figura 20.

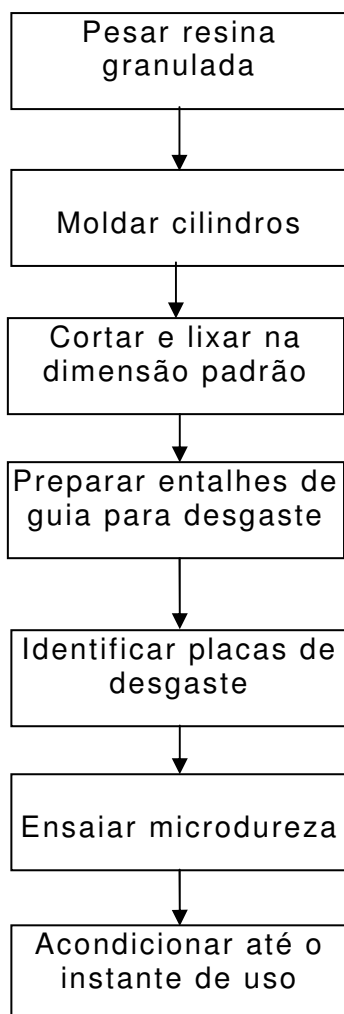


Figura 20 – Etapas da preparação das placas de desgaste

A moldagem da resina fenólica de embutimento a quente, tipo "Multfast Brown" (marca Struers), foi feita em prensa de embutimento marca Struers, modelo Tempo Press 200 (figura 21a), utilizando-se uma carga de 20-25 kN, tempo de 10-12 minutos, temperatura de 190°C - 210°C e 8 g de resina granulada, com a qual se produziram cilindros de 8 mm de altura e 30 mm de diâmetro. Os cilindros foram então seccionados ao longo da seção transversal e obtidos dois discos de aproximadamente 4 mm de espessura os quais foram lixados (lixa grana 180) em uma politriz automática modelo DPU-10 (figura 21b), sendo reduzidos a uma espessura de 3 mm.

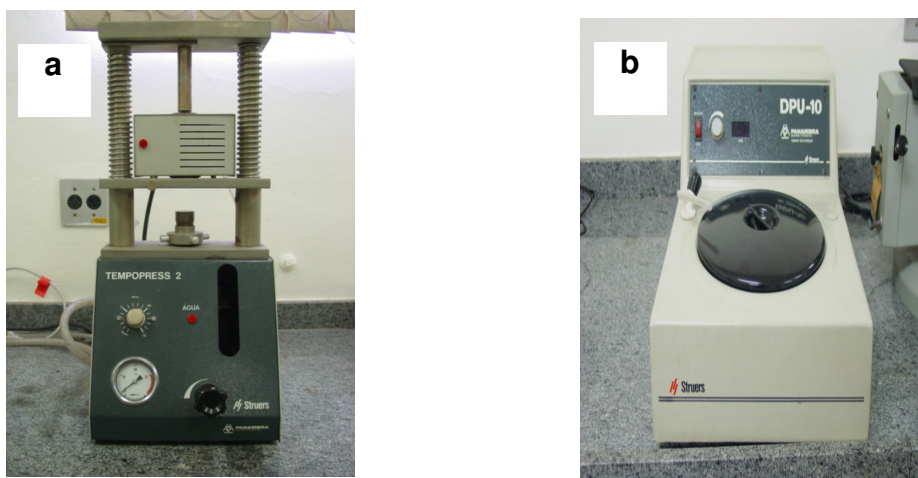


Figura 21 – (a) Prensa de embutimento; (b) Politriz automática DPU-10

Nestes discos, ainda por lixamento até uma largura de 20 mm, foram criadas duas faces paralelas e nestas, tendo como guia um gabarito de aço previamente preparado, foram confeccionados oito entalhes (quatro em cada face) igualmente espaçados com 1 mm de altura e 0,6 mm de largura, cuja finalidade foi guiar a lima endodôntica no teste de desgaste. A placa de desgaste e o gabarito de aço são apresentados na figura 22.

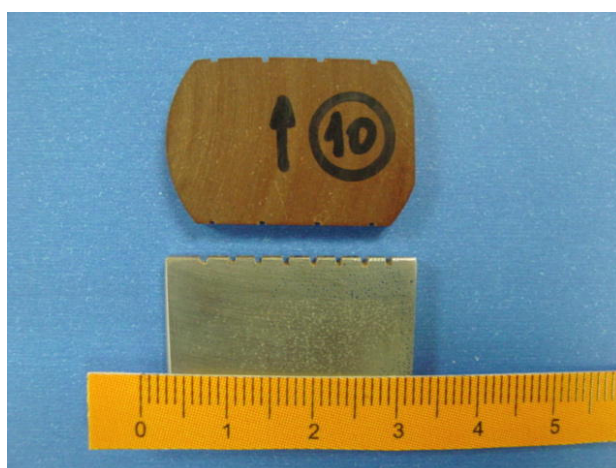


Figura 22 - Placa de desgaste e gabarito de abertura de ranhuras

Para o ensaio de microdureza Vickers usou-se o mesmo equipamento já descrito no item 4.2. As impressões foram feitas entre os entalhes na transversal da placa com 500 g e 15 s. Os ensaios foram

feitos em 5 amostras, fazendo-se 3 determinações por amostra. Após os ensaios as amostras foram acondicionadas em envelopes plásticos hermeticamente fechados onde ficaram até o instante do uso.

#### 4.7 Testes de Desgaste

As etapas existentes para a realização do teste de desgaste estão apresentadas na figura 23.

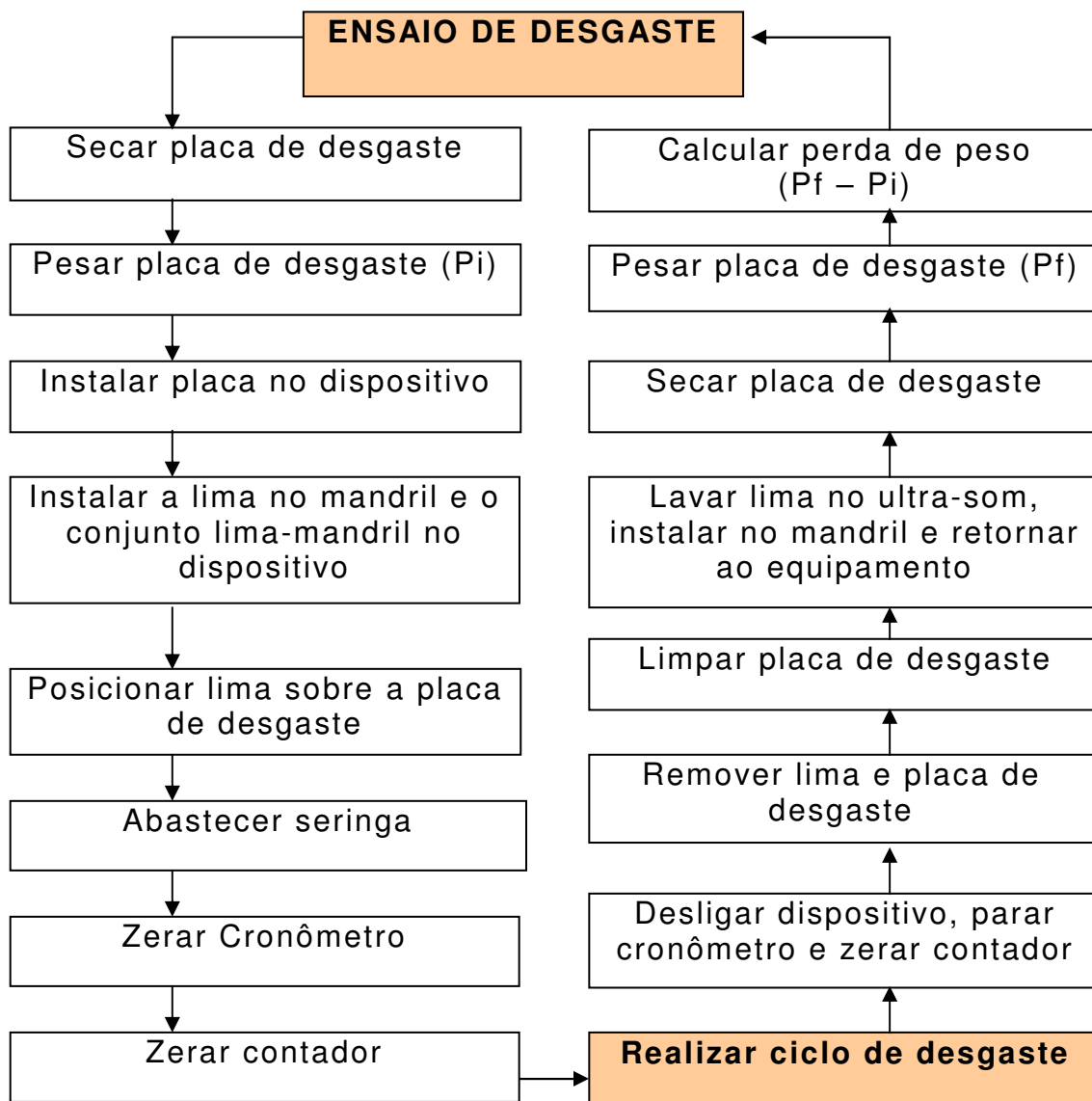


Figura 23 – Etapas do teste de desgaste

##### 4.7.1 Preparação para o teste de desgaste

As placas de desgaste foram levadas à estufa Fanem modelo 515B (figura 24a) para secagem por duas horas a 100°C. Após este

tempo, foram removidas da estufa e levadas à balança digital AS-210 (precisão: 0,1 mg), fabricante Quimis (figura 24b) para coleta e registro do peso inicial ( $P_i$ ) encontrado. A precisão da balança digital empregada para leitura das massas, foi aferida ao início de cada dia de trabalho e para reduzir ao máximo possível a interferência da umidade ambiente nos resultados encontrados, optou-se por manter no interior da câmara de pesagem um frasco com sílica gel ativa, para absorção de umidade e promoção de um ambiente seco.

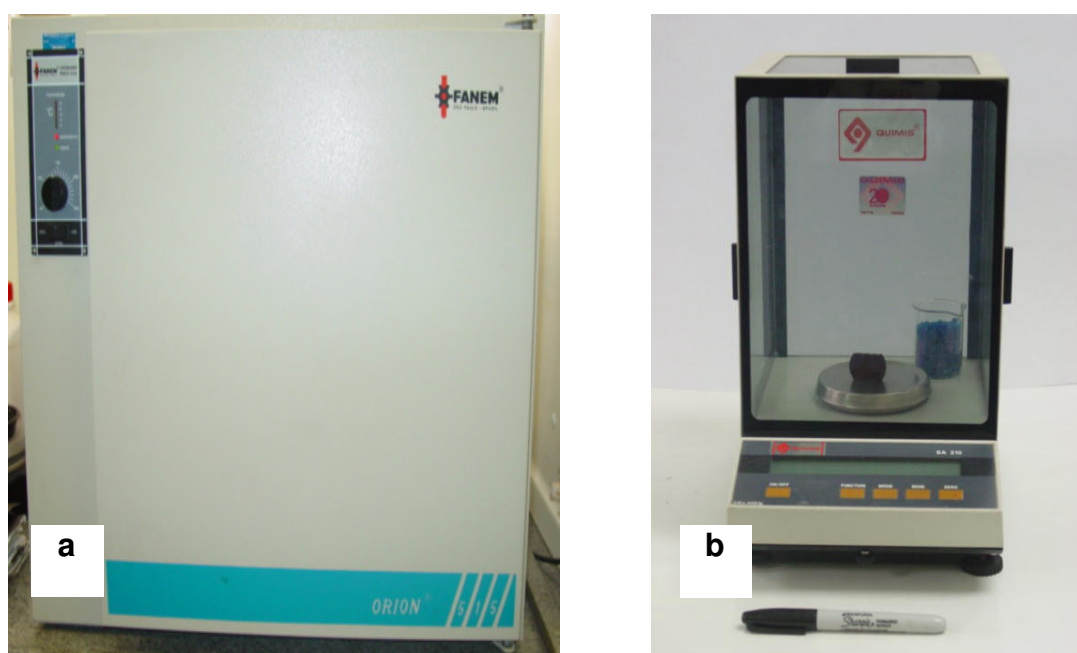


Figura 24 – (a) Estufa Fanem modelo 515 B; (b) balança digital AS 210

Na seqüência, a placa de baquelite foi posicionada e fixada contra os encostos existentes no porta-placa (figura 25), instalada a lima no mandril, e o conjunto lima-mandril ao equipamento, expondo-se sempre a mesma região do instrumento endodôntico ao trabalho de desgaste. Utilizando-se as guias de marcação existentes na máquina (figura 26), o entalhe a ser desgastado foi alinhado em relação à lima, e esta então posicionada sobre ele (Figura 27). A seguir, uma seringa era abastecida com 1,5 cc de soro fisiológico, o cronômetro e o contador de ciclos eram zerados e acionado o dispositivo de ensaio.

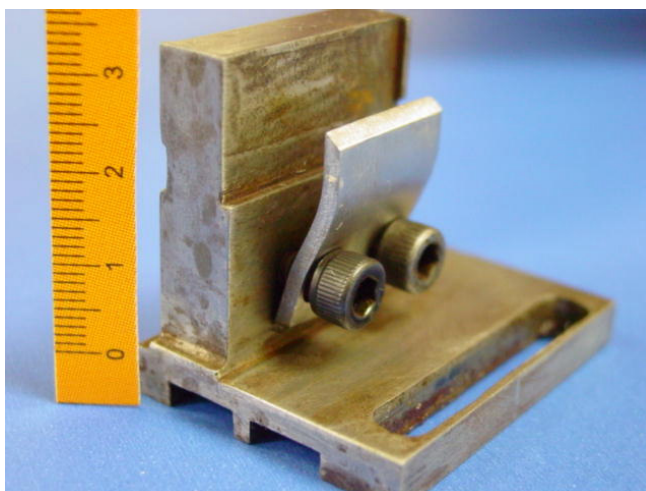


Figura 25 – Detalhe do porta-placa

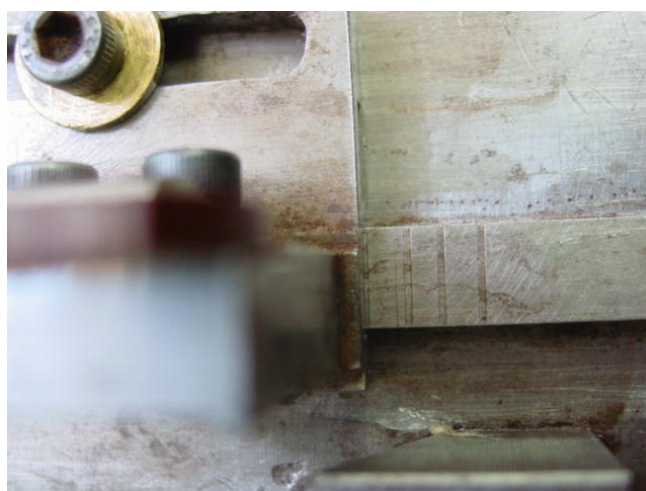


Figura 26 – Guias de alinhamento do entalhe da placa à lima

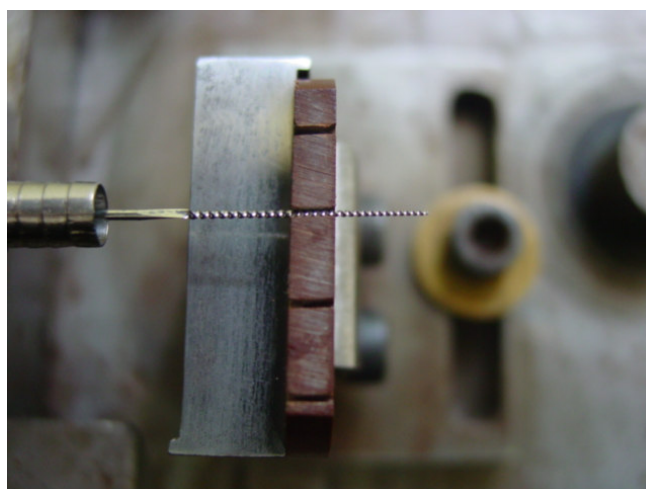


Figura 27 – Posicionamento da lima dentro do entalhe



#### 4.7.2 Ensaio de Desgaste

O dispositivo motorizado utilizado neste trabalho (figuras 28a/28b) tem por finalidade impor movimentos horizontais de vai-vem na lima endodôntica e permitir realizar os ciclos de desgaste do instrumento com a menor influência possível do operador. Com o intuito de reduzir a interferência da oscilação de tensão da rede sobre a frequência dos movimentos de limar, optou-se pela utilização de um estabilizador de tensão entre a rede e o dispositivo.

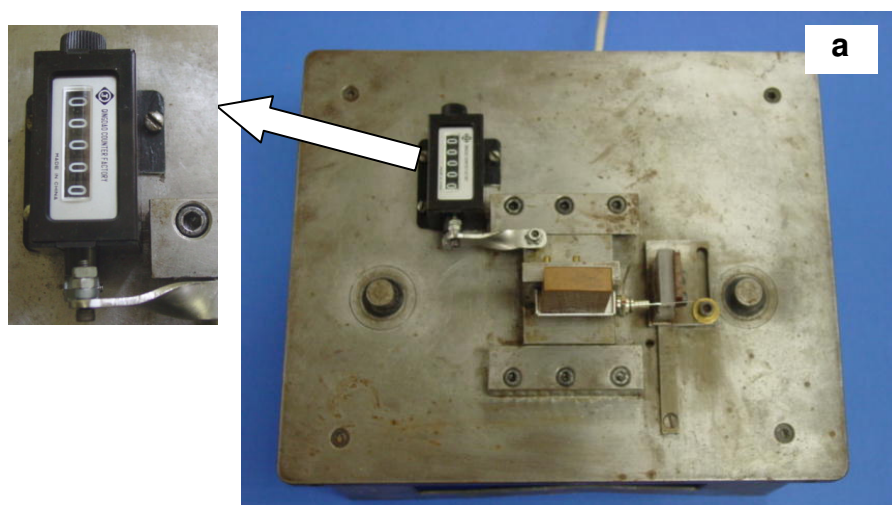


Figura 28a – Dispositivo para ensaio de desgaste (vista de topo)

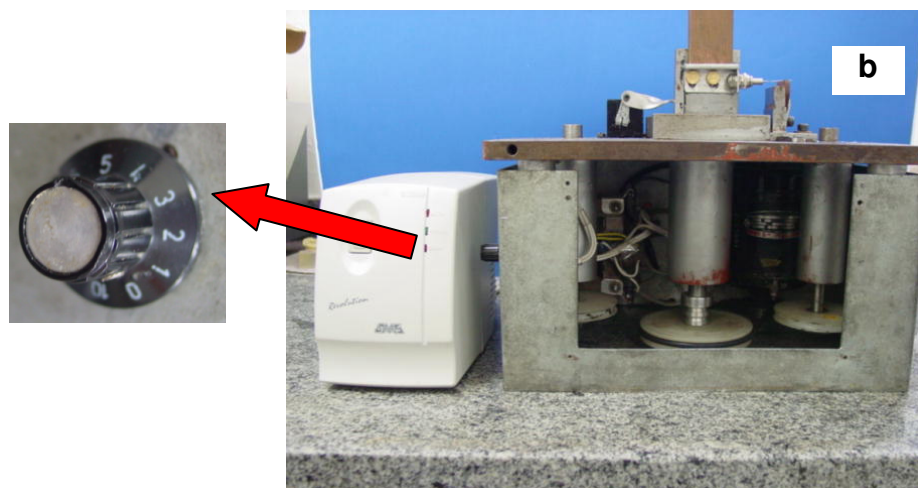


Figura 28b – Dispositivo para ensaio de desgaste (vista frontal)

Os parâmetros adotados para a realização do ciclo são apresentados na figura 29.

Condição	Descrição	Comentários
Frequência de limagem (ciclos/minuto)	138	Controle via contador de ciclos
Tempo de desgaste por entalhe (minutos)	5	690 movimentos/entalhe
Entalhes a serem desgastados por cada lima	4	2760 movimentos (20 minutos/lima)
Número de réplicas (limas) em cada condição	5	Uso total de 15 limas (5 aço inoxidável + 10 Ni-Ti)
Amplitude do movimento (mm)	13	
Intervalo da lamina de corte a ser utilizado	$D_0 - D_{13}$	
Irrigação	soro fisiológico	Aplicação com seringa
Carga sobre a lima	150 g	Aplicada verticalmente

Figura 29 – Ciclos de desgaste

A forma de aplicação da carga sobre a lima é ilustrada na figura 30.

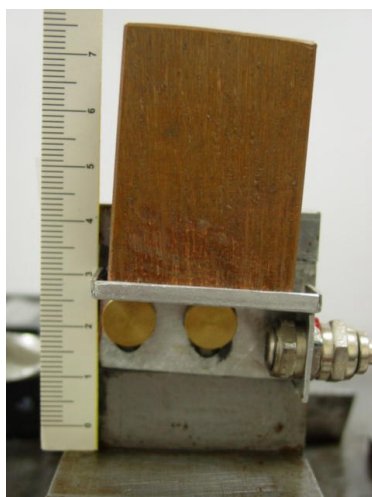


Figura 30 – Aplicação da carga na lima

O pré-ajuste da frequência de movimentos foi feito por meio do regulador de velocidade existente na lateral do dispositivo e monitorado pelo uso do contador de ciclos e de um cronômetro Kadio KD – 1069.

Ao final do período de cinco minutos, o operador retornava o regulador de velocidade a posição zero, desligava o equipamento e iniciava a preparação para a coleta de resultado e novo ciclo de desgaste.

A lima era removida da placa de desgaste e submetida a lavagem em ultra-som Thornton, modelo T7, com solução água destilada:detergente neutro 10% por cinco minutos, período após o qual era lavada com álcool etílico (P.A.), secada em ar forçado por dois minutos, e a seguir reinstalada no dispositivo (exceção ocorria após o desgaste do quarto entalhe, quando então a lima era removida e acondicionada em envelope plástico identificado e fechado hermeticamente).

A placa era removida do dispositivo, lavada em água corrente para remoção dos detritos eventualmente remanescentes do desgaste e aspergida com álcool etílico. A remoção da umidade superficial era feita com papel filtro, seguindo-se a exposição por trinta segundos à ventilação forçada com ar a temperatura ambiente, e finalmente retornando-se ao ciclo de secagem em estufa (duas horas a 100°C).

Concluída a secagem, a placa era levada novamente à pesagem em balança digital, e o resultado encontrado ( $P_f$  – após desgaste) comparado ao anterior ( $P_i$  – antes do desgaste), sendo a diferença entre ambos ( $P_i - P_f$ ) expressa como a massa de material removido.

A verificação do desgaste nos primeiro e segundo entalhes foi feita individualmente e nos terceiro e quarto entalhes de forma conjunta visto que uma parcela significativa da capacidade de corte era perdida após os usos iniciais tornando-se, portanto, de pouca valia a medida individual.

Ao final do desgaste dos quatro entalhes e das coletas de resultados, a placa de baquelite era acondicionada em envelope plástico hermeticamente fechado.

## **4.8 Tratamento superficial**

### **4.8.1 Preparação da amostra para o tratamento**

Visou remover contaminantes químicos e/ou orgânicos e foi feita em quatro etapas fora do reator, a saber:

- a) Remoção do cabo da lima, prosseguindo-se apenas com o corpo metálico;
- b) Lavagem ultra-sônica do material por 10 minutos em tricloroetileno;
- c) Lavagem ultra-sônica do material por 10 minutos em acetona;
- d) Lavagem ultra-sônica do material por 10 minutos em álcool isopropílico.

Ao final desta terceira lavagem a lima era transferida para um recipiente fechado contendo álcool isopropílico onde ficava armazenada até o início do tratamento.

### **4.8.2 Tratamento de Superfície (no interior do reator)**

Nesta fase, as seguintes etapas foram realizadas:

- a) A lima era transferida, sem secagem prévia, do recipiente contendo álcool isopropílico para o porta-peça dentro do reator;
- b) O reator era fechado promovendo-se a formação do vácuo de limpeza ( $10^{-6}$  Torr) alcançado em 60 minutos.
- c) Era estabelecida uma diferença de potencial de ( $- 1000$  V) na lima e introduzido hidrogênio (99,999% - alta pureza) reduzindo-se o vácuo no interior do reator para  $10^{-2}$  Torr. Nestas condições, mantidas por 120 s, formava-se o plasma deste gás cuja finalidade era remover vestígios de oxidação eventualmente existentes na superfície da lima;
- d) Desligava-se a fonte de corrente contínua (DC) negativa pulsada, cessando a formação do plasma;
- e) Repetia-se a etapa de formação de vácuo, já descrita no item (b);
- f) Iniciava-se o bombeamento de nitrogênio (99,999% - alta pureza) para o interior do reator até atingir-se a pressão de trabalho (35 – 45 Torr);
- g) O instrumento endodôntico era novamente polarizado a ( $- 1000$  V), estabelecendo-se o plasma de nitrogênio;
- h) A lima era mantida sob imersão por 1 h, monitorando-se a corrente de plasma para manutenção da temperatura do instrumento a  $300^{\circ}\text{C}$

máximo (controlada por um termopar tipo “k”). Ao final deste período, a fonte de energia era desligada e interrompido o bombeamento de nitrogênio; concluindo-se o processo quando a pressão e a temperatura interna se equilibravam com a do ambiente, instante em que o reator era aberto e a lima removida.

#### **4.9 Tratamento Estatístico**

Os resultados individuais da microdureza Vickers das placas de desgaste e das limas endodônticas foram tabulados (respectivamente tabela 1 e tabela 3) e são apresentados junto com os valores da média e desvio padrão de cada amostra. Similarmente os valores de momento de dobramento a 30° e 45° das limas endodônticas e de massa removida por entalhe nos testes de desgaste das limas também foram tabulados (respectivamente tabela 4 e tabela 5) e são apresentados junto com os valores da média e desvio padrão de cada grupo de amostras da mesma natureza. Para comparação entre tratamentos estabeleceu-se a seguinte rotina:

a) Teste de normalidade das distribuições segundo método de Kolmogorov-Smirnof com as seguintes hipóteses:

Ho: dados seguem distribuição normal

H1: dados seguem distribuição não-normal

b) Teste “F” e Teste de Bartlet de igualdade de variâncias usados respectivamente para duas e três populações com as seguintes hipóteses:

Ho: grupos comparados possuem iguais variâncias

H1: diferentes variâncias entre os grupos comparados

c) Teste “t de Student” para comparação de médias de amostras independentes provenientes de dois diferentes tratamentos, com as seguintes hipóteses:

Ho: médias dos grupos em comparação são iguais

H1: médias dos grupos em comparação são diferentes

d) ANOVA de um fator para comparação de médias proveniente de três ou mais tratamentos, com as seguintes hipóteses:

Ho: médias dos grupos em comparação são iguais

H1: médias dos grupos em comparação são diferentes

e) Comparações múltiplas de Tuckey: foram utilizadas como complemento a aplicação da ANOVA sempre que o resultado nela encontrado viesse a indicar diferença entre os grupos comparados. O método se baseia nas seguintes hipóteses:

Ho: Não existe diferença entre os tratamentos. Neste caso, o intervalo de confiança entre os grupos em comparação inclui o valor zero.

H1: Existe diferença entre os tratamentos. Neste caso, o intervalo de confiança entre os grupos em comparação não inclui o valor zero.

As tabelas e gráficos demonstrativos das aplicações estatísticas estão apresentadas no apêndice. O nível de significância usado neste trabalho é de 5% e o software estatístico MINITAB (release 14) foi utilizado no tratamento dos dados.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Controle dimensional

Os valores encontrados para algumas das dimensões funcionais para a eficiência de corte são bastante similares nas limas de níquel-titânio (nitiflex) e de aço inoxidável (flexofile). A conicidade de ambas foi calculada geometricamente a partir dos diâmetros  $D_0$  e  $D_{13}$  e é da ordem de 2%, coincidente com o valor contido no boletim técnico do produto. Os dados obtidos no controle dimensional das limas estão apresentados na tabela 2.

Tabela 2 – Controle dimensional das limas endodônticas

Instrumento	Comprimento da lâmina de corte (mm)	Número de estrias	Diâmetro		Ângulo da hélice	
			$D_0$	$D_{13}$	$D_0$	$D_{13}$
Flexofile	16,52	30	0,361	0,651	39°00'	41°36'
	16,66	30	0,365	0,658	38°41'	41°22'
Nitiflex	16,35	32	0,360	0,685	38°18'	44°35'
	16,45	32	0,366	0,680	39°05'	44°50'

### 5.2 Microdureza Vickers no núcleo das limas endodônticas

A média e o desvio-padrão das microdurezas das limas de aço inoxidável são, ambos, significativamente maiores do que os valores correspondentes encontrados nas limas de níquel-titânio. A média das microdurezas das amostras das limas de nitinol após o tratamento de superfície foi significativamente menor do que o valor encontrado quando do recebimento, sem apresentar variação digna de nota no desvio padrão. Os resultados da microdureza Vickers nas limas podem ser encontrados na tabela 3.

Tabela 3 – Microdureza Vickers nas limas endodônticas

Instrumento	Posição na lâmina						Média	Desvio padrão
	D <sub>2</sub>	D <sub>4</sub>	D <sub>6</sub>	D <sub>8</sub>	D <sub>10</sub>	D <sub>12</sub>		
Flexofile	556,7	547,2	570,9	534,5	545,8	564,0	553,2	13,3
	562,0	549,6	563,5	538,6	566,6	552,4	555,5	10,6
Nitiflex (CR)	368,7	374,5	379,4	384,3	381,9	365,1	375,6	7,6
	378,6	380,4	368,6	372,8	379,6	370,2	374,7	5,6
Nitiflex (TS)	374,8	355,0	358,5	365,3	356,3	358,0	361,3	7,5
	377,7	365,4	363,2	359,1	366,3	354,8	364,4	7,8

Legenda: (CR - como recebida) (TS - após tratamento de superfície)

Os valores médios da microdureza em cada posição, para cada tipo de lima, estão apresentados na figura 31.

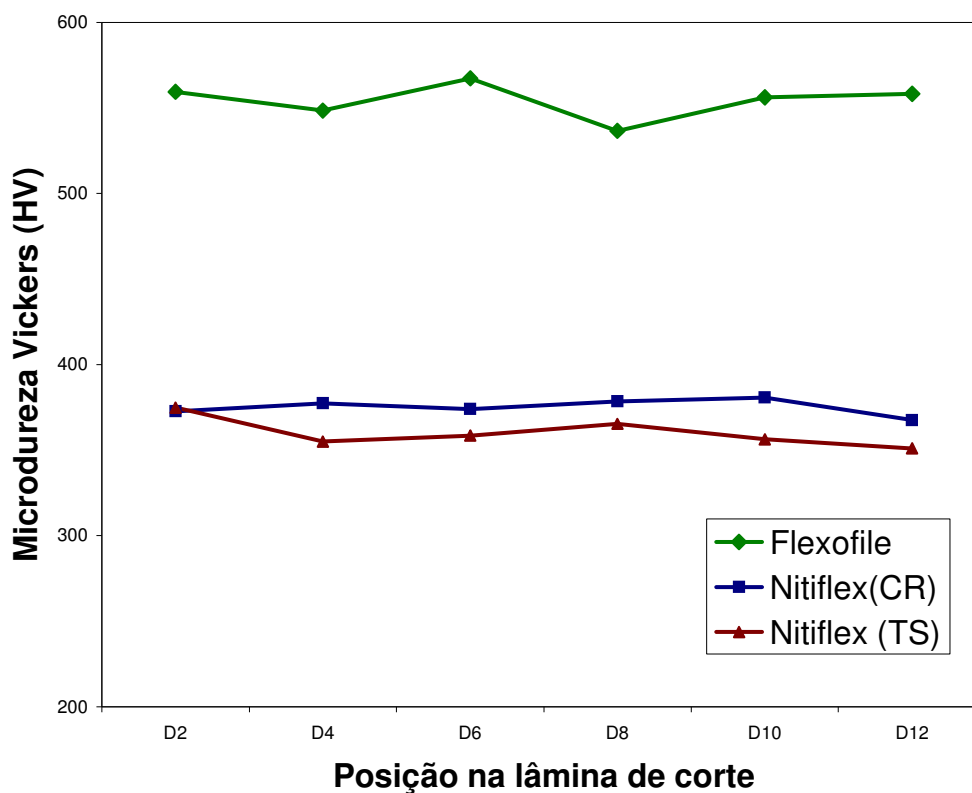


Figura 31 – Microdureza Vickers ao longo da lâmina de corte das limas.



### 5.3 Momento de dobramento das limas endodônticas

O momento de dobramento a 30° e a 45° das amostras das limas de aço inoxidável é muito superior ao das limas de níquel-titânio, entretanto, o tratamento de superfície realizado nas limas de nitinol não provocou diferença estatisticamente significativa entre as médias de momento de dobramento a 30° e a 45°. O resultado dos ensaios de momento de dobramento nas limas é apresentado na Tabela 4.

Tabela 4 – Momento de dobramento das limas endodônticas.

Tipo da Lima endodôntica	Número da amostra	Momento de dobramento (g.cm)	
		30°	45°
Flexofile	1	67,12	73,10
	2	63,59	77,27
	3	65,42	78,29
	4	73,51	79,92
	5	70,29	80,02
	média	67,99	77,72
	desvio-padrão	3,95	2,83
Nitiflex (Como recebida)	6	23,86	28,01
	7	22,36	26,04
	8	26,94	29,97
	9	21,11	23,86
	10	24,04	26,67
	média	23,66	26,91
	desvio-padrão	2,19	2,27
Nitiflex (Após tratamento)	11	19,66	22,76
	12	23,51	29,22
	13	19,81	27,37
	14	20,13	25,47
	15	17,56	22,53
	média	20,13	25,47
	desvio-padrão	2,14	2,90

Os resultados médios dos momentos de dobramento a 30° e 45° para as limas endodônticas são apresentados na figura 32.

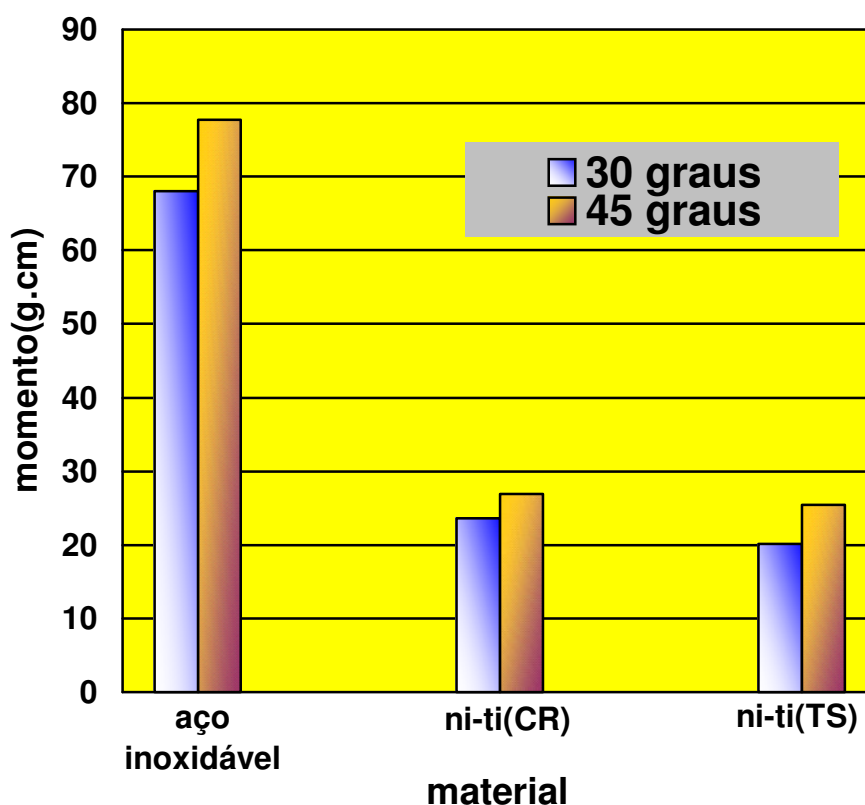


Figura 32 – Momento de dobramento das limas endodônticas

#### 5.4 Ensaio de Desgaste das limas endodônticas

Os resultados obtidos nos ensaios de desgaste permitem concluir que, ao final dos quatro ciclos de limagem sobre as placas de baquelite, há evidência estatisticamente significativa de que a resistência das limas de nitinol tratadas é aproximadamente 15% maior do que a das limas de aço inoxidável e aproximadamente 25% superior a das limas de nitinol sem o tratamento de superfície. Os valores encontrados de perda de massa são apresentados na tabela 5.

Tabela 5 – Massa removida nos ensaios de desgaste

Tipo de instrumento	Número da amostra	Massa Removida (g x 10 <sup>-4</sup> ) por entalhe			
		Entalhe 1	Entalhe 2	Entalhe ¾	Total removido
Flexofile	1	52	32	27	111
	2	48	31	29	108
	3	43	31	24	98
	4	53	29	25	107
	5	50	34	29	113
	desvio-padrão	3,9	1,8	2,3	5,8
	média	49,2	31,4	26,8	107,4
	% sob o total	45,8	29,2	25,0	(100,0)
Nitiflex (como recebida)	1	38	28	32	98
	2	33	29	30	92
	3	35	24	29	88
	4	41	25	36	102
	5	32	23	35	90
	desvio-padrão	3,7	2,6	3,0	5,8
	média	35,8	25,8	32,4	94,0
	% sob o total	38,1	27,4	34,5	(100,0)
Nitiflex (após tratamento)	1	47	41	33	121
	2	50	41	31	122
	3	54	43	33	130
	4	48	39	32	119
	5	56	47	38	141
	desvio-padrão	3,9	3,0	2,7	8,6
	média	51,0	42,2	33,4	126,6
	% sob o total	40,3	33,3	26,4	(100,0)

Os resultados médios do material removido a cada ciclo e total para cada grupo de limas endodônticas são apresentados na figura 33.

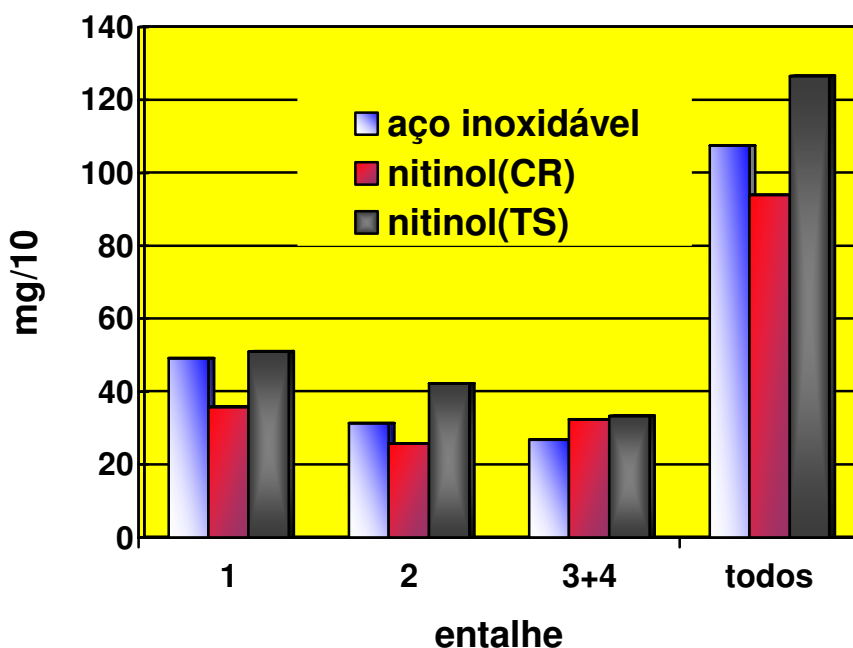


Figura 33 – Desgaste das limas endodônticas

### 5.5 Microscopia Eletrônica de Varredura das limas endodônticas

As imagens obtidas por meio da microscopia eletrônica de varredura foram realizadas em modo retro-espalhado e tomadas a meia distância do comprimento de corte (região do diâmetro D8). As seguintes observações podem ser tomadas a partir da análise destas imagens:

- O acabamento das limas de aço inoxidável (fabricadas por torção) é bastante distinto do acabamento das limas de nitinol (usinadas e polidas), figuras 34 e 37 respectivamente;
- O tratamento de superfície não é perceptível nas imagens (figuras 40, 41 e 42) em razão da ausência de uma camada;
- O ensaio de dobramento não resultou em alterações superficiais nas duas limas, conforme pode ser observado nas figuras 34 e 35 (aço inoxidável) e figuras 37 e 38 (nitinol);
- A quantidade de vazios existente na superfície das limas de nitinol é consideravelmente maior do que a percebida nas limas de aço

inoxidável, o que pode ser visualizado em quaisquer das condições estudadas;

e) O efeito do teste de desgaste sobre o fio de corte da lima de nitinol não tratada (figura 37 a) é maior do que o verificado nas limas de aço inoxidável (figura 36 a) e de nitinol após o tratamento de superfície (figura 42 a).

As imagens obtidas na microscopia eletrônica de varredura são apresentadas entre as figuras 34 e 42.

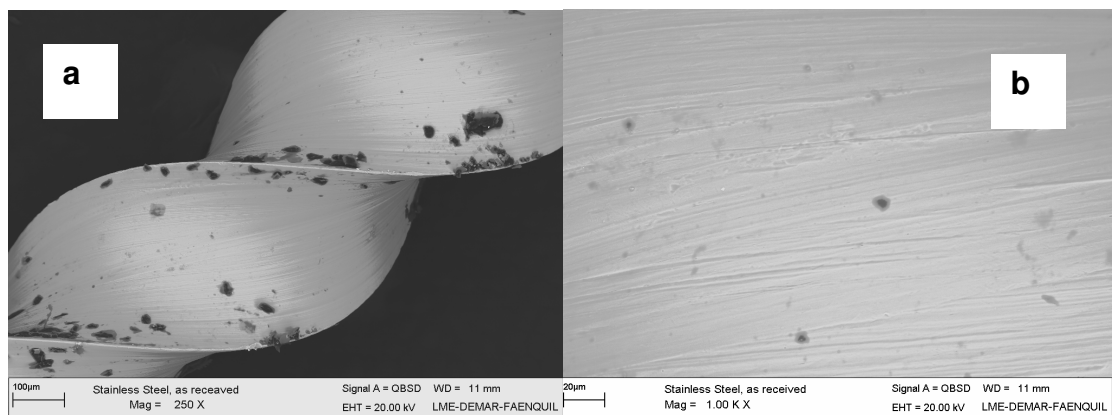


Figura 34 a/b – Lima endodôntica de aço inoxidável como recebida (ampliação de 250X a esquerda e 1000 X a direita)

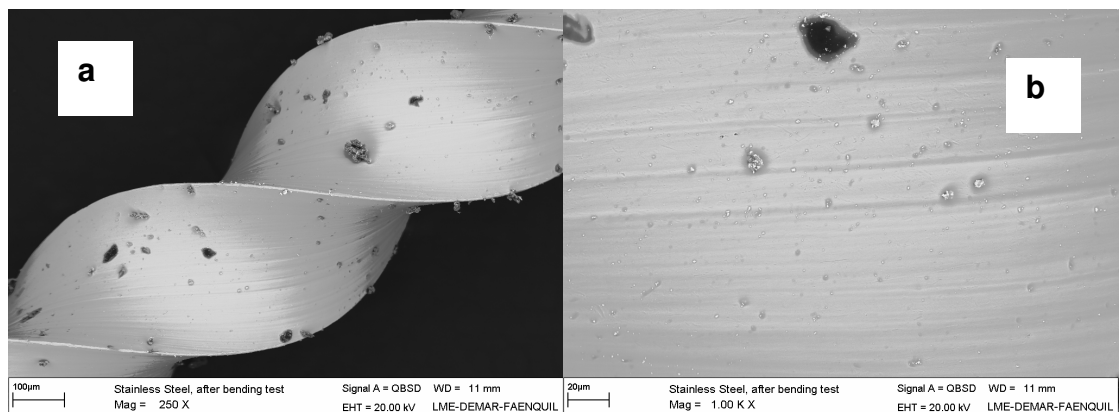


Figura 35 a/b – Lima endodôntica de aço inoxidável após teste de dobramento (ampliação de 250X a esquerda e 1000X a direita)

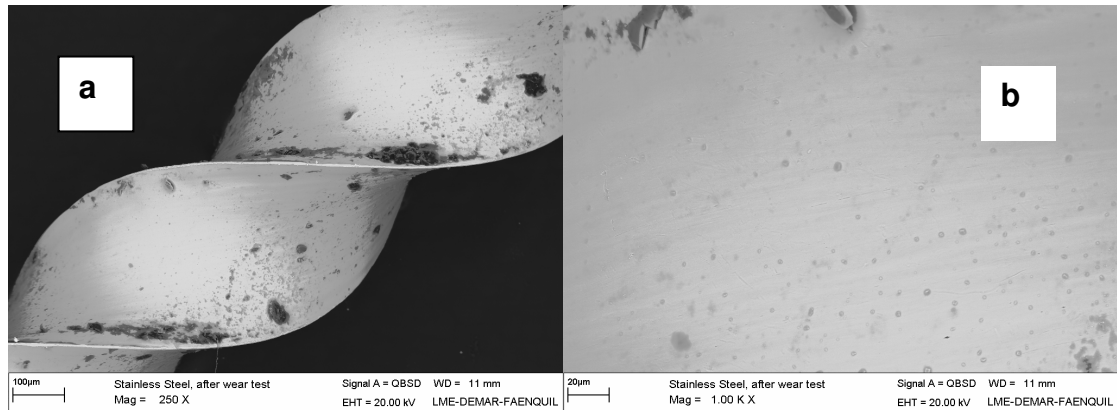


Figura 36 a/b – Lima endodôntica de aço inoxidável após teste de desgaste (ampliação de 250X a esquerda e 1000X a direita)

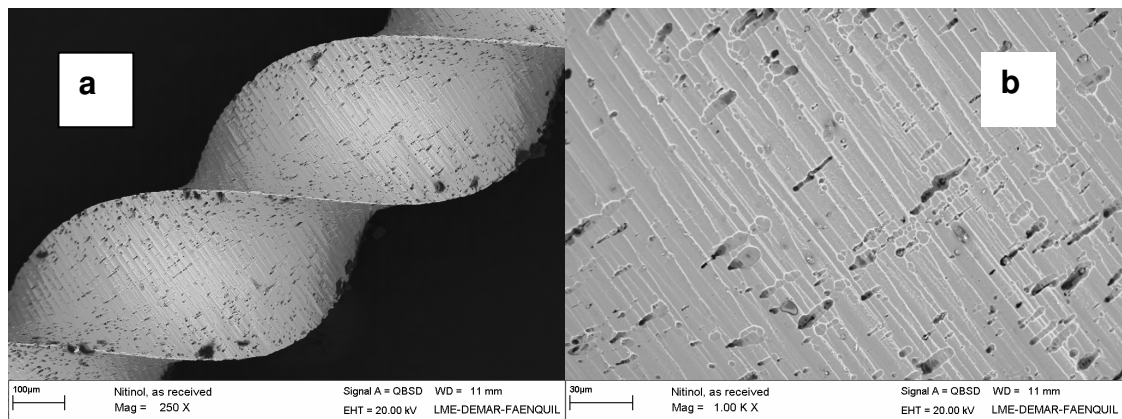


Figura 37 a/b – Lima endodôntica de nitinol como recebida (ampliação de 250X a esquerda e 1000 X a direita)

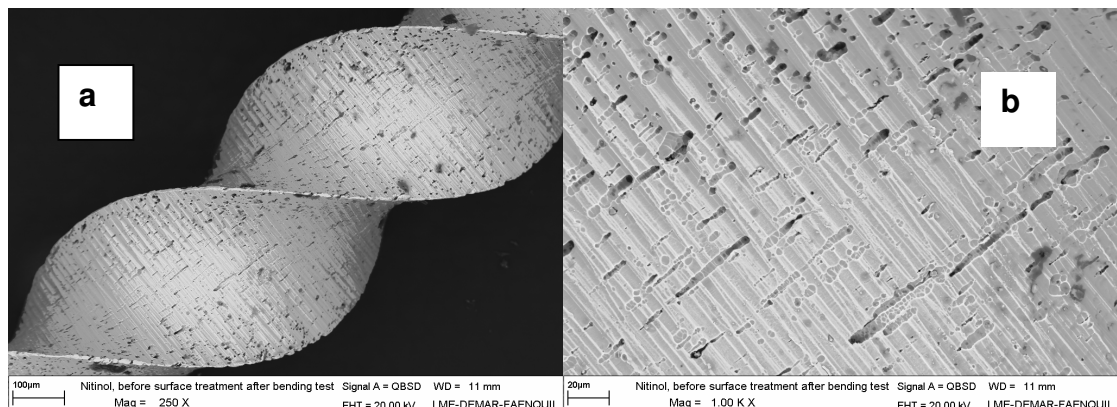


Figura 38 a/b – Lima endodôntica de nitinol antes do tratamento de superfície e após teste de dobramento (ampliação de 250X a esquerda e 1000X a direita)

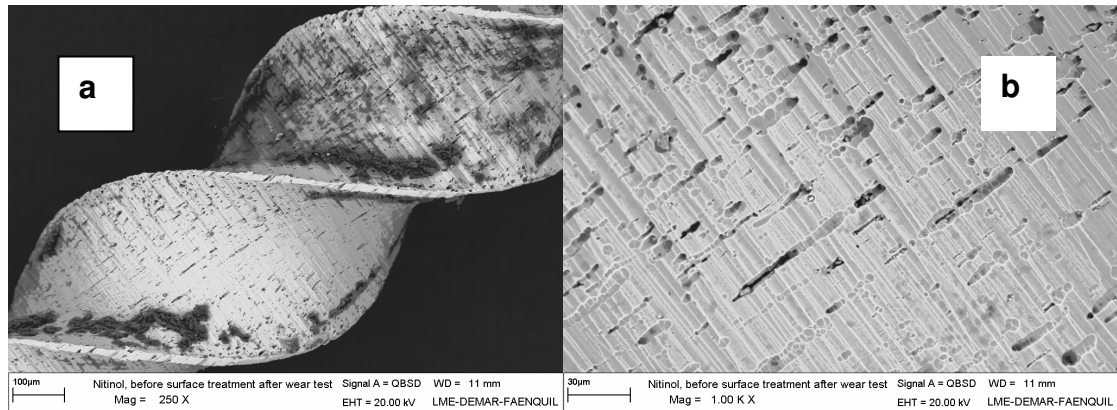


Fig 39 a/b – Lima endodôntica de nitinol antes do tratamento de superfície e após teste de desgaste (ampliação de 250X a esquerda e 1000X a direita)

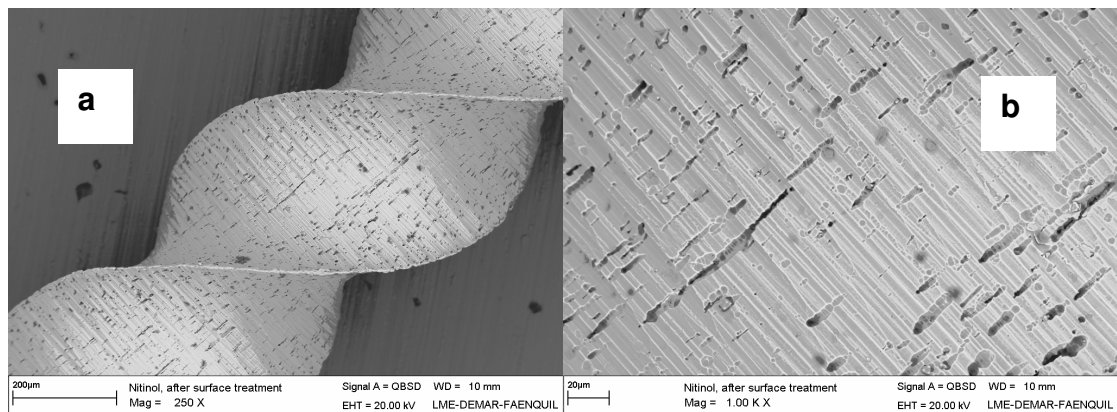


Figura 40a/b – Lima endodôntica de nitinol após tratamento de superfície (ampliação de 250X a esquerda e 1000X a direita)

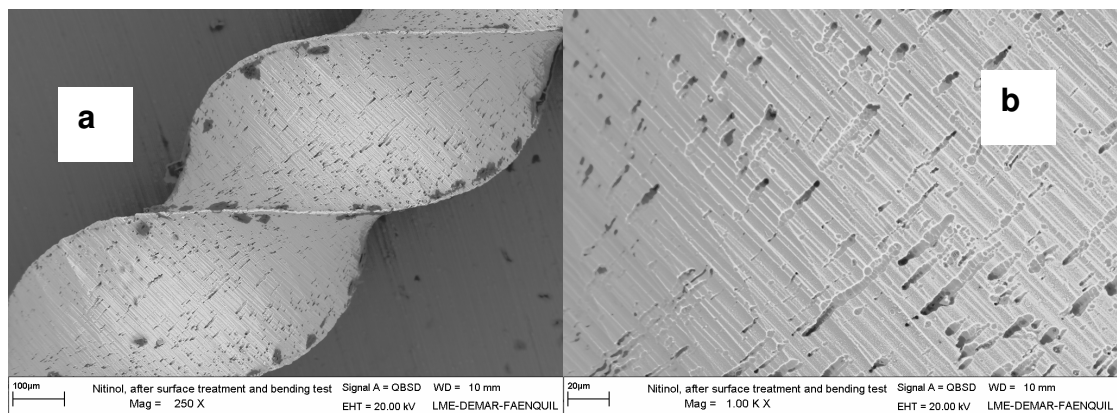


Figura 41 a/b – Lima endodôntica de nitinol após tratamento de superfície e teste de dobramento (ampliação de 250X a esquerda e 1000X a direita)

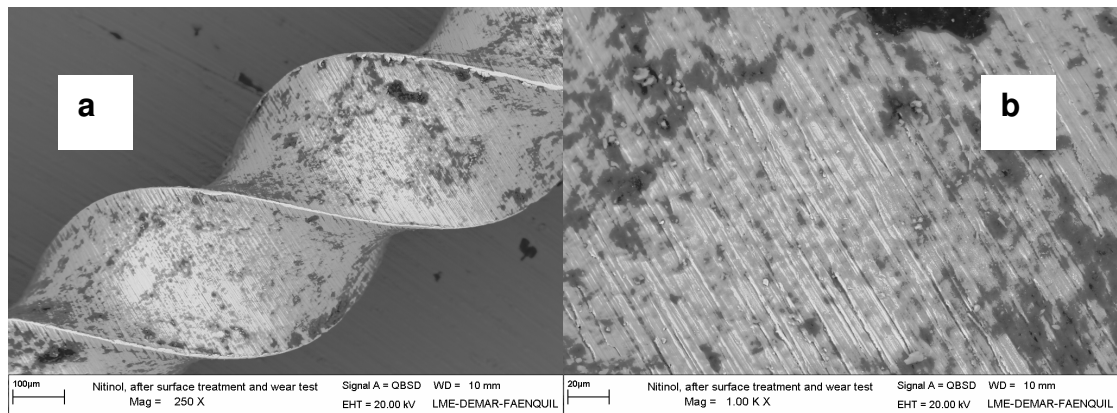


Figura 42a/b – Lima endodôntica de nitinol após tratamento de superfície e teste de desgaste (ampliação de 250X a esquerda e 1000X a direita)

## 5.6 Espectroscopia foto-eletrônica de Raios – X

### 5.6.1 Gráficos de Energia de Ligação

Nas figuras 43 a 45 são apresentados os espectros de energia para os elementos titânio, nitrogênio e níquel respectivamente.

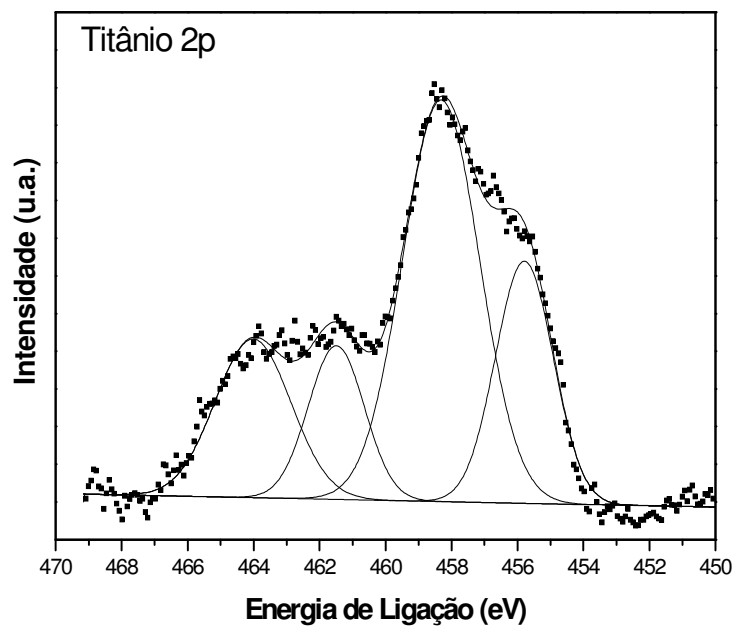


Figura 43 – Espectro para o elemento titânio



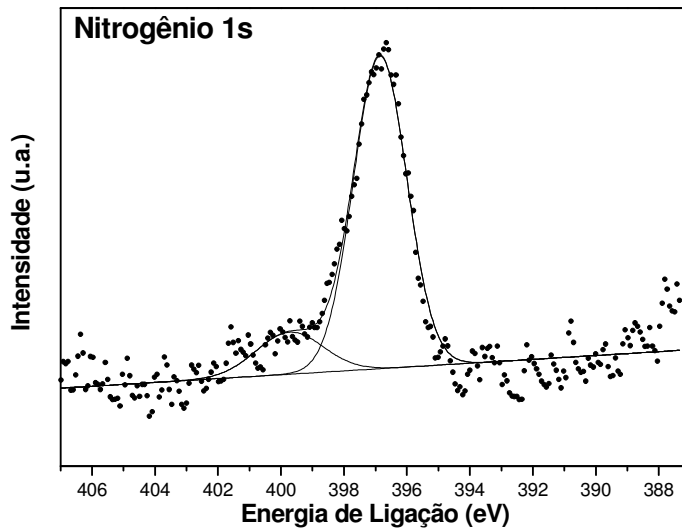


Figura 44 – Espectro para o elemento nitrogênio

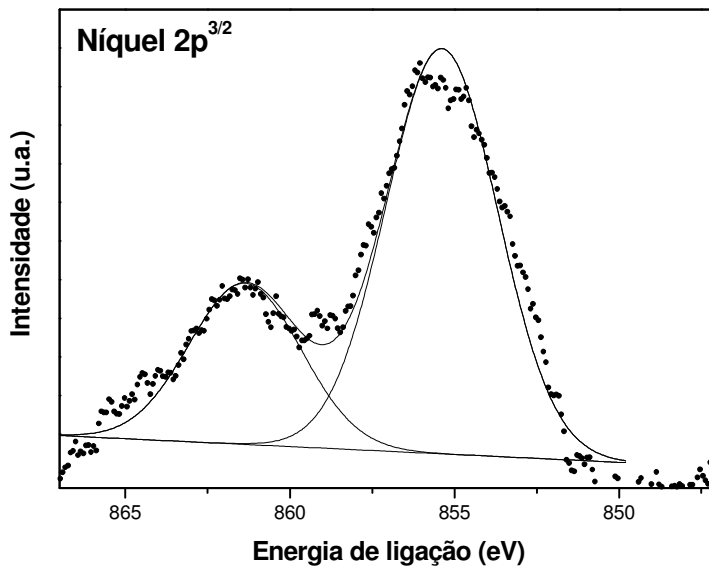


Figura 45 – Espectro para o elemento níquel

### 5.6.2 Razões atômicas encontradas após o tratamento de superfície

Na tabela 6 é apresentada a comparação entre as razões atômicas de Ni:Ti e N:Ti obtidas neste estudo com os valores obtidos por outros pesquisadores.

Tabela 6 - Razões atômicas Ni-Ti e N-Ti

Tratamento	Referência	Razão atômica	
		Ni:Ti	N:Ti
<b><u>GRUPOS</u></b>			
<b><u>EXPERIMENTAIS</u></b>			
<b>Implantação iônica por imersão em plasma</b>	<b>Este trabalho</b>	<b>0,23</b>	<b>1,15</b>
Implantação iônica por feixe de plasma	Rapisarda <i>et al</i> , 2000	0,50	1,20
Nitretação térmica	Rapisarda <i>et al</i> , 2000	0,30	0,50
Deposição de NH <sub>3</sub>	Tripi <i>et al</i> , 2002	0,25	0,90
MOCVD	Tripi <i>et al</i> , 2002	0,18	2,00
<b><u>GRUPOS CONTROLE</u></b>			
	Tripi <i>et al</i> , 2002	0,30	0,20
	Rapisarda <i>et al</i> , 2000	0,20	<0,10

## 6 DISCUSSÃO

O emprego de ligas de níquel-titânio na fabricação de limas endodônticas tem sido constante motivo de pesquisa graças as superiores características oferecidas por este material, entre elas excelente ductilidade, boa biocompatibilidade e resistência à corrosão (Bahcall e Barss, 2000; Thompson, 2000; Duerig, Patton e Stöckel, 1999) especialmente quando tais instrumentos são comparados a similares fabricados em aço inoxidável.

Somando-se aos trabalhos já existentes, este estudo buscou avaliar comparativamente a capacidade de corte e resistência ao desgaste frente a múltiplos usos, de limas calibre 35, tipo K, de nitinol e de aço inoxidável. Posteriormente, submeteu-se limas de nitinol a tratamento de superfície, investigando os efeitos sobre a ductilidade e propriedades tribológicas.

Diferentes formas de mensuração tem sido empregadas para avaliação da capacidade de corte e resistência ao desgaste de limas endodônticas, entre elas, a superposição de radiografias tomadas pré e pós-instrumentação (Dobo-Nagy *et al*, 2002), avaliação do fio de corte do instrumento endodôntico por microscopia eletrônica de varredura (Rapisarda *et al*, 2001), medição do acréscimo na profundidade de entalhes previamente preparados em placa de desgaste (Brau-Aguadé, Canalda-Sahli e Berastégui-Jimeno, 1996; Silva, 2001; Amaral, 2002) e métodos gravimétricos baseados na diferença de peso encontrada no material de desgaste por ação do instrumento endodôntico (Weber, Moser e Heuer; 1980; Haykel *et al*, 1996; Moysés *et al*, 2001). Comparando estas duas últimas metodologias, que parecem objetivas e com razoável similaridade com a prática clínica, optou-se pelo método gravimétrico, já que ensaios baseados na medição da altura de entalhes têm produzido resultados conflitantes (Silva, 2001; Amaral, 2002) provavelmente pelo fato da leitura da dimensão ser feita em um único sentido, quando em realidade, e em especial com as limas de nitinol, o desgaste também ocorre nas laterais da ranhura comprometendo a precisão das medições.

Diversos tipos de materiais vem sendo utilizados como substitutos da dentina nos testes de desgaste das limas. Embora dentes extraídos de humanos possam, a princípio, ser a escolha natural para este tipo de

estudo, seu uso prático acaba sendo contra-indicado pela dificuldade em se obter amostras de geometria e dureza similares (Miserendino, 1988; Shäffer e Tepel, 1996). A resina acrílica também tem sido usada como material de desgaste, na forma de blocos de treinamento endodôntico e em ensaios com limas rotatórias (Haykel *et al*, 1996; Rapisarda *et al*, 2000), entretanto, ao se avaliar sua adequação em estudo exploratório na forma de placas e usando instrumentos em limagem, optou-se por não utilizá-la ao observar-se não haver qualquer perda de peso da placa de desgaste, fato este indicativo que o material, por sua baixa dureza, deforma-se ao invés de desgastar-se. A exemplo de outros pesquisadores (Weber, Moser e Heuer, 1980; Silva, 2001; Amaral, 2002) considerou-se também a possibilidade de empregar osso de fêmur bovino como material de desgaste, devido a sua similaridade estrutural e química com a dentina. Embora usando amostras provenientes de um mesmo animal, notou-se haver considerável variação nos resultados de dureza em consequência de vazios sub-superficiais encontrados no material e, além disto, por ser um material de natureza extremamente porosa, o osso apresenta alta higroscopia, levando a valores erráticos de leitura da perda de peso por desgaste, não sendo, em consequência, apropriado para uso com métodos gravimétricos. Finalmente, considerou-se o uso da resina fenólica de fixação a quente (baquelite) como material de desgaste, na qual encontrou-se propriedades adequadas ao método utilizado sem afastar-se significativamente do valor de dureza encontrada para o osso de fêmur bovino úmido.

Adotou-se limas de aço inoxidável e de níquel-titânio do tipo Kerr neste trabalho por ser este instrumento indicado para uso em vários tipos de movimento, inclusive o de limagem (Silva, 2001), além do que este tipo de lima é dos mais freqüentemente utilizados em endodontia. Optou-se ainda pelo uso de limas calibre ISO 35, procurando conciliar os objetivos de realizar os ensaios com um instrumento de calibre freqüentemente usado no tratamento endodôntico e adicionalmente capaz de produzir desgaste mensurável durante os testes. Em momento algum deste trabalho as limas foram submetidas à esterilização. Apesar do fato que este procedimento, segundo resultado de trabalho experimental conduzido por Rapisarda *et al*, 1999, possa afetar negativamente a resistência ao desgaste das limas de nitinol, optou-se

por não adicionar esta variável ao trabalho, reservando seu estudo de forma isolada para o futuro. A fim de comparar instrumentos de maior similaridade geométrica possível, como recomendado por Kazemi, Stenmann e Spångberg (2000), realizou-se um controle de algumas dimensões funcionais dos instrumentos de nitinol e de aço inoxidável com resultados que demonstraram boa semelhança entre ambos, portanto, tornando lícito supor que a geometria das limas não foi o fator responsável pelas diferenças em desgaste encontradas entre elas. Mediu-se a microdureza Vickers no núcleo do eixo de corte dos instrumentos encontrando para a lima de nitinol no estado de recebimento uma média e desvio-padrão significativamente abaixo do verificado para a lima de aço inoxidável, e de mesma magnitude dos resultados encontrados por outros autores (Blockhurst e Denholm, 1996; Silva, 2001; Amaral, 2002). Voltou-se a controlar a microdureza de núcleo na lima de nitinol após a implantação iônica na expectativa de mensurar o efeito do tempo e temperatura de tratamento sobre esta propriedade, visto a queda de dureza por tratamento térmico reportada por Kuhn, Tavernier e Jordan (2001). Encontrou-se valor ligeiramente menor para a média e basicamente o mesmo desvio-padrão, sem que isto tenha, entretanto, afetado adversamente a flexibilidade do instrumento.

No equipamento utilizado para os testes de desgaste procurou-se incorporar características que mantivessem ao menor grau possível à interferência do operador nos resultados do trabalho. Para tal, a exemplo da metodologia observada por outros pesquisadores (Brau-Aguadé, Canalda-Sahli, Berastégui-Jimeno, 1996; Weber, Moser e Houer, 1980, Silva, 2001 e Amaral, 2002) a máquina foi dotada de recursos para garantir a constância no número de ciclos, amplitude e freqüência de movimento, carga sobre a lima e posicionamento da placa de desgaste. As placas de desgaste foram moldadas em condições uniformes e suas principais dimensões controladas por um gabarito metálico feito especialmente para esta finalidade.

Procurou-se padronizar o ciclo de desgaste das placas, em especial a carga sobre a lima (150 g) e a freqüência de movimentos (138 movimentos/minuto), usando valores coincidentes aos empregados por Silva (2001). Fato comum a todos os ensaios de resistência ao desgaste das limas é o uso de um líquido de irrigação, cujo objetivo

básico é reduzir o atrito entre o instrumento e a placa de desgaste evitando o acúmulo de detritos na lâmina de corte. A literatura aponta o uso de diversos materiais para esta finalidade, entre eles, a água destilada, o hipoclorito de sódio a 5,25% e o soro fisiológico, sem indicar, entretanto, interferência significativa de quaisquer deles sobre o comportamento da lima em desgaste (Haykel *et al*, 1998; Stokes *et al*, 1999). Por este motivo, optou-se pelo uso do soro fisiológico, seguindo prática adotada por Amaral (2002).

Os resultados encontrados apontaram diferenças significativas na resistência ao desgaste. No estado de recebimento as limas de aço inoxidável apresentaram resistência ao desgaste superior ao das limas de nitinol, em concordância com o que já havia sido observado por alguns pesquisadores (Silva, 2001; Zuolo e Walton, 1997) e em oposição a conclusão de outros (Amaral, 2002; Camps e Pertot, 1995). Entretanto, após o tratamento de superfície, a resistência ao desgaste das limas de níquel-titânio foi superior a de ambas as limas (aço inoxidável e nitinol) na forma com que são correntemente comercializadas, conforme já havia sido observado em trabalhos de outros pesquisadores (Rapisarda *et al*, 2000).

Neste estudo encontrou-se perda de capacidade de corte ao longo do uso das limas. Comparando inicialmente as limas em estado de recebimento, observou-se que o decréscimo em capacidade de corte é mais agudo para as limas de aço inoxidável, manifestando-se esta perda de modo significativo logo após o segundo uso.

As limas de nitinol tratadas, também apresentaram perda significativa em capacidade de corte após os dois usos iniciais, de modo similar ao verificado com as limas de aço inoxidável.

Os valores encontrados para momento de dobramento de todas as limas atendem aos requisitos da especificação número 28 da American Dental Association (valores máximos de 104,4 g.cm a 30° e 129,6 g.cm a 45°). A flexibilidade das limas de aço inoxidável foi significativamente inferior a das limas de níquel-titânio, confirmando o que já havia sido reportado por outros pesquisadores (Canalda-Sahli, Brau-Aguadé, Berastégui-Jimeno, 1996; Camps, Pertot e Levallois, 1995; Haykel *et al*, 1998; Kazemi, Stenmann e Spångberg, 2000).

A implantação iônica não provocou alteração significativa na flexibilidade das limas de níquel-titânio, conforme previsto por

Rapisarda *et al* (2001), o que equivale a afirmar que o aumento em resistência ao desgaste obtido pelo tratamento de superfície, foi conseguido sem qualquer comprometimento nesta propriedade que confere características únicas as limas de nitinol. Um outro ponto digno de nota em relação aos ensaios de flexibilidade foi a presença de deformação permanente nas limas de aço inoxidável após dobramento a  $45^\circ$ , fato não observado nas limas de níquel-titânio, em concordância com conclusões obtidas por Camps e Pertot (1995). O efeito do trabalho de desgaste sobre a agudicidade do fio de corte foi mais pronunciado sobre as limas de nitinol não submetidas a implantação iônica, corroborando resultado encontrado por Rapisarda *et al* (2001), figuras 46 e 47.

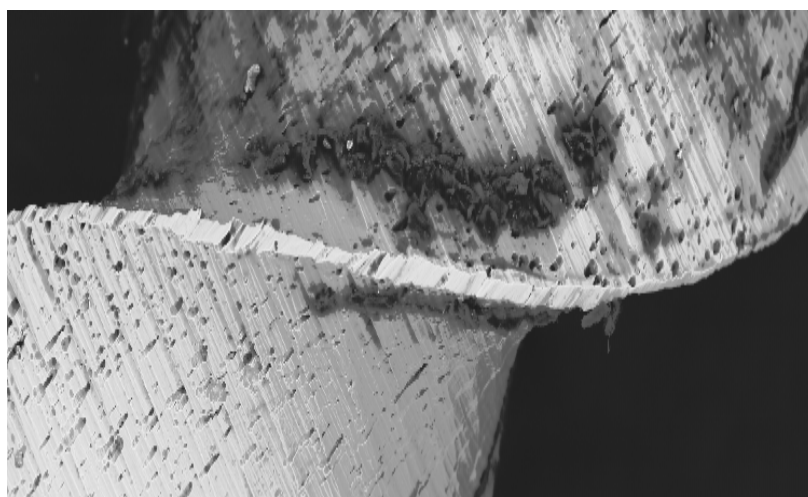


Figura 46 - Aspecto do fio de corte de lima de nitinol sem tratamento de superfície, após teste de desgaste (área selecionada da figura 39a).

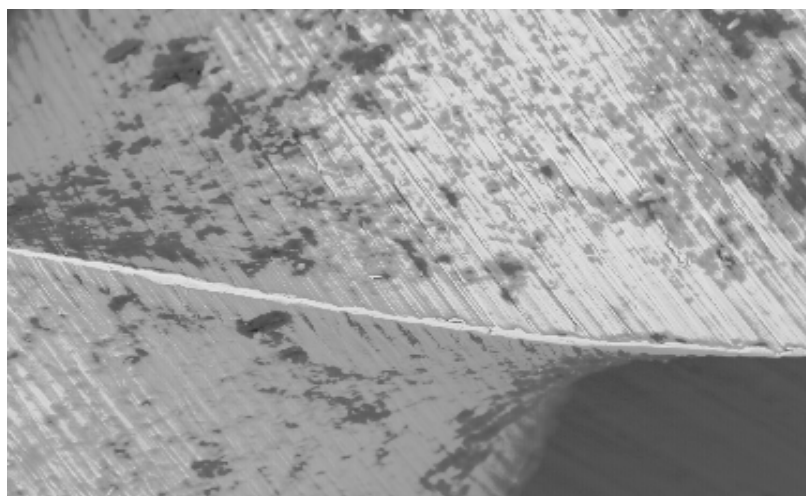


Figura 47 - Aspecto do fio de corte de lima de nitinol com tratamento de superfície, após teste de desgaste (área selecionada da figura 42a).

As imagens da superfície das limas, obtidas por microscopia eletrônica de varredura, não exibem em qualquer instante alguma alteração morfológica em decorrência do tratamento superficial ou do ensaio de momento de dobramento. Tal fato vem a confirmar evidência mencionada por Rapisarda *et al* (2001), podendo ser explicado pela modificação estrutural difusa da superfície do material-alvo em detrimento de formação de camada (Burakowski e Wierzchón, 1999).

A espectroscopia foto-eletrônica de Raios-X confirmou a presença de nitreto de titânio advindo da aplicação do tratamento de implantação iônica e responsável direto pelo aumento da resistência ao desgaste da lima de níquel-titânio. Segundo Tripi *et al* (2002) a formação de nitreto de titânio na superfície do instrumento atua também como fator inibidor a possível oxidação da lima quando submetida a esterilizações sucessivas em autoclave.

Conforme observado na Tabela 6, a razão atômica N:Ti obtida com a implantação iônica por imersão em plasma foi superior a alcançada em processos convencionais e comparável com a obtida pelo processo de implantação com feixe de plasma, entretanto este último método implica em maior custo e complexidade (Rapisarda *et al*, 2000).

Para Tripi *et al* (2002) e Rapisarda *et al* (2000), a razão Ni:Ti observada no grupo experimental é inferior a encontrada no grupo controle, supondo-se ser este fato decorrente de migração de níquel em direção ao núcleo do material, provocada pelo tratamento de superfície.

A razão Ni:Ti, encontrada na amostra deste trabalho que foi submetida a implantação iônica por imersão em plasma, parece não haver sido afetada pelo tratamento. Este comportamento pode ser explicado pelo uso das menores energias de implantação utilizadas neste método, quando comparadas com as energias empregadas nas técnicas de implantação iônica por feixe de plasma e MOCVD (Burakowski e Wierzchón, 1999).



## **7 CONCLUSÕES**

Com base na metodologia empregada e nos resultados obtidos, as seguintes conclusões podem ser formuladas:

- a) A resistência ao desgaste das limas de níquel-titânio submetidas ao tratamento de implantação iônica por imersão em plasma, é significativamente maior do que a resistência ao desgaste das limas de aço inoxidável e de níquel-titânio não-tratadas. A perda em capacidade de corte das limas de aço inoxidável e das limas de níquel-titânio tratadas segue modelo similar e é mais acentuada do que foi observado nas limas de níquel-titânio sem tratamento.
- b) O tratamento de implantação iônica por imersão em plasma não provocou alteração significativa na flexibilidade das limas de níquel-titânio.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMARAL, G. **Avaliação da capacidade de corte de limas tipo Kerr em liga austenítica ou em liga de níquel-titânio**, 2002, 97 f., Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade de Taubaté, Taubaté-SP.

ANDREASEN, G. F.; HILLEMANN, T.B.; An evaluation of 55 cobalt substituted Nitinol wire for use in orthodontics. **Journal of American Dental Association**, U.S.A., v. 82, p.1373-1375, June, 1971.

BAHCALL, J.K.; BARSS, J. T.; Understanding and evaluating the endodontic file. **General Dentistry**, U.S.A.; p.690-692; Nov-Dec., 2000.

BRAU-AGUADÉ, E.; CANALDA-SAHLI, C; BERÁSTEGUI-JIMENO E. Cutting efficiency of K-files manufactured with different metallic alloys. **Endodontics & Dental Traumatology**, Denmark, v.12, n. 6, p. 286-288, Dec., 1996.

BLOCKHURST, P. J.; DENHOLM, I. Hardness and strength of endodontic files and reamers. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v. 22, n. 2, p. 68-70, Feb., 1996.

BURAKOWSKI, T.; WIERZCHÓN, T. **Surface Engineering of Metals: Principles, Equipment, Technologies**, U.S.A., CRC Press; p. 525-579, 1999.

CALLISTER, JR., W. D. **Ciência e Engenharia de materiais: uma introdução**, 5ª edição, Rio de Janeiro, LTC – Livros Técnicos e Científicos S.A., p. 187 e contracapa, 2002.

CAMPS, J. J.; PERTOT, W. J.; LEVALLOIS; B. Relationship between file size and stiffness of nickel titanium instruments. **Endodontics & Dental Traumatology**, U.S.A., v.11, p. 270-273, 1995.

CAMPS, J. J.; PERTOT, W. J.; Torsional and stiffness properties of nickel-titanium K files. **Intern. Endodon. Journal**, U.S.A., v. 28, p. 239-243, 1995.

CANALDA-SAHLI, C.; BRAU-AGUADÉ, E.; BERÁSTEGUI-JIMENO, E.; A comparison of bending and torsional properties of K-files manufactured with different metallic alloys. **Intern. Endodon. Journal**, U.S.A., v. 29, p. 185-189, 1996.

COUNCIL ON DENTAL MATERIALS AND DEVICES; New American Dental Association Specification No. 28 for Endodontic Files and Reamers. **Journal of American Dental Association**, U.S.A., v. 93, p. 813 –817, Oct. 1976.

COUNCIL ON DENTAL MATERIALS, INSTRUMENTS, AND EQUIPMENTS; Revised ANSI/ADA specifications No. 28 (\*) for root canal files and reamers, type K, and no. 58 (†) for root canal files, type H(Hedstrom). **Journal of American Dental Association**, U.S.A., v. 118, p. 239-240, Feb. 1989.

DAVIES, D. B.; CORCORAN, J.F.; CRAIG, R.G.; Evaluation of mechanical properties of machined versus twisted endodontic instruments. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v. 17, n. 4, p. 191(abstract), April, 1991.

DOBÓ-NAGY, C.; SERBÁN, T.; SZABÓ, J.; NAGY, G.; MADLÉNA, M. A comparison of the shaping characteristics of two nickel-titanium endodontic hand instruments, **International Endodontic Journal**, U.S.A., v. 35, p. 283-288, 2002.

D'SOUZA, J. E.; WALTON, R. E.; MAIXNER, D. Cross-sectional configuration of endodontic files compared with manufacturers' design, **Journal of Endodontics**, U.S.A., v. 21, n. 12, p. 599-602, Dec., 1995.

DUERIG, T.; PELTON, A.; STÖCKEL, D.; An overview of nitinol medical applications; **Materials Science and Engineering**, U.S.A.;p. 149-160; 1999.

ENSINGER, W.; Plasma immersion ion implantation for metallurgical and semiconductor research and development, **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research**, U.S.A., v. B120, p. 270-281, 1996.

ESPOSITO, P. T.; CUNNINGHAM, C.J.; A comparison of canal preparation with nickel-titanium and stainless steel instruments, **Journal of Endodontics**, U.S.A.; v.21, p. 173-176, Apr.,1995.

FORD, D.S.; WHITE, S.R.; Thermomechanical Behavior of 55Ni45Ti nitinol, **Acta Mater**, Great Britain, v. 44; n. 6, p. 2295-2307, 1996.

GOMES, G. F.; **Estudo das modificações introduzidas na superfície do aço inoxidável ABNT 304 pela implantação de íons de nitrogênio através da imersão em plasma**, 2000, 95 f. , Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia Química de Lorena, Lorena-SP.

HAÏKEL, Y.; SERFATY, R.; THIN-THIN, C. L.; ALLEMANN, C. Measurement of the cutting efficiency of endodontic instruments: A new concept. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v. 22, n. 12, p. 651-656, Dec., 1996.

HAÏKEL, Y.; SERFATY, R.; WILSON, P.; SPEISSER, J.M.; ALLEMANN, C. Mechanical properties of nickel-titanium endodontic instruments and the effect of Sodium Hypochlorite treatment. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v.24, n. 11, p. 731-735, Nov., 1998.

HAÏKEL, Y.; SERFATY, R.; WILSON, P.; SPEISSER, J.M.; ALLEMANN, C. Cutting efficiency of nickel-titanium endodontic instruments and the effect of Sodium Hypochlorite treatment. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v. 24, n. 11, p. 736-739, Nov., 1998.

HELPER, A.R.; MELNICK, S.; SCHILDER, H. Determination of the moisture content of vital and pulpless teeth. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol**, U.S.A., v. 34, n.4, p. 661-670, Oct., 1972.

HIMEL, V. T.; MOORE, R.E.; HICKS, V. E. The effects which three endodontic files have on canal shape. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v.20, p.204 (abstract), April, 1994.

HODGSON, D. E.; WU, M. H.; BIERMANN, R.J. **Shape memory alloys**. Shape memory applications, Inc. 1999; acesso feito em 17 de abril de 2003; disponível em < <http://www.sma-inc.com> >.

KAZEMI, R. B.; SPÅNGBERG, L. S. W. Machining efficiency and wear resistance of nickel-titanium endodontic files. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology Endod.**, U.S.A., v. 81, n. 5, p. 596-602, May, 1996.

KAZEMI, R. B.; STENMAN, E.; SPÅNGBERG, L. S. W. A comparison of stainless steel and nickel-titanium H-type instruments of identical design: torsional and bending tests. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology Endod.**, U.S.A., v. 90, n. 4, p. 500-505, Oct., 2000.

KUHN, G.; TAVERNIER, B.; JORDAN, L. Influence of structure on nickel-titanium endodontic instruments failure. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v. 27, n. 8, p. 516-520, Aug., 2001.

LEE, D.-H.; PARK, B.; SAXENA, A.; SERENE, T. P. Enhanced surface hardness by boron implantation in nitinol alloy. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v. 22, n. 10, p. 543-546, Oct., 1996

LE COUER, F.; PELLETIER, J.; ARNAL, Y.; LACOSTE, A., Ion implantation by plasma immersion: interest, limitations and perspectives; **Surface and Coatings Technology**, U.S.A., v. 125, p. 71-78, 2000.

MELO, L. L. DE; PESCE, H. F.; SYDNEY, G. B. Estudo comparativo “in vitro” da flexibilidade e resistência a torção das limas K-Flex e Flexo-File. **Revista Paulista de Odontologia**, São Paulo, v. 10, n. 6, p. 34-42, nov./dez., 1988.

MINITAB INC., **Minitab Release 14 statistical software**; acesso em fevereiro, 2004; disponível em <http://www.minitab.com/>.

MISERENDINO, L.J.; Cutting efficiency of endodontic hand instruments. Part IV: Comparison of hybrid and traditional instruments designs. **Journal of endodontics**, U.S.A., v. 14, n. 9, p. 451-454, Sept., 1988.

MOYSÉS, A. B. N.; ROBAZZA, C. R. C.; CARVALHO, E. M. O F.; MELLO, I. Capacidade de corte de três tipos de instrumentos endodônticos, segundo o numero de uso. **RBO**, Rio de Janeiro, v. 58, n.4, p. 280-282, jul./ago., 2001.

RAPISARDA, E.; BONACCORSO, A.; TRIPI, T. R.; FRAGALK, I.; CONDORELLI, G. G. The effect of surface treatments of nickel-titanium files on wear and cutting efficiency. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, U.S.A., v.89, n. 3, p. 363-368, Mar., 2000.

RAPISARDA, E.; BONACCORSO, A.; TRIPI, T. R.; CONDORELLI, G. G. Effect of sterilization on the cutting efficiency of rotary nickel-titanium endodontic files. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, U.S.A., v.88, n.3, p.343-347, Sept., 1999.

RAPISARDA, E.; BONACCORSO, A.; TRIPI, T. R.; CONDORELLI, G. G.; TORRISI, L. Wear of nickel-titanium endodontic instruments evaluated by scanning electron microscopy: effect of ion implantation. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v. 27, n. 9, p. 88-92, Sept., 2001.

REIS, W. P.; ELIAS, C. N.; Ligas de Ni-Ti com superelasticidade e memória de forma. **Revista Brasileira de Odontologia**, v. 58, n. 5, p.300-304, Set./Out., 2001.

ROWAN, M. B.; NICHOLLS, J. I.; STEINER, J. Torsional properties of stainless steel and nickel-titanium endodontic files. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v.22, n. 7, p. 341-345, July, 1996.

SHÄFER, E.; TEPEL, J. Cutting efficiency of Hedstrom, S and U files made of various alloys in filling motion. **Int. Endod. Journal**, v. 29, n. 5, p. 302-308, Sept., 1996.

SILVA, E. A. B. **Avaliação comparativa da capacidade e perda de corte de limas endodônticas tipo K de aço inoxidável (Flexofile) e de níquel-titânio (Nitiflex)**, 2001, 69 f., Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade de Taubaté, Taubaté-SP.

STOKES, O. W.; Di FIORE, P. M.; BARSS, J. T.; KOERBER, A.; GILBERT, J. L.; LAUTENSCHLAGER, E. P. Corrosion in stainless-steel and nickel-titanium files. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v. 25, n. 1, p. 17-20, Jan., 1999.

THOMPSON, S.A. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. **International Endodontic Journal**, U.S.A. v.33, p. 297-310, 2000.

TRIPI, T. R.; BONACCORSO, A.; RAPISARDA, E.; TRIPI, V.; CONDORELLI, G. G.; MARINO, R.; FRAGALÀ, I. Depositions of Nitrogen on NiTi instruments. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v.28, n. 7, p. 497-500, Jul., 2002.

WALIA, H.; BRANTLEY, W.A.; GERSTEIN, H.; An initial investigation of the bending and torsional properties of Nitinol Root Canal Files, **Journal of Endodontics**, U.S.A., v.14, n.7, p.346-351, Jul., 1988.

WEBER, J.; MOSER, J. B.; HEUER, M. A. A method to determine the cutting efficiency of root canal instruments in linear motion; **Journal of endodontics**, U.S.A., v.6, n.11, p.829-834, Nov., 1980.

ZINELI,S.; MAGNISSALIS, E. A.; MARGELOS, J; LAMBRIANIDIS, T. Clinical relevance of standardization of endodontic files dimensions according to the ISO 3630-1 specification. **Journal of Endodontics**, U.S.A., v.28, n.5, p.367-370, May, 2002.

ZUOLO, M. L.; WALTON, R.E. Instrument deterioration with usage: nickel-titanium versus stainless steel. **Quintessence International**, v.28, n.6, p.397-402, 1997.



## APENDICE

### • TESTE DE NORMALIDADE DAS AMOSTRAS

Tabela 7 – Parâmetros associados com a normalidade das amostras

AMOSTRA	MÉDIA	DESVIO-PADRÃO	COEFICIENTE K-S	P VALUE
Dureza fêmur bovino	39,72	2,54	0,281	≥ 0,15
Dureza placa baquelite	39,92	1,62	0,256	≥ 0,15
Dureza limas aço inox	554,3	11,51	0,164	≥ 0,15
Dureza limas nitinol CR	375,3	6,19	0,201	≥ 0,15
Dureza limas nitinol TS	362,9	7,47	0,193	≥ 0,15
Dobramento 30º Flexofile	67,99	3,95	0,187	≥ 0,15
Dobramento 45º Flexofile	77,72	2,83	0,237	≥ 0,15
Dobramento 30º nitinol CR	23,66	2,19	0,231	≥ 0,15
Dobramento 45º nitinol CR	26,91	2,27	0,151	≥ 0,15
Dobramento 30º nitinol TS	20,13	2,14	0,301	0,14
Dobramento 45º nitinol TS	25,47	2,90	0,225	≥ 0,15
Desgaste Flexofile-E 1	49,2	3,96	0,181	≥ 0,15
Desgaste Flexofile-E 2	31,4	1,82	0,171	≥ 0,15
Desgaste Flexofile-E 3+4	26,8	2,28	0,185	≥ 0,15
Desgaste Flexofile-E Total	107,4	5,77	0,272	≥ 0,15
Desgaste nitinol CR-E 1	35,8	3,70	0,186	≥ 0,15
Desgaste nitinol CR-E 2	25,8	2,59	0,221	≥ 0,15
Desgaste nitinol CR-E 3+4	32,4	3,05	0,203	≥ 0,15
Desgaste nitinol CR Total	94,0	5,83	0,234	≥ 0,15
Desgaste nitinol TS-E 1	51,0	3,87	0,202	≥ 0,15
Desgaste nitinol TS-E 2	42,2	3,03	0,196	≥ 0,15
Desgaste nitinol TS-E 3+4	33,4	2,70	0,259	≥ 0,15
Desgaste nitinol TS-E Total	126,6	9,07	0,294	≥ 0,15

• TESTES DE IGUALDADE DE VARIÂNCIAS ENTRE AMOSTRAS

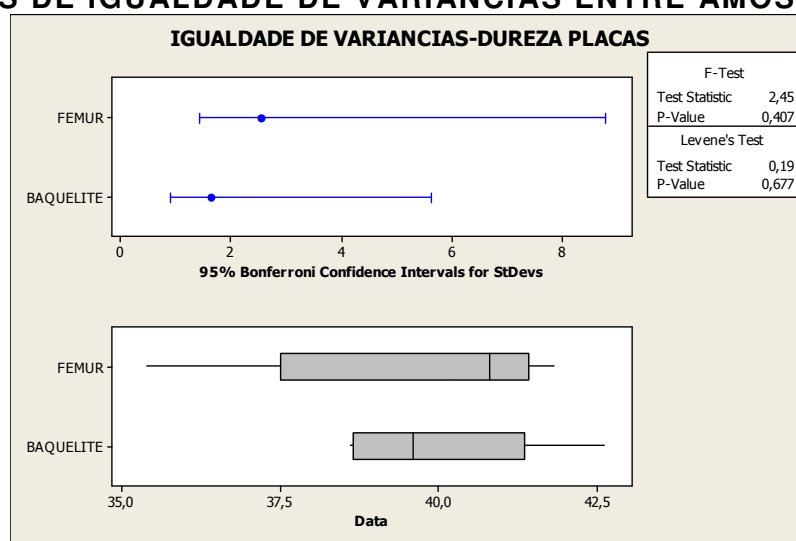


Figura 48 - igualdade de variâncias entre as microdurezas das placas de fêmur bovino e de baquelite.

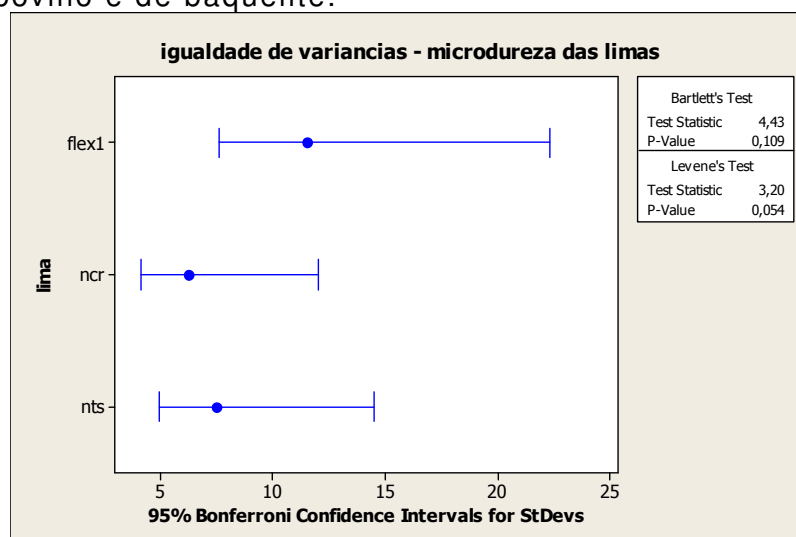


Figura 49 - igualdade de variâncias entre as microdurezas das limas de aço inox, nitinol como recebida (ncr) e após tratamento (nts)

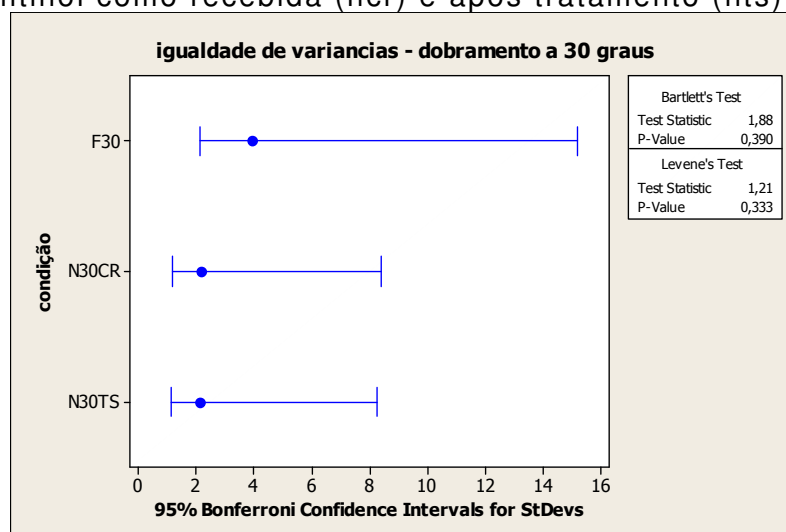


Figura 50 - igualdade de variâncias entre momentos de dobramento a 30° das limas

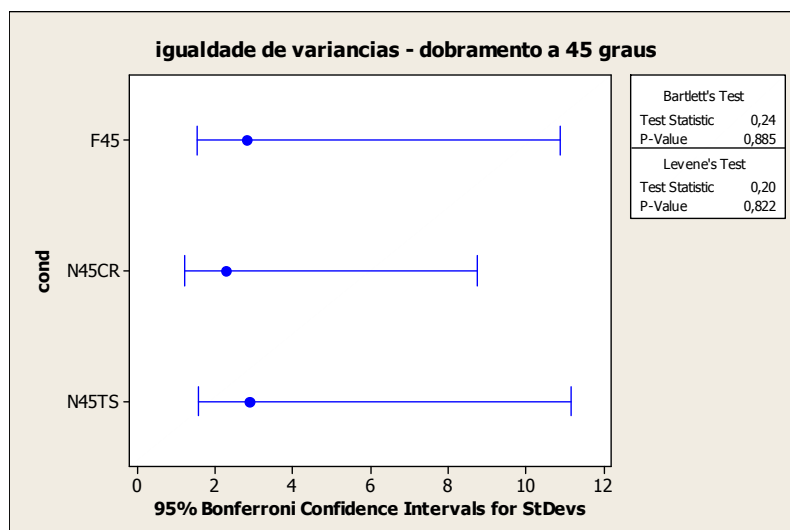


Figura 51- igualdade de variâncias entre momentos de dobramento a 45° das limas

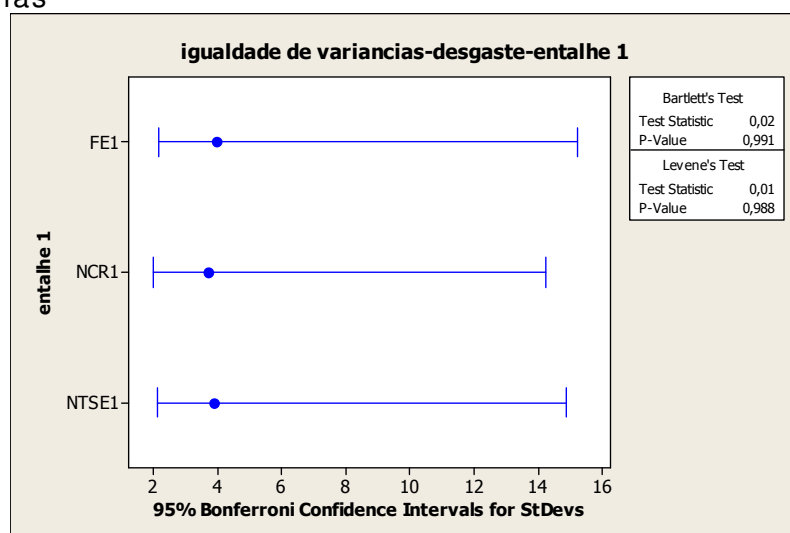


Figura 52 - igualdade de variâncias entre os resultados de desgaste das limas no entalhe 1

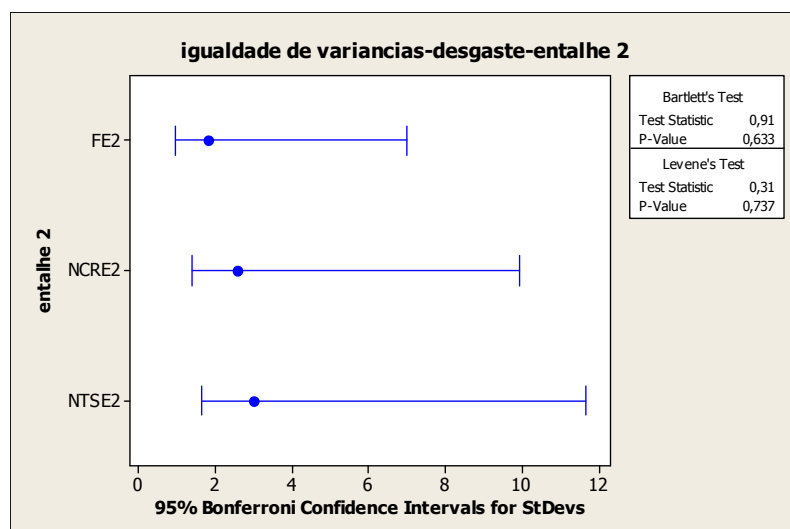


Figura 53 - igualdade de variâncias entre os resultados de desgaste das limas no entalhe 2

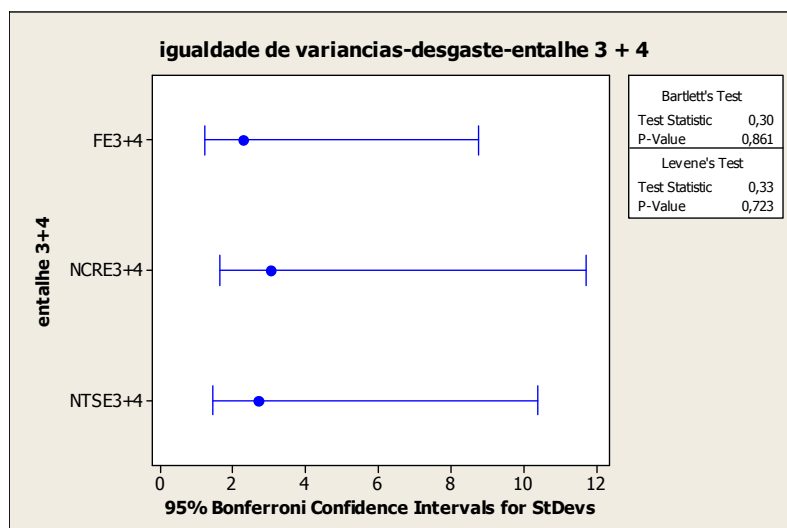


Figura 54 - igualdade de variâncias entre os resultados de desgaste das limas nos entalhes (3 + 4)

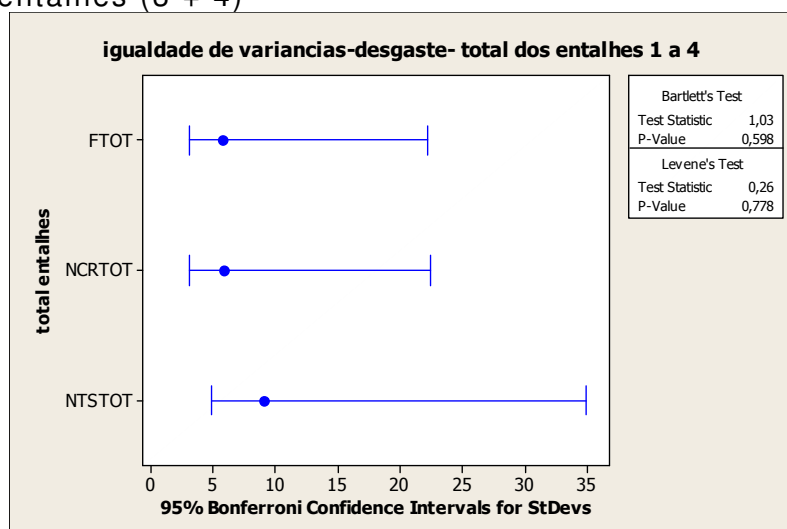


Figura 55 - igualdade de variâncias entre os resultados de desgaste das limas no total dos entalhes 1 a 4

## • MICRODUREZA DAS PLACAS DE DESGASTE

### Comparação de microdurezas: placas de osso bovino e de baquelite

Tabela 8 - estatística descritiva e resultados do teste "t" para as microdurezas das placas de fêmur bovino e de baquelite

Grupo	Número de amostras	Média	Desvio- padrão
Fêmur	5	39,72	2,54
Baquelite	5	39,92	1,62
Valor t = -0,15		Valor p = 0,886	

• **MICRODUREZA DAS LIMAS ENDODÔNTICAS**

**ANOVA de microdureza Vickers das limas**

Tabela 9 - ANOVA de um fator – Microdureza Vickers das limas

Fonte de variação	GL	SQ	MQ	F	p
lima	2	275363,1	137681,6	1822,26	0,000
erro	33	2493,3	75,6		
total	35	277856,4			

**Comparações múltiplas de Tuckey**

Tabela 10 - Comparações múltiplas – Microdureza Vickers das limas

NÍVEIS COMPARADOS	INTERVALOS DE CONFIANÇA A 95%		DIFERENÇA	
	INFERIOR	SUPERIOR	SIM	NÃO
Inoxidável NCR	-187,68	-170,27	X	
Inoxidável NTS	-200,16	-182,74	X	
NCR NTS	-21,18	-3,77	X	

• **MOMENTO DE DOBRAMENTO DAS LIMAS ENDODÔNTICAS**

**ANOVA dos valores de momento de dobramento a 30º das limas**

Tabela 11 - ANOVA de um fator – Momento de dobramento a 30º das limas

Fonte de variação	GL	SQ	MQ	F	p
lima	2	7111,46	3555,73	426,82	0,000
erro	12	99,97	8,33		
total	14	7211,43			

### Comparações múltiplas de Tuckey

Tabela 12 - Comparações múltiplas – Momento de dobramento a 30° das limas

NÍVEIS COMPARADOS		INTERVALOS DE CONFIANÇA A 95%		DIFERENÇA	
		INFERIOR	SUPERIOR	SIM	NÃO
Inoxidável	NCR	-49,190	-39,458	X	
Inoxidável	NTS	-52,718	-42,986	X	
NCR	NTS	-8,394	1,338		X

### ANOVA dos valores de momento de dobramento a 45° das limas

Tabela 13 - ANOVA de um fator – Momento de dobramento a 45° das limas

Fonte de variação	GL	SQ	MQ	F	p
lima	2	8856,32	4428,16	615,36	0,000
erro	12	86,35	7,20		
total	14	8942,67			

### Comparações múltiplas de Tuckey

Tabela 14 - Comparações múltiplas – Momento de dobramento a 45° das limas

NÍVEIS COMPARADOS		INTERVALOS DE CONFIANÇA A 95%		DIFERENÇA	
		INFERIOR	SUPERIOR	SIM	NÃO
Inoxidável	NCR	-55,333	-46,287	X	
Inoxidável	NTS	-56,773	-47,727	X	
NCR	NTS	-5,963	3,083		X

• **TESTES DE DESGASTE DAS LIMAS ENDODÔNTICAS**

**ANOVA da massa removida pelo desgaste do entalhe 1 com as limas**

Tabela 15 - ANOVA de um fator – massa removida pelo desgaste do entalhe 1 com as limas

Fonte de variação	GL	SQ	MQ	F	p
entalhe	2	689,7	344,9	23,30	0,000
erro	12	177,6	14,8		
total	14	867,3			

**Comparações múltiplas de Tuckey**

Tabela 16 - Comparações múltiplas – massa removida pelo desgaste do entalhe 1 com as limas

NÍVEIS COMPARADOS	INTERVALOS DE CONFIANÇA A 95%		DIFERENÇA	
	INFERIOR	SUPERIOR	SIM	NÃO
Inoxidável NCR	-19,886	-6,914	X	
Inoxidável NTS	-4,686	8,286		X
NCR NTS	8,714	21,686	X	

**ANOVA da massa removida pelo desgaste do entalhe 2 com as limas endodônticas**

Tabela 17 - ANOVA de um fator – massa removida pelo desgaste do entalhe 2 com as limas

Fonte de variação	GL	SQ	MQ	F	p
entalhe	2	694,93	347,5	54,29	0,000
erro	12	76,8	6,4		
total	14	771,73			

### Comparações múltiplas de Tuckey

Tabela 18 - Comparações múltiplas – massa removida pelo desgaste do entalhe 2 com as limas

NÍVEIS COMPARADOS	INTERVALOS DE CONFIANÇA A 95%		DIFERENÇA	
	INFERIOR	SUPERIOR	SIM	NÃO
Inoxidável NCR	-9,865	-1,335	X	
Inoxidável NTS	6,535	15,065	X	
NCR NTS	12,135	20,665	X	

### ANOVA da massa removida pelo desgaste dos entalhes (3 + 4) com as limas

Tabela 19 - ANOVA de um fator – massa removida pelo desgaste dos entalhes (3 + 4) com as limas

Fonte de variação	GL	SQ	MQ	F	p
Entalhe	2	126,53	63,27	8,71	0,005
Erro	12	87,2	7,27		
Total	14	213,73			

### Comparações múltiplas de Tuckey

Tabela 20 - Comparações múltiplas – massa removida pelo desgaste do entalhe (3 + 4) com as limas

NÍVEIS COMPARADOS	INTERVALOS DE CONFIANÇA A 95%		DIFERENÇA	
	INFERIOR	SUPERIOR	SIM	NÃO
Inoxidável NCR	1,055	10,145	X	
Inoxidável NTS	2,055	11,145	X	
NCR NTS	-3,545	5,545		X



### ANOVA da massa removida pelo desgaste de todos os entalhes com as limas

Tabela 21- ANOVA de um fator – massa removida pelo desgaste de todos os entalhes com as limas

Fonte de variação	GL	SQ	MQ	F	p
Entalhe	2	2684,9	1342,5	26,92	0,000
Erro	12	598,4	49,9		
Total	14	3283,3			

### Comparações múltiplas de Tuckey

Tabela 22 - Comparações múltiplas – massa removida pelo desgaste de todos os entalhes com as limas

NÍVEIS COMPARADOS	INTERVALOS DE CONFIANÇA A 95%		DIFERENÇA	
	INFERIOR	SUPERIOR	SIM	NÃO
Inoxidável NCR	-25,306	-1,494	X	
Inoxidável NTS	7,294	31,106	X	
NCR NTS	20,694	44,506	X	

**Autorizo** cópia total ou parcial desta obra, apenas para fins de estudo e pesquisa, sendo expressamente vedado qualquer tipo de reprodução para fins comerciais sem prévia autorização específica do autor.

Fernando Antonio Elias Claro

Taubaté, maio de 2004