

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

ROBERTO BARRETO OSAKI

**Influence of temperature on the torsional properties of two
thermally treated NiTi rotary instruments**

**Influência da temperatura nas propriedades de torção de dois
instrumentos rotatórios de NiTi tratados termicamente**

BAURU

2020

ROBERTO BARRETO OSAKI

**Influence of temperature on the torsional properties of two
thermally treated NiTi rotary instruments**

**Influência da temperatura nas propriedades de torção de dois
instrumentos rotatórios de NiTi tratados termicamente**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Bauru – USP para obtenção de título de Mestre em Ciências no programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração em Endodontia

Orientador: Prof. Dr. Clovis Monteiro Bramante

BAURU

2020

Osaki, Roberto Barreto

Influence of temperature on the torsional properties of two thermally treated NiTi rotary instruments / Roberto Barreto Osaki – Bauru, 2020

57p.: il. ; cm

Dissertação de Mestrado – Faculdade de Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. DR. Clovis Monteiro Bramante

Autorizo exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação, por processos fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

FOLHA DE APROVAÇÃO

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho à minha família, por sempre estarem ao meu lado.

À minha esposa Lucineide pelo companheirismo, dedicação e compreensão.

Ao meu filho por trazer alegria e me dar forças para enfrentar as dificuldades e obstáculos da vida, sendo responsável também por me tornar uma pessoa melhor.

À minha Mãe Doroti pelos ensinamentos, amor, dedicação e por sempre estar do meu lado em todos os momentos.

À minha avó Zelinda *''in memorian''*, por todo amor, cuidado que sempre teve por mim.

Ao meu pai Hiroshi Osaki *''in memorian''* pelo exemplo, ensinamentos, amizade, incentivo e apoio incondicional.

Ao meu tio Nivaldo pelo grande exemplo e por sempre estar presente na minha vida, me incentivando, apoiando e aconselhando sempre.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente, à **Deus**, pois sem ele não teria chegado até aqui.

Agradeço à toda minha família que possibilitou que eu chegasse até aqui

Agradeço ao Prof. Dr. **Clovis Monteiro Bramante**, meu orientador, pelo exemplo de amor pela profissão, dedicação à docência, ensinamentos e paciência. Foi uma honra e um privilégio ter o senhor como orientador, uma referência na ciência endodôntica.

Ao meu amigo, **Prof. Dr. Murilo Alcalde**, agradeço pela sua amizade e por ter me ajudado a chegar até aqui.

Ao Prof. Dr. **Marco Antônio Hungaro Duarte**, obrigado pelos ensinamentos, paciência, apoio e pelas oportunidades dadas a mim. O senhor é um grande exemplo de honestidade e ética a serem seguidos e um dos maiores responsáveis pela minha escolha na realização do mestrado. Sou muito grato por tudo.

Ao **Prof. Rodrigo Vivan**, agradeço por toda ajuda e ensinamentos. Por me guiar pelo caminho correto da docência, pois todos precisam de bons mestres para tornarem-se um. Você foi, e é um grande mestre, serei sempre grato.

Agradeço pela dedicação e ensinamentos aos Professores Prof. **Dr. Roberto Brandão Garcia**, Prof. Dr. **Norbert Bernardineli**, Prof. Dra. **Flaviana Bombarda Andrade**.

Aos professores Prof. Dr. **Ivaldo Gomes de Moraes** *“in memorian”* e Prof. Dr. **Alceu Berbert** *“in memorian”*

Aos funcionários do departamento de endodontia da Faculdade de Odontologia de Bauru – USP, **Suely Regina Bettio** e **Edimauro de Andrade** por toda ajuda que me foram dadas ao longo desses anos.

Ao meu amigo **Pedro Calefi** pela amizade e ajuda na execução desse trabalho.

Agradeço ao meu amigo e companheiro de clínica **Renan Diego Furlan** pela convivência e por toda ajuda dada ao longo do meu mestrado.

Aos meus amigos de turma do mestrado, **Pedro, Gabriela, Jéssica** e **Evelyn** muito obrigado pela convivência, rizadas, amizade e aprendizado ao longo desses dois anos.

Agradeço a todos os alunos de pós-graduação do departamento de endodontia da FOB – USP, pela amizade, convivência e parceria.

Agradeço a **Faculdade de Odontologia de Bauru – USP** e a **CnPq**.

**“Quanto mais aumenta nosso conhecimento,
mais evidente fica nossa ignorância”.**

(John F. Kennedy)

ABSTRACT

Introduction: In this study, two experimental NiTi rotary instruments manufactured with Blue and Gold heat treatment and with the same design were used. The influence of temperature on the properties of torsional strength and angular deflection was evaluated.

Methods: Forty experimental Niti instruments with Blue and Gold heat treatment were used (n= 20). Torsional strength and angular deflection to fracture at room temperature ($21^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$) and body temperature ($36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$) were evaluated. Torsional testing was performed on the 3 mm tip of the instruments according to ISO 3630-1. The fractured surface of each instrument was observed by scanning electron microscope (SEM). The data were analyzed using the unpaired t test for inter and intra-group comparison and level of significance 5%.

Results: The temperature at 21°C did not show significant difference in the comparison inter-groups the torsional strenght and angular deflection between Blue and Gold instruments ($P > 0.05$). The intragroup results, at 21°C and 36°C , showed that there was no significant difference in the torsional properties of the Blue and Gold instruments ($P > 0.05$). In the intergroup comparison at 36°C , it was observed that the Blue instruments showed significantly less angular deflection than the NiTi Gold Instruments ($P < 0.05$).

Conclusion: The experimental instruments manufactured with heat treatment Blue and Gold were not affected by the temperature in the torsional properties. The angular deflection of Niti experimental instruments with Blue treatment was significantly lower than Gold instruments at 36°C .

Keywords: Nickel-Titanium, torsional fatigue, body temperature, heat treatment

RESUMO

Introdução: Foi utilizado nesse estudo dois instrumentos rotatórios experimentais de NiTi fabricados com tratamento térmico Blue e Gold, apresentando o mesmo design. Foi avaliada a influência da temperatura nas propriedades de força de torção e deflexão angular.

Métodos: Quarenta instrumentos experimentais de Niti com tratamento térmico Blue e Gold foram usados (n= 20). Foi avaliada a resistência torcional e a deflexão angular até a fratura na temperatura ambiente ($21^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$) e corporal ($36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$). O teste torcional foi realizado nos 3 mm da ponta dos instrumentos de acordo com a ISO 3630-1. A superfície fraturada de cada instrumento foi observada pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os dados foram analisados por meio do teste t não pareado para a comparação inter e intragrupos e o nível de significância à 5%.

Resultados: Na temperatura de 21°C não houve diferença significativa na comparação intergrupo para a resistência à torção e deflexão angular entre instrumentos Blue e Gold ($P>0.05$). Os resultados intragrupo, à 21°C e 36°C , não mostraram diferença significativa nas propriedades torcionais dos instrumentos Blue e Gold ($P>0.05$). Na comparação intergrupo à 36°C observou-se que os instrumentos Blue apresentaram significativamente menor deflexão do que os Instrumentos de NiTi Gold ($P<0.05$).

Conclusão: Os instrumentos experimentais fabricados com tratamento térmico Blue e Gold não foram afetados pela temperatura nas propriedades torcionais. Foi significativamente menor a deflexão angular dos instrumentos experimentais de Niti com tratamento Blue do que os instrumentos Gold à 36°C .

Palavras-chave: Níquel-Titânio, fadiga torsional, temperatura corporal, tratamento térmico

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	11
2	ARTIGO.....	19
3	DISCUSSÃO.....	39
4	CONCLUSÃO.....	45
	REFERÊNCIAS	49
	APÊNDICE	57

1 INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

O aço inoxidável foi difundido na fabricação de instrumentos endodônticos em 1961 (Cohen & Hargreaves, 2011; Lopes & Siqueira, 2015). Essas ligas são fabricadas com aço inoxidável austenítico, com variações dependendo de seu fabricante (Lopes & Siqueira, 2015). Para a produção de instrumentos endodônticos de aço inoxidável é recomendada a especificação número 29 da ANSI/ADA de 1976, série American Iron and Steel Institute 301, 302 e 303 (Lopes & Siqueira, 2015).

Uma das desvantagens do aço inoxidável é apresentar uma maior rigidez, ocasionando muitas vezes durante a instrumentação de canais curvos o desvio do trajeto do canal. Quanto maior a resistência à deformação elástica maior a força contra a parede dentinária, provocando assim, uma maior prevalência de deslocamento do preparo apical (Bergmans, 2001). Em busca de um material com características mecânicas superiores ao aço inoxidável o níquel-titânio passou a ser pesquisado para o uso na odontologia.

O níquel-titânio (NiTi) foi descoberto no Laboratório de Artilharia Naval da Marinha Americana, sendo denominado de nitinol (acrônimo de Níquel-titânio Naval Ordnance Laboratory) (Buehler *et al.*, 1963). Civjan *et al.* (1975), coronel-dentista da Marinha Americana, foi o primeiro a estudar as propriedades mecânicas e o uso destas ligas para a odontologia.

Os instrumentos fabricados de níquel-titânio (NiTi) foram introduzidos no mercado em 1988, apresentando uma maior flexibilidade e resistência torcional em relação aos instrumentos de aço inoxidável, essas ligas são compostas aproximadamente de 56% níquel e 44% titânio (Walia *et al.*, 1988; Thompson, 2000). O NiTi apresenta como características um menor módulo de elasticidade e maior resistência à deformação plástica e a fratura do que os instrumentos de aço inoxidável. A força necessária para curvar um instrumento de aço inoxidável de ponta 25 é igual ao de um número 45 de NiTi, com design idêntico (Lopes & Siqueira, 2015).

Após a introdução dos instrumentos manuais de NiTi surgiram os instrumentos acionados à motor com o movimento rotatório, tornando o tratamento mais rápido e previsível, facilitando assim a prática endodôntica (Plotino *et al.*, 2009; Peters, 2001).

Em 1992 foi apresentado o primeiro instrumento rotatório de NiTi com conicidade 0.02, sendo este desenvolvido por John McSpadden. Em 1994 foi lançado os instrumentos com a conicidade 0.04, a partir disso surgiram vários instrumentos rotatórios de NiTi (Haapasalo, Shen, 2013).

Porém, mesmo com a melhoria nas características desses instrumentos ainda se depara com sua fratura (Pruett *et al.*, 1997; Sattapan *et al.*, 2000; Plotino *et al.*, 2009; Gutmann & Gao 2012). A fratura dos instrumentos pode ocorrer por fadiga cíclica e torcional (Sattapan *et al.*, 2000; Alfouzan & Jamleh, 2018). A fadiga cíclica ocorre quando um instrumento se encontra dentro de um canal curvo e o mesmo é submetido a um estresse contínuo no seu ponto máximo de flexão (Sattapan *et al.*, 2000; Alfouzan & Jamleh 2018). A fadiga torcional ocorre quando a ponta do instrumento se prende nas paredes dentinárias e o motor continua seu movimento de rotação (Sattapan *et al.*, 2000; Alfouzan & Jamleh, 2018).

A liga de NiTi pode apresentar-se em duas fases, a austenítica e martensítica (Shen *et al.* 2013). Essa liga apresenta como características a superelasticidade (SE) e efeito de memória de forma (SME), sendo que essas propriedades ocorrem na transformação da fase austenítica para martensítica, sendo que essa transformação de fase pode ocorrer por uma indução de stress ou pela temperatura (Zupanc *et al.*, 2018). Uma das propriedades da fase martensítica é uma maior flexibilidade, pois apresenta um menor módulo de elasticidade em relação a fase austenítica (Ammon, 2014). Antes da transformação da fase austenítica para a martensítica tem-se uma fase intermediária, a fase R, apresentando uma estrutura romboédrica (Zupanc *et al.*, 2018).

Um dos grandes avanços tecnológicos presentes na endodontia atual é o tratamento térmico dos instrumentos endodônticos de NiTi, melhorando suas propriedades mecânicas (Schäfer, 2001; Schäfer & Lohmann, 2002; Pedullà *et al.*, 2016; De-Deus *et al.*, 2017; Alfouzan & Jamleh, 2018; Zupanc *et al.*, 2018).

Porém, além do tratamento térmico da liga de NiTi outros fatores influenciam nas suas propriedades, como a secção transversal, tipo do núcleo, desenho, taper, cinemática do movimento, diminuindo assim a chance de acidentes durante o tratamento endodôntico, como por exemplo a fratura (Shen *et al.*, 2006; Grande *et al.*, 2006; Testarelli *et al.*, 2011; Grande *et al.*, 2015; Pedullà *et al.*, 2016).

Vários instrumentos estão disponíveis atualmente no mercado, de diversos fabricantes, com variados tratamentos térmicos como a M-Wire, que é uma liga de NiTi que apresenta na sua composição a maioria na fase austenítica com pequenas quantidades em fase R e martensítica; fase R, uma fase entre a austenítica e martensítica, possibilita sua fabricação por torção sendo que esses instrumentos durante seu uso clínico apresentam-se na fase austenítica; ligas com tratamento térmico CM wire, tecnologia Blue e Gold, a composição dessas ligas apresentam-se a maioria na fase Martensítica com pequenas quantidades de fase R e austenítica, tendo como característica o efeito de controle de memória; tratamento Max Wire, com a fase martensítica à 20°C e Austenítica à 35°C (Zupanc *et al.*, 2018; Silva *et al.*, 2019).

A cor da liga irá depender do tipo do seu tratamento térmico. Essa variação da cor ocorre devido a espessura da camada de óxido de titânio formada durante o tratamento térmico e mecânico do instrumento (Hu *et al.*, 2014).

Além disso, o mercado disponibiliza instrumentos fabricados com tratamento térmico de controle de memória, porém produzidos por um método de usinagem por eletro-descarga (EDM) que por descargas de alta frequência provocam erosões térmicas, derretendo e evaporando partes do instrumento (Jameson, 2001; Liu, 2003). O HyFlex EDM (Coltene) foi o primeiro instrumento endodôntico fabricado pelo processo de eletro-descarga (Iacono *et al.*, 2017).

O instrumento HyFlex EDM apresenta em sua composição uma maior quantidade de martensita e fase R, sendo um instrumento com a tecnologia de controle de memória, porém com uma usinagem diferente da HyFlex CM. O HyFlex EDM apresenta um aumento na temperatura de transformação em relação a Hyflex CM e uma melhoria nas suas propriedades mecânicas. (Iacono *et al.*, 2017).

A temperatura de transformação varia dependendo do tratamento térmico-mecânico da liga de NiTi. Tem-se a temperatura de transformação austenítica inicial, quando em determinada temperatura a liga de Niti inicia a transformação de martensítica para austenítica, a temperatura austenítica final é quando a liga é exposta a uma temperatura que proporciona uma transformação total para austenítica. Essa transformação de martensítica para austenítica ocorre pelo aumento da temperatura. A temperatura de transformação martensítica inicial ocorre quando a liga é exposta à

uma temperatura onde inicia-se a transformação de austenítica para martensítica. A temperatura de transformação martensítica final ocorre quando essa liga está totalmente na fase martensítica. Essa transformação para martensítica ocorre com o resfriamento da temperatura (Zupanc *et al.* 2018). A temperatura de transformação influencia clinicamente nas propriedades mecânicas do instrumento.

As ligas de Niti convencionais e M-wire apresentam uma menor resistência a fadiga cíclica que as CM wire, Blue e Gold (Zupanc *et al.* 2018, Plotino *et al.* 2018).

Elnaghy *et al.* (2016) compararam o instrumento ProTaper Gold (PTG; Dentsply Sirona, Ballaigues, Suíça) com ProTaper Universal (PTU), sistemas que apresentam o mesmo design e sequência, porém uma fabricada com NiTi convencional e a outra com tratamento térmico Gold. A protaper Gold apresentou melhor resistência à fadiga cíclica, porém menor resistência torcional.

Existe uma variação na temperatura de transformação dependendo do tratamento térmico da liga de NiTi, sendo que a liga convencional se apresenta na fase austenítica nas condições clínicas e as ligas com tratamento térmico apresentam a presença variável de fases R e Martensítica, conferindo ao instrumento tratado uma maior flexibilidade e melhoria em suas propriedades mecânicas (Shen *et al.* 2011, Pereira *et al.* 2012, Iacono *et al.* 2017).

Estudos demonstraram que embora os tratamentos térmicos tenham melhorado as propriedades mecânicas do NiTi, devido uma maior porcentagem de fase martensítica em sua composição em comparação com o NiTi convencional (Gao *et al.*, 2012; Shen *et al.*, 2013), essa presença de fase martensítica pode ser afetada dependendo da temperatura que o instrumento é exposto (Hieawy *et al.*, 2015, Klymus *et al.*, 2018).

A temperatura corporal pode afetar drasticamente a resistência à fadiga cíclica dos instrumentos de NiTi com tratamento térmico (Hieawy *et al.*, 2015, Klymus *et al.*, 2018, Zupanc *et al.*, 2018), pois dependendo do tratamento térmico do instrumento, a temperatura de transformação austenítica final será alterada, e conseqüentemente apresentará maior ou menor flexibilidade no interior do canal radicular (Plotino *et al.*, 2018, Zupanc *et al.*, 2018). Klymus *et al.* (2018) demonstraram que instrumentos confeccionados com tratamento térmico Blue e Gold apresentam uma redução 50% e

19% respectivamente, da resistência a fadiga cíclica em temperatura corporal em comparação com a temperatura ambiente.

Embora o efeito da temperatura corporal na fadiga cíclica dos instrumentos de NiTi tenha sido amplamente explorado, há uma escassez de resultados sobre o efeito real da temperatura corporal nas propriedades torcionais dos instrumentos de NiTi.

Estudos prévios mostraram que instrumentos com tratamento térmico da liga de Niti apresentam maior deflexão angular, porém menor resistência à fadiga torcional em relação aos fabricados de NiTi convencional (Acosta *et al.* 2017, Pedulla *et al.* 2018). Porém esses estudos foram realizados apenas na temperatura ambiente.

Jamleh *et al.* (2019) compararam a resistência da fadiga cíclica e torcional na temperatura corporal ($35 \pm 1\text{C}^\circ$) de dois sistemas com design e tratamento térmico semelhantes, EdgeTaper Platinum (EdgeEndo, Albuquerque, NM, US) e ProTaper Gold (PTG; Dentsply Sirona, Ballaigues, Switzerland). Os resultados mostraram uma maior resistência à fadiga cíclica do instrumento Edge Taper Platinum. Contudo, o Protaper Gold apresentou uma melhor resistência torcional. Pode-se observar que esses dois instrumentos apresentam design e tratamentos térmicos semelhantes, porém não idênticos, sendo também de diferentes fabricantes. Isso pode ter sido um fator importante na influência dos resultados e também pelo fato desse estudo não ter comparado a temperatura ambiente com a corporal.

Silva *et al.* (2019) avaliaram a influência da temperatura na resistência torcional dos instrumentos de NiTi convencionais e com tratamento térmico (controle de memória) e design idêntico. Os instrumentos utilizados foram o Prodesing R 25.06 com NiTi convencional (Easy Equipamentos Odontológicos, Belo Horizonte, Brasil) e o Prodesing R 25.06 com tratamento térmico CM wire (Easy Equipamentos Odontológicos, Belo Horizonte, Brasil), nas temperaturas de 21C° e 35C° . Os resultados mostraram que a temperatura corporal não afetou a resistência à torção e deflexão angular dos instrumentos, porém os com tratamento térmico apresentaram menor resistência torcional e maior deflexão angular em relação aos instrumentos de NiTi convencional. As ligas CM wire apresentaram uma menor rugosidade.

Devido à escassez de trabalhos sobre a influência da temperatura na resistência torcional, o objetivo deste estudo foi avaliar a influência da temperatura e do tratamento térmico na resistência torcional de instrumentos com design idênticos e

fabricados com tecnologia Blue e Gold. A hipótese nula foi a seguinte: (1) não há diferença significativa nas propriedades de torção dos instrumentos nas temperaturas de 21 ° C e 36 ° C, e (2) não há diferença entre os instrumentos nas duas temperaturas testadas.

2 ARTIGO

2 ARTIGO

O artigo que compõe esta dissertação foi desenvolvido de acordo com as normas de publicação da revista *International Endodontic Journal*.

R. B. Osaki¹; C. M. Bramante¹; R. R. Vivan¹; M. P. Alcalde¹; P. H. S. Calefi¹; R. D. Furlan¹; M. A. H. Duarte¹

Influence of temperature on the torsional properties of two thermally treated NiTi rotary instruments

1 Department of Operative Dentistry, Endodontics and Dental Materials, Bauru School of Dentistry, University of São Paulo, Bauru, SP, Brazil.

Author for correspondence:

Roberto Barreto Osaki

roberto_osaki@usp.br

Al. Octávio Pinheiro Brisolla, 9-75, 17012-901, Bauru, SP, Brazil,

Telephone: +55 14 32358344

E-mail: roberto_osaki@usp.br

Abstract

Objective: The aim of this study was to evaluate the influence of temperature on the torsional properties (torsional strength and angular deflection) of two experimental NiTi rotary instruments manufactured from Blue and Gold thermal treatments and with identical design.

Methods: A total of 40 experimental NiTi instruments manufactured with Blue and Gold thermal treatment were used (n=20). The torsional test was performed in the 3 mm from the instruments tip according to ISO 3630-1. The torsional test evaluated the torsional strength and angular deflection to failure at room temperature ($21^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$) and body temperature ($36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$). The fractured surface of each fragment was observed by using scanning electron microscopy (SEM). Data were analyzed using unpaired t test for inter and intra-group comparison and level of significance was set at 5%.

Results: The inter-group comparison at room temperature showed that there was no significant differences regarding the torsional strength and angular deflection between Blue and Gold NiTi instruments ($P>0.05$). The intra-group comparison showed that there was no significant difference in the torsional properties of the Blue and Gold instrument at 36°C temperature in comparison with room temperature at 21°C ($P>0.05$). The inter-group comparison at 36°C temperature showed that Blue NiTi instruments presented significantly less angular deflection than Gold NiTi instruments ($P<0.05$).

Conclusion: The temperature did not affect the torsional properties of the experimental instruments manufactured from similar Blue and Gold technology. The Blue NiTi instruments presented significantly lower angular deflection than Gold instruments at 36°C temperature.

Keywords: Nickel-Titanium, Torsional fatigue, Body temperature, thermal treatment

Introduction

The NiTi engine-driven instruments ensure safe and efficient root canal preparation of curved canals (Peters 2004, Gao *et al.* 2012). However, the risk of instrument separation continues to be a concernment for the clinicians due to this occurrence could affect the clinical outcome of endodontic treatment (Lopes *et al.* 2013, Pérez-Higueras *et al.* 2013).

The instruments separation can occur by cyclic and torsional fatigue (Sattapan *et al.* 2000, Alfouzan & Jamleh 2018). The cyclic fatigue occurs when the instruments are rotating inside a curved root canal and is submitted to continue force of compression and traction at the maximum point of the curvature (Sattapan *et al.* 2000, Alfouzan & Jamleh 2018). The torsional fatigue occurs during instruments rotation and the tip locks on the root canal walls (Sattapan *et al.* 2000, Alfouzan & Jamleh 2018). Regardless of the cause of instrument failure, the risk should be reduced (Alfouzan & Jamleh 2018).

The thermal treatment of the NiTi has been widely used for manufacturing of the engine-driven NiTi instrument to improve the mechanical properties (Alfouzan & Jamleh 2018, Zupanc *et al.* 2018). In addition, the manufacturers have modified the instruments design (cross-section, taper, diameter of core), which has a strong influence with the mechanical properties of them (Lopes *et al.* 2013, Pérez-Higueras *et al.* 2013, Shen *et al.* 2013, Kaval *et al.* 2016). Therefore, to evaluate the influence of the thermal treatments on the mechanical properties of the NiTi instruments, it would be ideal to use instruments with identical design (cross-section, taper, diameter of core).

Previous studies have shown that the cyclic fatigue resistance of the NiTi instruments is affected when exposed of body temperature (Bahia *et al.* 2006, Hieawy *et al.* 2015, Zupanc *et al.* 2018). This fact could be explained because the thermal treatments present different temperature of austenite-martensite transformation, affecting the flexibility (Zupanc *et al.* 2018). Klymus *et al.* (2018) reported that Blue and Gold thermal treatment presented 50% and 19% of reduction on their cyclic fatigue resistance when exposed by body temperature, respectively. However, there is few information regarding the real impact of the temperature on the torsional properties of the NiTi instruments manufactured from different thermal treatment (Silva *et al.* 2019).

Silva *et al.* (2019) evaluated the impact of temperature on the torsional properties of NiTi instruments manufactured from conventional and controlled memory technology with identical design. The authors concluded that the body temperature did not affect the torsional strength and angular deflection of the instruments. There are no reports evaluating the impact of body temperature on the torsional properties of instruments manufactured from Gold and Blue technology. The aim of this study was to evaluate the impact of body temperature on the torsional properties of experimental instruments manufactured from Blue and Gold technology and with identical design. The null hypothesis were as follows: (1) there is no significant difference on torsional properties of the instruments at 21 °C and 36 °C temperature, and (2) there would be no difference between the instruments at both temperatures tested.

Methods

Prior to the torsional tests, sample calculation was performed using G*Power v3.1 for Mac (Heinrich Heine, University of Düsseldorf) and selecting the Wilcoxon–Mann-Whitney test of the *t*-test family. An alpha-type error of 0.05, a beta power of 0.95, and an N2/N1 ratio of 1 were also stipulated. A total of 10 samples per group were indicated as the ideal size required for noting significant differences.

A total of 40 NiTi instruments representing the two experimental rotary instruments ($n = 20$ per system) were used in this study. The experimental NiTi instruments were manufactured by Blue (EB) and Gold (EG) technology (Mk Life, Porto Alegre, Brazil). The instruments presented identical geometric features (triangular cross-section design, taper 0.06 mm/mm, 0.25 mm of tip diameter and 25mm long). Each instrument was inspected for defects or deformities before being tested under a stereomicroscope (Carls Zeiss, LLC, EUA) at 16x magnification; none of them were discarded.

Torsional fatigue test

The torsion tests were performed based on the International Organization for Standardization ISO 3630-1 (1992) specification using a torsion machine as previously described (Alcalde *et al.* 2017, Alcalde *et al.* 2018a, Alcalde *et al.* 2018b). A total of 40 instruments of each type ($n = 20$; 25 mm of length) were used to establish maximum

torque torsional strength and angular deflection to failure under two experimental conditions, at room temperature ($21^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$) and body temperature ($36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$).

The room temperature ($21^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$) was maintained by an air conditioner and monitored by a digital thermometer and one digital contact thermometer the temperature of the instrument. For the torsional test at body temperature ($36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$), a cabinet was mounted over the torsional machine device and incandescent light (100watt and 110V) was coupled for heating the cabinet (Fig. 1). The temperature of the cabinet and of the instrument were also monitored. Then, when both temperatures were the same, the light was turned off and the torsional test was started.

The three-millimeter length of the instrument tip was clamped into a mandrel connected to a geared motor. The torque values were assessed by measuring the force exerted on a small load cell by a lever arm linked to the torsion axis. The geared motor operated in the clockwise direction at a speed set to 2 rpm. All data were recorded by a specific program of the machine (MicroTorque; Analógica, Belo Horizonte, Brazil).

SEM Evaluation

The fractured surfaces of all the instruments were examined by scanning electron microscopy (JEOL, JSM-TLLOA, Tokyo, Japan) to determine the topographic features of the fragments after torsional fatigue tests. Before SEM evaluation, the instruments were ultrasonically cleaned to remove debris. The fractured surfaces of the instruments subjected to were assessed at 200 x and at 1000x magnification at the centers of the surfaces of the instruments.

Statistical analysis

The data were first examined using the Kolmogorov-smirnov test for analyze the normality of distribution. The results were analyzed using unpaired t-test, and the level of significance was set at 5%. The Prism 6.0 software (GraphPad Software Inc., La Jolla, CA, USA) was used as the analytical tool.

Results

Torsional fatigue test

The mean and standard deviations of the torsional test at 21 °C and 36 °C temperature (torsional strength and angular deflection) are presented in Table 1. The inter-group comparison at 21 °C temperature showed that there were no significant differences regarding the torsional strength and angular deflection between Blue and Gold NiTi instruments ($P>0.05$). In addition, the intra-group comparison showed that there were no significant difference in the torsional properties of the Blue and Gold instrument at body temperature in comparison with 21 °C temperature ($P>0.05$). The inter-group comparison at 36 °C temperature showed that Blue NiTi instruments presented significantly less angular deflection than Gold NiTi instruments ($P<0.05$).

SEM Evaluation

Scanning electron microscopy of the fragment surfaces showed similar and typical features of torsional failure for all instruments tested. All the instruments showed abrasion marks and fibrous dimples near the center of rotation (Fig. 2).

Discussion

The impact of temperature on the cyclic fatigue resistance of NiTi engine-driven instruments has been extensively evaluated (de Vasconcelos *et al.* 2016, Klymus *et al.* 2018, Yılmaz *et al.* 2018, Arias *et al.* 2019). However, there is a few information regarding the effect of the temperature on the torsional properties of instruments manufactured from different thermal treatment, blue and gold. Therefore, the aim of this study was to evaluate the torsional properties of NiTi instruments manufactured from Gold and Blue technology, at 21 °C and 36 °C temperature.

The torsional test was performed according ISO 3630-1 specification, which was previously reported (Alcalde *et al.* 2017, Alcalde *et al.* 2018a, Alcalde *et al.* 2018b). There is only one study that evaluated the torsional resistance at body and room temperature (Silva *et al.* 2019), and this study used the same methodology with some modifications. Despite this methodology did no used the instruments immersed in the

water bath, the temperature of the instruments and the room was totally controlled at the cabinet by digital thermometers. In addition, the test was performed only when the instrument and the room were at same temperature. The 3 mm of the tips of the instruments were fixed and a continuous rotation of 2 RPM was applied and the torsional strength and angular deflection were measured. Other important information is that the instruments used of this study presented the same design features (core diameter, cross-section design, tip diameter), which allowed to evaluated only the difference between the thermal treatments.

The first results of this study showed that there was no significant difference in the torsional properties of the instruments at 21°C and 36°C temperature ($P>0.05$). The results of this study are in agreement with Silva *et al.* (2019), which reported that the temperature did not affect the torsional properties of instruments manufactured with conventional NiTi and controlled memory technology. Therefore, it could be suggested that the torsional properties of NiTi instruments manufactured by Blue and Gold technology are not affected by temperature.

The second part of this study compared (inter-group) that the torsional strength and angular deflection between the Blue and Gold experimental instruments at 21 °C and 36 °C temperature. The results showed there was significant difference between the instruments manufactured from Gold technology regarding the angular deflection only at body temperature ($P<0.05$). Therefore, our second null hypothesis was rejected. Although previous studies reported that NiTi instruments with manufactured with Blue technology presented greater flexibility than Gold treatment at body temperature (Alcalde *et al.* 2018b, Klymus *et al.* 2018, Al-Obaida *et al.* 2019), our results opposes it. The possible explanation could be related that these studies used instruments with a different design, which affect the mechanical properties of the instruments. The results of this study suggest that instruments manufactured with Gold and Blue technology present similar torsional properties at room temperature. However, at 36 °C temperature the instruments manufactured with Blue technology presented a significant lower angular deflection ($P<0.05$). The possible explanation of the results could be related with temperature of austenite and martensite transformation. Previous studies reported that the final temperature of austenite transformation (A_f) of Blue technology ranges from 34.42 - 38,5 °C, whereas of Gold technology ranges 50.1 °C (Shen *et al.* 2015, Hieawy *et al.* 2015, Plotino *et al.* 2018). Probably, the difference of A_f Blue technology induced less percentage of martensite

phase at body temperature, which affects the flexibility of the instruments and reducing the deformation capacity of the NiTi (de Vasconcelos *et al.* 2016, Klymus *et al.* 2018, Zupanc *et al.* 2018).

The torsional properties of NiTi instruments should be considered during root canal preparation of constricted canal. The results of this study suggested that both instruments test would have similar torsional behaviour during root canal preparation. However, the greater angular deflection of Gold instruments could provide a clinical indication of plastic or imminent fracture.

Conclusion

In conclusion, with the limitation of this study, the body temperature did not affect the torsional properties of the experimental instruments manufactured from similar Blue and Gold technology. In the angular deflection Blue NiTi instruments presented significantly lower angular deflection than Gold instruments at 36°C temperature.

Scanning electron microscopy of the fragment surfaces showed similar and typical features of torsional failure for all instruments tested. All the instruments showed abrasion marks and fibrous dimples near the center of rotation (Fig. 2).

References

Al-Obaida MI, Merdad K, Alanazi MS et al. (2019) Comparison of Cyclic Fatigue Resistance of 5 Heat-treated Nickel-titanium Reciprocating Systems in Canals with Single and Double Curvatures. *Journal of Endodontics* **45**, 1237-1241.

Alcalde MP, Duarte MAH, Bramante CM et al. (2018a) Torsional fatigue resistance of pathfinding instruments manufactured from several nickel-titanium alloys. *International Endodontic Journal* **51**, 697-704.

Alcalde MP, Duarte MAH, Bramante CM et al. (2018b) Cyclic fatigue and torsional strength of three different thermally treated reciprocating nickel-titanium instruments. *Clinical Oral Investigations* **22**, 1865-1871.

Alcalde MP, Tanomaru-Filho M, Bramante CM et al. (2017) Cyclic and Torsional Fatigue Resistance of Reciprocating Single Files Manufactured by Different Nickel-titanium Alloys. *Journal of Endodontics* **43**, 1186-91.

Alfouzan K, Jamleh A (2018) Fracture of nickel titanium rotary instrument during root canal treatment and re-treatment: a 5-year retrospective study. *International Endodontic Journal* **51**, 157-63.

Arias A, Hejlawy S, Murphy S, Jose C, Govindjee S, Peters OA (2019) Variable impact by ambient temperature on fatigue resistance of heat-treated nickel titanium instruments. *Clinical Oral Investigations* **23**, 1101-8.

Bahia MGA, Melo MC, Buono VTL (2006) Influence of simulated clinical use on the torsional behavior of nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology* **101**, 675-80.

de Vasconcelos RA, Murphy S, Carvalho CA, Govindjee RG, Govindjee S, Peters OA (2016) Evidence for Reduced Fatigue Resistance of Contemporary Rotary Instruments Exposed to Body Temperature. *Journal of Endodontics* **42**, 782-7.

Gao Y, Gutmann JL, Wilkinson K, Maxwell R, Ammon D (2012) Evaluation of the impact of raw materials on the fatigue and mechanical properties of ProFile Vortex rotary instruments. *Journal of Endodontics* **38**, 398-401.

Hieawy A, Haapasalo M, Zhou H, Wang Z-j, Shen Y (2015) Phase transformation behavior and resistance to bending and cyclic fatigue of ProTaper Gold and ProTaper Universal instruments. *Journal of Endodontics* **41**, 1134-8.

Kaval ME, Capar ID, Ertas H (2016) Evaluation of the Cyclic Fatigue and Torsional Resistance of Novel Nickel-Titanium Rotary Files with Various Alloy Properties. *Journal of Endodontics* **42**, 1840-3.

Keskin C, Inan U, Demiral M, Keles A (2017) Cyclic Fatigue Resistance of Reciproc Blue, Reciproc, and WaveOne Gold Reciprocating Instruments. *Journal of Endodontics* **43**, 1360-3.

Klymus ME, Alcalde MP, Vivian RR, Só MVR, de Vasconcelos BC, Duarte MAH (2018) Effect of temperature on the cyclic fatigue resistance of thermally treated reciprocating instruments. *Clinical Oral Investigations* **23**, 3047-52.

Lopes HP, Gambarra-Soares T, Elias CN et al. (2013) Comparison of the mechanical properties of rotary instruments made of conventional nickel-titanium wire, M-wire, or nickel-titanium alloy in R-phase. *Journal of Endodontics* **39**, 516-20.

Pérez-Higueras JJ, Arias A, José C (2013) Cyclic fatigue resistance of K3, K3XF, and twisted file nickel-titanium files under continuous rotation or reciprocating motion. *Journal of Endodontics* **39**, 1585-8.

Peters OA (2004) Current challenges and concepts in the preparation of root canal systems: a review. *Journal of Endodontics* **30**, 559-67.

Plotino G, Grande NM, Testarelli L et al. (2018) Cyclic fatigue of Reciproc and Reciproc Blue nickel-titanium reciprocating files at different environmental temperatures. *Journal of Endodontics* **44**, 1549-52.

Sattapan B, Nervo GJ, Palamara JE, Messer HH (2000) Defects in rotary nickel-titanium files after clinical use. *Journal of Endodontics* **26**, 161-5.

Shen Y, Zhou HM, Zheng YF, Peng B, Haapasalo M (2013) Current challenges and concepts of the thermomechanical treatment of nickel-titanium instruments. *Journal of Endodontics* **39**, 163-72.

Silva E, Giraldes JFN, de Lima CO, Vieira VTL, Elias CN, Antunes HS (2019) Influence of heat treatment on torsional resistance and surface roughness of nickel-titanium instruments. *International Endodontic Journal*, doi: 10.1111/iej.13164 [Epub ahead of print].

Yılmaz K, Uslu G, Gündoğar M, Özyürek T, Grande N, Plotino G (2018) Cyclic fatigue resistances of several nickel-titanium glide path rotary and reciprocating instruments at body temperature. *International Endodontic Journal* **51**, 924-30.

Zupanc J, Vahdat-Pajouh N, Schafer E (2018) New thermomechanically treated NiTi alloys - a review. *International Endodontic Journal* **51**, 1088-103.

Figure legends

Figure 1: Representative image of the torsion machine test with the cabinet (A) and the inside view of the cabinet during torsional test (B).

Figure 2: SEM images of fractured fragments of (A-B and E-F) Blue and (C-D and G-H) Gold experimental NiTi instruments at room temperature and body temperature, respectively. The first column shows the front-view images of the instruments at 200x magnification. The second column shows the concentric abrasion mark at 1000x magnification, showing the skewed dimples near the center of rotation are typical feature of torsional failure.

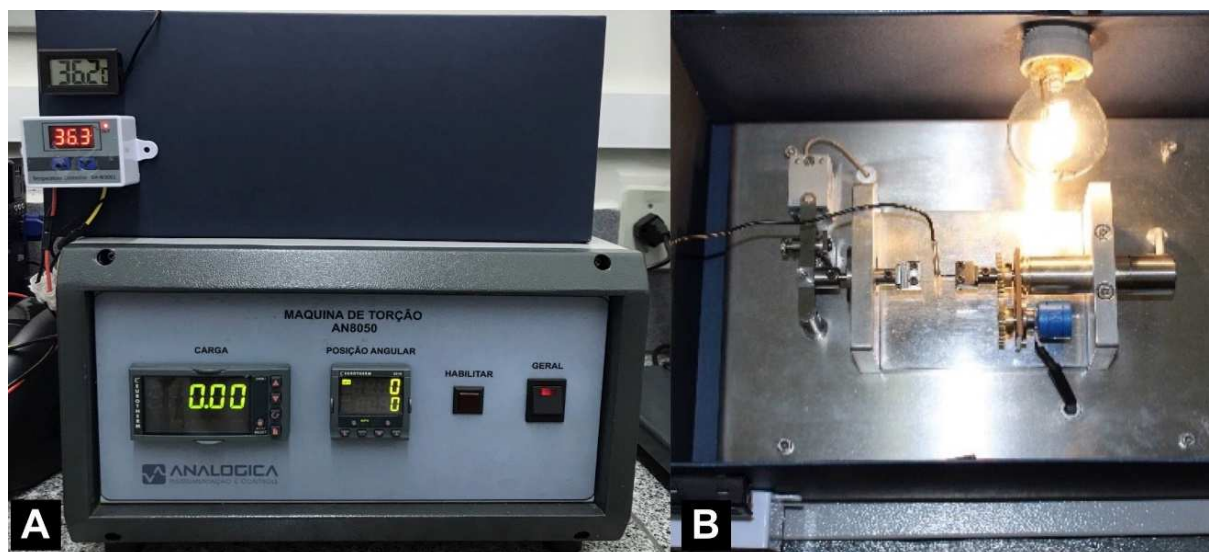


Figure 1: Representative image of the torsion machine test with the cabinet (A) and the inside view of the cabinet during torsional test (B).

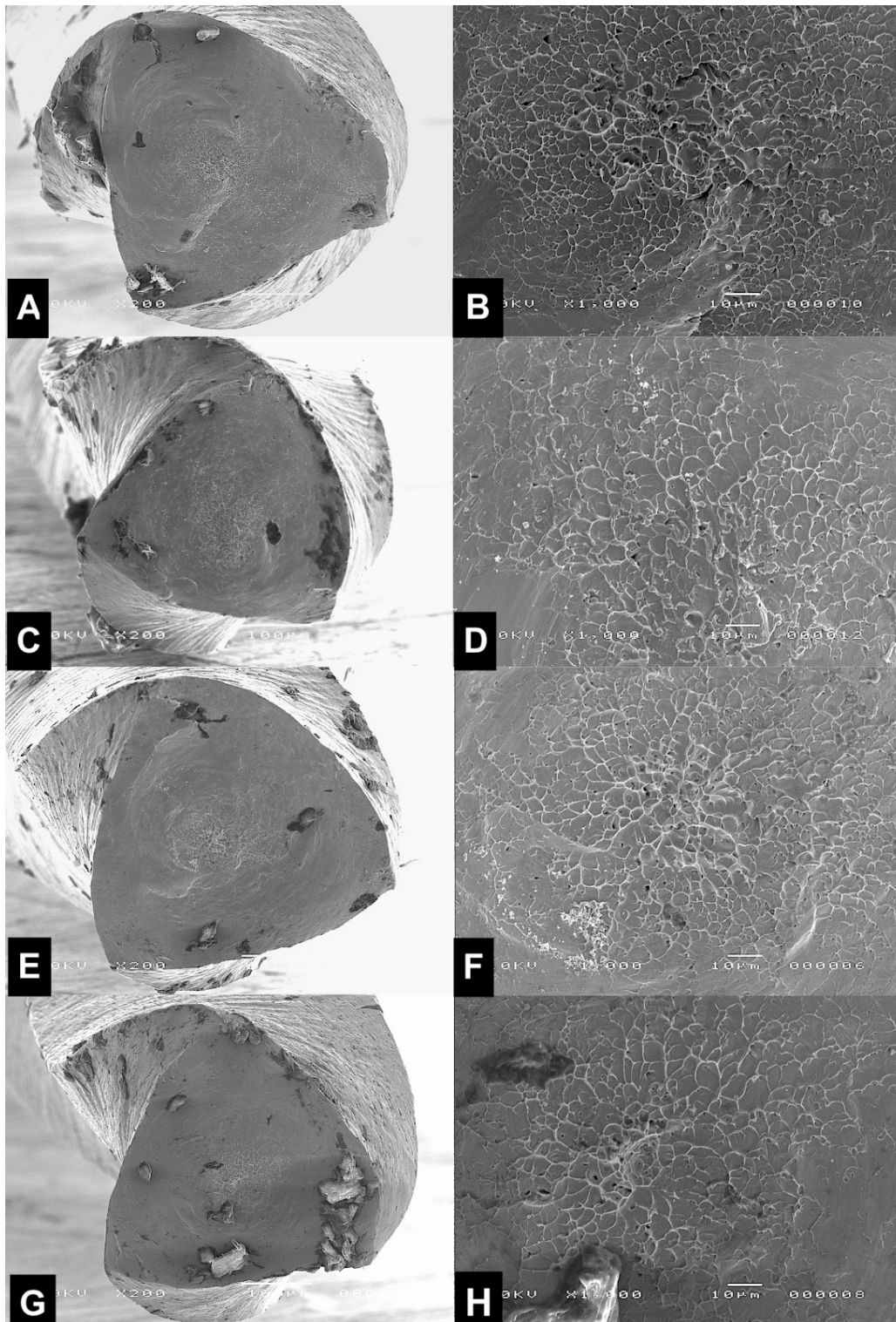


Figure 2: SEM images of fractured fragments of (A-B and E-F) Blue and (C-D and G-H) Gold experimental NiTi instruments at room temperature and body temperature, respectively. The first column shows the front-view images of the instruments at 200x magnification. The second column shows the concentric abrasion mark at 1000x magnification, showing the skewed dimples near the center of rotation are typical feature of torsional failure.

Table 1. Torque (N.cm) and angular deflection (°) of instruments tested (until the fracture of the instruments).

Instruments	Torsional fatigue							
	Torque (N.cm)				Angles (°)			
	21°C		36°C		21°C		36°C	
	Mean	SD	Mean	SD	Mean	SD	Mean	SD
EB 25.06	1,867 ^{a,A}	0,3445	1,683 ^{a,A}	0,4622	389,6 ^{a,A}	57,29	335,5 ^{a,A}	42,69
EG 25.06	1,700 ^{a,A}	0,3286	1,783 ^{a,A}	0,5776	401,0 ^{a,A}	51,66	393,7 ^{a,B}	22,49

EB (Experimental Blue instruments) and EG (Experimental Gold instruments)

SD, standard deviation.

Different superscript upper case letters in the same column indicate significant differences amongst groups ($P < 0.05$). Different superscript lower case letters in the same row indicate intragroup significant differences ($P < 0.05$).

3 DISCUSSÃO

3 DISCUSSÃO

Fabricantes tem desenvolvido diversos instrumentos com diferentes tratamentos térmicos, conicidade, secção transversal e diâmetro da ponta (Plotino *et al.*, 2009). O objetivo da fabricação de instrumentos com diferentes designs e tratamentos térmicos é melhorar as propriedades mecânicas, aumentando a segurança durante a instrumentação dos canais radiculares e assim diminuindo a incidência de fratura (Larsen *et al.*, 2009).

Além da influência do design e do tratamento térmico na resistência do instrumento, a temperatura também causa um impacto nas propriedades mecânicas da liga (Zupanc *et al.*, 2018). Existem vários estudos que demonstram a atuação da temperatura na resistência à fadiga cíclica (Bahia *et al.*, 2006; de Vasconcelos *et al.*, 2016; Klymus *et al.*, 2018; Yılmaz *et al.*, 2018; Plotino *et al.*, 2018; Arias *et al.*, 2019). Isso pode ser explicado pela variação da temperatura de transformação austenita – martensita existente nos diferentes tipos de tratamentos térmicos das ligas de NiTi, afetando a flexibilidade (Zupanc *et al.*, 2018). A temperatura de transformação austenítica inicial, é quando em determinada temperatura a liga de Niti inicia a transformação de martensítica para austenítica, a temperatura austenítica final é quando a liga é exposta a uma temperatura que proporciona uma transformação total para austenítica. Essa transformação de martensítica para austenítica ocorre pelo aumento da temperatura. A temperatura de transformação martensítica inicial ocorre quando a liga é exposta à uma temperatura onde inicia-se a transformação de austenítica para martensítica. A temperatura de transformação martensítica final ocorre quando essa liga está totalmente na fase martensítica. Essa transformação para martensítica ocorre com o resfriamento da temperatura (Zupanc *et al.*, 2018). A temperatura de transformação irá influenciar clinicamente nas propriedades mecânicas do instrumento.

Klymus *et al.* (2018) observaram que os instrumentos com tratamento térmico Gold apresentaram redução de 19% da resistência a fadiga cíclica na temperatura corporal e os instrumentos com tecnologia Blue uma redução de 50%. De acordo com esse estudo os instrumentos com tratamento térmico Gold sofrem uma menor perda de resistência, em relação aos instrumentos Blue, durante o seu uso clínico. Isso pode

ser explicado pela variação da temperatura de transformação austenita – martensita de cada liga. Estudos anteriores relataram que a temperatura final da transformação de austenita (A_f) da tecnologia Blue varia de 34.42 a 38,5 ° C, enquanto a tecnologia Gold de aproximadamente 50.1° C (Shen *et al.*, 2015; Hieawy *et al.*, 2015; Plotino *et al.*, 2018). Provavelmente, a diferença da tecnologia A_f Blue induziu menos porcentagem da fase de martensita à temperatura corporal, o que afeta a flexibilidade dos instrumentos e reduz a capacidade de deformação do NiTi (de Vasconcelos *et al.*, 2016; Klymus *et al.*, 2018; Zupanc *et al.*, 2018).

Existem poucos estudos avaliando a influência da temperatura na resistência torcional (Jamleh *et al.*, 2019; Silva *et al.*, 2019).

Devido escassez de estudos avaliando o impacto da temperatura na resistência torcional, esse trabalho teve como objetivo analisar a influência da temperatura na resistência à fadiga torcional dos instrumentos experimentais 25.06 Blue ((Mk Life, Porto Alegre, Brasil) e 25.06 Gold ((Mk Life, Porto Alegre, Brazil), todos com comprimento de 25mm. Devido a influência do design e do tratamento térmico nas propriedades mecânicas dos instrumentos de Niti (Plotino *et al.*, 2009; Zupanc *et al.*, 2018), esse estudo utilizou instrumentos com design idêntico e com diferentes tratamentos térmicos. Foram utilizados instrumentos com tratamento térmico Blue e Gold para avaliar o comportamento dos mesmos na temperatura ambiente (21°C ±1) e corporal (36°C ±1).

O teste de torção foi realizado de acordo com a especificação ISO 3630-1, relatada anteriormente (Bahia *et al.*, 2006; Alcalde *et al.*, 2017; Alcalde *et al.*, 2018^a; Alcalde *et al.*, 2018^b). Existe apenas um estudo que avaliou a resistência torcional na temperatura corporal e ambiente (Silva *et al.*, 2019), e este estudo utilizou a mesma metodologia com algumas modificações. Os instrumentos não foram imersos no banho-maria, sendo que a temperatura dos instrumentos e a do gabinete foram totalmente controlados por termômetros digitais. Além disso, o teste foi realizado apenas quando o instrumento e a o gabinete estavam na mesma temperatura. Os 3 mm das pontas dos instrumentos foram fixados e uma rotação contínua de 2 RPM foi aplicada e a força de torção e a deflexão angular foram medidas. Outra informação importante é que os instrumentos utilizados neste estudo apresentavam o mesmo design (diâmetro do núcleo, seção transversal, diâmetro da ponta), o que permitiu avaliar apenas a diferença entre os tratamentos térmicos.

Na primeira etapa foi observado nesse estudo que não houve diferença significativa nas propriedades torcionais dos instrumentos nas temperaturas de 21 °C e 36 °C ($P > 0,05$). Esse resultado vai de acordo com Silva *et al.* (2019), os quais mostraram que a temperatura não afetou as propriedades de torção de instrumentos fabricados com NiTi convencional e com memória controlada. Pode-se sugerir que as propriedades torcionais dos instrumentos de NiTi fabricados com tratamento térmico Blue e Gold não são afetadas pela temperatura.

Em uma segunda etapa, foi comparada (intergrupo) a força de torção e a deflexão angular entre os instrumentos experimentais Blue e Gold nas temperaturas de 21 °C e 36 °C. Os resultados mostraram que houve diferença significativa entre os instrumentos fabricados com a tecnologia Gold em relação à deflexão angular apenas à temperatura de 36 °C ($P < 0,05$). Portanto, nossa segunda hipótese nula foi rejeitada. Embora estudos anteriores tenham relatado que os instrumentos NiTi fabricados com a tecnologia Blue apresentavam maior flexibilidade do que o com tratamento Gold à temperatura corporal (Alcalde *et al.*, 2018b; Klymus *et al.*, 2018; Al-Obaida *et al.*, 2019), nossos resultados se opõem. A possível explicação pode estar relacionada ao fato desses estudos terem utilizado instrumentos com um design diferente, que afetam as propriedades mecânicas dos instrumentos. Os resultados deste estudo sugerem que instrumentos fabricados com as tecnologias Gold e Blue apresentam propriedades torcionais semelhantes na temperatura ambiente. No entanto, na temperatura de 36 °C, os instrumentos fabricados com a tecnologia Blue apresentaram uma deflexão angular inferior significativa ($P < 0,05$). A possível explicação dos resultados pode estar relacionada à temperatura da transformação de austenita e martensita. Estudos anteriores relataram que a temperatura final da transformação de austenita (A_f) da tecnologia Blue varia de 34,42 a 38,5 °C, enquanto a tecnologia Gold de aproximadamente 50,1 °C (Shen *et al.*, 2015; Hieawy *et al.*, 2015; Plotino *et al.*, 2018). Provavelmente, a diferença da tecnologia A_f Blue induziu menos porcentagem da fase de martensita à temperatura corporal, o que afeta a flexibilidade dos instrumentos e reduz a capacidade de deformação do NiTi (de Vasconcelos *et al.*, 2016; Klymus *et al.*, 2018; Zupanc *et al.*, 2018).

As propriedades de torção dos instrumentos NiTi devem ser consideradas durante a instrumentação de canais radiculares atrésicos. Os resultados deste estudo sugeriram que o teste de ambos os instrumentos teria comportamento torcional

semelhante durante o preparo do canal radicular. No entanto, a maior deflexão angular dos instrumentos Gold na temperatura de 36 °C pode fornecer uma indicação clínica de fratura plástica.

4 CONCLUSÃO

4 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo, pode-se concluir que a temperatura corporal não afetou as propriedades de torção dos instrumentos fabricados com tecnologia Blue e Gold. Os instrumentos Blue NiTi apresentaram deflexão angular significativamente menor que os instrumentos Gold na temperatura de 36 ° C.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

Acosta EC, Resende PD, Peixoto IF, Pereira É, Buono VT, Bahia MG (2017) Influence of cyclic flexural deformation on the torsional resistance of controlled memory and conventional nickel-titanium instruments. *Journal of Endodontics* 43, 613–8.

Alcalde MP, Duarte MAH, Bramante CM et al. (2018a) Torsional fatigue resistance of pathfinding instruments manufactured from several nickel-titanium alloys. *International Endodontic Journal* 51, 697-704.

Alcalde MP, Duarte MAH, Bramante CM et al. (2018b) Cyclic fatigue and torsional strength of three different thermally treated reciprocating nickel-titanium instruments. *Clinical Oral Investigations* 22, 1865-1871.

Alcalde MP, Tanomaru-Filho M, Bramante CM et al. (2017) Cyclic and Torsional Fatigue Resistance of Reciprocating Single Files Manufactured by Different Nickel-titanium Alloys. *Journal of Endodontics* 43, 1186-91.

Alfouzan K, Jamleh A (2018) Fracture of nickel titanium rotary instrument during root canal treatment and re-treatment: a 5-year retrospective study. *International Endodontic Journal* 51,157-63.

Ammon D (2014) Endodontic instruments and the methods of manufacturing thereof. US Patent Application 8916009 B2.

Arias A, Hejlawy S, Murphy S, Jose C, Govindjee S, Peters OA (2019) Variable impact by ambient temperature on fatigue resistance of heat-treated nickel titanium instruments. *Clinical Oral Investigations* 23, 1101-8.

Bahia MGA, Melo MC, Buono VTL (2006) Influence of simulated clinical use on the torsional behavior of nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology* 101, 675-80.

Buehler WH, Gilfrich JV, Wiley RC (1963) Effect of low temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. *Journal of Applied Physics* 34, 1475–7.

Bergmans L, Van CJ, Wevers M, *et al.* Mechanical root canal preparation with Ni-Ti Rotary instruments: rationale, performance and safety. *Am J Dent* 2001; 14, 324-333.

Civjan S, Huget EF, DeSIMON LB (1975) Potential Applications of Certain Nickel-Titanium(Nitinol) Alloys. *J Dent Res* 54 (1), 89-96.

Cohen S, Hargreaves KM: Pathways of the pulp. 10th ed. ST Louis: Mosby, Inc., 2011.

De-Deus G, Silva EJ, Vieira VT, et al. Blue thermomechanical treatment optimizes fatigue resistance and flexibility of the Reciproc files. *J Endod* 2017;43:462–6.

de Vasconcelos RA, Murphy S, Carvalho CA, Govindjee RG, Govindjee S, Peters OA (2016) Evidence for Reduced Fatigue Resistance of Contemporary Rotary Instruments Exposed to Body Temperature. *Journal of Endodontics* 42, 782-7.

Elnaghy AM, Elsaka S. Mechanical properties of ProTaper Gold nickel-titanium Rotary instruments. *Int Endod J* 2016;49:1073–8.

Gao Y, Gutmann JL, Wilkinson K, et al. Evaluation of the impact of raw materials on the fatigue and mechanical properties of ProFile Vortex rotary instruments. *J Endod* 2012;38:398–401

Grande NM, Plotino G, Pecci R, et al. Cyclic fatigue resistance and three-dimensional analysis of instruments from two nickel–titanium rotary systems. *Int Endod J* 2006; 39:755–63.

Grande NM, Ahmed HM, Cohen S, et al. Current assessment of reciprocation in endodontic preparation: a comprehensive review - part I: historical perspectives and current applications. *J Endod* 2015;41:1778–83.

Gutmann JL, Gao Y (2012) Alteration in the inherent metallic and surface properties of nickel-titanium root canal instruments to enhance performance, durability and safety: a focused review. *International Endodontic Journal* 45, 113–28.

Haapasalo M, Shen E. Evolution of Nickel-titanium instruments: from past to future. *Endod Top.* 2013; 29(1): 3-17.

Hieawy A, Haapasalo M, Zhou H, Wang ZJ, Shen Y (2015) Phase transformation behavior and resistance to bending and cyclic fatigue of ProTaper Gold and ProTaper Universal Instruments. *Journal of Endodontics* 41, 1134–8

Hu W, Whitten B, Sedgley C, Svec T (2014) Effect of three NiTi files on transportation of the apical foramen. *International Endodontic Journal* 47, 1064–71.

Iacono F, Pirani C, Generali L, et al. (2017) Structural analysis of HyFlex EDM instruments. *International Endodontic Journal* 50, 303–13.

Jameson EC (2001) *Electrical Discharge Machining*. Dearborn, MI: Society of Manufacturing Engineers.

Jamleh, A., Alghaihab, A., Alfadley, A., Alfawaz, H., Alqedairi, A., & Alfouzan, K. (2019). Cyclic fatigue and torsional failure of edgetaper platinum endodontic files at simulated body temperature. *Journal of Endodontia*, 45(5), 611– 614.

Klymus ME, Alcalde MP, Vivan RR, Só MV, Vasconcelos BC, Duarte MA. Effect of temperature on the cyclic fatigue resistance of thermally treated reciprocating instruments. *Clin Oral Investig*. 2018 Nov;(Nov):1-6. <https://doi.org/10.1007/s00784-018-2718-1> [Links]

Kuhn G, Jordan L (2002) Fatigue and mechanical properties of nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics* 28, 716–20.

Liu CC (2003) Microstructure and tool electrode erosion in EDM of TiN/Si₃N₄ composites. *Materials Science and Engineering A: Structural materials Properties Microstructure and Processing* 363, 221–7.

Larsen CM, Watanabe I, Glickman GE, HE J. Cyclic fatigue analysis of a new generation of nickel titanium rotary instruments. *J Endod*. 2009; 35(3): 401-3

Lopes HP, Siqueira Jr JF: *Endodontia. Biologia e técnica*. 4° ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2015.

Pedullà E, Lo Savio F, La Rosa GRM (2018) Cyclic fatigue resistance, torsional resistance, and metallurgical characteristics of M3 Rotary and M3 Pro Gold NiTi files. *Restorative Dentistry and Endodontics* 43, e25.

Pereira ES, Peixoto IF, Viana AC, et al. (2012) Physical and mechanical properties of a thermomechanically treated NiTi wire used in the manufacture of rotary endodontic instruments. *International Endodontic Journal* 45, 469–74.

Peters OA, Paque F. Current developments in rotary root canal instrument technology and clinical use: a review. *Quintessence Int* 2010;41:479–88.

Plotino G, Grande NM, Cordaro M, et al. A review of cyclic fatigue testing of nickeltitanium rotary instruments. *J Endod* 2009;35:1469–76.

Plotino G. et al. Cyclic Fatigue of Reciproc and reciproc Blue Nickel-titanium Reciprocating files at diferente environmental temperatures. *J Endod.* 2018; 44(10): 1549-52

Pruett JP, Clement DJ, Carnes DL Jr (1997) Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of Endodontics* 23, 77–85.

Sattapan B, Nervo GJ, Palamara JE, Messer HH. Defects in rotary nickel-titanium files after clinical use. *J Endod* 2000;26:161–5.

Schäfer E (2001) Shaping ability of Hero 642 rotary nickeltitanium instruments and stainless steel hand K-Flexofiles in simulated curved root canals. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology* 92, 215–20.

Schäfer E, Lohmann D (2002) Efficiency of rotary nickel-titanium FlexMaster instruments compared with stainless steel hand K-Flexofile - Part 1. Shaping ability in simulated curved canals. *International Endodontic Journal* 35, 505–13.

Shen Y, Zhou HM, Zheng YF, et al. Current challenges and concepts of the thermomechanical treatment of nickel-titanium instruments. *J Endod* 2013;39:163–72.

Silva E, Giralde JFN, de Lima CO, Vieira VTL, Elias CN, Antunes HS (2019) Influence of heat treatment on torsional resistance and surface roughness of nickel-titanium instruments. *International Endodontic Journal*, doi: 10.1111/iej.13164 [Epub ahead of print].

Testarelli L, Plotino G, Al-Sudani D, et al. Bending properties of a new nickeltitanium alloy with a lower percent by weight of nickel. *J Endod* 2011;37:1293–

Thompson SA (2000). An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. *International Endodontic Journal* 33, 297-310.

Viana AC, Craveiro C, de Melo M, de Azevedo G, Bahia M, Lopes Buono VT (2010) Relationship between flexibility and physical, chemical, and geometric characteristics of Rotary nickel-titanium instruments. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology* 110, 527–33.

Yılmaz K, Uslu G, Gündoğar M, Özyürek T, Grande N, Plotino G (2018) Cyclic fatigue resistances of several nickel-titanium glide path rotary and reciprocating instruments at body temperature. *International Endodontic Journal* 51, 924-30.

Walia H, Brantley WA, Gerstein H (1988). An Initial Investigation of the Bending and Torsional Properties of Nitinol Root Canal Files. *Journal of Endodontic* 14, 346-351.

Zupanc J, Vahdat-Pajouh N, Schafer E (2018) New thermomechanically treated NiTi alloys - a review. *International Endodontic Journal* 51, 1088-103.

APÊNDICE

APÊNDICE - DECLARAÇÃO DE USO EXCLUSIVO DO ARTIGO EM TESE


Declaramos que estamos cientes que o artigo Influência da temperatura nas propriedades de torção de dois instrumentos rotatórios de NiTi tratados termicamente serão incluídos na tese do aluno (Roberto Barreto Osaki) e não poderão ser utilizados em outros trabalhos de programas de pós-graduação da Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo.

Bauru, 14 de abril de 2020.

Roberto Barreto Osaki
Autor


Assinatura


Clovis Monteiro Bramante
Autor


Assinatura

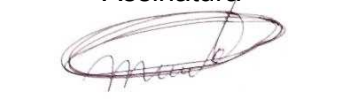
Marco Antonio Hungaro Duarte
Autor


Assinatura

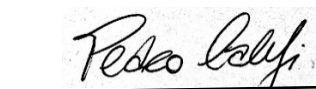
Rodrigo Ricci Vivan
Autor


Assinatura

Murilo Priori Alcalde
Autor


Assinatura

Pedro Henrique Souza Calefi
Autor


Assinatura

Renan Diego Furlan
Autor


Assinatura
