CANOAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: ENDODONTIA

EFEITO DOS TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE EM INSTRUMENTOS ROTATÓRIOS DE NiTi: IMPLANTAÇÃO DE ÍONS E NITRETAÇÃO A PLASMA

CARLOS FREDERICO BRILHANTE WOLLE

CANOAS – RS, 2007

Livros Grátis

http://www.livrosgratis.com.br

Milhares de livros grátis para download.

CANOAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: ENDODONTIA

Carlos Frederico Brilhante Wolle

EFEITO DOS TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE EM INSTRUMENTOS ROTATÓRIOS DE NiTi: IMPLANTAÇÃO DE ÍONS E NITRETAÇÃO A PLASMA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Concentração: Endodontia da Universidade Luterana do Brasil, como requisito final para obtenção do título de Mestre em Endodontia.

Orientador: Prof. Dr. Fernando Branco Barletta

Co-Orientador: Prof. Dr. Marcos A. Z. Vasconcellos

CANOAS - RS
2007

CARLOS FREDERICO BRILHANTE WOLLE

EFEITO DOS TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE EM INSTRUMENTOS ROTATÓRIOS DE NiTi: IMPLANTAÇÃO DE ÍONS E NITRETAÇÃO A PLASMA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Concentração: Endodontia da Universidade Luterana do Brasil, como requisito final para obtenção do título de Mestre em Endodontia.

Aprovada em 17 de agosto de 2007.

BANCA EXAMINADORA

_____

Prof. Dr. ORLANDO LIMONGI
ULBRA CANOAS

_____

PROF. Dr. GIULIO GAVINI
USP- SÃO PAULO

_____

PROF. DR. JOAO BATISTA MARIMON DA CUNHA
UFRGS- PORTO ALEGRE

Canoas

2007

Quando eu pensei que tinha encontrado todas as respostas,

Veio a vida e mudou todas as perguntas...

(autor desconhecido)

Dedicatórias

A Deus,
Que me privilegiou com as bênçãos da saúde e da sabedoria; com a graça de ter nascido num berço esplêndido, no seio de uma família construída nos fundamentos do amor, da paz, da compaixão, da fraternidade e da união.
Portanto, acredito que a minha história não poderia ser diferente, encontrando pessoas igualmente maravilhosas, e aprendendo muito com todas elas, por isto dou tanto valor à vida em plenitude de amor, ou seja, a minha vida.

***Aos meus pais**, Ivone (in memoriam) e Carlos Alberto:*
Obrigado pelas lições de amor que me ensinaram durante a vida, obrigado por tudo que fizeram sem que ao menos eu soubesse.
Apesar da distância e da saudade sua presença constante sempre me guia, conforta e motiva.
Amo vocês.

***À minha esposa** Graciela:*
Paixão da minha vida, obrigado por acreditar em nossos sonhos, pela compreensão da minha ausência, pelo amor, pela amizade, pelo companheirismo, afeto, luta, paixão, carinho e pela incondicional amizade.
Ès o meu porto seguro, o meu alicerce. Muitas vezes, quando estava por desmoronar e declinar dos meus objetivos, lá estavas firme e forte, alcançando a mão e o colo.
A ti dedico toda a nossa vitória,
Obrigado e parabéns, meu amor.

***Aos meus irmãos** Luiz Paulo, Daniel, Alberto e Luciana:*
Pelo companheirismo, apoio e experiências trocadas.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador, Prof. Dr. Fernando Branco Barletta,

Obrigado pela confiança em mim depositada para a realização deste trabalho. Obrigado pela disponibilidade e exigência sempre demonstrada e por compartilhar seus conhecimentos.

Muito obrigado.

À minha orientadora Profa. Dra. Ruth Hinrichs,

Sua paixão por desafios e pela Ciência contagia de uma forma mágica, sempre incansável na resolução de quaisquer problemas, exemplo raro de pesquisadora, profissional e amiga.

Quem teve o privilégio de ser "contagiado", sabe a dificuldade de encontrar formas de expressar agradecimentos.

Sem você, acredito que teria sido impossível a realização deste trabalho.

Muito Obrigado.

Ao meu orientador Prof. Dr. Marcos Vasconcelos,

Obrigado por aceitar e acreditar em alunos de outras áreas, pela amizade sincera, pela incansável dedicação em todas as etapas do trabalho, pela imensa paciência, pelo incentivo, pelos exemplos de vida e por ser o melhor professor que eu tive.

Muito Obrigado.

AGRADECIMENTOS

A Marilda Direchs, pelas inúmeras acolhidas em Porto Alegre, pelas demonstrações de carinho e apoio.

Aos meus sogros Nelson e Ilse, que sempre nos prestigiaram, e nos acolheram carinhosamente em sua família.

A minha grande colega e amiga Salete Pozatti, pela convivência fraterna e amiga durante todos estes anos.

Ao grande mestre, amigo Dr. Ermeto Muller pelas incontáveis experiências compartilhadas, pela amizade, companheirismo, incentivo, conselhos, sempre mostrando os caminhos da ética e da honestidade

Ao Professor Dr. Elias Pandonor Motecy de Oliveira, pelos incontáveis conselhos, pelos ensinamentos transmitidos no decorrer do curso de Mestrado, especialmente nas aulas de Didática e Seminários.

Aos Professores do Programa de Pós-Graduação da Ulbra, que nos transmitiram os seus conhecimentos.

Ao grande amigo, colega e chefe, Major Milton Andrade pelo incentivo, pelos conselhos e pela confiança sempre demonstrada. Além de possibilitar irrestritamente meu afastamento durante os dias de curso. Sem seu apoio não seria possível a realização deste sonho.

Aos amigos e colegas do Hospital da Brigada Militar, Machado, Carolina, Zanoto, Rodrigo, Nelson, Tomas e Drecher pelo companheirismo e experiências trocadas.

À Ulbra, por ter possibilitado o acesso a este Programa de Pós-Graduação, especialmente ao Dr. Adair Luis Stefanello Busatto, coordenador deste curso, pela sua dedicação e amor à causa acadêmica.

Ao meu primeiro mestre, professor, colega e amigo Major Oliver Antônio de Oliveira (*In memoriam*) pelo primeiro paciente, primeira restauração, pelo primeiro siso, pela demonstração de amor a Odontologia, mesmo longe sua presença é sempre muito próxima....

Ao Dr. Orlando Limongi, coordenador da Pós-Graduação em Endodontia da Ulbra, pelo companheirismo e responsabilidade com que vem chefiando esta Área de Concentração.

Ao grande professor e mestre Dr. Alceu Berbet pelo seu incondicional amor a Endodontia e por me despertar para a fantástica vida acadêmica.

A todos os meus ex-alunos de graduação que me possibilitaram a oportunidade de iniciar a fabulosa experiência de lecionar.

Aos colegas Graziele Borim e Alex Becker pela grande amizade coleguismo e apoio no decorrer do curso. Ficará a saudades de vocês.

Aos colegas “antigos”, Mateus, Flavia e Cristina pela acolhida carinhosa, pelos exemplos de vida, pelos conselhos, pelos churrascos.

Aos colegas ‘novos’ do curso de mestrado, Tiago, Gustavo e, Renata pelo convívio fraterno, amistoso e proveitoso.

Aos demais colegas de Mestrado de outras turmas, passamos momentos agradáveis.

Aos colegas de docência na Uniguá SM, Cláudia, Clacir, Janice e Charles que souberam semear o espírito da união e respeito para buscar o fortalecimento de um grupo. Nossa estrada será longa.

A amiga Francis pelo convívio, pelas imagens e por mostrar inúmeras vezes que nem tudo esta perdido.

Ao técnico em Microscopia Eletrônica Leandro, pela convivência, pela paciência e pelas horas de dedicação na obtenção das imagens deste trabalho.

Ao meu grande amigo Oli Dors, pela acolhida sempre divertida e carinhosa em Porto Alegre,

Aos meus pacientes, pala compreensão, pela sujeição aos horários de atendimento e, até mesmo, aos não-atendimentos.

À Dentsply, nas pessoas do Sr. Alexandre Câmara e da Srta. Joseane, pela cedência de parte do material utilizado para esta pesquisa.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO..... 16
CAPÍTULO 1 - REVISÃO DA LITERATURA..... 20
1.1 Alteração superficial dos instrumentos endodônticos..... 29
1.1.1 Nitretação a plasma..... 30
1.1.1.1 Plasma..... 31
1.1.2 Implantação de Íons..... 33
CAPÍTULO 2 - PROPOSIÇÃO..... 40
CAPÍTULO 3 - METODOLOGIA..... 41
3.1 Materiais..... 41
3.2 Locais de realização da pesquisa..... 43
3.3 Etapas experimentais..... 43
3.3.1 Procedimentos de modificação e caracterização de superfícies..... 45
3.3.1.1 Nitretação e plasma..... 45
3.3.1.2 Implantação de Ínons..... 46
3.3.1.3 Caracterização por NRA..... 47
3.4 Procedimentos clínicos..... 50
3.4.1 Instrumentação dos canais simulados..... 50
3.4.2 Caracterização de alterações morfológicas e eficiência de corte..... 53
3.4.3 Ensaio de fadiga cíclica..... 54
3.5 Justificativas para a escolha das metodologias empregadas..... 56
CAPÍTULO 4 - RESULTADOS..... 60
4.1 Alterações morfológicas..... 60
4.2 Quantidade de massa removida..... 62
4.3 Ensaios de fadiga..... 65
4.4 Ensaios de fratura..... 67
CAPÍTULO 5 - DISCUSSÃO..... 70
CONCLUSÕES..... 74
REFERÊNCIAS..... 76

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Diagrama esquemático de um acelerador de íons.....	34
Figura 2	Diagrama dos fenômenos físicos ocorrendo durante a implantação de íons.....	35
Figura 3	Código de simulação TRIM.....	36
Figura 4	Simulação da trajetória de dez íons de nitrogênio implantados com energia de 200 keV na liga NiTi.....	36
Figura 5	Comparação entre os resultados da simulação de implantação de íons de nitrogênio (N_2^+) na liga NiTi usando energias de 50 e 100 keV.....	37
Figura 6	Resultados da simulação de implantação de íons de argônio (Ar^+) com energia de 100 keV na liga NiTi.....	38
Figura 7	Imagem do bloco de resina utilizado no experimento (a), e sua imagem radiográfica evidenciando o ângulo e o raio de curvatura (b).....	42
Figura 8	Fluxograma dos procedimentos de alteração de superfície (a), dos ensaios clínicos (b) e dos ensaios de fadiga e fratura (c).....	44
Figura 9	Diagrama esquemático da base cilíndrica em que são montadas as limas.....	46
Figura 10	*Fac simile* dos resultados emitidos pelo programa TRIM.....	48
Figura 11	Curvas de excitação relacionadas à distribuição de nitrogênio em função da profundidade das amostras implantadas com $1x10^{17}$ N_2^+ /cm^2 - 100 keV e $5x10^{16}$ N_2^+ /cm^2 - 200 keV.....	49
Figura 12	Imagem do dispositivo (stub) para fixação dos instrumentos.....	51
Figura 13	Relação entre a área de trinca inicial (lenta) (A) e área de fratura catastrófica (rápida) (B).....	55
Figura 14	Imagem representativa da ponta dos instrumentos, antes e após 5 usos.....	66
Figura 15	Imagem representativa do gume, distante 4-6 mm da ponta.....	61
Figura 16	Imagem representativa da fratura de um instrumento do grupo 1, após 5 usos.....	62

Figura 17 Quantidade de massa (em g) removida dos blocos de resina após a) 1, b) 2, c) 3, d) 4 e e) 5 usos. f) mostra os valores médios e a legenda de cores para todos os gráficos..... 64
Figura 18 Imagens representativas da densidade de trincas dos gumes de instrumentos dos diferentes grupos..... 65
Figura 19 Imagens representativas do gume próximo à região de fratura..... 66
Figura 20 Número de ciclos de instrumentação necessários para ocorrência de fratura..... 67
Figura 21 Imagem representativa da face de fratura com aumentos de 330X e 800X..... 68
Figura 22 Localização do ponto de fratura nas limas dos Grupos 2, 3 e 4..... 70

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Divisão dos instrumentos nos grupos e tratamentos superficiais realizados..... 41

Tabela 2 Condições de implantação dos íons N_2^+ e Ar^+ nos instrumentos dos Grupos 2 e 3..... 47

Tabela 3 Percentual de área da trinca inicial em relação à área total da face de fratura..... 69

LISTA DE ABREVIATURAS

– calibre/tamanho

% – por cento

Å – Ångström ou 10^{-10} m ou décimo de nanômetro

ANSI/ ADA – *American National Standards Institute/American Dental Association*

CRD – comprimento real do dente

CRT – comprimento real de trabalho

et al. – e outros/ e colaboradores

FO – Faculdade de Odontologia

h – hora

IFUFRGS – Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul

íons/cm^2– número de íons (implantados) por centímetro quadrado

ISO – *International Standards Organization*

KeV – quilo-eletronvolt

kV – quilovolts

LPF – local da provável fratura

mA – mili-Amperes

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

min – minuto

ml – mililitro

mm – milímetro

ms – milisegundo

μm – micrômetro

N – nitrogênio

NiTi ou Nitinol – liga de níquel-titânio

n – número

N – Newton

N^o. – número

NRA – (*Nuclear Reaction Analysis*) Análise por Reação Nuclear

ºC – Grau Celsius

p. – página

rpm – rotações por minuto

s – segundo

X – vezes
ULBRA – Universidade Luterana do Brasil
UCS – Universidade de Caxias do Sul
UFRGS – Universidade Federal do Rio Grande do Sul
v – volume

RESUMO

Neste trabalho foram realizadas investigações em instrumentos rotatórios de NiTi, S1 do sistema Protaper, submetidos a três diferentes tratamentos de superfície e à simulação de uso clínico. Tentou-se estabelecer o padrão de comportamento mecânico dessas limas com os diferentes tratamentos, com o objetivo de antecipar a falha catastrófica (fratura), aumentando assim a vida útil e permitindo o uso com eficiência e segurança de forma mais prolongada. Os instrumentos foram submetidos a diferentes processos de alteração de superfície: dez instrumentos foram tratados por nitretação a plasma pulsado (Grupo 1), dez instrumentos foram implantados com íons de nitrogênio com energia de 100 keV através de um acelerador de íons (Grupo 2), dez instrumentos foram implantados com íons de argônio a 100 keV (Grupo 3) e dez instrumentos não tratados serviram de grupo controle (Grupo 4). Peças planas de Nitinol de 2 cm x 2 cm serviram de testemunho dos processos de alteração e foram caracterizadas através de Análise por Reação Nuclear. Cada instrumento S1 foi utilizado para o preparo através da técnica *crown down* de cinco blocos de resina epóxi (Dentsply Maillefer), que continham no seu interior canais simulados com 64° graus de curvatura e com raio de curvatura de 6 mm. Os instrumentos foram observados no MEV antes do uso, após o primeiro uso e após o quinto uso. As imagens foram analisadas em relação à distorção das espiras, perda de metal e fratura. A remoção de massa foi determinada através da pesagem dos canais simulados antes e depois do uso. A resistência à fadiga foi analisada submetendo os instrumentos a períodos de 15 s de instrumentação contínua, examinado-os no MEV para observar o crescimento e a densidade de trincas. Cada instrumento foi levado à fratura e foi determinado o número de ciclos necessário para que a fratura ocorresse. A alteração de dureza foi avaliada através das faces de fratura examinadas no MEV, que permitiram determinar a razão entre a área de trinca inicial (lenta) e a área de fratura catastrófica (rápida). Nos ensaios de instrumentação *crown-down* não foram observadas perda de metal nem alterações morfológicas nas limas, exceto no Grupo 1 (nitretação a plasma), onde ocorreram fraturas em 70% dos instrumentos. Ficou evidente que as limas nitretadas a plasma perderam sua flexibilidade e não resistiam à flexão solicitada durante a instrumentação no canal curvo. No ensaio de fratura por fadiga as limas implantadas com argônio e as do grupo de controle apresentaram desempenho semelhante, enquanto que as limas implantadas com nitrogênio tiveram desempenho inferior. Na avaliação morfológica com o MEV para a determinação da densidade de trincas das limas submetidas aos ensaios de fadiga cíclica, as limas implantadas com nitrogênio mostraram densidade maior e aparecimento mais precoce de trincas. A eficiência de corte melhorou significativamente no primeiro uso das limas nitretadas a plasma, enquanto que os demais grupos não mostraram melhoras significativas. A melhoria pretendida das propriedades necessárias para o bom desempenho da lima (eficiência de corte, resistência à fadiga), não puderam ser alcançadas simultaneamente pelos diferentes tratamentos: a nitretação a plasma melhorou a eficiência de corte, mas comprometeu a elasticidade das limas. A implantação com nitrogênio piorou o desempenho na resistência à fratura e não retardou o surgimento de trincas. A implantação com argônio melhorou um pouco a durabilidade da lima em relação ao grupo de controle.

Palavras chave: Implantação de íons, nitretação, níquel-titânio

ABSTRACT

In this work rotatory instruments from Protaper (S1) were submitted to three different surface treatments and tested in simulated clinical conditions. The main purpose was to establish the mechanical behaviour of these files, anticipating catastrophic failure (fracture), allowing for longer usage in safe and efficient conditions. Three batches of instruments were surface modified with different processes: 10 instruments were altered with pulsed plasma nitriding (group 1), ten instruments were implanted with 100 keV nitrogen ions (group 2), ten instruments were implanted with 100 keV argon ions (group 3), and 10 untreated files were used as control group (group 4). 2 cm x 2 cm plates were treated simultaneously and were characterized with Nuclear Reaction Analysis (NRA). Each S1 file was used to finish simulated root channels using the crown down technique. The epoxi blocks containing the simulated channels were from Dentsply Maillefer and the channels curvature was of 64° with a 6 mm radius. The files were observed in the Scanning Electron Microscope (SEM) before usage, after the first, and after the fifth block preparation. The micrographs were analysed with morphological criteria, concerning distortion of the helix, metal loss and fracture. The removal of epoxi mass from the block was determined by weight loss. Resistance to cyclic flexure was tested with 15 s cycles of continuous rotatory motion in the curved channnels. Afterwards the files were examined in the SEM to observe crack formation and crack density. Each file was tested as many cycles as necessary to fracture. The hardness alteration was assessed from the ratio between the area of slow cracking (smooth surface) and the corrugated surface, that indicates catastrophic failure. During crown down instrumentation neither metal loss nor morphological modification were observed, except in group 1 (plasma nitrided samples), that had a breakage of 70% during the first 5 instrumentation cycles. It became evident that plasma nitrided files lost their flexibility and could not withstand the continuous flexing during the instrumentation in the curved channel. In the cyclic fatigue test the argon implanted files and the control group showed similar behaviour, while the nitrogen ion implanted group had a slightly inferior performance. In the SEM observations after te cyclic solicitation, the nitrogen ion implanted files showed higher crack density at earlier cycles than the other files. Mass removal efficiency was significantly improved in the first use of plasma nitrided files. The other groups did not show significant changes. The improvements of the properties needed for high performance of the rotatory files (cutting efficiency, fatigue resistance) could not be obtained simultaneously with the different surface treatments. Plasma nitriding improved the cutting efficiency but destroyed the flexibility. Nitrogen ion implanting reduced the fracture resistance and did not prevent crack formation. Argon ion implanted files showed a very small increase in the mean life span of the files.

Keywords: Ion Implantation, Nitriding, Nickel-Titanium.

INTRODUÇÃO

A endodontia teve nos últimos 50 anos um avanço técnico científico superior ao desenvolvimento ocorrido durante os séculos anteriores de sua história. O avanço tecnológico da metalurgia aplicado às necessidades da endodontia permitiu o desenvolvimento de novos materiais e a confecção de instrumentos com melhores propriedades, com maior resistência à deformação plástica e à fratura. O avanço científico da endodontia consistiu da elaboração e desenvolvimento de novas metodologias associadas a princípios éticos e biológicos, garantindo procedimentos baseados em evidências cientificas, mais conservadores e menos agressivos.

Dentre as fases que compõem o tratamento endodôntico a instrumentação do sistema de canais radiculares é a que exige dos profissionais que se propõem a executá-la, maior atenção e conhecimento. Nesta etapa os instrumentos são solicitados ao máximo, ocorrendo a maioria dos acidentes de fratura de instrumentos, principalmente quando se trata de canais com curvatura acentuada.

Com o desenvolvimento de instrumentos endodônticos a partir da liga de NiTi, proposto por Walia *et al.* (1988), surgiu a possibilidade de utilização rotatória mecanizada no preparo do canal radicular. As propriedades de flexibilidade, superelasticidade e resistência à torção desta liga permitem girar os instrumentos de forma contínua no interior dos canais radiculares, mesmo que estes apresentem curvatura. A superelasticidade, em particular, permite que estes instrumentos permaneçam centralizados no interior do canal radicular, realizando preparos que respeitam o canal anatômico. O acionamento dos instrumentos por motores elétricos proporciona economia de tempo, diminui o cansaço e o estresse do paciente e do operador.

Graças ao desenvolvimento de técnicas de instrumentação, que possibilitaram que os instrumentos atuassem com sua ponta livre (MACHTOU & WEBBER, 2001), a ocorrência de fraturas por torção passou a ser um acidente mais raro. Já a ocorrência de fraturas por fadiga flexural não está relacionada às deformações plásticas e sim ao tempo de uso dos instrumentos e ao número de ciclos de carregamento.

Entretanto o atrito dos instrumentos com as paredes dos canais radiculares curvos faz com que alterações e trincas surjam no corpo e nas lâminas de corte, servindo como pontos concentradores de tensão, facilitando a incidência de fraturas.

Instrumentos de NiTi só podem ser produzidos por usinagem e o processo de fabricação acarreta defeitos na estrutura e imperfeições na superfície, que podem se tornar pontos de estresse localizados, levando à propagação de trincas.

Durante a instrumentação rotatória de canais curvos, metade da lâmina de corte do instrumento, situada no lado externo da curvatura, está tracionada, enquanto que a metade do lado interno está em compressão. Portanto cada rotação gera no instrumento um ciclo completo de tração e compressão, constituindo a forma mais destrutiva de carregamento cíclico.

Na tentativa de minimizar as fraturas flexionais por fadiga dos instrumentos rotatórios de níquel titânio, várias pesquisas estão sendo desenvolvidas, para avaliar as alterações morfológicas.

Nos últimos anos presenciamos um grande desenvolvimento de técnicas que possibilitam a modificação de superfícies, ou seja, métodos que alteraram as propriedades da superfície dos metais, sem que as propriedades do seu interior sejam modificadas. Tanto a dureza superficial como resistência à fadiga por flexão são exigidas na aplicação das limas.

Nos instrumentos endodônticos, as tensões de ruptura concentram-se no seu exterior, exigindo propriedades superficiais específicas para este tipo de solicitação. Os tratamentos de modificação de superfície possibilitam uma melhora nas propriedades superficiais, como dureza e resistência ao desgaste, sem que sejam modificadas as características internas, como superelasticidade e tenacidade.

Porém materiais duros em geral são frágeis, enquanto que a flexibilidade e a tenacidade dos metais estão associadas à baixa dureza.

Em muitas aplicações tecnológicas as tensões de ruptura concentram-se no exterior do componente, exigindo que as propriedades superficiais sejam intencionalmente diferentes do interior da peça (KAPCZINSKI, 2000).

Neste importante quesito a engenharia de superfícies aponta uma grande variedade de revestimentos e modificações superficiais que são capazes de melhorar o comportamento de ligas de titânio em situações que envolvam desgaste e corrosão em função do número de usos.

Os principais tipos de tratamentos superficiais são a nitretação a plasma e a implantação de íons, ocasionando a formação de nitretos de titânio e alterações na estrutura cristalina, responsáveis pelo aumento da dureza na superfície.

Neste trabalho foram realizadas investigações em instrumentos de NiTi rotatórios, submetidos a diversos tratamentos de superfície e à simulação de uso clínico (instrumentação e ensaio de fadiga). Com o objetivo de avaliar o efeito dos tratamentos superficiais no desempenho e na vida útil desses instrumentos, tentou-se estabelecer o padrão de comportamento mecânico dessas limas com os diferentes tratamentos executados.

Os resultados obtidos nesta pesquisa demonstraram que os tratamentos superficiais utilizados provocaram um incremento em algumas propriedades dos instrumentos em relação ao grupo controle (remoção de massa ou resistência à fadiga). A nitretação a plasma melhorou a eficiência de corte, todavia produziu alterações na elasticidade da lima. Os processos de implantação não retardaram o surgimento de trincas e o desempenho na resistência à fratura piorou nos instrumentos implantados com nitrogênio. A implantação com argônio possibilitou uma pequena melhora na durabilidade do instrumento em relação ao grupo de controle.

No Capítulo 1 deste trabalho consta uma revisão bibliográfica sobre a evolução dos instrumentos endodônticos, o surgimento da liga de NiTi e as evoluções das técnicas de instrumentação. Apresenta duas formas de tratamentos superficiais, a nitretação a plasma e a implantação de íons, além do método de caracterização com Análise por Reação Nuclear.

O objetivo geral e os objetivos específicos são apresentados no Capítulo 2.

No Capítulo 3 estão descritos os procedimentos experimentais aplicados aos instrumentos endodônticos como: a) alterações em regiões próximas da superfície, utilizando técnicas de nitretação a plasma e implantação de íons e sua caracterização empregando a técnica de reação nuclear - NRA (*Nuclear Reaction Analysis*). b) realização de ensaios em blocos de resina contendo canais simulados para avaliar a quantidade de massa removida em cada ciclo, mudanças morfológicas e ensaios de fadiga cíclica até a fratura. Os procedimentos de caracterização foram realizados por meio da análise das micrografias obtidas com Microscopia Eletrônica de Varredura e da pesagem dos blocos de resina epóxi.

Os resultados obtidos neste trabalho, os quais estão relacionados às alterações morfológicas, à eficiência de corte e aos ensaios de fadiga são apresentados no Capítulo 4.

A discussão dos resultados e as conclusões do trabalho são detalhadas nos Capítulos 5 e 6, respectivamente.

CAPÍTULO 1

REVISÃO DA LITERATURA

A terapia endodôntica só pode ser considerada completa quando englobar todas as fases do tratamento, que se estende desde o correto diagnóstico até a obturação do canal radicular e sua proservação. Apesar da importância de todas as etapas do tratamento endodôntico, o preparo químico-mecânico exige uma atenção especial, pois durante sua realização ocorrerá a remoção do tecido pulpar, microorganismos e dos restos necróticos, se houver. Nesta etapa ocorre a modelagem do canal radicular, atribuindo-lhe uma conformação cônica com menor diâmetro apical, devolvendo o elemento dental à normalidade do sistema estomatognático.

Para atingir tais objetivos a endodontia está alicerçada em dois princípios fundamentais, o biológico, com o desenvolvimento e utilização de materiais biocompatíveis, e os mecânicos através do grande avanço tecnológico e a parceria da metalurgia. Isso possibilitou a formulação de técnicas de instrumentação mais eficientes, menos traumáticas e mais rápidas.

Civjan *et al*. (1975) realizaram uma série de experimentos, que trouxeram resultados qualitativos a respeito do desempenho dos fios ortodônticos confeccionados com a liga metálica Nitinol (liga equiatômica de níquel e titânio, desenvolvida no NOL - *Naval Ordenance Laboratory*). A liga de NiTi apresenta superelasticidade, que permite a transformação da fase austenítica em martensítica e vice-versa. Quando esta liga é submetida à tensão, ela toma a forma estrutural martensítica; porém quando aliviada a tensão, volta à sua forma austenítica. Os resultados satisfatórios encontrados em aplicações ortodônticas levaram os autores a sugerir o uso da liga de Nitinol para a fabricação de instrumentos cortantes ou limas, manuais ou rotatórias, para uso em endodontia.

Treze anos depois, em 1988, Walia *et al*. através de um estudo pioneiro, relataram a fabricação dos primeiros instrumentos endodônticos de NiTi produzidos através de fios ortodônticos usinados, graças a suas excelentes propriedades como

ultra-flexibilidade, menor módulo de elasticidade, alta energia armazenada durante a sua curvatura e grande resistência à fratura torcional e flexional.

Os instrumentos endodônticos de NiTi apresentam propriedades físicas superiores aos de aço inoxidável, como memória elástica (REIS & ELIAS, 2001), alta dureza, maior capacidade de absorção de *stress* (ZULO & WALTON, 1997), alta resistência à fratura torcional (WALIA *et al*. 1988; DIETZ *et al*. 2000), possibilitando melhorar a eficiência da instrumentação e reduzindo o tempo de trabalho (LOPES *et al*. 1998). Além destas propriedades, os instrumentos de níquel-titânio apresentam uma boa compatibilidade biológica (CAMPS & PERTOT, 1995; SERENE *et al*. 1995), alta resistência à corrosão (ANDREASEN & HILLEMAN, 1971). Segundo Silvaggio & Hicks (1997), as propriedades torcionais dos instrumentos de NiTi permanecem inalteradas após procedimentos de esterilização.

Wallia *et al*. (1988) realizaram uma pesquisa para verificar a resistência a torção e flexão de uma lima número 15, usinada a partir de um fio ortodôntico de Nitinol. Chegaram à conclusão de que as limas de Nitinol possuíam duas a três vezes a flexibilidade de uma lima de aço inoxidável, além de uma maior resistência à fratura por torção nos sentidos horários e anti-horários. Os autores ainda afirmam que as limas de Nitinol possuem efeito memória de forma, estando esse associado à transformação martensítica induzida pela deformação, seguida de reversão para austenita após o descarregamento. Os pesquisadores sugerem, com base nos resultados deste trabalho, que as limas de Nitinol são efetivas para o preparo de canais radiculares curvos. Outros autores confirmaram estes resultados (SERENE *et al.* 1992).

Nos anos subseqüentes muitos trabalhos mostraram resultados vantajosos dessa liga em relação ao aço inox. Entre eles pode-se citar os estudos de Glosson *et al*. (1995) e Lopes *et al*. (1999), no que se refere a capacidade dos instrumentos rotatórios de NiTi em manter o trajeto original do canal radicular. Tompsom & Dummer (1997) e Kavanagh & Lumley, (1998) relatam a melhoria do NiTi em relação ao inox no que se refere à capacidade de proporcionar uma adequada conicidade ao preparo do canal radicular, devido ao seu taper aumentado. Tucker *et al*. (1997) e Estrela & Figueiredo (1999) mencionam que instrumentos de NiTi provocam uma menor extrusão apical de detritos durante o preparo químico-mecânico.

A superioridade das limas de NiTi quanto a resistência ao desgaste foi demonstrada por Zuolo & Walton (1997), e sua menor resistência a corrosão por Wever *et al.* (1997). As ligas de NiTi são usadas também devido as suas propriedades como Efeito Memória de Forma (EMF) e a Superelasticidade (SE) (YONEMA *et al*. 1993).

Segundo Miura *et al*. (1986), o EMF ocorre quando o metal é deformado a uma determinada temperatura de modo aparentemente permanente, e recupera sua forma original quando moderadamente aquecido. Ou seja, o material sofre deformação martensítica durante a deformação plástica e, após o descarregamento, seguido de aquecimento, há reversão da martensítica, a qual volta a se transformar em austenítica (LOPES *et al.* 1998).

Andrade (1978) define a SE como um caso particular do EMF, em que a temperatura de recuperação é menor que a temperatura de deformação. Isso significa que a recuperação da forma ocorre imediatamente após a interrupção da deformação e retirada da carga. O termo superelasticidade refere-se ao fato de que a deformação "recuperável" obtida é muito maior do que a que pode se desenvolver no regime de deformação elástica dos metais em geral.

De acordo com Lopes *et al*. (1998), na SE, durante a transformação plástica, o material sofre transformação martensítica e no descarregamento não é necessário existir aquecimento para que ocorra a reversão da microestrutura para austenita.

Tanto o EMF quanto a SE estão relacionados com uma mudança de fase no estado sólido, chamada transformação martensítica (TM). Os movimentos atômicos que produzem a TM são pequenos, quando comparados com as distâncias interatômicas, e são cooperativos. Devido a estas características, a TM geralmente pode ocorrer tanto pelo abaixamento de temperatura quanto pela aplicação de tensão (BUONO, 1982).

Bergmans *et al*. (2001), realizaram uma revisão de literatura sobre o uso de instrumentos de níquel titânio em endodontia, onde ressaltaram que as ligas, com EMF tem comportamento semelhante a dois diferentes metais: a liga em condições normais encontra-se na fase cristalográfica austenítica, transformando-se em martensítica sob estresse. Nesta fase é necessária uma pequena força para causar seu dobramento, o que foi confirmado por Thompson (2000), o qual afirma ser o níquel titânio superelástico no momento em que é submetido à carga, ou seja, na fase martensítica.

A diferença entre as fases austenítica e martensítica foi estudada por Kuhn *et al*. (2001), onde concluíram que essa variação deve-se à sua estrutura cristalográfica. A austenita possui estrutura cúbica de face centrada, enquanto que a martensita tem estrutura cristalográfica tetragonal.

Os instrumentos endodônticos de inox podem ser confeccionados através da afiação (usinagem) ou pela torção de fios trefilados. As propriedades físicas e mecânicas estão relacionadas aos processos empregados na fabricação. Os instrumentos produzidos por torção possuem sua secção transversal definida pelo desgaste do fio, originando as lâminas de corte. Já os instrumentos fabricados por usinagem têm suas lâminas de corte preparadas em maquinário de usinagem apropriado (WILDEY *et al*. 1992).

Como as ligas de NiTi possuem grande flexibilidade, estas são fabricadas apenas por usinagem (SERENE *et al*. 1995).

Segundo os estudos de Buchanan (1994), a usinagem é o único método para fabricação destas limas. Isto origina alguns defeitos nas lâminas de corte dos instrumentos. Walia *et al.* (1988), Serene et al. (1995) e Shafer & Tepel (1997) descreveram irregularidades nas lâminas cortantes dos instrumentos, além de defeitos estruturais ou cavacos de metal devido ao processo de afiação durante a fabricação.

Marending *et al*. (1998) examinaram a superfície de corte de instrumentos de NiTi rotatórios Lightspeed usados clinicamente através do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Foram encontrados defeitos como buracos, dilacerações, micro-fraturas e cavacos de metal. Os autores sugeriram que os mesmos deveriam ter sido examinados antes e após o seu uso clínico, o que possibilitaria uma melhor comparação das alterações encontradas.

De acordo com os estudos de Lopes & Siqueira (1999), no processo de fabricação por usinagem são utilizadas hastes de secção reta circular, que são submetidas ao corte com fresas. Neste caso a deformação a frio será pequena, as tensões residuais e o encruamento serão menores, quando comparados ao processo de torção. Isso significa que, nos instrumentos usinados, a resistência à deformação plástica é menor e a tenacidade maior, logo a sua possibilidade de fratura será menor.

Em contrapartida os mesmos autores observaram, em exames feitos no MEV, acabamentos superficiais deficientes, com a presença de vários tipos de defeitos, os

quais influenciam na resistência à fratura, à corrosão e na eficiência de corte dos instrumentos endodônticos. Nas lâminas de corte, os defeitos são representados pela ausência de agucidade dos gumes de corte, além de cavacos e rebarbas provenientes da usinagem. Além disto, os autores ressaltam que a usinagem produz sulcos perpendiculares ao eixo do instrumento, servindo de sítio para o acúmulo de detritos, dificultando os processos de limpeza e esterilização.

Alapati *et al*. (2003) avaliaram em MEV, com aumentos de 250 X, 500 X e 4000 X, instrumentos rotatórios de NiTi, de calibre (#) 25, dos sistemas Profile 06 e Lightspeed, quando novos e após 1, 3 e 6 preparos de canais de dentes extraídos. Os autores observaram nos dois sistemas a presença de rachaduras na superfície dos instrumentos, oriundos do processo de fabricação, com conseqüente deposição de raspas de dentina no interior destes defeitos, após o uso clínico simulado. Essas partículas estavam aderidas de tal forma, que não puderam ser removidos por limpeza com vibração ultra-sônica. Segundo os autores isso pode levar à propagação destes defeitos, resultando na fratura dos instrumentos endodônticos quando novamente utilizados. Os autores salientam que a formação de trincas é inerente ao processo de fabricação, devendo ser desenvolvido outro método de produção para minimizar este defeito na superfície.

Zuolo & Walton (1997) avaliaram através do MEV a deterioração de limas endodônticas de NiTi, manual e rotatória, e de instrumentos de aço inox após o uso. Durante este experimento foram utilizadas raízes mesiais de molares inferiores, com curvatura radicular que variou seu ângulo entre 15 e 39 graus. Os instrumentos foram observados quanto ao desgaste e à fratura, após terem sido usados repetidamente em canais curvos até um tempo máximo de 22 minutos. Os autores concluíram que limas de aço inoxidável foram as que se desgastaram mais rapidamente, seguidas pelas rotatórias de NiTi. As mais resistentes ao desgaste foram as manuais de NiTi. As que apresentaram maior índice de fratura foram as limas de NiTi acionadas a motor.

Thompson & Dumer (1997) realizaram um estudo para avaliar a eficácia de instrumentos rotatórios de NiTi da marca Profile 0,04 série 29 em blocos de resina composta contendo um canal simulado. Os grupos variaram em relação ao início da curvatura, que ficou entre 8 e 12 mm da entrada do canal e quanto ao grau de curvatura, que poderia ser de 20 ou 40 graus. Os canais simulados foram preparados por um único operador, seguindo o método coroa-ápice, recomendado

pelo fabricante. Foi utilizada água como solução irrigadora, numa quantidade aproximada de 20 ml por canal simulado. Mudanças ocorridas na parte ativa dos instrumentos foram mais freqüentes nos instrumentos de número 6 (24 de 52), seguido dos de número 5 (13 de 52), e dos de número 3 e 4 (7 de 52). Os autores não puderam concluir se a grande ocorrência de deformações observadas foi devido à dureza da resina utilizada na confecção dos canais simulados ou relacionada à fragilidade dos instrumentos de NiTi avaliados.

Com relação às alterações morfológicas sofridas pelos instrumentos endodônticos durante o preparo químico-mecânico, Rapisarda *et al*. (1998) concluíram que as limas rotatórias de níquel titânio apresentam deteriorações consideráveis na superfície de corte após 180 segundos de utilização contínua, no interior de canais de dentes extraídos.

Troian *et al*. (2006) avaliaram através do MEV as deformações e fraturas dos instrumentos de NiTi de número 25 e conicidade 0.04 dos sistemas Race e K3, após serem submetidos ao preparo de canais simulados com curvaturas de 20 e 40 graus. Os autores concluíram que houve diferença significativa entre os dois sistemas, com resultados favoráveis para o sistema K3 (ausência de deformação e fratura) em comparação com o sistema Race (deformação das espiras e perda de metal).

Apesar do grande avanço tecnológico nas propriedades dos instrumentos rotatórios, ocorrido nas últimas décadas, a fratura de instrumentos no interior dos canais radiculares ainda é considerada um acidente freqüente, em virtude do seu aspecto multifatorial, principalmente quando relacionada ao número de usos.

Leonardo & Leal (1998) definiram a fratura de instrumentos no interior do canal radicular como um dos acidentes mais desagradáveis a que está sujeito o profissional durante o tratamento endodôntico, gerando uma situação muitas vezes difícil de ser solucionada. A maior preocupação em relação aos instrumentos rotatórios de NiTi, independente da marca comercial, tem sido a ocorrência de fratura (DIETZ *et al*. 2000).

As principais causas de fraturas estão relacionadas com a forma geométrica do instrumento (GAMBARINI, 2000), a técnica de instrumentação utilizada (THONSOM & DUMER, 1997), o excesso de uso (LEONARDO & LEAL, 1998), com a intensa pressão apical durante a penetração do instrumento no canal radicular (YARED *et al*. 2001), aos defeitos oriundos do processo de fabricação dos

instrumentos (LOPES & ELIAS, 2001), a complexa anatomia dos canais radiculares (PRUETT *et al*. 1997) e a inexperiência do operador (YARED *et al*. 2001).

Em termos de mecânica dos materiais, são as diferentes forças (tração, flexão, compressão, torção e fadiga), além do torque e da cinemática de instrumentação durante o preparo, que provocam a fratura destes instrumentos (GAMBARINI, 2000).

A fratura dos metais e ligas metálicas sobre cargas não cíclicas pode ocorrer de duas formas extremas: Fratura dúctil e fratura frágil. A oriunda da aplicação repetida de tensão é denominada de fratura por fadiga (LOPES & SIQUEIRA JR, 2004).

Lopes *et al*. (2000) constataram que houve uma redução da resistência mecânica durante o tratamento termomecânico a que as ligas são submetidas durante a sua fabricação, facilitando a sua fratura. Os autores classificam as fraturas dos instrumentos endodônticos como dúctil ou frágil, de acordo com as características morfológicas da face de fratura. Quando ocorre a fratura dúctil, micro cavidades com forma esférica ou alongada são observadas, já no caso de fratura frágil, a superfície mostra uma mciro-textura com grãos de face lisa e brilhante. Segundo os autores a fratura por torção ocorre quando a ponta do instrumento prende-se, ficando imobilizada, enquanto o movimento torcional persiste, ultrapassando o limite de resistência à fratura do instrumento. Este tipo de fratura está sempre associada à deformação plástica do material.

A fratura por flexão ocorre em conseqüência do carregamento elástico ao qual o instrumento é submetido, quando atua no interior de canais curvos, devido à resistência das paredes. Este tipo de fratura não está relacionado às deformações plásticas e sim ao tempo de uso do instrumento e à fadiga provocada pelo número de ciclos de carregamento (LOPES & ELIAS, 2001).

O termo “fratura por fadiga” refere-se à ruptura de dispositivos submetidos a tensões cíclicas, cujos valores de máxima amplitude são significativamente menores do que aqueles que causam a fratura do material em condições normais. Logo a resistência dos materiais à fadiga é um dos aspectos mais importantes a serem considerados nas aplicações de quaisquer dispositivos que utilizem partes rotatórias (COURTNEY, 1990).

Serene *et al*. (1995) submeteram limas manuais de níquel titânio a testes de flexibilidade e torção, concluíram que a força necessária para flexionar uma lima de número 45 de níquel titânio é a mesma exercida em uma lima de número 25 de aço inoxidável. O teste de resistência à torção mostrou uma diferença estatisticamente significante a favor das limas de níquel-titânio quando comparadas às de aço inoxidável.

Pruett *et al*. (1997), utilizaram canais artificiais com curvaturas de 30 , 45 e 60 graus, com raios de curvatura de 2 e 5 mm para avaliar a resistência à fadiga de instrumentos rotatórios de NiTi Lightspeed, nos calibres #30 e #40. As velocidades empregadas foram 750, 1300 e 2000 rpm. Os autores concluíram que a velocidade de rotação não é um fator determinante no número de ciclos até a fratura. Já o calibre dos instrumentos foi um fator significativo, onde instrumentos com maior diâmetro necessitaram menor número de ciclos para a ocorrência de fratura. O raio de curvatura também mostrou-se determinante, quanto menor o raio, menor o número de ciclos necessários até a fratura.

Lopes *et al*. (1998) concluíram que as limas de NiTi apresentaram flexibilidade 500 % maior que as de aço inox, permitindo desta forma que estes instrumentos acompanhem a curvatura do canal radicular com maior facilidade, evitando acidentes como deslocamento apical e perfurações.

Lopes & Elias (2001) relataram que as fraturas por torção apresentam as superfícies de fratura planas e perpendiculares ao eixo do instrumento. Observaram também deformação plástica na lâmina cortante e reversão do sentido original de suas hélices.

O uso de instrumentos rotatórios em canais curvos envolve a aplicação de tensões alternadas de tração e compressão na área de curvatura máxima do instrumento, além de tensões de torção associadas à resistência da dentina ao movimento de rotação da lima. A metade do segmento de corte do instrumento situada no lado externo da curvatura está tracionada, enquanto que a outra metade, no lado interno da curvatura, está em compressão. Cada rotação no interior de um canal com curvatura leva o instrumento a sofrer um ciclo completo de tensões de tração e compressão, sendo esta a forma mais destrutiva de carregamento cíclico (DIETER, 1986).

Ankrum *et al*. (2004) determinaram a incidência de deformação e fratura das a limas do sistema Protaper, K3 e Profile após sua utilização em 45 canais mesiais e vestibulares de dentes extraídos, com curvaturas de 40 a 75 graus. Os instrumentos foram analisados com um aumento de 16X, antes e após serem utilizados uma única vez. Em relação à fratura não houve diferença estatística entre os três grupos; já em relação à distorção as limas do grupo Profile distorceram mais quando comparadas com o grupo Protaper. Os autores não encontraram diferenças estatísticas em relação à distorção para os grupos Protaper e K3.

Outro fator que pode estar relacionado à ocorrência de alterações morfológicas e conseqüentemente à fratura dos instrumentos rotatórios, é a velocidade de rotação durante o preparo. Diversos estudos estão sendo desenvolvidos com o objetivo de se elucidar qual a velocidade ideal para a realização de uma instrumentação efetiva e que cause o menor número de injúrias possíveis aos instrumentos rotatórios de NiTi. Estudos de Gabel *et al*. (1999), Dietz *et al*. (2000), Li *et al*. (2002), Lauretti (2006), demonstram que utilização de velocidades mais baixas aumenta a durabilidade dos instrumentos e a segurança no seu emprego em relação.

O controle da infecção é um assunto de grande relevância nas áreas biomédicas, devido à constante preocupação sobre a transmissão e contágio de doenças, durante os procedimentos realizados nos serviços de saúde. Na endodontia esta preocupação também se faz presente e vários estudos estão sendo desenvolvidos para avaliar as diferentes maneiras de obter uma correta limpeza, desinfecção e esterilização dos instrumentais.

Trabalhos de Filippini (2003) e Segall (1977) concluíram que os instrumentos quando removidos de suas embalagens originais já apresentavam resíduos oleosos, metálicos, plásticos e contaminação bacteriana. Os estudos de Queiroz (2001), Tartarotti (2003) e Pagliarin (2005) comprovam que nenhum método de limpeza e desinfecção de instrumentos endodônticos, tanto durante como após o preparo químico-mecânico dos canais radiculares, é totalmente eficaz.

A utilização do calor úmido mostrou-se mais eficiente, segura e rápida para a esterilização dos instrumentos endodônticos, além de apresentar menores efeitos deletérios aos instrumentos no que se refere à fratura por torção (MCKENDRY & KRELL, 1997; HILT *et al.* 2000).

Um fator importante a ser considerado é a possibilidade dos processos de esterilização possuírem alguma influência nas propriedades físicas dos instrumentos rotatórios de NiTi. Com este objetivo, Silvagio & Hicks (1997), estudaram as conseqüências da esterilização por calor seco e úmido na resistência à fratura de instrumentos rotatórios de NiTi submetidos a teste mecânico de estresse torcional, onde o número de ciclos foi de 0, 1, 5 ou 10. Os autores concluíram que o processo de esterilização não aumenta a probabilidade de fratura dos instrumentos testados.

Borges *et al*. (2002) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a corrosão em limas de NiTi submetidas a ciclos de esterilização em autoclave depois de terem sido utilizadas em blocos de osso bovino. Os autores observaram baixo potencial de corrosão nos instrumentos novos. Este potencial aumenta na medida em que se repetem as simulações de uso, tornando-se estatisticamente significante após 3 processos de autoclavagem.

Rapisarda *et al*. (1999) procuraram definir possíveis alterações na capacidade de corte de instrumentos rotatórios de NiTi, quando expostos a 7 e a 14 ciclos de autoclavagem, comparando-os ao grupo controle, que não sofreu os processos de esterilização. Os autores concluíram existir diferença estatisticamente significativa, entre os três grupos. As limas que sofreram 7 ciclos de esterilizações perderam 20% da sua capacidade de corte, enquanto que a submetidas a 14 ciclos de esterilização tiveram sua capacidade de corte reduzida em 50%. Os autores atribuem essa perda de corte à deposição de uma camada de oxigênio na superfície dos instrumentos após os processos de esterilização em autoclave, confirmada através da Espectroscopia Auger.

1.1 Alteração superficial dos instrumentos endodônticos

Nos últimos anos tem-se observado um grande aumento de técnicas de tratamento de superfícies, dentre elas podem-se citar a nitretação a plasma e a implantação de íons. Estas técnicas ocasionam a formação de nitretos de titânio e alterações na estrutura cristalina proporcionando aumento na dureza em regiões próximas à superfície. A seguir essas técnicas serão descritas brevemente.

1.1.1 Nitretação a plasma

O processo de nitretação a plasma, também chamado de nitretação iônica ou nitretação por descarga luminosa, é conhecido desde a década de 1930, quando foi patenteado por J.J. Egam nos EUA em 1931, e em 1932 por Beeghaus na Alemanha (GRUN & GUNTHER, 1991). Contudo somente começou a ser utilizado pela indústria após a década de 60, graças à evolução dos dispositivos de controle do plasma. Mesmo assim sua aplicação ficou limitada a alguns casos específicos, tendo em vista o custo do processo industrial (SIMON, 1995).

A partir de 1980 a nitretação a plasma tornou-se um processo mais viável, graças ao desenvolvimento da tecnologia do vácuo associada à evolução dos dispositivos eletrônicos e softwares (BALLES, 2004).

A técnica de nitretação a plasma induz difusão termoquímica e incorporação do nitrogênio à superfície do material formando, no caso do titânio e suas ligas, uma camada de compostos, constituída por e TiN + Ti_2N e uma camada de difusão formada por nitrogênio dissolvido intersticialmente em titânio.

O TiN confere propriedades especiais à superfície, dentre as quais se destacam a dureza superficial elevada, maior resistência à fadiga, ao desgaste e à corrosão (SIMON, 1995).

A nitretação pode ser realizada por diferentes processos: Gasoso, Líquido ou por Plasma. Os processos de nitretação que utilizam o plasma têm sido mais aceitos na indústria por serem considerados pouco poluentes, terem menor consumo de gás, além de serem muito versáteis em razão do fácil ajuste dos parâmetros da descarga elétrica (SANTOS, 2002). O sucesso da nitretação a plasma deve-se, além do caráter ecológico, a várias vantagens sobre os processos convencionais (banhos com sais de cianetos). Entre estas estão a baixa temperatura necessária para o tratamento, o controle da camada nitretada, o tempo de tratamento reduzido, a uniformidade na espessura da camada, a nitretação de partes da peça, a possibilidade de desnitretação, além de o custo ser relativamente baixo (ALVES JUNIOR, 1999).

1.1.1.1 Plasma

O termo plasma é utilizado para designar um meio gasoso que contém cátions e elétrons em equilíbrio dinâmico. As cargas elétricas são elétrons, átomos ou moléculas ionizadas, sendo que o total de cargas positivas (íons positivos) deve ser igual ao de cargas negativas (íons negativos e elétrons) (BARBIERI, 2001). Na média o plasma é eletricamente neutro, porque qualquer desbalanceamento de carga resulta em campos elétricos que tendem a mover as cargas de modo a restabelecer o equilíbrio (ALVES JUNIOR, 1999).

A fim de que ocorra a ionização das moléculas ou átomos presentes em um gás, é necessário que energia seja fornecida a este meio. Este fenômeno ocorre nas estrelas e no Sol devido à energia proveniente de reações nucleares. Um estado semelhante pode ser criado se uma alta voltagem for aplicada num gás a baixas pressões (BARBIERI, 2001). Em laboratório o plasma pode ser produzido através da aplicação de uma diferença de potencial entre dois eletrodos contidos num sistema a uma pressão baixa. Elétrons são acelerados pelo campo elétrico, colidindo com outras partículas e produzindo assim íons e elétrons através da combinação:

$$e^- + G^0 = G^+ + 2e^-$$

Onde G^0 é o átomo ou molécula do gás no estado fundamental e G^+ representa um íon deste gás. Devido a essa produção de cargas, gera-se uma corrente elétrica, que varia com a diferença de potencial (HOWATSON, 1965). Os íons formados são acelerados em direção ao catodo e, ao atingi-lo, causam a emissão de elétrons secundários que são acelerados pelo campo elétrico no sentido oposto ao dos íons positivos. Estes elétrons ocasionam novas ionizações, dando continuidade ao processo (YUASA *et al*. 2006).

Segundo Javorsky (2001) os tratamentos superficiais que envolvem plasma são considerados promissores para melhorar propriedades de superfície, aumentando o campo de aplicação do titânio, suas ligas e dos aços inoxidáveis.

Kapczinski (2000) verificou que o processo de nitretação a plasma incrementa a resistência ao desgaste da superfície do titânio comercialmente puro, concluindo que melhora o rendimento tribológico. Neste estudo foi constatada a presença de algumas fases relacionadas com a temperatura. A 400°C não houve formação de nitretos, a 600 °C observou-se a presença de TiN e a 800°C de TiN e Ti_2N.

Schafer (2000) avaliou o efeito da Deposição a Física Vapor na eficiência de corte de instrumentos rotatórios de NiTi. O autor utilizou sete grupos, com doze limas cada, variando os parâmetros do processo para cada grupo. A eficiência de corte foi medida através da profundidade de penetração dos instrumentos em um bloco de resina. O autor observou que todos os grupos submetidos ao processo de modificação superficial obtiveram resultados melhores do que o grupo controle, sendo estes significativos em 3 grupos.

Tripi *et al*. (2002) avaliaram a formação de uma camada de nitreto em limas de níquel titânio, através de dois métodos de deposição química de vapor. O primeiro foi baseado na reação de amônia úmida com o níquel titânio a uma temperatura de 300°C. A segunda técnica utilizada foi MOCVD (Deposição química de vapor organo metálico) que utiliza Ti $(Et_2N)_4$ (tetraetilamina de titânio) como percursor de nitrogênio. Os autores encontraram uma razão de N/Ti de 9/10 no primeiro método e uma razão de 2/1 no segundo, enquanto que o grupo controle apresentou uma razão de 1/5. Os autores concluíram que a deposição de nitrogênio previne a oxidação dos instrumentos durante os processos de autoclavagem.

Tripi *et al*. (2003) aprofundaram esse estudo com inclusão de evaporação de titânio na presença de nitrogênio e encontraram uma razão N/Ti unitária; na técnica que utilizou o MOCVD a razão foi de 1.7 e a razão do grupo controle foi de 0.2. Os autores concluíram que os dois métodos foram capazes de formar um revestimento duro na superfície dos instrumentos de NiTi, o que poderia aumentar sua eficiência de corte e sua resistência ao uso.

1.1.2 Implantação de íons

A implantação de íons é um processo de modificação de materiais, obtida pela introdução de íons nas regiões próximas da superfície. Os íons implantados podem produzir modificações na estrutura, na composição e nas propriedades físicas do sólido (propriedades mecânicas e elétricas). Essa técnica tem sido utilizada em metais e ligas para melhorar a resistência ao desgaste, proteção contra corrosão, aumento de dureza e resistência à fadiga, devido à formação de novas fases na superfície (nitretos, boretos, etc.) ou à introdução de defeitos na estrutura do material. O processo também é muito usado na indústria de semicondutores, onde a fabricação de dispositivos inclui muitas etapas de implantação. As modificações vão depender do tipo de íon, da sua energia cinética, do fluxo de íons e da temperatura em que o sólido é mantido.

Os tipos de íons utilizados são em geral gases ionizados (argônio, nitrogênio, oxigênio) ou outros (boro). A energia dos íons está associada a sua velocidade, obtida por um campo elétrico, e pode variar de 10 mil eV (10 keV) a 10 milhões de eV (10 MeV), sendo que as energias maiores provocam implantações em camadas mais profundas. As profundidades de penetração vão de alguns poucos nanômetros até vários micrômetros, o que estabelece uma limitação importante da técnica: somente regiões próximas da superfície podem ser modificadas e não o volume completo. A dose de íons implantados pode ser controlada e valores típicos vão de 10^{10} a 10^{17} íons/cm^2.

O diagrama esquemático de um acelerador de íons é mostrado na FIG. 1. Átomos de gás (ou sublimados sólidos) são introduzidos na “fonte de íons”, onde os átomos neutros são transformados em íons devido a colisões com elétrons provenientes de um filamento. Esses íons são submetidos a uma diferença de potencial elétrico (de milhares a milhões de Volts) e adquirem velocidades muito altas.

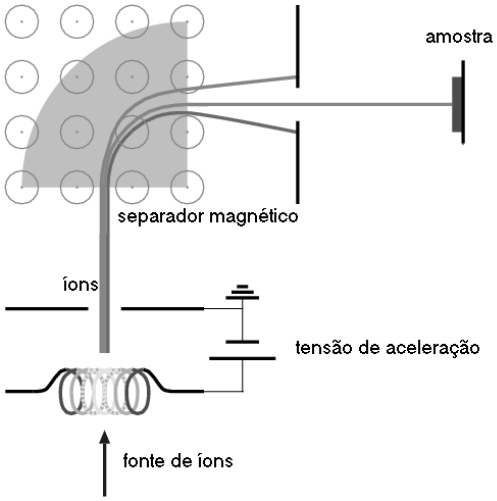


Figura 1 - Diagrama esquemático de um acelerador de íons.

Como este processo ocorre em vácuo (10^{-8} bar), os íons sofrem poucas colisões durante sua trajetória no equipamento e chegam com altíssimas energias na amostra. Antes de atingi-la, o feixe de íons passa por um separador magnético, que tem a função de eliminar impurezas contidas no gás. Com este sistema pode selecionar-se não apenas um único elemento, mas até um único isótopo desse elemento para ser implantado na amostra.

Ao penetrar na superfície os íons interagem de diferentes formas com os átomos. A energia cinética dos íons incidentes é perdida em colisões sucessivas com os átomos (colisões primárias). Os átomos atingidos recuam e colidem com outros átomos (colisões secundárias). O processo continua com colisões de mais alta ordem desencadeando uma cascata de colisões. A frenagem dos íons na matéria é atribuída à transferência de energia dos elétrons dos íons para a nuvem de elétrons na matéria (frenagem eletrônica) e para os núcleos do alvo (frenagem nuclear). Este último fenômeno é o principal responsável trajetória errática dos íons incidentes no interior da matéria, como está representado esquematicamente na FIG. 2.

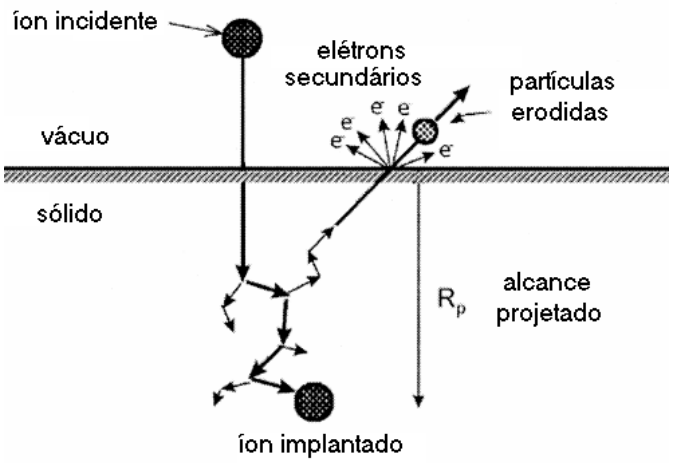


Figura 2 - Diagrama dos fenômenos físicos ocorrendo durante a implantação de íons.
FONTE: Adaptado de Nastasi (1996).

Define-se como “alcance projetado”, R_p, a profundidade média alcançada pelos íons. Em torno dela estão a maior parte das partículas implantadas no material.

O entendimento dos mecanismos físicos na interação íon-sólido foi alvo de estudo por parte de muitos pesquisadores (ZIEGLER *et al*. 1984; LINDHARD *et al.* 1963), que combinaram resultados analíticos e simulações computacionais de forma a obter um tratamento rigoroso do fenômeno. A abordagem consagrada dos fenômenos de implantação é a utilização de uma sub-rotina de simulação denominada “Transport of Ions in Matter” (TRIM), criada por Ziegler *et al.* (1984) e Ziegler (2003). TRIM pode ser usado para simular a distribuição espacial de íons implantados com diferentes energias em materiais simples ou complexos e fornece um modelo adequado dos fenômenos do processo de implantação. Também permite obter parâmetros como a energia entrege em diferentes profundidades, taxa de desbaste de átomos na superfície do alvo, número de defeitos, etc.

No presente trabalho foi utilizado o código TRIM (ZIEGLER, 2003) para projetar as energias que deveriam ser utilizadas durante a implantação das limas de NiTi. Os parâmetros da simulação podem ser visualizados na FIG. 3, que mostra uma janela típica da subrotina.

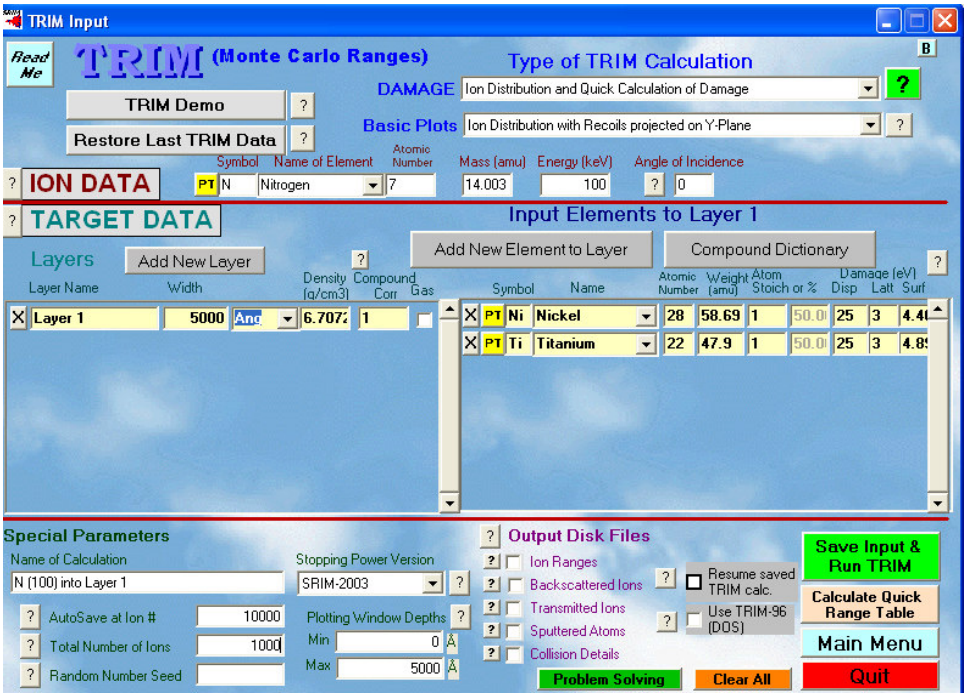


Figura 3 - Código de simulação TRIM, indicando parâmetros de entrada, tais como tipo de íon incidente, energia do íon incidente e composição do alvo.

Introduzidos os parâmetros iniciais, o programa simula a entrada de cada íon primário e suas interações com os átomos do alvo, levando em consideração as interações com os núcleos e com os elétrons. A FIG. 4 apresenta um resultado da simulação, mostrando os estágios iniciais com a trajetória de dez íons de nitrogênio implantados com energia de 200 keV na liga NiTi.

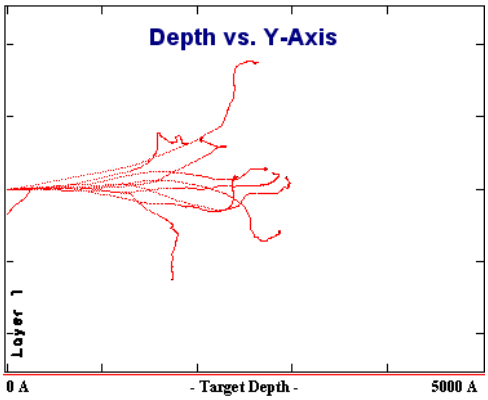


Figura 4 - Simulação da trajetória de dez íons de nitrogênio implantados com energia de 200 keV na liga NiTi.

Com o prosseguimento da simulação, milhares de trajetórias são calculadas e obtém-se uma distribuição em profundidade dos íons implantados na matriz de NiTi. Na FIG. 5 está mostrado o emaranhado de trajetórias (à esquerda), um histograma mostrando a quantidade de íons que alcançou as diferentes profundidades (no meio) e o número de colisões ocorridas (à direita). A diferença entre os gráficos da linha superior e inferior é a energia dos íons incidentes, que é de 50 keV e de 100 keV.

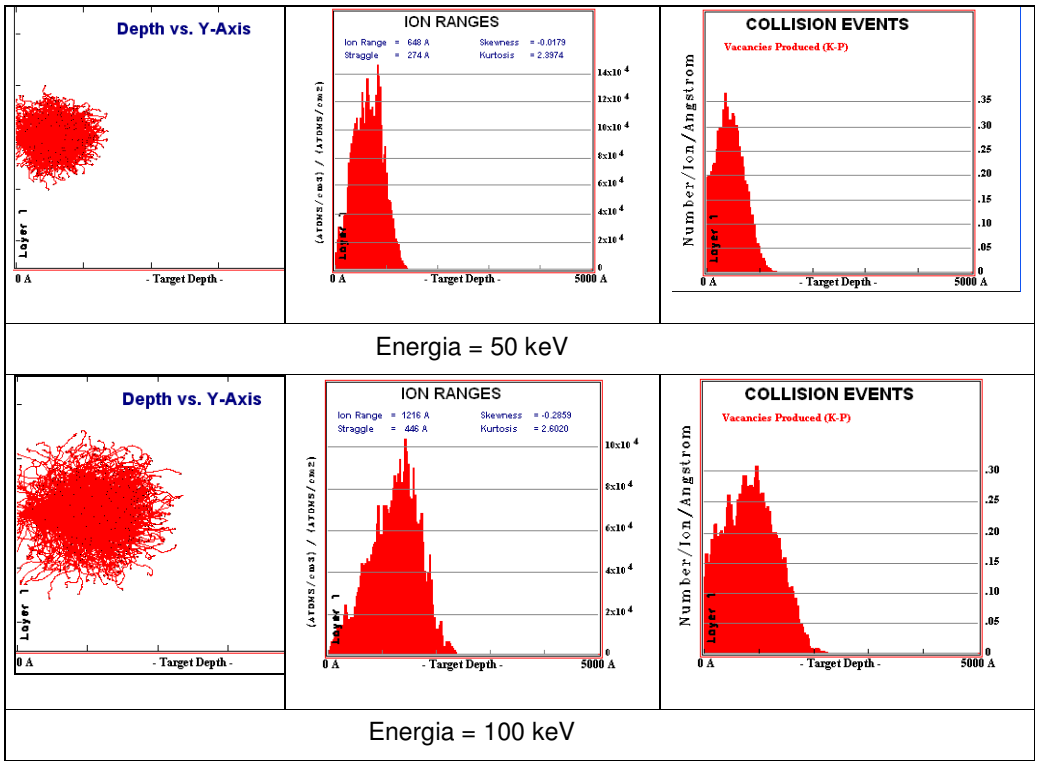
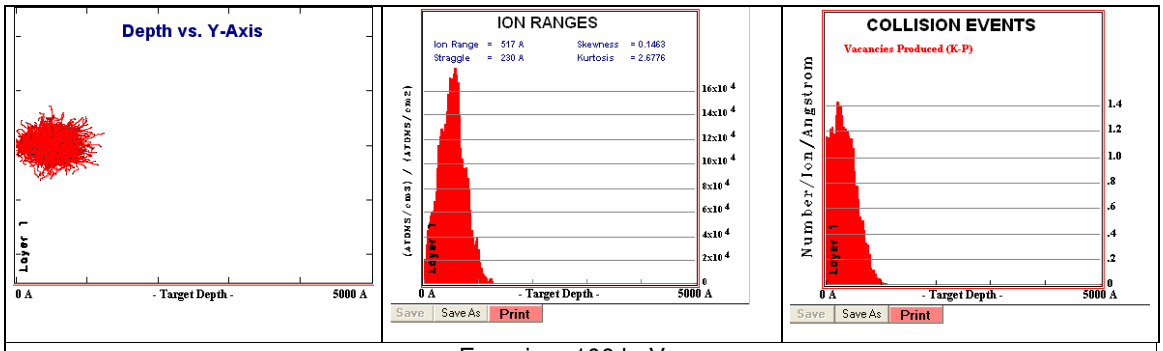


Figura 5 - Comparação entre os resultados da simulação de implantação de íons de nitrogênio (N_2^+) na liga NiTi usando energias de 50 e 100 keV.

Como se observa na FIG. 5, com o aumento da energia de implantação de 50 keV para 100 keV, o alcance projetado aumenta de 648 Å (0,06 micrômetros) para 1216 Å (0,12 micrômetros). A espessura da camada alterada, em que se localizam a maior parte dos íons implantados e a maior parte dos defeitos gerados (largura da distribuição de íons ao redor do valor de R_p), aumenta de 274 Å para 446 Å.

A condição de irradiação de 100 keV de N_2^+ foi utilizada nesse trabalho, para obter uma distribuição dos íons mais próxima da superfície. A implantação da molécula de N_2^+ permite trabalhar com correntes maiores, reduzindo o tempo de implantação das altas doses planejadas. O experimento foi realizado com densidade

de correntes de 1 μA/cm^2, parâmetro significativo no experimento, pois afeta a temperatura da amostra durante a irradiação. Para observar isoladamente o efeito da introdução de defeitos no sistema, foi projetado um experimento de implantação do gás nobre argônio, que é inerte no sistema NiTi, produzindo apenas alterações mecânicas (defeitos), mas nenhuma alteração por formação de novas fases. A FIG. 6 mostra o resultado de uma simulação de implantação deste íon na matriz de NiTi.



Energia = 100 keV

Figura 6 - Resultados da simulação de implantação de íons de argônio (Ar^+) com energia de 100 keV na liga NiTi.

Observando as escalas dos gráficos de quantidade de colisões nas FIG. 5 e 6, verifica-se que a irradiação com íons de argônio de 100 keV provoca cinco vezes mais colisões do que a implantação com íons de nitrogênio de 100 keV. Neste caso, a energia de implantação foi projetada para obter um alcance similar ao dos íons de nitrogênio. Para isto, a energia foi aumentada de 50 keV nos íons de nitrogênio e para 100 keV nos íons de argônio, tendo em vista que sua massa é maior.

Lee *et al*. (1996) com o objetivo de aumentar a dureza superficial dos instrumentos endodônticos de NiTi, utilizaram a implantação de íons boro com uma dose de 4,3 X 10 ^{17} íons/cm^2. As alterações na microestrutura foram identificadas por Difração de Raios X, porém não realizaram ensaios clínicos.

Rapisarda *et al*. (2000), avaliaram a influência da nitretação térmica por 5 horas em uma temperatura de 500°C e a implantação de íons de nitrogênio com energia de 150 keV em uma dose de 1 x 10^{17} íons/cm^2, por 5 horas na eficiência de corte de instrumentos rotatórios de NiTi. Após a pesagem inicial e final dos blocos de resina, concluíram que ambos os processos melhoraram a eficiência de corte das limas em relação ao grupo controle.

Santos (2002) avaliou a influência da implantação de íons de nitrogênio a 200 keV numa dose de 2,5 x 10^{17} íons/cm^2, por 6 horas, na flexão de instrumentos rotatórios de NiTi, da marca Quantec. Foi utilizado o teste de flexão com o auxílio de uma célula de carga, em uma flexão de 30 graus. Os autores concluíram que não houve interferência estatisticamente significante nos instrumentos implantados quando comparados os não implantados.

Costa (2002) verificou o efeito da implantação de íons de nitrogênio de 200 keV em uma dose de 2,5 X 10^{17} íons/cm^2, por 6 horas, utilizando uma corrente de 10 µA e temperatura de 130°C, sobre a resistência à torção e à corrosão de instrumentos rotatórios de NiTi, marca Quantec. A implantação provocou um aumento na resistência à torção da ordem de 56% e à corrosão em 46%.

Gavini (2006) utilizando um dispositivo apropriado para ensaios dinâmicos, avaliou a resistência à fadiga cíclica de instrumentos rotatórios de NiTi marca K3. Os instrumentos foram submetidos à implantação de íons de nitrogênio de 200 keV com dose de 2,5 x 10^{17} íons/cm^2, e corrente de 10 µA, por 6 horas. Foi utilizado um motor elétrico com velocidade ajustada em 300 rpm e torque de 2N cm. O autor obteve um aumento significativo na resistência à fadiga cíclica dos instrumentos rotatórios de NiTi, comparados aos não implantados.

Costa (2006) analisou a perda de corte de instrumentos rotatórios de NiTi da marca K3 após o processo de implantação de íons de nitrogênio de 200 keV, com dose de 2,5 x 10^{17} íons/cm^2, por 6 horas. A intensidade de corrente usada na implantação foi de 10 µA. O autor concluiu que os instrumentos implantados mantiveram sua capacidade de corte inalterada após 20 usos em canais simulados contidos em blocos de resina, mostrando diferença significativa quando comparados com os instrumentos não implantados.

A implantação com íons de argônio é inusitada em limas endodônticas de NiTi e foi efetuada com o intuito de testar a diferença da implantação de um íon não reativo (Ar^+) com o íon nitrogênio, que é formador de nitreto de titânio.

Com esta comparação pretende-se avaliar se a alteração de dureza deve-se mais ao efeito de encruamento da implantação ou mais à formação de novos materiais com outra estequiometria.

CAPÍTULO 2

PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito dos tratamentos superficiais: Nitretação a plasma, Implantação de íons argônio e íons nitrogênio em instrumentos rotatórios de NiTi do sistema Protaper.

Objetivos específicos:

1. Analisar as alterações morfológicas dos instrumentos, após a instrumentação de canais simulados, por meio de MEV com aumentos de 100 e 200X.

2. Avaliar a influência dos tratamentos superficiais na eficiência de corte dos instrumentos Protaper, medido pela remoção de massa dos canais simulados.

3. Analisar o efeito dos tratamentos superficiais na resistência a fratura cíclica flexural dos instrumentos, quando submetidos à rotação em canais simulados.

CAPÍTULO 3

METODOLOGIA

3.1 Materiais

Para o presente estudo foram empregados instrumentos rotatórios de niquel-titânio (Instrumentos S1 com 25 mm de comprimento), do sistema Protaper (Dentsply-Maillefer). Todos os instrumentos foram adquiridos dos fornecedores habituais, retirados das caixas lacradas, distribuídos de maneira aleatória e numerados seqüencialmente com marcações individuais.

Os instrumentos foram divididos em quatro grupos com dez limas cada.

Grupo 1 - Instrumentos submetidos à nitretação a plasma.

Grupo 2 - Instrumentos submetidos à implantação com nitrogênio

Grupo 3 - Instrumentos submetidos à implantação com argônio.

Grupo 4 - Instrumentos que não sofreram processo de alteração superficial.

Tabela 1 - Divisão dos instrumentos nos grupos e tratamentos superficiais realizados

GRUPOS	Nº. Canais Simulados	Nº. Instrumentos Pro-Taper	Nº. Usos	Tratamento das Limas
1	50	10	5	Nitretação a Plasma
2	50	10	5	Implantação com nitrogênio
3	50	10	5	Implantação com argônio
4	50	10	5	Controle

Considerando a dificuldade de fazer análises em peças de morfologia complexa como instrumentos endodônticos, foram utilizadas chapas planas de NiTi, para serem submetidas aos mesmos tratamentos de superfície. Uma lâmina de NiTi (Nitinol Devices and Components (Westinghouse drive, 47600 Fremont, USA), foi

dividida em quadrados de 2 X 2 cm^2, embutidos em resina acrílica, planificados e polidos em politriz manual refrigerada com água, utilizando pasta de diamante até a granulação de 1 µm. Os quadrados de NiTi foram identificados com uma marcação mecânica, para evitar o uso de etiquetas ou tintas, tendo em vista serem com acetona os tratamentos de limpeza para análise em alto vácuo. Cada quadrado serviu de testemunha, sendo submetido aos mesmos tratamentos de limpeza.

Foram realizados 5 ciclos de instrumentação com cada instrumento dos Grupos 1-4 em blocos de resina epóxi com canal curvo, para simular o uso clínico.

Utilizou-se 200 blocos (Dentsply Maillefer), confeccionados em resina epóxi com dureza entre 78 e 80 *shore-D*, comprimentos de 17 mm e diâmetro inicial do canal compatível com instrumentos de calibre # 10. O grau de curvatura dos canais foi de 64 graus, com raio de curvatura de 6 mm.

Os blocos foram divididos em 4 grupos de 50 e a cada lima foram associados 5 canais, de forma que empregou-se um novo bloco em cada um dos cinco usos. Os blocos foram numerados e correlacionados às limas nos diferentes grupos em seus respectivos usos. Na FIG. 7 são mostradas a imagem do bloco de resina utilizado no experimento (a) e uma imagem radiográfica do canal simulado (b). O grau de curvatura está indicado com as linhas vermelhas e o raio de curvatura pelas amarelas.

a) b)

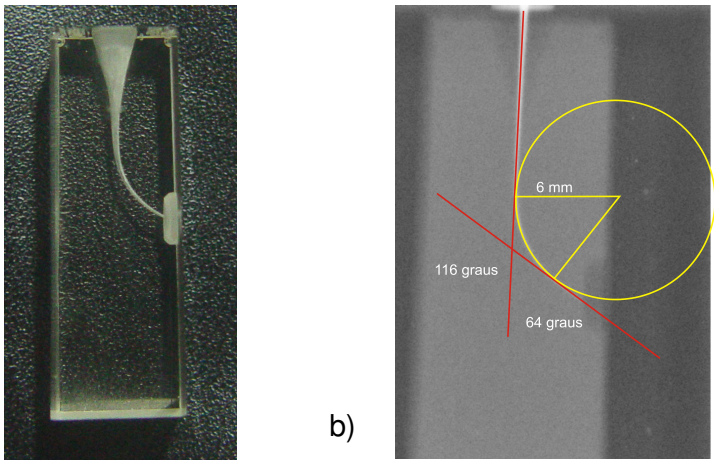


Figura 7 - Imagem do bloco de resina (Dentsply Maillefer) utilizado no experimento (a), e sua imagem radiográfica evidenciando o ângulo e o raio de curvatura (b).

3.2 Locais de realização da pesquisa

O projeto e a pesquisa foram realizados no Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul e na Faculdade de Odontologia da Universidade Luterana do Brasil - Campus Canoas, Rio Grande do Sul.

A implantação com íons de nitrogênio e argônio e as Análises por Reação Nuclear foram realizadas no Laboratório de Implantação de Íons do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (IF-UFRGS), Porto Alegre, RS. A nitretação a plasma foi feita em duas nitretadoras: uma com plasma contínuo do Laboratório de Espectroscopia Mössbauer do IF-UFRGS e a outra com plasma pulsado no Laboratório de Engenharia de Superfícies (LETT) da Universidade de Caxias do Sul (UCS), RS.

A instrumentação dos ensaios clínicos nos blocos com canais simulados foi feita nos laboratórios da Faculdade de Odontologia da Universidade Luterana do Brasil Campus Canoas-Rio Grande do Sul (ULBRA).

As análises com MEV foram realizadas no Centro de Microscopia Eletrônica e Microanálise da ULBRA e no Laboratório de Microanálise do IF-UFRGS.

3.3 Etapas experimentais

Este trabalho foi dividido em três etapas principais. Na primeira foram provocadas alterações em regiões próximas da superfície dos instrumentos endodônticos usando nitretação a plasma e implantação de íons. A distribuição de nitrogênio implantado nas amostras planas foi caracterizada usando Análise por Reação Nuclear - NRA (*Nuclear Reaction Analysis*). A segunda etapa foi direcionada à realização de ensaios clínicos em canais simulados para determinação de eficiência de corte por pesagem e de mudanças morfológicas por análise das micrografias. A terceira fase constituiu-se de ensaios de fadiga cíclica até a fratura dos instrumentos e sua caracterização por meio de avaliação em MEV. A seqüência de etapas é resumida na FIG. 8.

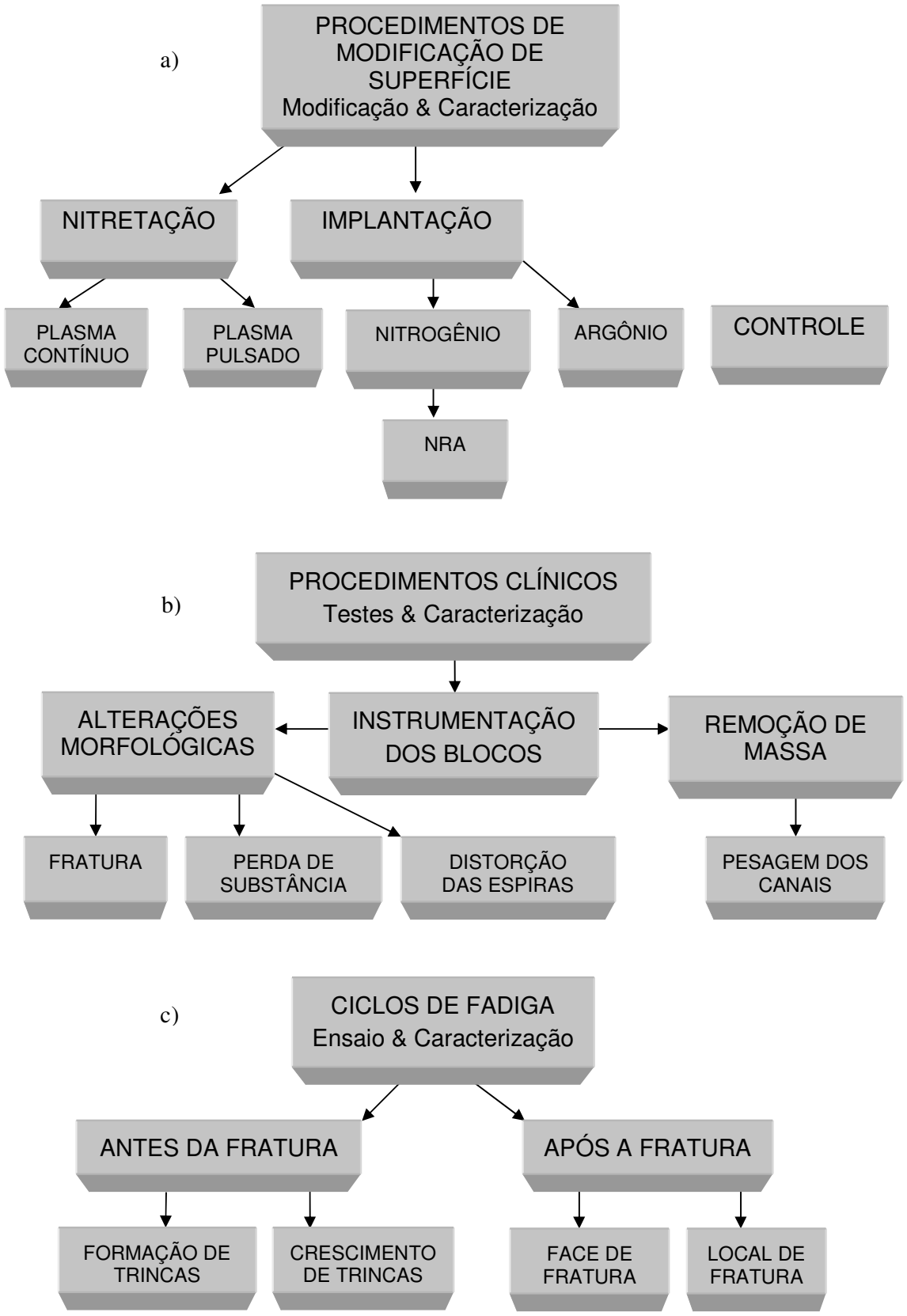


Figura 8 - Fluxograma dos procedimentos de alteração de superfície (a), dos ensaios clínicos (b) e dos ensaios de fadiga e fratura (c).

3.3.1 Procedimentos de modificação e caracterização de superfícies

3.3.1.1 Nitretação a plasma

O processo de nitretação a plasma foi realizado em dois equipamentos diferentes. O primeiro consistiu de um sistema de nitretação a plasma operado em corrente contínua enquanto o segundo foi realizado em um equipamento alimentado por fonte de tensão pulsada. A motivação para a utilização da fonte pulsada deveu-se ao aumento significativo da temperatura nas nitretações efetuadas na primeira câmara, a ponto de fundir os instrumentos. As tentativas de nitretação efetuadas naquela câmara, mesmo buscando compromissos de controle de corrente e tensão, elevou a temperatura das amostras a ponto de perda total das propriedades elásticas do material. A fonte pulsada permitiu que a deposição de nitreto fosse intermitente, permitindo nitretação em temperaturas abaixo de 100°C.

O sistema de nitretação contínua consiste de uma câmara de vácuo, com 26 cm de diâmetro e 30 cm de altura, onde a amostra é colocada sobre um eletrodo em forma de disco, polarizado negativamente, enquanto as demais partes da câmera são aterradas. A fonte para esta polarização é de corrente contínua, com tensão de saída ajustável até 1000 V (corrente máxima de 500 mA). O sistema de vácuo e de distribuição de gases permite um fluxo contínuo de gás, que possibilita um equilíbrio dinâmico na concentração de íons através de uma válvula agulha.

Para realizar a nitretação, inicialmente a câmara foi evacuada até 10^{-2} mbar e logo após introduzido gás argônio para limpeza das contaminações superficiais (*sputter etching*). Depois de reduzir novamente a pressão para 10^{-2} mbar, um fluxo de 80% de N_2 e 20% de H_2 foi introduzido até atingir 10^{-2} mbar. Após a abertura de plasma, a tensão de trabalho foi regulada para obter uma temperatura constante. Três temperaturas foram utilizadas para os testes nas amostras testemunhas: 300°C, 500°C e 700°C.

Nos testes com as limas constatou-se que a tensão necessária para a abertura do plasma era tão alta, que as limas fundiam imediatamente. Para superar esta dificuldade, foi construído um sistema de faiscamento, que induzia a formação

do plasma na tensão de trabalho, sem a necessidade de iniciá-lo em tensões maiores. Ainda assim, foi observada a perda das propriedades elásticas da lima.

Como alternativa, foi utilizado um sistema de nitretação pulsada, similar ao sistema descrito acima, porém alimentado por uma fonte de tensão pulsada. Neste equipamento dez limas (Grupo 1) foram nitretadas por um período de 6 horas, com o ajuste de tensão tal que a temperatura do termopar posicionado sob o porta amostras estabilizava em 60°C. Foi utilizada uma mistura de 80% de N_2 e 20% de H_2 numa pressão de 10^{-2} mbar.

3.3.1.2 Implantação de íons

As implantações foram realizadas no Implantador de Íons HVEE (High Voltage Engineering Europe) de 500 keV do Laboratório de Implantação de Íons do IF-UFRGS.

Para cada implantação um conjunto de dez limas foi montado em uma base cilíndrica inclinada a 30 graus e acoplada a um motor, que a manteve girando durante o experimento de implantação, para expor todo perímetro das limas ao feixe de íons. As limas e a testemunha plana de Nitinol foram colocadas em uma câmera, acoplada no final da linha de implantação. Todo o sistema permaneceu em vácuo durante a implantação (10^{-6} mbar). Um diagrama esquemático da base cilíndrica e de sua inserção na câmera está mostrado na FIG. 9.

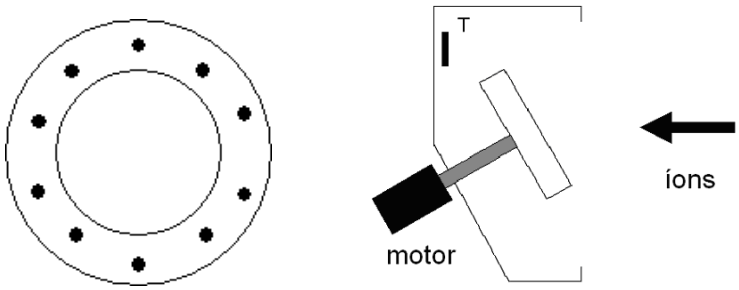


Figura 9 - Diagrama esquemático da base cilíndrica em que são montadas as limas (à esquerda) e da câmera onde a base é conectada a um eixo de acoplamento ao motor que mantém o sistema girando durante o experimento. A localização da testemunha é indicada pela letra T.

Um conjunto de limas (Grupo 2) foi implantado com íons de N_2^+ a 100 keV e outro (Grupo 3) com íons de Ar^+. Os parâmetros de implantação foram escolhidos conforme o programa de simulação TRIM e estão descritos na Tabela 2.

Tabela 2 - Condições de implantação dos íons N2+ e Ar+ nos instrumentos dos Grupos 2 e 3.

Íon	Energia (keV)	Dose (íons/cm^2)	Densidade de Corrente (μA/cm^2)	Temperatura (°C)
$^{14}N_2^+$	100	1 x 10^{17}	1	<100
$^{18}Ar^+$	100	1 x 10^{17}	1	<100

3.3.1.3 Caracterização por NRA

O resultado das implantações foi avaliado utilizando-se a Análise por Reação Nuclear (NRA *Nuclear Reaction Analysis*). Neste estudo foi empregada uma reação em que prótons são acelerados com 278 keV sobre as amostras de Nitinol implantadas. Como conseqüência desta irradiação, ocorre uma reação nuclear, que transforma o núcleo de ^{14}N em ^{15}O e libera radiação γ com valor característico, ligada à presença de ^{14}N. Representa-se esta reação com a seguinte nomenclatura: ^{14}N (p, γ) ^{15}O.

Quando se deseja investigar a distribuição de nitrogênio a partir da superfície da amostra, aumenta-se gradualmente a energia de irradiação, porque os prótons incidentes perdem energia à medida que penetram na matéria. Para identificar a presença de nitrogênio na superfície da amostra, acelera-se o feixe de prótons com 278 keV, detectando-se a radiação γ resultante. Para observar o nitrogênio em maior profundidade, os prótons são acelerados a energias maiores, perdem a energia excedente até aquela profundidade, e reagem apenas depois de serem freados até a energia de 278 keV. Nesta caracterização a energia dos prótons foi variada de 275 keV até 350 keV em passos de 1keV a 5 keV. A figura 9, mostra resultados da simulação Monte Carlo (TRIM) para o alcance de prótons e sua perda de energia (eletrônica e nuclear) na matriz de NiTi, variando a energia de aceleração entre 200 e 350 keV.

Ion = Hydrogen [1] , Mass = 1.008 amu

Target Density = 6.7072E+00 g/cm3 = 7.5787E+22 atoms/cm3

======= Target Composition ========

Atom Name	Atom Numb	Atomic Percent	Mass Percent
Ni	28	050.00	055.06
Ti	22	050.00	044.94

==========

Bragg Correction = 0.00%

Stopping Units = eV / Angstrom

See bottom of Table for other Stopping units

Ion Energy	dE/dx Elec.	dE/dx Nuclear	Projected Range	Longitudinal Straggling	Lateral Straggling
200.00 keV	1.897E+01	2.595E-02	9871 A	1244 A	1620 A
225.00 keV	1.825E+01	2.369E-02	1.12 um	1309 A	1737 A
250.00 keV	1.755E+01	2.182E-02	1.25 um	1374 A	1856 A
275.00 keV	1.689E+01	2.025E-02	1.39 um	1440 A	1978 A
→ 300.00 keV	1.627E+01	1.890E-02	1.54 um	1507 A	2102 A
325.00 keV	1.570E+01	1.774E-02	1.69 um	1576 A	2230 A
350.00 keV	1.518E+01	1.673E-02	1.85 um	1645 A	2361 A

Figura 10 - *Fac simile* dos resultados emitidos pelo programa TRIM, mostrando os valores de energia do próton (*Ion energy*); a perda de energia eletrônica (dE/dx Elec.) e nuclear (dE/ds Nuclear), o alcance projetado (*Projected Range*) e a distribuição longitudinal e lateral (*straggling*).

A FIG. 10 evidencia que o principal mecanismo de perda de energia na faixa dos 300 keV (indicada por uma flecha) é o de perda eletrônica, pela qual o próton perde 16,27 eV a cada Å percorrido na amostra. Isto significa que depois de percorrer 60 Å, o próton perdeu 1 keV da energia que tinha ao alcançar a amostra. A perda nuclear é de apenas 0,018 eV por Å.

A FIG. 11 mostra os resultados de reação nuclear nas amostras de controle submetidas à implantação de $1x10^{17}$ N_2^+ /cm^2 com energia de 100 keV e à implantação de $5x10^{16}$ N_2^+ /cm^2 com energia de 200 keV. Também é apresentado o resultado da quantificação de uma amostra de nitreto de silício (Si_3N_4) utilizada como padrão de localização da superfície e de quantificação de teor de nitrogênio.

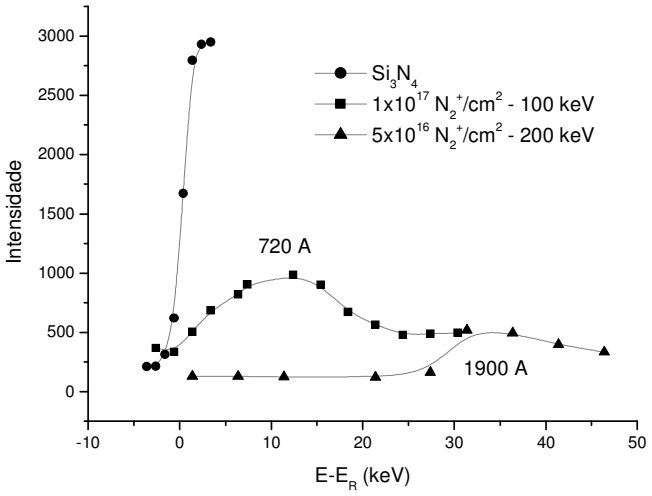


Figura 11 - Curvas de excitação relacionadas à distribuição de nitrogênio em função da profundidade das amostras implantadas com 1x10^{17} N_2^+ /cm^2 - 100 keV e 5x10^{16} N_2^+ /cm^2 - 200 keV. Si_3N_4 é o padrão de localização da superfície. A abscissa apresenta os valores de energia do próton subtraídos da energia de ressonância E_R. O valor zero indica a posição da superfície da amostra.

Com base nestes dados pode-se efetuar uma conversão e observa-se que o máximo da distribuição de nitrogênio com 100 keV está em 720 Å próximo do previsto pelas simulações com íons individuais de nitrogênio acelerados a 50 keV (as implantações foram efetuadas com N_2^+, de modo que a molécula tem 100 keV, mas cada átomo de N é implantado com 50 keV). As implantações com 200 keV têm seu máximo centrado em 1900 Å, valor diferente dos 1300 Å calculados na simulação. A diferença encontrada pode ser atribuída a dificuldades experimentais associadas a variações na energia do feixe de íons durante a implantação a 200 keV.

Os resultados da simulação indicam uma concentração de 10 at% de nitrogênio no máximo da distribuição, enquanto os resultados de NRA permitem uma estimativa de 16 at% para a concentração máxima de nitrogênio nas amostras.

A caracterização com NRA das testemunhas de Nitinol submetidas à implantação juntamente com as limas, mostra a introdução de nitrogênio nas regiões próximas da superfície da amostra, em profundidades até 1500 Å.

Em um ensaio preparatório mostrou-se que as temperaturas durante as implantações não ultrapassaram 100°C.

3.4 Procedimentos clínicos

O procedimento de instrumentação dos blocos de resina com canais simulados no seu interior incluiu o seguinte conjunto de etapas: 1) limpeza e esterilização dos instrumentos endodônticos antes e depois dos ensaios; 2) análise com MEV das características morfológicas das limas antes e após a realização da instrumentação; 3) pesagem dos canais simulados antes e após a realização dos ensaios para avaliação da perda de massa.

Na seção 3.4.1 são detalhados os procedimentos de limpeza, critérios de observação no MEV e procedimentos de instrumentação.

Os procedimentos de caracterização relacionados às alterações morfológicas e eficiência de corte são apresentados na seção 3.4.2.

Os procedimentos relacionados aos ensaios de fadiga cíclica e a caracterização morfológica da face de fratura estão detalhados no item 3.4.3.

3.4.1 Instrumentação dos canais simulados

Com o objetivo de possibilitar a visualização dos instrumentos endodônticos livre de impurezas, foram realizados os seguintes procedimentos de limpeza e esterilização: logo após a remoção de suas caixas, os instrumentos foram submetidos à escovação com escova dental de cerdas macias (Oral-B-São Paulo), umedecida com detergente enzimático (Tergentol) por três minutos (FILIPPINI, 2003). Após a escovação, os instrumentos foram enxaguados em água corrente e secos com o auxilio de papel toalha. Os mesmos foram embalados individualmente em envelopes para esterilização (*Medstéril* – São Paulo), numerados e levados então à autoclave *Vitale* 12 (*Cristófoli* – Paraná), na qual foram esterilizados pela exposição ao calor úmido, a 01 atm de pressão e a 127º C, por um tempo total de esterilização de 20 minutos (BRASIL, 2000).

Durante a instrumentação dos canais simulados, os instrumentos foram limpos com gazes esterilizadas, embebidas em detergente enzimático (Tergentol). A gaze foi comprimida contra a lima com movimento anti-horário do cabo para a ponta

por duas vezes (TROIAN, et.al., 2006). Este procedimento tem a finalidade de remover mecanicamente os resíduos presentes na superfície das limas. Após esta limpeza, os instrumentos foram introduzidos em um *clean-stand*, que consiste de um recipiente de aço inoxidável que contém em seu interior um bloco de espuma de densidade 38, medindo 3,5 cm X 6,0 cm X 3,0 cm, embebido com Tergentol.

Depois dos procedimentos de limpeza e esterilização, os instrumentos foram adaptados no dispositivo de fixação mostrado na FIG. 12, o que possibilitou a observação de seis limas, no MEV de forma padronizada (QUEIROZ, 2001). A parte plana do cabo dos instrumentos esteve sempre voltada para o observador.

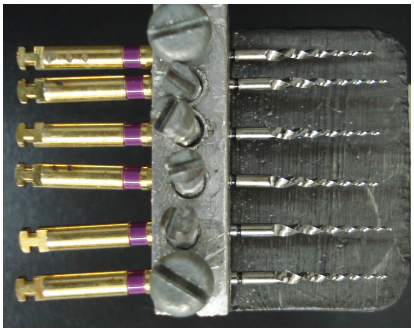


Figura 12 - Imagem do dispositivo para fixação dos instrumentos.

Para a avaliação das alterações morfológicas que ocorreram na superfície dos instrumentos utilizou-se um MEV da marca Philips, modelo XL 20, do Laboratório de Microscopia Eletrônica da Universidade Luterana do Brasil - Campus de Canoas – RS. Durante a avaliação foram utilizadas as magnificações de 100 X e 250 X. Foram analisadas duas regiões: a ponta da lima e uma região do gume, distante a 4-6 mm da ponta.

Os 40 instrumentos S1 foram avaliados no MEV antes do uso, após o primeiro uso e após o quinto uso. Antes de cada observação, os instrumentos foram limpos e esterilizados na forma descrita acima.

A seqüência de instrumentação para a execução da técnica coroa ápice seguiu as propostas por Machtou & Webber (2001).

Mantendo o canal inundado com a substância irrigadora, realizou-se a sua exploração com um instrumento manual do tipo K de calibre # 10 até o seu comprimento total. Para a determinação do comprimento real de trabalho diminui-se um milímetro deste.

Foram realizados os seguintes passos:

- o instrumento Protaper S1 foi utilizado no terço cervical, com a cinemática de movimentos de pequena amplitude ao longo do eixo do canal simulado e tração contra as paredes, até encontrar resistência;
- o instrumento manual do tipo Kerr de calibre # 10 foi introduzido até o comprimento de trabalho;
- o instrumento Protaper SX, foi utilizado com a mesma cinemática do instrumento S1;
- o instrumento manual do tipo Kerr de calibre # 10 foi introduzido até o comprimento de trabalho;
- o instrumento Protaper S1 foi empregado até que este atingisse o comprimento de trabalho.

Durante a instrumentação o bloco contendo o canal simulado, envolto por uma gaze foi fixado em uma morsa (ambika). A curvatura do canal simulado foi posicionada de modo padronizado, sempre voltada à direita do operador (TROIAN *et al*. 2006). O motor utilizado para a instrumentação dos blocos de resina foi o Endo Pro Torque da VK Driller, adaptado a um contra ângulo marca Dabi-Atlante. A velocidade empregada neste experimento foi de 300 rpm e o torque de 2 N/cm.

Durante a instrumentação o canal simulado sempre esteve repleto com a substância irrigadora. Utilizou-se o Tergentol acondicionado em seringa de vidro tipo *lüer lock* de 5 ml, controlando o volume de irrigação em 2 ml de solução a cada troca de instrumento. A técnica de irrigação foi realizada com o auxílio do dispositivo Endo-Rigui, ajustando uma agulha de anestésico calibre 27G e controlando o comprimento máximo da penetração a 3 mm do comprimento real de trabalho com o auxílio de um cursor. O movimento da irrigação foi de pequena amplitude, paralelo ao eixo do canal simulado, associado à aspiração com cânula suctora e nova inundação do canal simulado (TROIAN *et al*. 2006).

3.4.2 Caracterização de alterações morfológicas e eficiência de corte

As micrografias obtidas antes e após os usos foram analisadas de acordo com os critérios propostos na literatura (TROIAN *et al*. 2006), utilizando os seguintes escores para avaliação das zonas examinadas:

Relativos à distorção das espiras:

1. Ausência de estiramento, encurtamento ou reversão das espiras.
2. Estiramento, encurtamento ou reversão, envolvendo apenas uma espira.
3. Estiramento, encurtamento ou reversão, envolvendo mais de uma espira.

Relativos à perda de substância da superfície:

1. Nenhuma perda de substância.
2. Perda de substância em uma espira.
3. Perda de substância em duas espiras.
4. Perda de substância em mais de duas espiras.

Relativos à fratura:

1. Ausência de fratura.
2. Presença de fratura.

Para a determinação da remoção de massa, os blocos de resina foram pesados em uma balança analítica OHAUS modelo Adventurer (décimo de mg) antes da instrumentação. Após a instrumentação com os instrumentos S1 e SX os blocos foram irrigados com 2 ml de Tergentol, secos com cones de papel absorvente # 15 (Dentsply Maillefer), levados por 2 h a um forno de Pasteur (Dabi-Atlante), a 50℃, para completar o processo de secagem (COSTA, 2006). Após a secagem os blocos foram pesados novamente para a determinação da perda de massa.

3.4.3 Ensaio de fadiga cíclica

Nesta seção são apresentados os procedimentos relacionados aos ensaios de fadiga e a caracterização morfológica da face de fratura.

Os instrumentos do Grupo 1 (nitretados a plasma) não participaram dos ensaios de fadiga, pois apresentaram fratura em 70% dos instrumentos durante a instrumentação clínica. Incluiu-se um novo grupo de instrumentos (Grupo 0), que não foram submetidos a instrumentações prévias, para avaliar a cinética da ocorrência de trincas.

Para a realização dos ensaios de fadiga os instrumentos foram introduzidos no canal dos blocos de resina utilizados durante o seu primeiro uso.

Dois instrumentos de cada grupo foram observados em MEV, com aumentos de 300 X e 1000 X, na região de provável fratura antes e durante a realização do ensaio de fadiga

Para determinar o local da provável fratura (LPF) e o intervalo de tempo dos ciclos de instrumentação, foram realizados testes anteriores ao ensaio. Foram estabelecidos ciclos de instrumentação de 15 segundos com o instrumento inserido em todo comprimento de trabalho, o LPF foi determinado a aproximadamente 4 mm da ponta do instrumento.

Após a fixação dos blocos de resina como descrito no item 3.4.1, o instrumento a ser testado foi adaptado ao contra-ângulo e seu comprimento ajustado em 16 mm. O motor elétrico foi calibrado para trabalhar em rotação contínua na velocidade de 300 rpm e torque de 2 N cm e foi acionado apenas quando o instrumento já se encontrava inserido no canal simulado em todo o comprimento de trabalho. Depois de cada ciclo, o instrumento era removido do canal simulado para verificação da ocorrência de fratura. Durante o ensaio de fadiga o canal simulado sempre esteve repleto com Tergentol.

Para observar a densidade das trincas e constatar uma eventual deformação plástica e extensional do gume, foram obtidas imagens em MEV do gume no local de provável fratura após os ciclos de instrumentação 1, 2, 4, 9 e 12. Foram adquiridas imagens de dois instrumentos de cada grupo.

Os ciclos de instrumentação foram realizados até que a fratura dos instrumentos fosse detectada, anotando-se o número do ciclo, a lima e o grupo do instrumento.

Dois instrumentos de cada grupo fraturados nos ensaios de fadiga tiveram sua superfície de fratura caracterizada através da observação em MEV. O equipamento utilizado foi um MEV marca Jeol modelo JSM 5800LV e a superfície de fratura foi observada com aumentos entre 300 X e 2000 X.

Através das características morfológicas da face de fratura, foram analisados os tamanhos da trinca inicial e os seus planos de fratura. A área da trinca foi aferida com o auxílio do programa gráfico AutoCAD Architectural, versão 2005 (Autodesk). O valor obtido foi transformado em percentagem, em relação à área total da face de fratura.

A FIG. abaixo demonstra como as imagens foram trabalhadas para a obtenção da relação entre a área da trinca inicial (A) e a área total (A+B).

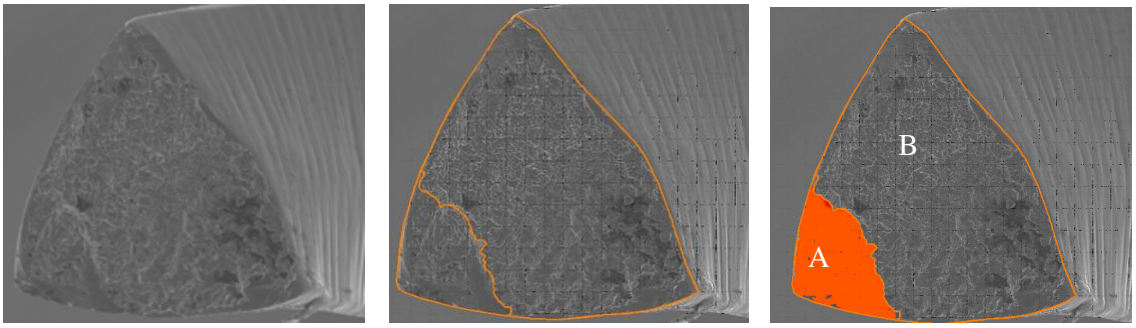


Figura 13 - Relação entre a área de trinca inicial (lenta) (A) e área de fratura catastrófica (rápida) (B).

Após a fratura dos instrumentos, o local da fratura foi determinado através da medida do cabo até a extremidade remanescente. Foi utilizada uma régua milimetrada (Dentsply Maillefer), os valores encontrados podem ser observados no Capítulo 4 (FIG. 22).

3.5 Justificativas para a escolha das metodologias empregadas

Nesta seção está justificada a opção pelo modelo de instrumento utilizado neste trabalho, pela utilização dos blocos de resina e pelos procedimentos de análise.

O sistema Protaper foi escolhido por ser um instrumento recente no mercado, ser amplamente utilizado e nesta linha de pesquisa apresentar poucas investigações com relação aos objetivos propostos no presente estudo.

O teste de desempenho de instrumentos endodônticos em canais simulados contidos em blocos de resina é um procedimento metodológico consagrado na literatura (DUMER *et al*. 1989; FIGUEIREDO, 1990). Esta opção permite controlar parâmetros como a forma, tamanho, conicidade, dureza e a curvaturas dos canais. O teste clínico em canais simulados facilita a interpretação dos resultados, por controlar variáveis importantes, tendo em vista a uniformidade dos blocos fabricados por Dentsply-Maillefer, utilizados nos diferentes grupos de teste. Dentes extraídos não apresentam essa uniformidade de dureza e de conformação dos canais, além de que a obtenção de um grande número de dentes envolve fatores éticos.

A utilização da técnica coroa-ápice (*crown-down*) na realização dos preparos dos canais nos blocos de resina está embasada nos trabalhos de Blum *et al.* (1999), Roland *et al*. (2002), Machtou & Webber (2001) e Pécora *et al.* (2002). Nessa técnica os instrumentos rotatórios atuam com a ponta livre, reduzindo o estresse e o travamento do instrumento no interior do canal, diminuindo a ocorrência de fraturas por torção.

O critério para finalização do ciclo de instrumentação foi alcançar o comprimento de trabalho e concluir o alargamento, baseado nas conclusões de Mandel *et al*. (1999), Baumann & Roth (1999) e Pessoa (2003). Este modelo utilizado se assemelha ao uso clínico dos instrumentos e é diferente do modelo preconizado por Zulo & Walton (1997) e Costa (2006), que testaram os instrumentos por períodos de tempo pré-determinados.

A eficiência de remoção de massa foi determinada através da diferença de peso dos blocos de resina antes e após a instrumentação.

Neste trabalho não se utilizou ultra-som como recurso auxiliar na limpeza dos instrumentos, como descrito nos trabalhos de Troian (2005), para evitar desprendimento na camada superficial, tendo em vista que Guerra Neto (2001) observou perda da camada superficial na limpeza ultrassônica durante a realização do seu experimento. Com o objetivo de padronizar todos os grupos deste estudo a limpeza dos instrumentos foi realizada através da escovação com Tergentol por três minutos. Mesmo antes dos testes para a primeira análise no MEV optou-se pela limpeza preliminar dos instrumentos através de escovação, uma vez que os instrumentos ao serem removidos da caixa já apresentavam resíduos em sua superfície, prejudicando a interpretação das imagens obtidas por MEV (FILIPPINI, 2003).

Após cada ciclo de instrumentação os instrumentos foram limpos com uma gaze embebida em Tergentol, com o objetivo de remover os fragmentos de resina a eles aderidos, como realizado no trabalho de Troian (2005), pois os estudos de Alapati *et al*. (2003) mostram que a deposição de resíduos nos sulcos dos instrumentos podem levar à propagação de defeitos, quando novamente utilizados.

Para aproximar a utilização dos instrumentos da realidade clínica, onde está estabelecida a necessidade de manutenção da cadeia asséptica no sentido de se evitar a infecção cruzada, a esterilização em autoclave foi realizada tanto nos instrumentos novos como após cada um dos usos.

A avaliação da deformação dos instrumentos foi feita por MEV devido à grande profundidade de foco desta técnica, que permite analisar todo contorno da lima simultaneamente. É necessária a observação anterior ao uso, para que sejam criados parâmetros de comparação da morfologia dos instrumentos antes e após os repetidos ciclos de instrumentação (CARVALHO, 2000; ZULO & WALTON, 1997). Costa *et al.* (2003) e Alapati *et al*. (2003) observaram que instrumentos novos já apresentavam irregularidades na sua superfície em decorrência dos processos de fabricação.

Optou-se pela lima S1 para o presente trabalho, por se tratar do primeiro instrumento do conjunto a percorrer toda a extensão do canal simulado, estando sujeito a forças flexionais e torcionais. O instrumento S1 é um dos que sofre maior stress e remove bastante material durante o preparo químico-mecânico.

Foram realizadas cinco seqüências de instrumentação, isto é, cada instrumento realizou o preparo de cinco novos blocos de resina. Essa quantidade de

preparos foi baseada em relatos da literatura (TROIAN *et al*. 2006), que indicaram que este número era suficiente para produzir alterações mensuráveis nos instrumentos endodônticos.

Para garantir a reprodutibilidade dos resultados de alteração morfológica, utilizou-se uma padronização do posicionamento dos instrumentos no MEV (CARVALHO, 2000). As imagens de MEV foram adquiridas antes do uso, após o primeiro e quinto ciclos de instrumentação e de esterilização. A tomada de imagens após o primeiro uso garante pouca alteração (TYGESEM *et al*. 2001) e permite avaliar a progressiva alteração com maior número de usos. Após o quinto uso foi feita à avaliação final do uso clínico. Foram registradas quatro imagens, sendo duas da ponta e duas da região localizada a 4-6 mm dela, com aumentos de 100 X e 250 X, seguindo a metodologia de Troian *et al*. (2006), que indicaram essas áreas como estando sujeitas ao maior estresse torcional e flexional durante a rotação dos instrumentos no interior do canal curvo.

A velocidade angular e o torque utilizados neste experimento foram de 300 rpm e 2 N cm, valores recomendados pelo fabricante e utilizados por Pessoa (2003) e Troian *et al*. (2006).

Todas as instrumentações foram realizadas pelo autor, especialista em endodontia, com experiência em sistemas rotatórios com instrumentos de NiTi. Com isso eliminaram-se os parâmetros de variabilidade relacionados com o operador, mencionados em vários trabalhos, que relatam a importância do treinamento dos operadores na redução das deformações e fraturas dos instrumentos endodônticos (BAUMAN & ROTH, 1999; YARED *et al*. 2001; YARED *et al.* 2002; PESSOA, 2003).

Durante os preparos, os blocos de resina contendo os canais simulados foram fixados em uma morsa para evitar a movimentação do bloco e facilitar o trabalho do operador. Conforme Troian *et al.* (2006), o bloco de resina foi envolto em gaze para evitar que o operador visualizasse diretamente o leito do canal simulado.

O irrigante utilizado (Tergentol) foi escolhido por apresentar características de baixa tensão superficial, elevada capacidade de molhamento e boa lubrificação, facilitando a instrumentação e a remoção de raspas de resina. O método de irrigação utilizado durante a instrumentação seguiu as descrições de Troian *et al*. (2006).

A importância do ensaio por fadiga foi enfatizada por Courtney (1990), considerando que a fadiga cíclica é um fator determinante na vida útil de instrumentos rotatórios. De acordo com Dieter (1986), o instrumento ao executar

uma rotação completa no interior de um canal com curvatura, sofre um ciclo completo de tensões de tração e compressão. Neste ensaio os instrumentos permaneceram girando no interior de canais simulados, no comprimento de trabalho, por períodos de 15 segundos (denominados ciclos). Foram utilizados blocos de resina com canais simulados, submetidos anteriormente a um único uso clínico. Metodologia semelhante foi utilizada por Pruett *et al*. (1997), Craveiro de Melo *et al*. (2002) e Plotino *et al*. (2007), onde a resistência à fadiga cíclica foi avaliada utilizando instrumentos endodônticos de NiTi girando livremente em blocos de resina com canais simulados curvos no seu interior.

No ensaio de fadiga também foram empregados a velocidade de 300 rpm e torque de 2 N cm e o Tergentol como solução irrigadora.

A região de provável fratura foi determinada através de ensaios prévios, que mostrou que a fratura ocorreu sempre nos pontos de flexão máxima dos instrumentos, aproximadamente a uma distância de 4 mm da ponta. Esta região foi observada em magnificação de 300 X e 1000 X, antes e após os ciclos 1, 2, 4, 9 e 12, para verificar a presença de possíveis concentradores de tensão como trincas, perda de metal e marcas de usinagem que poderiam influenciar na resistência à fadiga.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS

4.1 Alterações morfológicas

Para a avaliação das alterações morfológicas dos instrumentos rotatórios S1 foram adquiridas imagens no MEV antes do uso, após o primeiro uso e após o quinto uso. As imagens foram analisadas em relação à distorção das espiras, a perda de substância e fratura.

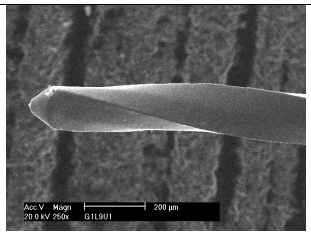
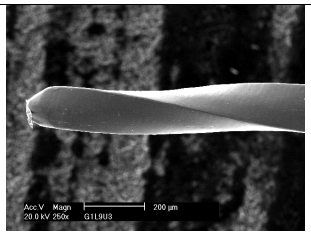
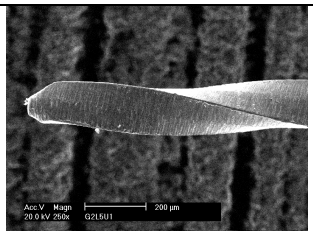
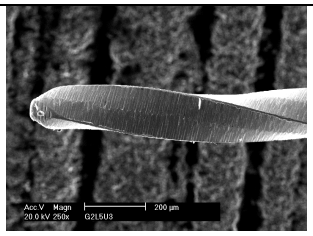
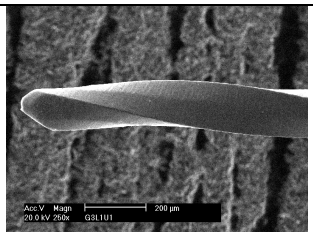
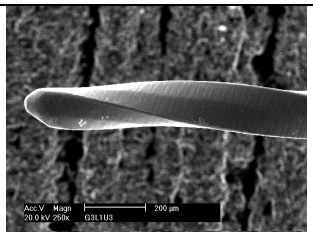
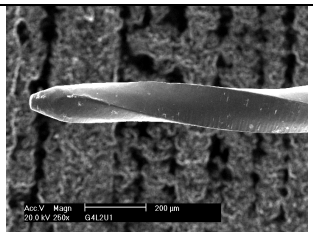
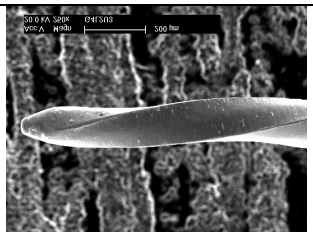
	SEM USO	**5 USOS**
Grupo 1 (a)		
Grupo 2 (b)		
Grupo 3 (c)		
Grupo 4 (d)		

Figura 14- Imagem representativa da ponta dos instrumentos, antes e após 5 usos. Aumento de 250 X (largura da imagem de 960 μm).

Foram analisadas duas regiões: a ponta da lima e uma região do gume, distante 4-6 mm da ponta. As FIG. 14 (a), (b), (c) e (d) apresenta imagens das pontas dos instrumentos, representativas de cada grupo antes do uso e após cincos usos. Não ocorreram alterações morfológicas relacionadas à perda de substância e à distorção das espiras na região próxima à ponta dos instrumentos, em todos os grupos após os ensaios clínicos de instrumentação.

Na FIG. 15 (a), (b), (c) e (d) podem ser observadas imagens representativas de cada grupo, de uma região distante 4-6 mm da ponta dos instrumentos S1, antes do uso e após cincos usos.

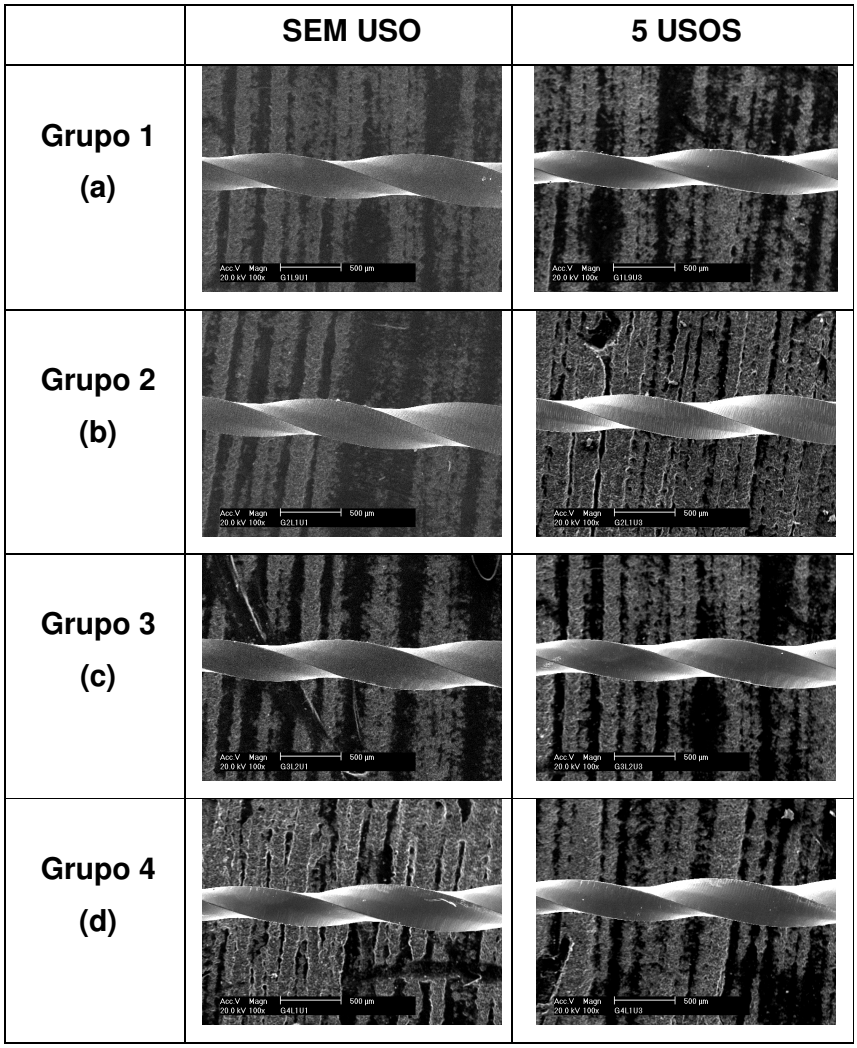


Figura 15 - Imagem representativa do gume dos instrumentos, distante 4-6 mm da ponta. Antes e após 5 usos. Aumento de 100 X (largura da imagem de 2400 μm).

Não foram observadas alterações morfológicas de perda de substância e distorção das espiras, na região do gume distante 4-6 mm da ponta dos instrumentos, em todos os grupos.

Durante a instrumentação dos blocos de resina com os instrumentos dos Grupos 2, 3 e 4 não foi constatada a ocorrência de fraturas. Já o Grupo 1 apresentou fratura em 70 % dos instrumentos. Na FIG. 16 está mostrada uma imagem de MEV exemplificando uma fratura do Grupo 1.

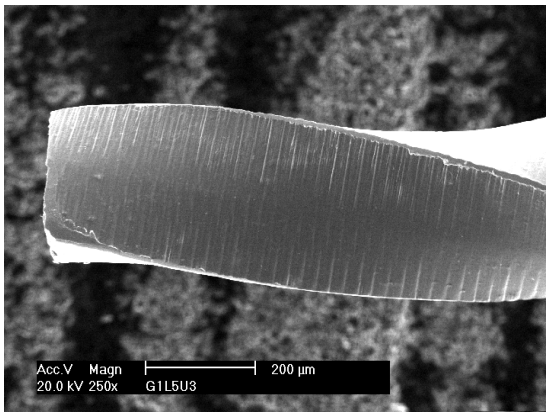


Figura 16 - Imagem representativa da fratura de um instrumento do Grupo 1, Após 5 usos. Aumento de 250 X (largura da imagem de 960 μm).

4.2 Quantidade de massa removida

A quantidade de material removido foi determinada pela diferença de massa que cada bloco de resina apresentou após a instrumentação clínica. Os valores encontrados estão apresentados no gráfico de barras da FIG. 17.

Pode-se verificar as seguintes tendências:

1. No o primeiro uso, os instrumentos do Grupo 1 mostraram uma quantidade significativamente maior de material removido que os Grupos 2, 3 e 4, que apresentaram resultados semelhantes;
2. No segundo uso os Grupos 2, 3 e 4 removeram quantidade maior de massa que o Grupo 1;

3. Após o terceiro uso os Grupos 1 e 2 removeram maior quantidade de massa. Os resultados dos Grupos 3 e 4 apresentaram resultados negativos, possivelmente por presença de água no bloco, apesar dos cuidados na preparação;
4. Após o terceiro uso todos os grupos apresentam resultados semelhantes; vale ressaltar que no Grupo 1 apenas 3 instrumentos chegaram ao quinto uso;
5. Os resultados desta etapa indicam tendência de predomínio dos Grupos 3 e 4 sobre o Grupo 1. Deve-se chamar a atenção para o fato de restarem apenas três instrumentos do Grupo 1.

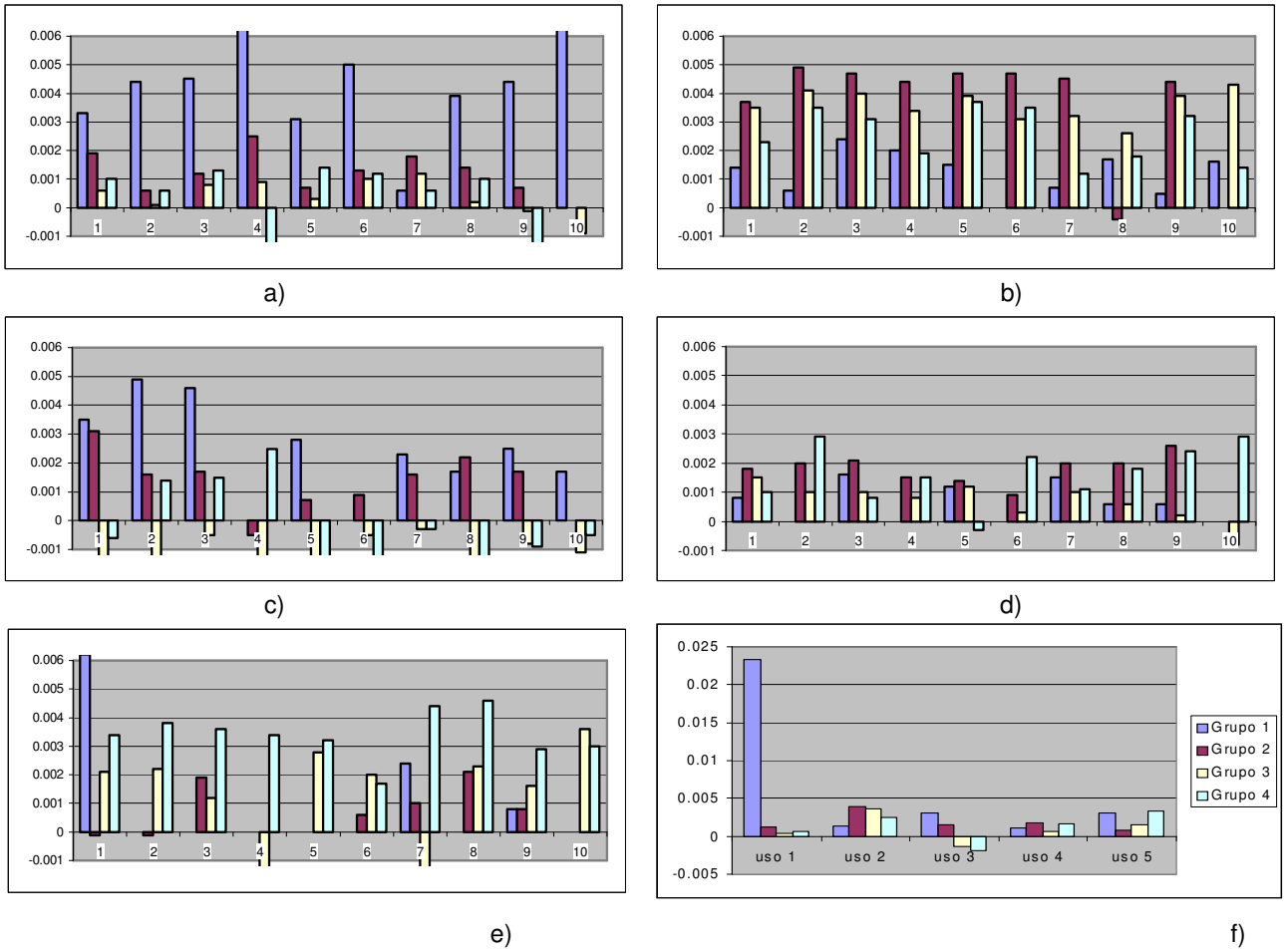


Figura 17 - Quantidade de massa (em g) removida dos blocos de resina após a) 1, b) 2, c) 3, d) 4 e e) 5 usos. f) mostra os valores médios e a legenda de cores para todos os gráficos

4.3 Ensaios de fadiga

Dois instrumentos de cada grupo foram observados em MEV na região de provável fratura antes e durante a realização do ensaio de fadiga. Foram adquiridas imagens durante 12 ciclos de instrumentação.

Imagens representativas do gume na região de provável fratura podem ser observadas na FIG. 18.

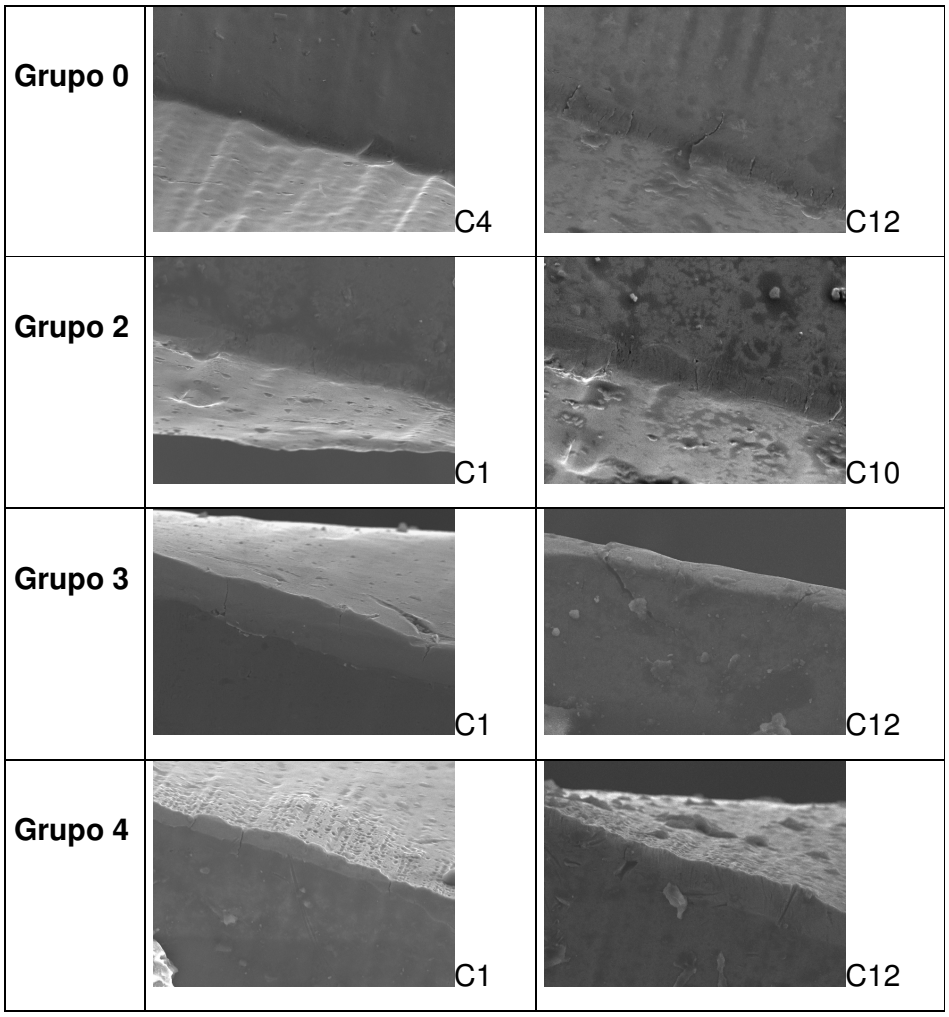


Figura 18 - Imagens representativas da densidade de trincas dos gumes de instrumentos dos diferentes grupos. O número de ciclos efetuados anteriores à imagem está indicado como parâmetro ao lado de cada micrografia. Aumento de 1500 X (largura da imagem de 88.0μm).

A análise das micrografias permite observar a ocorrência de trincas desde os ciclos iniciais da instrumentação. Nos instrumentos do grupo 0, as trincas são observadas após pelo menos 4 ciclos (FIG. 18), enquanto nos demais a instrumentação no ensaio clínico provocou o aparecimento de trincas já no primeiro ciclo (C1).

Os resultados indicam que em todos os grupos ocorre o aumento da densidade de trincas com o aumento do número de ciclos de fadiga. Observa-se também uma grande dispersão na densidade e posição das trincas na região amostrada.

A região do gume próxima à fratura foi observada no MEV, com o objetivo de procurar alterações significativas. Imagens representativas do gume podem ser observadas na FIG. 19.

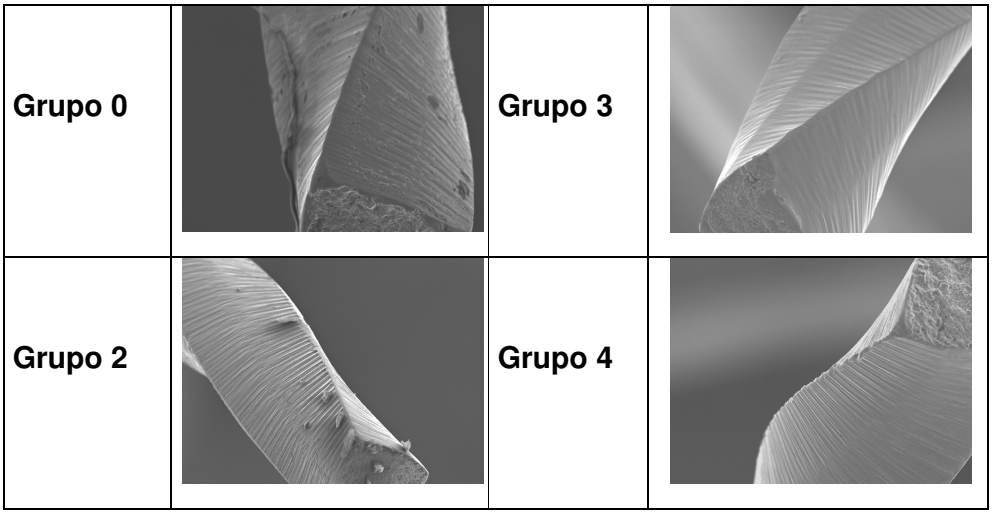


Figura 19 - Imagens representativas do gume próximo à região de fratura. Magnificação de 230 X (largura da imagem 528.0μm).

Analisando-se as imagens do gume próximo a fratura não observa-se alterações morfológicas significativas nos grupos avaliados.

4.4 Ensaios de fratura

Seguindo os procedimentos descritos no Capítulo 3, foram realizados ciclos seqüenciais de instrumentação até a fratura nos diferentes grupos estudados. O número de ciclos de instrumentação de cada lima necessários para ocorrência da fratura estão mostrados no gráfico da FIG. 20.

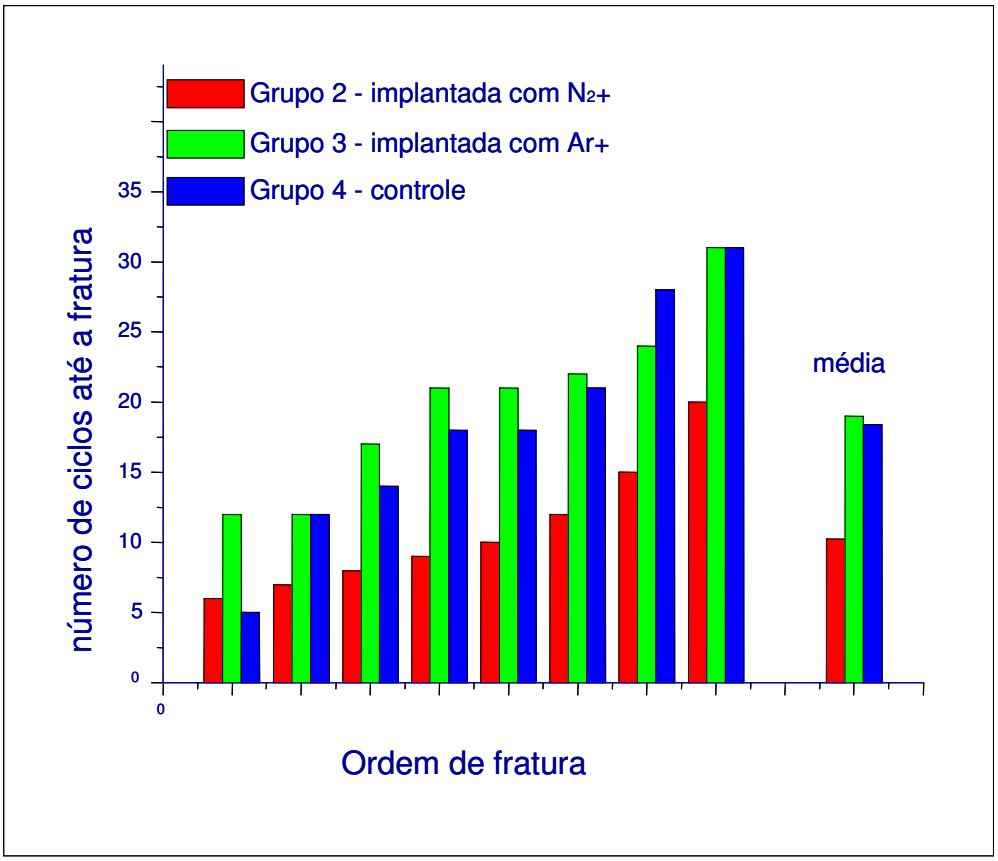


Figura 20 - Número de ciclos de instrumentação necessários para ocorrência de fratura.

O gráfico permite concluir que sistematicamente os instrumentos implantados com Ar (Grupo 3) mostraram melhor resistência à fadiga, na média um pouco melhores que os instrumentos de controle. Os instrumentos Grupo 2 tiveram

desempenho mais baixo.

Após o ensaio de fratura cíclica, a face de fratura de dois instrumentos de cada grupo foi avaliada com aumentos de 330 X até 2000 X. Micrografias representativas podem ser observadas na FIG. 21. Os instrumentos do Grupo 1 não participaram do ensaio de fadiga, mas tiveram sua face de fratura avaliada.

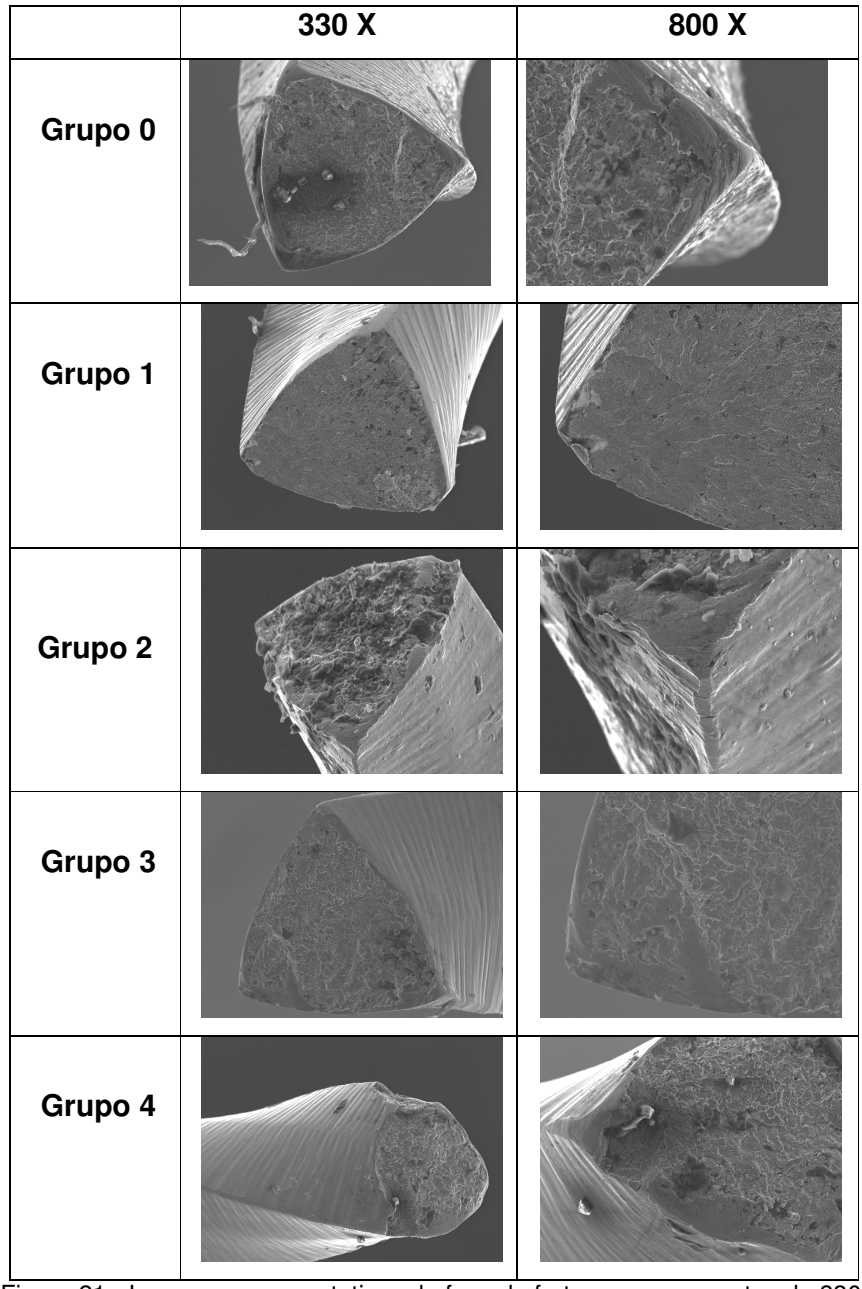


Figura 21 - Imagens representativas da face de fratura com aumentos de 330 X (largura da imagem 440μm) e 800 X (largura 165μm).

Analisando-se as imagens das faces de fratura, observou-se que nos instrumentos dos Grupos 0, 1 e 3 a trinca inicial e o plano de fratura (fratura rápida) apresentam-se no mesmo plano. Nos grupos 2 e 4 a trinca inicial parece estar em outro plano que a fratura rápida. Os instrumentos do Grupo 0 e 4 apresentam a trinca inicial (lenta), menor em relação aos Grupos 1, 2 e 3.

Foi calculada a área relativa da trinca inicial em relação à área total da face de fratura. Os valores da área de trinca lenta foram obtidos com o auxílio do programa gráfico AutoCAD Architectural, versão 2005, (Autodesk) e transformados em percentagem (Tabela 3).

Tabela 3 - Percentual de área da trinca inicial em relação à área total da face de fratura.

	Grupo 0	**Grupo 1**	**Grupo 2**	**Grupo 3**	**Grupo 4**
Fração da área de trinca inicial	4,10%	10,93%	8,38%	14,74%	5,87%

Os resultados mostram que os instrumentos que foram submetidos aos tratamentos de modificação de superfície (Grupos 1, 2 e 3) apresentaram percentuais de área de fratura inicial (trinca lenta), superiores aos instrumentos controle (Grupos 0 e 4).

Os valores médios da posição da fratura para os Grupos 2, 3 e 4 são 21.4(±0.76), 20.7(±0.44) e 20.5(±0.46) mm, respectivamente. Na FIG. 22 esses dados estão mostrados em forma diagramática.

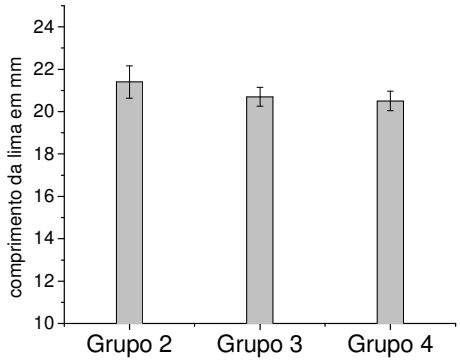


Figura 22 - Localização do ponto de fratura nos instrumentos dos Grupos 2, 3 e 4.

CAPÍTULO 5

DISCUSSÃO

Nesta seção são discutidos os resultados dos ensaios clínicos e testes de fadiga observados nos instrumentos de NiTi submetidas a tratamentos de modificação de superfície.

Considerando o elevado custo de um implantador de íons e a dificuldade de utilizá-lo de forma continuada para a modificação de grande número de amostras, foram realizados testes preliminares em uma câmera convencional de nitretação a plasma. É importante relatar a seqüência das tentativas de modificação da superfície dos instrumentos por métodos mais baratos que a implantação, embora não tenham tido sucesso. A primeira tentativa foi a nitretação a plasma em uma câmera alimentada por uma fonte de corrente contínua onde a amostra foi bombardeada por íons de nitrogênio de baixa energia. Embora tenha-se obtido uma camada nitretada sobre os instrumentos, as temperaturas alcançadas foram tão altas, que a flexibilidade dos instrumentos foi totalmente perdida. Foram efetuadas várias modificações na câmara com o objetivo de reduzir a temperatura de nitretação, mas não foi possível preservar a flexibilidade nesse processo.

Na seqüência foram realizados testes no Laboratório de Engenharia de Superfícies (LETT) da Universidade de Caxias do Sul, utilizando uma nitretadora a plasma alimentada por uma fonte pulsada. Neste caso, o fenômeno de bombardeamento da amostra é intermitente, em pulsos de poucos milisegundos, com conseqüente redução da temperatura do processo. Neste equipamento a temperatura no porta amostra foi de aproximadamente 70ºC, porém os instrumentos, muito delgados e envolvidos em plasma, atingiam temperaturas significativamente mais altas. Testes preliminares indicaram que não havia uma perda perceptível na flexibilidade das amostras. Os resultados obtidos nos ensaios clínicos, porém, mostraram uma redução inaceitável da flexibilidade.

A implantação com íons de nitrogênio e argônio pretendeu comparar o efeito do gás inerte argônio com o efeito do nitrogênio, que forma nitretos com o titânio. O experimento foi projetado para identificar se o mecanismo de aumento de dureza era por introdução de defeitos ou por formação de nitretos nas regiões próximas da superfície da lima.

Os parâmetros utilizados nos processos de implantação de íons nitrogênio, realizados neste trabalho, mostraram-se eficientes na introdução de nitrogênio nas regiões próximas da superfície, como mostram os resultados de NRA.

Não foram observadas modificações na morfologia dos instrumentos relacionadas com a distorção de espiras e com a perda de metal após os cinco usos do ensaio clínico. Ao contrário de estudos Ankrum *et al.* (2004) onde os autores observaram deformações nos instrumentos ProFile, após apenas um uso. A justificativa para esta diferença pode estar relacionada com a evolução dos instrumentos endodônticos, pois estudos semelhantes que utilizaram sistemas de instrumentação rotatória como Race e K3 apresentaram diferenças significativas entre elas (TROIAN *et al.* 2006). Os resultados do presente estudo indicam que é necessária uma maior solicitação dos instrumentos (maior número de simulações clinicas) para provocar alterações morfológicas.

Durante os ensaios clínicos, observou-se que a maioria dos instrumentos nitretados a plasma (70% do Grupo 1) sofreram fratura, mas não se observou fratura nos grupos restantes. Esta ocorrência foi interpretada como conseqüência do aumento excessivo da temperatura durante a nitretação a plasma, que provocou alterações na estrutura cristalina e nas suas propriedades elásticas.

Observou-se maior eficiência de corte nos instrumentos do Grupo 1 no primeiro uso, enquanto que nos demais grupos foram observadas pequenas diferenças. Isto indica que apesar dos efeitos indesejáveis, a nitretação a plasma foi efetiva em aumentar a dureza no gume de corte. Após o segundo uso, a predominância do Grupo 1 desapareceu, e o melhor desempenho ficou com o Grupo 2. Justifica-se esta observação pela maior profundidade da região alterada pela implantação, que só fica exposta após o primeiro uso, quando então os instrumentos passam a apresentar maior eficiência de corte. Após o terceiro uso o comportamento apresentado dos Grupos 1 e 2 indica alguma semelhança. Após o quarto uso, verifica-se a tendência de diminuição de eficiência de corte em todas as amostras tratadas. Esta tendência se acentua após o quinto uso, com exceção das amostras

implantadas com Argônio que ainda apresentam eficiência compatível com as amostras de controle.

A formação de trincas no ensaio de fadiga foi proporcional ao aumento do número de ciclos de fadiga em todos os grupos. Observou-se uma tendência para densidade alta de trincas mais precoce nos instrumentos do Grupo 2.

Neste trabalho os tratamentos de modificação na superfície dos instrumentos não resultaram em redução significativa da densidade de trincas, diferente do observado por Rapisarda *et al.* (2001), que analisaram perda de metal na ponta e microfraturas nas lâminas de corte e não constataram aumentos expressivos da densidade de trincas após 240 segundos. Cabe salientar que estes autores utilizaram a implantação de íons nitrogênio com uma dose de 2 X 10^{17} íons/cm², com energia de 250 keV, utilizando uma corrente de 10 μA/cm^2 por 6 horas. No presente trabalho a câmera de implantação utilizada no Laboratório de Implantação de Íons do IF-UFRGS não permitiu que a corrente de irradiação de íons ultrapassasse valores de 1 μA/cm^2.

Resultados obtidos por Gavini (2006) mostraram que a implantação de íons nitrogênio resultou em aumento significativo do número de rotações necessárias para a ocorrência de fratura por fadiga em instrumentos rotatórios K3. No presente trabalho observou-se que nos ensaios de fratura cíclica os instrumentos submetidos à implantação de íons de nitrogênio (Grupo 2) fraturaram em ciclos de instrumentação mais precoces que os dos Grupos 3 e 4. Neste caso a implantação não foi eficiente para prolongar a durabilidade dos instrumentos. Os instrumentos dos Grupos 3 e 4 exigiram maior número de ciclos para a ocorrência de fraturas, apresentando resultados semelhantes entre si. A implantação de íons argônio não alterou significativamente a resistência à fratura cíclica.

A relação entre os valores da área da trinca inicial e a área total de fratura é demonstrada na Tabela 3. Observou-se que o percentual de área de trinca lenta nas amostras alteradas (Grupos 1, 2 e 3) é praticamente o dobro do percentual dos instrumentos de controle (Grupos 0 e 4). Segundo Craveiro de Melo *et al.* (2002) as áreas relativas das regiões de fratura lenta e fratura rápida final permitem estimar a magnitude da tensão cíclica máxima do material. Para um valor fixo de tensão cíclica máxima, a área correspondente à região de propagação lenta das trincas é maior em materiais mais resistentes (COURTNEY, 1990).

Não foi encontrada uma correlação clara entre as áreas relativas de trinca inicial com os resultados do ensaio de fratura, tendo em vista que os Grupos 3 e 4 apresentaram resultados semelhantes nesse ensaio. Foi observada uma correlação tênue entre a posição da fratura (igual nos Grupos 3 e 4) e a resistência à fadiga cíclica. Porém todos os instrumentos submetidos aos ciclos de fadiga fraturam aproximadamente no meio da curvatura, como também foi observado por Pruett *et* al. (1997) e Plotino *et* al. (2007). Como a fratura é um processo dinâmico, a posterior análise das imagens não é totalmente conclusiva.

A observação das faces de fratura permite reconhecer o aparecimento de microcavidades (*dimples*) características de fratura dúctil nos Grupos 0, 2, 3 e 4. Essas microcavidades estão ausentes no Grupo 1, que apresenta uma face de fratura em planos cristalinos, mais lisa e com poucas asperidades, característica de fratura frágil (LOPEZ & SIQUEIRA JR. 2004). Esse dado vem a ser um indicador adicional de que toda a microestrutura dos instrumentos do Grupo 1 foi alterada pela temperatura alcançada durante o processo de nitretação a plasma.

CONCLUSÕES

Os resultados do presente trabalho permitem concluir que instrumentos S1 da marca Protaper, mesmo sem tratamento superficial algum, apresentam durabilidade superior aos instrumentos descritos na literatura anteriormente, não mostrando alteração morfológica significativa após 5 ciclos de ensaio clínico em canais simulados.

Entre as amostras tratadas, as nitretadas a plasma apresentaram significativo aumento na quantidade de massa removida durante o primeiro uso, mas sofreram alta incidência de fraturas. Propõe-se que o efeito da nitretação é o de endurecer a superfície, aumentando a eficiência de corte do instrumento, mas diminuindo sua resistência a fratura.

Tanto a implantação de íons de nitrogênio, como a de argônio, provocaram alterações que afetaram a eficiência de corte. Observou-se que ocorreu um aumento na quantidade de remoção de massa no segundo uso nos instrumentos implantados com nitrogênio. Propões-se neste caso que o endurecimento devido a nitretação tenha ocorrido em uma camada mais profunda, de modo que só no segundo uso o efeito se tornou evidente. Nas amostras implantadas com argônio o aumento observado foi menor. Em ensaios de solicitação cíclica avaliou-se o número de ciclos de instrumentação necessários para a fratura e verificou-se um efeito oposto. Os instrumentos implantados com nitrogênio fraturaram antes dos implantados com argônio, que apresentaram comportamento semelhante às amostras de controle.

Nas amostras modificadas verifica-se a tendência de aumento na eficiência de corte, de redução da propriedade flexional e de alteração do padrão de trincas nas faces de fratura.

REFERÊNCIAS

ALAPATI, S.B.; BRANTLEY, W.A.; SVEC, T.A.; POWERS, J.M.; MITCHELL, J.C. Scanning Electron Microscope observations of new and used nickel-titanium rotary files. *J Endod*, v.29, n.10, p.667-669, Oct. 2003.

ALVES JUNIOR, C. **Tratamento e revestimento superficial** (apostila). 1999.

ANDRADE, M.H. **Características estruturais e termomecânicas de uma liga de TiNi aproximadamente equiatômica na faixa de temperatura 20-100 C**. Belo Horizonte: UFMG, 1978. Dissertação (Mestrado em Metalurgia), Universidade Federal de Minas Gerais, 1978.

ANDREASEN, G.F.; HILLEMAN, T.B. An evaluation of 55-cobalt substituted Nitinol wire for use in orthodontics. *J Am Dent Assoc*, v.82, n.6, p.1373-5, 1971.

ANKRUM, M.T.; HARTWELL, G.R.; TRUITT, J. K3 Endo, Pro Taper, and Profile systems: Breakage and distortion in severely curved roots of molars. *J Endod,* v.30 n.4, p.234-237, Apr. 2004.

BALLES, A.C. **Nitretação a plasma como meio alternativo ou complementar à oxidação negra na proteção à corosão do aço de baixo teor de carbono**. Curitiba: UFPR, 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia), Programa Interdisciplinar de Pós Graduação em Engenharia, Universidade Federal do Paraná, 2004.

BARBIERI, F. C. **Modificação de Propriedades Superficiais de Ligas Metálicas de Ti6Al4V por Processo de Nitretação a Plasma.** São José dos Campos: ITA, 2001. Dissertação (Mestrado em Física), Departamento de Física de Plasmas, ITA, 2001.

BAUMAN, M. A.; ROTH, A. Effect of experience on quality of canal preparation with rotatory nickel-titanium files. *Oral Surg*, v.88, n.6, p.714-718, Dec. 1999.

BERGMANS, L.; CLEYNENBREUGEL, J.V.; WEVERS, M.; LAMBRECHTS, P. Mechanical root canal preparation with Ni-Ti rotary instruments: rationale, performance and safety. *Am J Dent*, v.14, n.5, p.324-333, 2001.

BLUM, J.Y.; MACHTOU, P.; MICALLETF, J.P. Location of contact areas on rotary Profile instruments in relationship to the forces developed during mechanical preparation on extracted teeth. *Int Endod J,* v.32, p.108-114, 1999.

BORGES, L. P.; SANTOS, M.; BORGES, L.H.; MIRANZI, M. A. S.; ASSUMPÇÃO, H. M. R. Corrosão em limas de níquel-titânio após a instrumentação, desinfecção e esterilização. *J Bras Endod* v.3, n.11, p.301-7, 2002.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Políticas de Saúde, Coordenação Nacional de DST e AIDS. Controle de infecções e a prática odontológica em tempos de AIDS. **Manual de condutas**. Brasília, 2000.

BUCHANAN, L.S. The shape of things to come. *Dentistry Today*, v.13, n.5.1994.

BUONO, V. T. L. *On the application of the theory of phase transitions to the martensítica transformation*. Bélgica: Leuven, 1982. Dissertação (Mestrado em Física), Katholieke Universities Leuven, 1982.

CAMPS, J.; PERTOT, W.J. Torcional and stiffness properties of nickel-titanium K-files. Int. End. *J. Oxford*, v.28, n.5, p.239-43, Sept. 1995.

CARVALHO L.A.P. **Avaliação do preparo de canais radiculares com limas manuais e rotatórias de níquel e titânio e análise do aspecto morfológico das limas antes e após o USO.** Araraquara: UNESP, 2000. Tese (Doutorado em Odontologia), Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual de São Paulo, 2000.

CIVJAN, S.; HUGET, E. F. De SIMON, L. B. Potential applications of certain nickel-titanium (nitinol) alloys. *Journal of Dental Research*. Chicago, v.54, n.1, p.89-96. Jan-Feb, 1975.

COSTA, C. **Influência da implantação Iônica na Resistência a torção e a corosão de instrumentos rotatórios de niquel-titânio**. São Paulo: USP, 2002. Dissertação (Mestrado em Odontologia), Faculdade de Odontologia da USP, Universidade de São Paulo, 2002.

COSTA, C.; SANTOS, M.D.; ALONSO-FALEIROS, N. Efeito da Implantação Iônica na superfície de instrumentos rotatórios de níquel titânio. **POB**, v.17, n.2, p.119-119, Ago. 2003.

COSTA, C. **Resistência à perda de corte de instrumentos Rotatórios de níquel-titânio submetidos à implantação iônica de Nitrogênio** São Paulo: USP, 2006. Tese (Doutorado em Odontologia), Faculdade de Odontologia da USP, Universidade de São Paulo, 2006.

COURTNEY, T.H. *Mechanical behavior of materials*. USA: McGraw Hill, 1990.

CRAVEIRO DE MELO, M.C.; BAHIA, M.G.A.; BUONO, V.T.L. Fatigue resistence of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. J Endod, v.28, n.11, p.765-769, Nov 2002.

DIETER, G.E. Mechanical metallurgy. 1986. In: PRUETT, J.P., CLEMENT, D.J. Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics*, Baltimore, v.23, n.2, p.77-85, Feb, 1997.

DIETZ, D.B.; DI FIORE, P.M.; BACHALL, J.K.; LAUTENSCHLAGER, E.P. Effects of rotacional speed on the breakage of nitinol rotatory files. *J. Endod*, Baltimore, v. 26, n.2, p.68-71, 2000.

DUMER, P.M.H; ALODEH M.H.A; DOLLER R. Shaping of simulated root canals in resin blocks using files activated by a sonic handpiece. *Int Endod J*, v. 22, n. 5, p.211-25, 1989.

ESTRELA, C.; FIGUEREDO, J. A. P. **Endodontia:** Princípios Biológicos e Mecânicos. São Paulo: Editora Artes Médicas Ltda, 1999.

FIGUEIREDO, J.A.P. **Analise comparativa da formação de "*zip*" apical em canais curvos e atresiados produzido "*in vitro*" por duas técnicas de instrumentação**. Pelotas: UFPEL, 1990. Dissertação (Mestrado em Odontologia), Universidade Federal de Pelotas, 1990.

FILIPPINI, H.F. **Avaliação microbiológica e das condições de limpeza de limas endodônticas novas, tipo K, de diferentes marcas comerciais**. Canoas: ULBRA, 2003. Dissertação (Mestrado em Odontologia), Universidade Luterana do Brasil, 2003.

GABEL, W.P.; HOEN, M.; STEIMAN, H.R. Effect of rotational speed on nickel-titanium file distortion. *J.Endod*. v.25, n.11, p.752-54, 1999.

GAMBARINI, G. Rationale for the use of of low-torque endodontic motors in root canal instrumentation. *Endod. Dent. Traumatol*. Copenhagem, v.16, n.3, p.95-100, 2000.

GAVINI, G. **Resistência à fadiga cíclica de instrumentos rotatórios de NI-TI submetidos à implantação de íons nitrogênio**. São Paulo: USP, 2006. Tese (Livre Docência em Odontologia), Faculdade de Odontologia da USP, Universidade de São Paulo, 2006.

GLOSSON, C. R.; HALLER, R. H.; DEL RIO,C.E. A comparison of canal preparation with nickel-titanium and stainless steel instruments. *Journal of Endodontics*, Baltimore, v.21, n.4, p.173-176, April, 1995.

GRUN, R.; GUNTHER, H.J. Plasma nitriding in industry, problems, new solutions and limits. *Materials Science and Engeneering*. A140, p.435-41, 1991.

GUERRA NETO, C.L.B. **Novas superfícies para implantes dentais obtidas por nitretação em plasma**. Natal: UFRGN, 2001. Dissertação (Mestrado em Odontologia), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2001.

HILT, B. R.; CUNNINGHAM, C. J.; SHEN, C.; RICHARDS, N. Torcional properties of stainless steel and nickel-titanium files after multiple autoclave sterilization. *J End*. Chicago, v.26, n.2, p.76-80, Feb. 2000.

HOWATSON, A. M. **Descargas elétricas em gases**. Madrid: Urmo, 1965.

JAVORSKY, C. S. **Produção e caracterização de amostras nitretadas a plasma da liga Ti6A14V-ELI.** Porto Alegre: UFRGS, 2001. Tese (Doutorado Engenharia), Faculdade de Engenharia, Universidade do Rio Grande do Sul, 2001.

KAPCZINSKI, M.P. **Estudo comparativo da resistência superficial do titânio comercialmente puro e do titânio nitretado à plasma**. São Paulo: USP, 2000. Tese (Doutorado em Prótese Dental), Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, 2000.

KAVANAGH, D.; LUMLEY, P.J. An in vitro evaluation of canal preparation using Profile.04 and.06 taper instruments. *Endodontic Dental Traumatology*, Copenhagen, v.14, n.1, p.16-29, Feb. 1998.

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

LAURETTI, B.G.L. **Influência da velocidade de roatação e do número de usos no tempo de trabalho e na fratura de instrumentos ratatórios de níquel-titânio.** São Paulo: USP, 2006. Dissertação (Mestrado em Odontologia), Faculdade de Odontologia da USP, Universidade de São Paulo, 2006.

LEE, D.; PARK,B.; SAXEMA, A.; SERENE,T.P. Enhanced surface hardness by boron implantation in Nitinol alloy, Chicago,v.22, n.10, p.543-546, Oct. 1996.

LEONARDO, M.; LEAL, J. M. **Endodontia**: Tratamento de Canais Radiculares. São Paulo: Panamericana, 1998.

LI, U.M.; LEE, B.S.; SHIH, C.T.; LAN, W.H.; LIN, C.P. Cyclic fatigue of endodontic nickel-titânium rotary instruments: static and dynamic tests. *J Endod.* v.28, n.6, p.448-51, 2002.

LINDHARD, J; SCHARFF, M; AND SCHIOTT, H.E. Range Concepts on Heavy Ion Ranges (Notes on Atomic Collisions 11) *Mat. Fys*. Medd. Dan. Vid. Selsk. v.33, n. 14, p.15, 1963.

LOPES H.P; ELIAS, C.N.; J.R; ESTRELA, C. Considerações sobre conicidade e o diâmetro das limas endodônticas. **Rev. Paul. Odontol**. São Paulo, n.2, p.8-14, Mar/Abr, 1998.

LOPES, H.P; SIQUEIRA, J.R; J.F. **Endodontia**: Biologia e Técnica. Rio de Janeiro: MEDSI Editora Médica e Científica LTDA, 1999.

LOPES, H.P; ELIAS, C.N; SIQUEIRA, J.R. Mecanismo de fratura dos instrumentos endodônticos. **RPO**, n.4, p.4-9, Jul/Ago, 2000.

LOPES H.P, ELIAS C.N., Fratura dos instrumentos endodônticos de NiTi acionados a motor. Fundamentos teóricos e práticos. **RBO**, v.58, n.3, p.207-210, Mai/jun. 2001.

LOPES, H.P; SIQUEIRA, J.R; J.F. **Endodontia**: Biologia e Técnica. Rio de Janeiro: MEDSI Editora Médica e Científica LTDA, 2004.

MACHTOU, P.; WEBBER, J. Protaper Endodontics has never been easier. *Dynamics*, v. 2, 2001.

MANDEL, E.; ADIB-YZDI, M.; BENHAMOU, L.M.; MESGOUEZ, C.; SOBEL, M. Rotary Ni-Ti Profile systems for preparing curved canals in resin blocks: Influence of operator on instrument breakage. *Int End J*, v.32, n.6, p.436-43, 1999.

MARENDING, M.; LUTZ, F.; BARBAKOW, F. Scanning electron microscope appearances of Light speed instruments used clinically: a pilot study. I*nternational Endodontic Journal*. London. v.31, p.57-62, 1998.

MCKENDRY, D. J.; KRELL, K. V. Instrumental endodônticos. *In*: WALTON, R. E.; TORABINE, J.A.D, M. **Princípios e pratica em endodontia**. São Paulo: Editora Santos, 1997.

MIURA, F.; MOGI, M.; OHURA, Y.; HAMANAKA, H. The super-elastic property of the Japanese NiTi alloy wire for use in orthodontics. *Americal Journal of orthodontics and Dent facial Orthopedics.* v.90, n.1, p.1-10, 1986.

PAGLIARIN, C.M.L. **Análise comparativa entre diferentes métodos empregados na limpeza de limas endodônticas, durante o prepare químico mecânico dos canais radiculares**. Canoas: ULBRA, 2005. Dissertação (Mestrado em Odontologia), Universidade Luterana do Brasil, 2005.

PÉCORA, J.D.; CAPELLI, A.; SEIXAS, F.H.; MARCHESAN, M. A.; GUERIS-OLI, D.M.Z. Biomecânica Rotatória: Realidade ou futuro? **Revista da Associação Paulista de Cirurgiões Dentista**. São Paulo, v.56, p.4-6, 2002.

PESSOA, O.F. **Resistência à fadiga cíclica de instrumentos rotatórios de níquel-titânio em razão do uso**. São Paulo: USP, 2003. Tese (Doutorado em Endodontia), Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, 2003.

PLOTINO, G.; GRANDE, N.M.; SORCI, E.; MALANGINO, V.A & SOMA, F. Influence of a brushing working motion on the fatigue life of NiTi rotary instruments. *Int. Endod J.* v.40, n.1, p.45-51, Jan. 2007.

PRUETT, J.P.; CLEMENT, D.J.; CARNES, D.L. Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodotic instruments. *Journal of endodontics*, Baltimore, v.23, n.2, p.77-85, 1997.

QUEIROZ, M. L. P. **Avaliação comparativa da eficácia de diferentes técnicas empregadas na limpeza de limas endodônticas**. Canoas: ULBRA, 2001. Dissertação (Mestrado em Odontologia), Universidade Luterana do Brasil, 2001.

RAPISARDA, E.; TRIPI,T.R.; BONACCORSO, A.; GENTILE, C. Valutazuione in vitro delle lime endodontiche in NiTi. *Dent Cadmos, Milano*, v.66, n.10, p.37-45, Jun. 1998.

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*, v.88, n.3, p.343-47, Sept. 1999.

RAPISARDA, E.; TRIPI, T.R.; FRAGALK, C.; 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*, St. Louis, v. 89, n.3, p.363-368, Mar. 2000.

RAPISARDA, E.; BONACCORSO, A.; TRIPI, T.R.; CONDORELLI, G.G. Wear of nickel-titanium endodontic instruments evaluated by scanning electron microscopy: Effect of ion implantation. *J Endod, Chicago*, v.27, n.9, p.588-592, Set. 2001.

REIS, W.P.; ELIAS, C.N. Ligas de NiTi com superelasticidade e memória de forma. *Rev. Bras. Odontol*. Rio de Janeiro, v.58, n.5, p.300-304, Set/Out. 2001.

ROLAND, D.D.; ANDELIN, W.E.; BROWNING, D.F.; HSU, G.R.; TORABINEJAD, M. The effect of prefacing on the rates of separation for 0.04 taper nickel titanium rotary instruments. *J Endod*. v.28, n.7, p.543-545, July, 2002.

SANTOS, M. **Efeito da implantação de íons nitrogênio na flexão de limas rotatórias de níquel-titânio**. São Paulo: USP, 2002. Tese (Livre Docência), Faculdade de Odontologia da USP, Universidade de São Paulo, 2002.

SCHAFER, E., TEPEL, J. Formveranderungen gekrummter wurzel kanale nach standardisierter aufbereitung. Dtsch Zahnarztl Z., In: SCHAFER, E. Root canal instruments for manual use: a review. *Endodontics e Dental Traumatology*, Copenhagen, v.13, p. 51-64, 1997.

SCHAFER, E. Effect of Physical Vapor Deposition on Cutting EfficiencY of Nickel-Titanium Files. *Journal of Endodontics*, v.28, n.12, p.800-802, Dec. 2000.

SEGALL, R. O. et al. Evaluation of endodontic instruments as received fron the manufacturer: the demand for quality control. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol*. St. Louis, v.44, n.3. p. 463-467, Sept. 1977.

SERENE, T.P.; ADAMS, J.D.; SAXENA, A. *Nickel-titanium instruments*: applications in endodontics. Chicago: Ishiyaku Euro Americana, 1992.

SERENE, T.P.; ADAMS, J.D.; SAXENA, A. *Nickel-titanium instruments applications in endodontics.* Saint Louis: Ishiyaku Euro Americana, 1995.

SILVAGGIO, J.; HICKS, M. L. Effect of heat sterilization on the torcionalproperties of rotary nickel-titanium endodontic files. *J Endod*, v.23, n.12, p.731-734, Dec. 1997.

SIMON, G. **Aços Nitretados a Plasma**. Porto Alegre: UFRGS, 1995. Dissertação (Mestrado em Ciências), Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995.

TARTAROTTI, E. **Influência da densidade da espuma de poliuretano na capacidade de limpeza de limas endodônticas durante o preparo químico-mecânico dos canais radiculares**. Canoas: ULBRA, 2003. Dissertação (Mestrado em Odontologia), Universidade Luterana do Brasil, 2003.

THONSOM, S. A. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. *Endod J*, v.33, p. 297-310, 2000.

THONSOM, S. A.; DUMER, P.M.H. Shaping ability of Profile.04 taper series 29 rotary nickel-titanium instruments in simulated root canals. J. *Endod.*. v.30, n.1, p.1-7, Jan. 1997.

TRIPPI, T.P. et al. Depositions of nitrogen on NiTi instruments. *J. Endod*, v.28, n.7, p.497-00, 2002.

TRIPPI, T.P.; BONNACORSO, A.; CONDORELLI, G.G. Fabrication of hard coatings on NiTi instruments. *J Endod*, v.29, n.2, p.132-34, 2003.

TROIAN, C.H. **Análise, em MEV, de deformação e fratura de instrumentos endodônticos Race e K3, considerando o número de usos**. Canoas: ULBRA, 2005. Dissertação (Mestrado em Odontologia), Universidade Luterana do Brasil, 2005.

TROIAN, C. H.; SÓ, M. V. R.; FIGUEIREDO, J. A. P.; OLIVEIRA, E. P. M. Deformation and fracture of Race and K3 endodontic instruments according to the number of uses. *J. Endod*, v.39, p. 616-625, 2006.

TUCKER, D.; WENCKUS, C. S.; BENTKOVER, S. K. Canal wall planning by engine-driven nickel-titanium instruments, compared with stainless-steel hand instrumentation. *J of Endod*, Baltimore, v.23, n.3, p.170-173, March. 1997.

TYGESEM, Y.A.; STEIMA, H.R.; CIAVARRO, C. Comparison of distortion and separation utilizing Profile and PowR files. *J Endod*, v.27, n.12, p.762-4, 2001.

WALIA, H.; BRANTLEY, W.A.; GERSTEIN, H. An initial investigation of the Bending and Torsional Properties of Nitinol root canal files. *J Endod*, Chicago, v.14, n.7, p.346-351, 1988.

WEVER, D.J.; VELDHUIZEN, A.G.; BUSSCHER, H.J.; UGES, D.R.A.; VAN HORN, J.R. Eletrochimical and surface characterization of the nickel-titanium alloy. *Biomaterials*, v.19, n.7, p. 761-9, 1997.

WILDEY, W.; SENIA, S.; MONTGOMERY, S.; TEX, S.A. Another look at root canal instrumentation. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology*, v.74, n.4, p.499-507. Oct. 1992.

YARED, G.M.; BOU DAGHER, F.E.; MACHTOU, P. Influence of rotational speed, torque and operator`s proficiency on failures. *Endod J,* v.34, p.47-53, 2001.

YARED, G.M.; KULKARNI, G.K. Failure of Profile Ni-Ti instruments used by an inexperienced operator under access limitations. *Endod J*, v.35, p.536-541, 2002.

YONEMA, T.; DOI, H., HAMANKA, H. Bending properties and transformation temperature of heat treated NiTi alloy wire for orthodontic appliances. *Journal of Biomedical Materials Research*. v.27, p.399-402, 1993.

YUASA, G. **Efeito do campo magnético no processo de nitretação a plasma de aço inoxidável SAE 304**. Disponível em: www.bibl.ita.br/ixencita/artigos/Fund. Acesso em 15 mai. 2006.

ZIEGLER, J.F.; BIERSACK, J.P.; LITTMARK, U. The Stopping Range of Ions in Solids. *Pergamon Press.* New York, 1984.

ZIEGLER, J.F. **Código de simulação TRIM**. 2003. Disponível em: www.srim.org. Acesso em 31 mai. 2006.

ZULO, M.L.; WALTON, R.E. Instrument deterioration with usage: nickel-titanium versus stainless stes. *Quintessence Int*. Illinois, v.28, n.6, p.397-402, Jun. 1997.

Livros Grátis

(http://www.livrosgratis.com.br)

Milhares de Livros para Download:

Baixar livros de Administração
Baixar livros de Agronomia
Baixar livros de Arquitetura
Baixar livros de Artes
Baixar livros de Astronomia
Baixar livros de Biologia Geral
Baixar livros de Ciência da Computação
Baixar livros de Ciência da Informação
Baixar livros de Ciência Política
Baixar livros de Ciências da Saúde
Baixar livros de Comunicação
Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE
Baixar livros de Defesa civil
Baixar livros de Direito
Baixar livros de Direitos humanos
Baixar livros de Economia
Baixar livros de Economia Doméstica
Baixar livros de Educação
Baixar livros de Educação - Trânsito
Baixar livros de Educação Física
Baixar livros de Engenharia Aeroespacial
Baixar livros de Farmácia
Baixar livros de Filosofia
Baixar livros de Física
Baixar livros de Geociências
Baixar livros de Geografia
Baixar livros de História
Baixar livros de Línguas

Baixar livros de Literatura
Baixar livros de Literatura de Cordel
Baixar livros de Literatura Infantil
Baixar livros de Matemática
Baixar livros de Medicina
Baixar livros de Medicina Veterinária
Baixar livros de Meio Ambiente
Baixar livros de Meteorologia
Baixar Monografias e TCC
Baixar livros Multidisciplinar
Baixar livros de Música
Baixar livros de Psicologia
Baixar livros de Química
Baixar livros de Saúde Coletiva
Baixar livros de Serviço Social
Baixar livros de Sociologia
Baixar livros de Teologia
Baixar livros de Trabalho
Baixar livros de Turismo