



PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE TRÊS FIOS DE NiTi UTILIZADOS NA CONFECÇÃO DE INSTRUMENTOS ENDODÔNTICOS¹

Isabela Ibrahim Oliveira²
Letícia Mangualde Araújo³
Érika Sales Joviano Pereira⁴
Maria Guiomar de Azevedo Bahia⁵
Vicente Tadeu Lopes Buono⁶

Resumo

Os instrumentos endodônticos rotatórios proporcionaram importantes avanços na terapia endodôntica, reduzindo alterações morfológicas nos canais radiculares e propiciando uma preparação mais eficiente. Esses instrumentos são confeccionados utilizando ligas superelásticas de NiTi na forma de fios trefilados e recozidos. Neste trabalho, foram caracterizados três fios de NiTi de 1,0 mm de diâmetro, utilizados na confecção de diferentes instrumentos endodônticos rotatórios. De acordo com os fabricantes, dois fios foram processados de maneira convencional por trefilação e tratamento térmico a baixa temperatura, enquanto que o terceiro foi submetido a um tratamento térmico adicional. A composição química dos fios foi analisada por espectroscopia de energia de raios X, as fases presentes foram identificadas por difratometria de raios X e as temperaturas de transformação foram determinadas por calorimetria exploratória diferencial. As propriedades mecânicas foram avaliadas em ensaios de tração e por microdureza Vickers. As propriedades encontradas nos três fios foram avaliadas em relação à aplicação pretendida. Verificou-se que o tratamento térmico adicional produziu essencialmente aumento nas temperaturas e diminuição na tensão de transformação dos fios.

Palavras-chave: Ligas NiTi; Superelasticidade; Instrumentos endodônticos.

PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF THREE NiTi WIRES USED IN THE MANUFACTURE OF ENDODONTIC INSTRUMENTS

Abstract

The rotary endodontic instruments provided important advances in the endodontic therapy, reducing morphological changes in root canals and providing a more efficient preparation. These instruments are made using superelastic NiTi alloys in the form of cold drawn and annealed wires. In this study, three NiTi wires with 1.0 mm in diameter used in the manufacture of different rotary endodontic instruments were characterized. According to the manufactures, two wires were processed in a conventional manner by cold drawing and annealing at low temperature, while the third was submitted to an additional heat-treatment. The chemical composition of the wires was analyzed by X-ray energy dispersive spectroscopy, the phases present were identified by X-ray diffraction and the transformation temperatures were determined by differential scanning calorimetry. The mechanical properties were evaluated in tensile tests and microhardness measurements. The properties found in the three wires were analyzed in relation to the intended application. It has been verified that the additional heat treatment produced essentially an increase in the transformation temperatures and a decrease in the transformation stress.

Key Words: NiTi alloys; Superelasticity; Endodontic instruments.

¹ Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

² Graduanda em Engenharia Metalúrgica, UFMG, Bolsista PROBIC/Fapemig

³ Graduanda em Engenharia Metalúrgica, UFMG, Bolsista PIBIC/CNPq

⁴ Doutoranda em Odontologia, CPGO, UFMG, Bolsista CAPES

⁵ Doutora, Professora Adjunta, Depto. Odontologia Restauradora, FO.UFMG

⁶ Doutor, Professor Associado, Depto. Engenharia Metalúrgica e de Materiais, EE.UFMG

1 INTRODUÇÃO

Ligas de níquel e titânio (NiTi) apresentam duas propriedades pouco usuais: o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE). No EMF, o material, após sofrer uma deformação aparentemente permanente, é capaz de recuperar sua forma original através de um aquecimento moderado.⁽¹⁾ A SE ocorre quando a temperatura em que o material precisa ser aquecido para recuperar sua forma está abaixo da temperatura de deformação, ou seja, a recuperação de forma ocorre quando a tensão é retirada. Nessa liga, em condições apropriadas, a aplicação de tensão produz uma transformação da austenita para a martensita, enquanto que a recuperação de forma está associada à transformação reversa, de martensita para austenita. Alguma deformação plástica pode permanecer após a descarga, dependendo principalmente do teor de níquel da liga, das temperaturas de transformação martensítica e reversa e da quantidade de deformação aplicada.⁽²⁾

A transformação martensítica é uma transformação de fase adifusional em que os átomos se movimentam por cisalhamento, sendo rearranjados em uma nova estrutura cristalina mais estável, sem modificar a composição química da fase original, geralmente denominada austenita. A transformação martensítica nas ligas com memória de forma é induzida pelo resfriamento ou aplicação de tensão e é reversível pelo aquecimento ou retirada da tensão, ocorrendo em uma estreita faixa de temperatura. Para uma completa manifestação do efeito superelástico, esta transformação de fase deve ser induzida quando a liga é completamente austenítica. Dessa forma, a temperatura em que a liga é deformada, em relação às temperaturas de início e final da transformação martensítica, M_s e M_f , e da transformação reversa, A_s e A_f , determina o seu comportamento. O efeito superelástico ocorre porque acima de A_f a liga é austenítica e a tensão aplicada pode induzir a transformação da austenita para martensita termicamente instável, que reverte para austenita quando a tensão é retirada. Devido à baixa simetria da estrutura da martensita em relação à austenita, os movimentos atômicos gerados pela aplicação de tensão são revertidos nesse processo e a deformação é recuperada. Como a transformação martensítica induzida por tensão compete com a deformação plástica da austenita, alguma deformação plástica geralmente permanece após a transformação reversa na descarga.^(1,2)

As temperaturas de transformação são muito sensíveis à composição química da liga. Uma forma de se ajustar as temperaturas de transformação nas ligas NiTi ricas em Ni, a fim de aumentar sua flexibilidade e melhorar suas propriedades mecânicas, é o tratamento térmico. Na liga NiTi, os tratamentos térmicos mais comumente empregados são o recozimento, a têmpera e o envelhecimento. Tais tratamentos podem implicar em três reações diferentes no estado sólido: (1) mudança local na composição química (precipitação); (2) redução dos defeitos cristalinos (recristalização); e (3) transformação estrutural de fase.⁽³⁾

As ligas NiTi superelásticas geralmente possuem composição aproximadamente equiatômica e têm sido amplamente aplicadas na área biomédica, devido à sua excelente bio-compatibilidade. Os instrumentos rotatórios fabricados a partir de ligas níquel-titânio superelásticas foram introduzidos na prática endodôntica com o intuito de aumentar a segurança durante a formatação de canais radiculares curvos, minimizando erros durante os procedimentos de instrumentação dos canais.⁽⁴⁾ Enquanto a rigidez dos instrumentos manuais de aço inoxidável provoca alterações morfológicas nos canais radiculares, os resultados de muitos estudos têm mostrado que os instrumentos rotatórios de NiTi mantêm a forma original do canal, além de

propiciar uma preparação mais eficiente.⁽⁴⁾ Recentemente, fios com tratamento térmico adicional têm sido desenvolvidos e vêm mostrando resultados ainda melhores, comparados aos fios fabricados de forma convencional.^(5,6)

Neste trabalho buscou-se caracterizar, de forma comparativa, três diferentes fios de NiTi utilizados na confecção de instrumentos endodônticos, sendo dois considerados convencionais e o terceiro um novo tipo de fio que recebe um tratamento térmico adicional, antes da usinagem dos instrumentos.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Os fios de NiTi, de 1,0 mm de diâmetro, foram fornecidos pelas empresas Tulsa (*Dentsply Tulsa Dental Specialties*, Tulsa, OK, EUA) e Maillefer (*Dentsply Maillefer, Ballaigues*, Suíça). Dois desses fios, identificados como TL e ML, foram processados de maneira convencional por trefilação seguida de tratamento a baixa temperatura. O terceiro fio é denominado M-Wire pelo fabricante, identificado como MW, e possui um tratamento térmico adicional.

Antes dos fios serem caracterizados, foi feita uma decapagem, utilizando uma solução de ácido fluorídrico, ácido acético e ácido nítrico, na proporção de 1:5:5, respectivamente.

Para se avaliar as propriedades químicas dos fios, foi feita uma análise semiquantitativa por espectroscopia de energia de raios X – EDS (Noran Voyager 3410) no microscópio eletrônico de varredura – MEV (Jeol JSM 5410). Pela seleção aleatória de dez áreas em cada instrumento, foram determinados os teores médios de Ni e Ti.

As fases presentes nos fios foram avaliadas por difratometria de raios X – DRX (PANalytical PW 1710). Os fios de cada tipo foram cortados em segmentos de 15 mm de comprimento, posicionados lado a lado sobre uma lâmina de vidro e afixados com plasticina. As condições experimentais foram: radiação Cu-K α , cristal monocromador de grafita, varredura do tipo θ -2 θ (Bragg) em passos de 0,01 $^\circ$, a uma velocidade de um segundo por passo.

As temperaturas de transformação da liga utilizada na fabricação dos fios foram determinadas por calorimetria exploratória diferencial – DSC (DSC 60 Shimadzu). Amostras de aproximadamente 4 mm de comprimento foram seccionadas com o auxílio de uma cortadeira metalográfica (Buehler Isomet 1000), com a finalidade de evitar deformações em suas extremidades, e pesadas em balança de precisão (Mettler 54). Cada amostra apresentou uma massa de 20 mg a 25 mg foi ensaiada utilizando panelas de cobre. Os ensaios foram realizados em triplicata, em um ciclo de aquecimento-resfriamento-aquecimento no intervalo de temperatura de -80 $^\circ$ C a 80 $^\circ$ C, a uma taxa de 10 $^\circ$ C/mim. As curvas obtidas foram analisadas utilizando o software TA-60WS (Shimadzu, Kyoto, Japão) para determinação das temperaturas de transformação martensítica inicial e final (Ms e Mf) e reversa inicial e final (As e Af).

Para avaliar as propriedades mecânicas dos materiais, foram feitas medidas de microdureza Vickers com carga de 100 gf (Leica Durimet II) em seções planas de fios embutidos longitudinalmente a frio, lixadas e polidas com pasta de diamante até 1 μ m. Foram realizadas 20 medidas em cada amostra.

Para avaliar a tensão de transformação austenita–martensita e a quantidade de deformação não-recuperável, foram realizados ensaios de tração em duplicata em fios de 100 mm de comprimento, utilizando uma máquina universal (Instron 5580), em um ciclo de carga e descarga até 6% de alongamento.

3 RESULTADOS

Os teores médios de Ni e Ti analisados por EDS nos fios TL, ML e MW são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1. Teores de Ni e Ti nos três fios avaliados

Fios	Ni (% atômica)	Ti (% atômica)	Desvio Padrão (% atômica)
TL	50,3	49,7	0,4
ML	50,2	49,8	0,4
MW	50,0	50,0	0,5

A Figura 1 mostra os difratogramas de raios X obtidos, indicando que a austenita, fase β , foi a fase predominante nos três fios analisados. O fio MW apresentou também picos associados à presença de martensita B19'. A baixa intensidade desses picos em comparação com os da austenita indica que apenas uma pequena quantidade dessa fase estava presente no fio MW.

Curvas típicas de DSC (Figura 2) mostraram picos bem definidos no resfriamento e no aquecimento para todos os três fios estudados. Os valores médios das temperaturas de transformação são mostrados na Tabela 2. O erro máximo absoluto nessas medidas foi em torno de 20%.

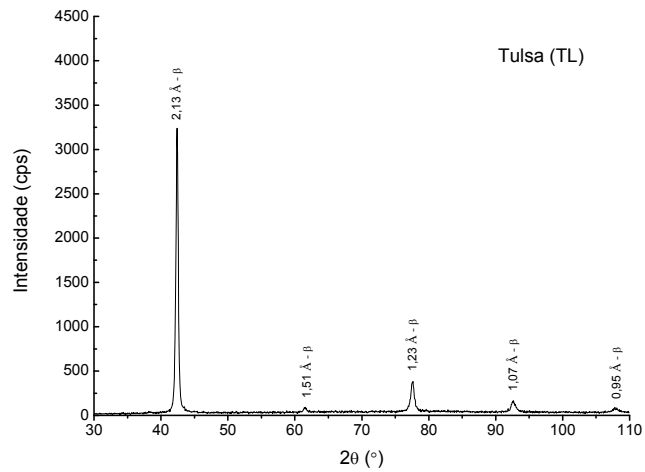
Tabela 2. Valores médios das temperaturas de transformação martensítica e reversa

Fios	Ms (°C)	Mf (°C)	As (°C)	Af (°C)
TL	0,5	-11,4	0,8	16,6
ML	-5,6	-23,4	-15,9	2,6
MW	36,1	17,7	27,5	44,0

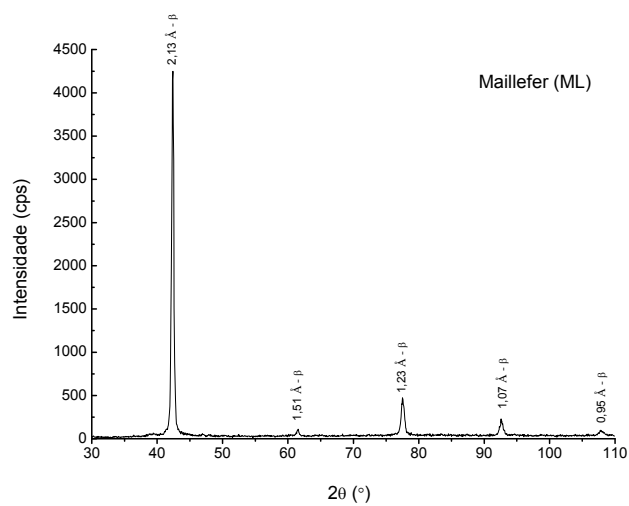
As curvas de carga e descarga em tração, Figura 3, mostram que as tensões de transformação da austenita para martensita, σ_{A-M} , variaram entre 500 e 600 MPa, enquanto que as deformações residuais para 6% de alongamento, $e_{r6\%}$, foram próximas de 0,55% para os três fios. Os valores médios obtidos para esses parâmetros são mostrados na Tabela 3, juntamente com os valores médios de microdureza Vickers, MHV_{100} , que são semelhantes entre si, embora o fio ML seja um pouco mais macio que os demais.

Tabela 3. Valores médios de tensão de transformação, σ_{A-M} , deformação não recuperável para 6% de alongamento, $e_{r6\%}$, e microdureza Vickers, MHV_{100}

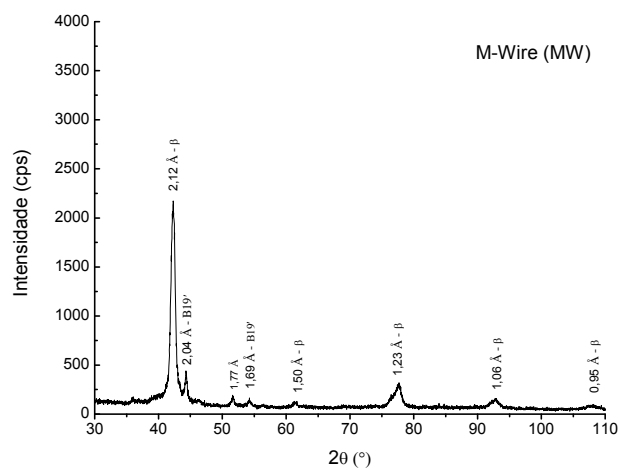
Fios	σ_{A-M} (MPa)	$e_{r6\%}$ (%)	MHV_{100}
TL	557	0,54	429 ± 14
ML	550	0,51	388 ± 14
MW	494	0,61	428 ± 12



(a)

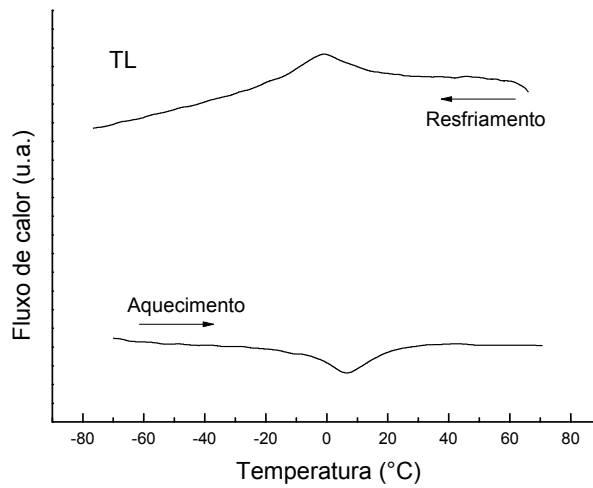


(b)

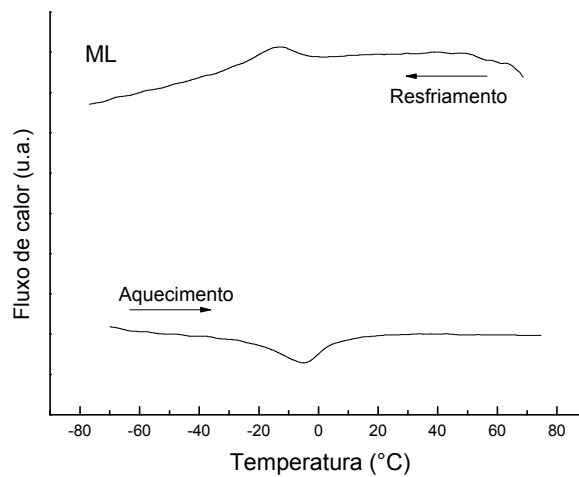


(c)

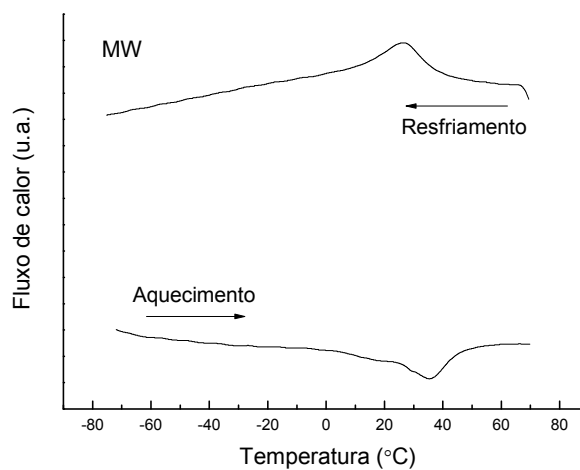
Figura 1. Difratogramas de raios X dos fios (a) TL, (b) ML e (c) MW.



(a)

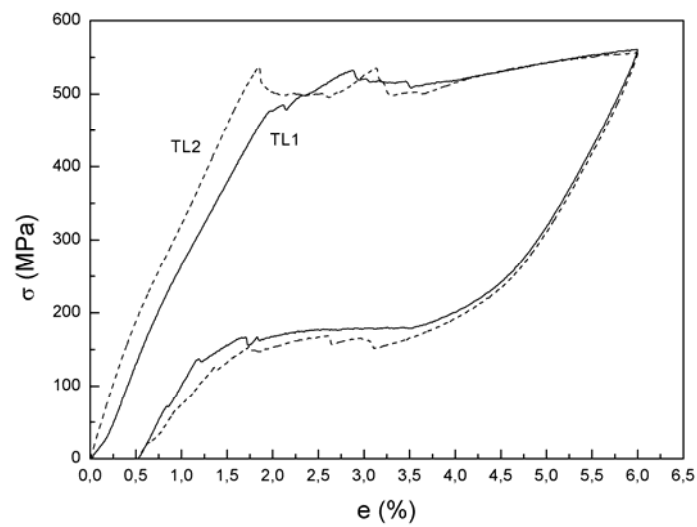


(b)

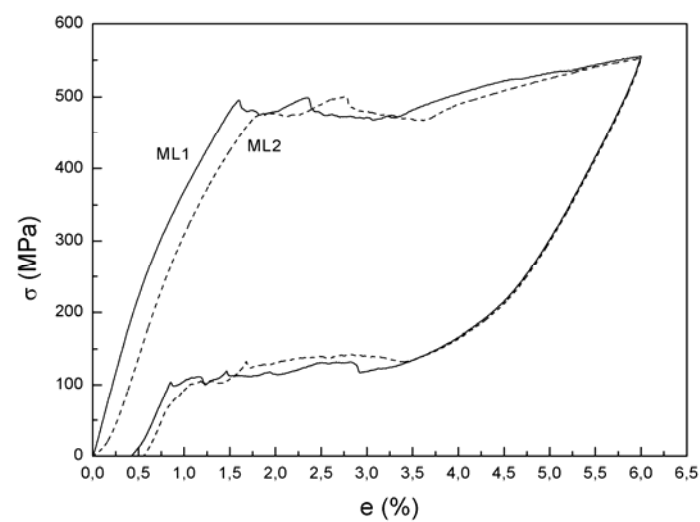


(c)

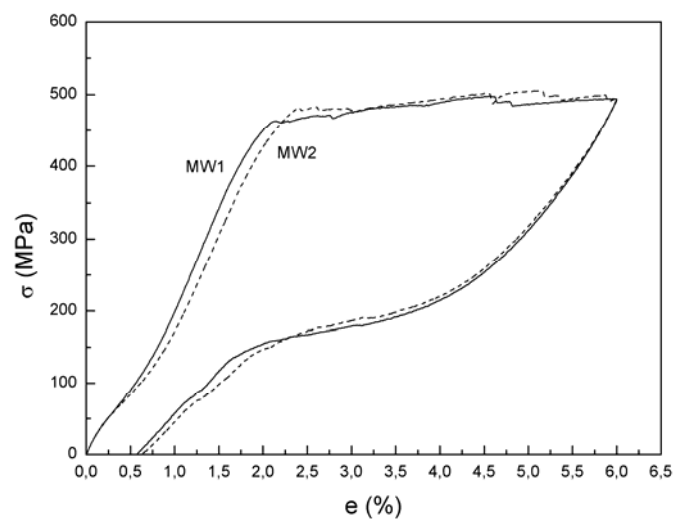
Figura 2. Curvas de DSC dos fios (a) TL, (b) ML e (c) MW.



(a)



(b)



(c)

Figura 3. Curvas de carga e descarga em tração dos fios (a) TL, (b) ML e (c) MW.

4 DISCUSSÃO

Os fios TL e ML apresentaram temperaturas de transformação martensítica e reversa abaixo da temperatura ambiente, conforme mostrado na Tabela 2. Já o fio MW apresentou temperaturas de transformação martensítica e reversa mais elevadas. Esta mudança nas temperaturas de transformação pode estar associada ao tratamento térmico aplicado ao fio MW. Precipitados Ti_3Ni_4 são formados durante o tratamento térmico quando este é realizado a baixas temperaturas e por curtos intervalos de tempo. Esses precipitados geralmente possuem formato lenticular e nos estágios iniciais de precipitação são submicroscópicos e coerentes, proporcionando, portanto, endurecimento por precipitação.⁽³⁾ Além disso, durante a precipitação de Ti_3Ni_4 , mais átomos de Ni do que de Ti deixam a fase β e esta se torna enriquecida empobrecida em Ni, causando aumento das temperaturas de transformação.⁽⁷⁾

Na endodontia, o aumento das temperaturas de transformação é desejável, uma vez que este aumento em geral vem acompanhado de uma diminuição na tensão de transformação, ou seja, o patamar superelástico é alcançado a tensões mais baixas (Tabela 3), tornando o instrumento mais flexível, o que ajuda a minimizar os erros que podem ocorrer durante os procedimentos de instrumentação dos canais.⁽⁴⁾ Essa diminuição na tensão de transformação é comumente associada aos campos de tensão produzidos pelos precipitados Ti_3Ni_4 , que se somam à tensão aplicada.⁽³⁾ Além disso, o endurecimento da austenita por precipitação de Ti_3Ni_4 faz com que a tensão necessária para deformar plasticamente a liga seja maior, o que minimiza a geração de defeitos internos por microdeformação plástica. De fato, verifica-se na Figura 3 que a histerese mecânica do fio MW é menor que a dos outros dois fios. Este comportamento pode melhorar a resistência à fadiga do instrumento e evitar sua separação no interior do canal.⁽⁸⁾

A dureza do fio tratado termicamente, MW, poderia, em princípio, ser menor do que a dos fios sem tratamento, TL e ML, devido a possibilidade de ocorrência de uma maior recuperação da estrutura de deslocamentos durante o aquecimento adicional a que este fio foi submetido.⁽³⁾ Entretanto, os valores de Microdureza Vickers do fio MW foram próximos dos valores determinados para o fio TL. Esta observação corrobora a hipótese de que houve precipitação coerente de Ti_3Ni_4 no fio MW, compensando, através do endurecimento por precipitação, o possível efeito de amaciamento devido à recuperação da subestrutura anteriormente mencionado. Provavelmente devido à pequena fração de precipitados geralmente necessária nesse tipo de mecanismo de endurecimento, não foi possível detectar a presença de Ti_3Ni_4 por DRX. Para verificar se essas observações estão corretas será necessário compara a microestrutura do material utilizando uma técnica de maior resolução, como a microscopia eletrônica de transmissão, o que deverá ser feito em uma etapa posterior do estudo.



5 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho permitem concluir que:

- Os teores de Ni e Ti são semelhantes nos três fios estudados.
- O fio M-Wire (MW), tratado termicamente pelo fabricante, apresentou temperaturas de transformação mais elevadas do que os fios Tulsa (TL) e Maillefer (ML), processados de maneira convencional. Como consequência, o fio MW apresentou pequenas quantidades de martensita B19', em adição à austenita, em sua microestrutura.
- A dureza dos três fios foi semelhante, mas a tensão de transformação do fio MW foi menor que a dos outros dois, indicando uma possível melhora na flexibilidade dos instrumentos endodônticos fabricados com este fio. A histerese mecânica foi também menor no fio MW, sugerindo possível melhora na resistência à fadiga dos instrumentos fabricados com este material.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro das agências CNPq, FAPEMIG e CAPES.

REFERÊNCIAS

- 1 OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. Shape Memory Materials, 1 ed., Cambridge: Cambridge University Press, 1998, 284p.
- 2 KENNON, N.F.; DUNNE, D.P. Shape memory behavior. *Metals Forum*, v.4, n.3, p.130-134, 1981.
- 3 OTSUKA, K.; REN, X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*, v.50, n.5, p.511-678, 2005.
- 4 BAHIA, M.G.A.; BUONO, V.T.L. Decrease in fatigue resistance of nickel-titanium rotary instruments after clinical use in curved root canals. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v.100, n.2, p.2249-255, 2005.
- 5 JOHNSON, E.; LLOYD, A.; KUTTLER, S.; NAMEROW, K. Comparison between a novel nickel-titanium alloy and 508 nitinol on the cyclic fatigue life of ProFile 25/.04 rotary instruments. *Journal of Endodontics*, v.34, n.11, p.1406-1409, 2008.
- 6 LARSEN, C.M.; WATANABE, I.; GLICKMAN, G.N.; HE, J. Cyclic fatigue analysis of a new generation of nickel-titanium rotary instruments. *Journal of Endodontics*, v.35, n.3, p.401-403, 2009.
- 7 SABURI, T.; TATSUMI, T.; NENNO, S. Effects of heat treatment on mechanical behavior of Ti-Ni alloys. *Journal of Physique*, v.43, n.12, p.261-267, 1982.
- 8 BAHIA, M.G.A. *Resistência à fadiga e comportamento em torção de instrumentos endodônticos ProFile*. 2004. 213p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Ciência e Engenharia de Materiais) Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte.