

Chloé O'Neil

Estudo da corrosão da parte ativa de instrumentos rotatórios Endodônticos

Universidade Fernando Pessoa - Faculdade de Ciências da Saúde

Porto, 2017

Chloé O'Neil

Estudo da corrosão da parte ativa de instrumentos rotatórios Endodônticos

Universidade Fernando Pessoa - Faculdade de Ciências da Saúde

Porto, 2017

Chloé O'Neil

Estudo da corrosão da parte ativa de instrumentos rotatórios Endodônticos

Chloé O'Neil

Trabalho apresentada à Universidade
Fernando Pessoa, como parte dos requisitos
para a obtenção do grau de
Mestre em Medicina Dentária.

Resumo

O desenvolvimento de limas NiTi tem resultado num maior desempenho clínico destes instrumentos. Mas, estas ligas apresentam limitações físico-químicas o que resulta na degradação durante a sua utilização.

Objetivo: O presente trabalho tem como objetivo realizar um estudo *in vitro* para analisar as superfícies da parte ativa de dois diferentes instrumentos rotatórios à base de NiTi após ciclos de esterilização e contato com soluções de hipoclorito de sódio 5% aplicadas em procedimentos endodônticos.

Métodos: Dezasseis limas ProTaper (Dentsply Mailefer, Switzerland) foram divididas em dois grupos (F2Gold e X2Next) submetidas a 5 ciclos de esterilização seguida por imersão em água destilada e NaOCl a 5%. Grupos de limas foram imersas somente em água destilada como grupo controle. A morfologia da parte ativa dos instrumentos foi avaliada por microscopia eletrônica de varrimento (MEV). As concentrações de Ni e Ti nas soluções de água destilada e NaOCl foram avaliadas por ICP-MS. Os dados foram tratados usando o SPSS[®] vs. 23, utilizando o teste não paramétrico de Kruskal-Wallis.

Resultados: Análises obtidas por microscopia eletrônica verificaram topografia e composição química similar para os dois grupos de limas. Resultados das análises químicas por ICP-MS apresentaram uma significativa libertação de Ni e Ti após 5 ciclos de esterilização ($p < 0,05$) das limas e fenómenos de corrosão na parte ativa das limas do grupo controle.

Conclusões: Libertação de iões Ni e Ti após ciclos de esterilização foi verificada por análises químicas o que indica uma maior interação química das superfícies das limas nestas condições.

Palavras-Chaves : Corrosão, Ni-Ti, ProTaper, Gold-Wire, M-Wire, Limas endodônticas, ICP-MS.

Abstract

The development of NiTi endodontic has enhanced the rate of clinic outcomes although the degradation of such materials can occur during sterilization and root treatment.

Objective: The aim of the present work was to perform to analyze the surfaces of the two rotating endodontic instruments after sterilization and contact cycles with solutions of sodium hypochlorite Applied in endodontic procedures.

Methods: Sixteen Protaper[®] endodontic files (Dentsply Mailefer, Switzerland) were divided in two groups: F2Gold and X2Next and subjected to five sterilization cycles followed by immersion in water and 5% NaOCl. The surfaces were inspected by scanning electron microscopy (SEM). Solutions were collected after sterilization and immersion tests for chemical analyses of Ni and Ti ions by ICP-MS. Statistical analyses of the data were performed by non-parametric Kruskal-Wallis test using SPSS software (Chicago, USA).

Results: SEM images of endodontic files revealed similar morphology and chemical composition for both groups. ICP-MS analyses revealed a significant release of Ni and Ti ions after sterilization cycles ($p < 0.05$).

Conclusions: The release of Ni and Ti ions from sterilization process was validated by sensitive chemical analyses that indicate an undesirable high chemical interaction between the surfaces of endodontic files and the sterilization solutions.

Keywords: Corrosion, NiTi, ProTaper, Gold-Wire, M-Wire, Endodontic files, ICP-MS.

Dedicatórias

Aos meus pais,

A minha irmã,

Que sempre estiveram disponíveis e fizeram tudo por mim,

O meu eterno obrigada.

A Audrey, minha amiga que nos deixou cedo demais.

Agradecimentos

Aos meus pais, Philippe e Régine, pelo inestimável apoio durante estes 5 anos, porque sem eles todo este ciclo não tinha sido possível.

A minha irmã, Deborah, que foi uma fonte de inspiração. Fora da vista, mas perto do coração.

Ao meu orientador, Professor Doutor Duarte Guimarães que foi a base de todo o projecto e sem a sua colaboração nada tinha sido possível.

Ao meu co-orientador, Professor Doutor Júlio Souza pela sua motivação em todas as etapas deste projecto que sem a sua intervenção não tinha sido possível.

Ao Nicolas, agradeço-te pela muita paciência, pela ajuda, pela compreensão, apoio incondicional e pelo teu amor.

A minha colega e amiga Charlotte, que foi uma binómia maravilhosa. Obrigada pela sua ajuda e sua amizade.

Ao Doutor Philippe Ravel, sem o qual não teria pensado o tema da minha tese. Obrigada por me ter ensinado a maneira de estar nesta profissão durante as minhas férias e aceitar sem dizer nada do meu alginato sempre muito líquido.

A todos os que me acompanharam e ajudaram ao longo destes cinco anos.

Índice

I-	Introdução.....	1
II-	Materiais e métodos.....	3
	2.1. Métodos de pesquisa bibliográfica.....	3
	2.2. Limas endodônticas.....	3
	2.3. Degradação das limas.....	4
	2.4. Análise por microscopia electrónica de varrimento.....	5
	2.5. Análise química por ICP-MS.....	5
	2.6. Análise estatística.....	5
III-	Resultados.....	6
IV-	Discussão.....	9
V-	Conclusões.....	13
	Referências Bibliográficas	
	Anexos	

Índice de Figuras

Figura 1: a. Sequência de limas ProTaper[®] Gold (Shapers Sx, S1, S2 e Finishers F1, F2, F3) b. Sequência de limas ProTaper[®] Next (X1, X2, X3, X4, X5)

Figura 2 : Protocolo de experimentação dos ciclos de esterilização

Figura 3: Images obtidas por MEV da parte ativa das limas :

- a. Lima controle ProTaper Gold com ampliação x50 após 189 minutos de imersão na água destilada
- b. Lima ProTaper Gold imaculada
- c. Lima controle ProTaper Next com ampliação x50
- d. Lima ProTaper Next imaculada

Anexos

Anexo I: Parecer da Comissão de Ética

Tabela n°1: Organização dos grupos de limas e suas composições

Tabela n°2: Tempo de imersão dos instrumentos endodônticos em água destilada

Tabela n°3: Resultados originais das concentrações de Ni e Ti nos tubos de água destilada dos diferentes grupos experimentais.

Tabela n°4: Médias e desvios padrão das concentrações de Ni e Ti nos tubos de água destilada dos diferentes grupos experimentais.

Tabela n°5: Análise estatística

Lista de Abreviaturas e Símbolos

< – Menor

µg/L – Microgramas por Litro

°C – Graus Centígrados

® – Marca Registrada

EDS – espectrómetro de energia dispersiva

ICP-OES – Espectrometria de emissão ótica com plasma

Fig. – Figura

MEV– Microscópio Eletrônico de Varredura

NaOCl – Hipoclorito de sódio

SEM – Microscopia Eletrônica de Varredura (abreviatura do Inglês “*Scanning Electron Microscopy*”)

SPSS® – Statistical Package for the Social Sciences

TE– Tratamento Endodôntico

I- Introdução

O tratamento endodôntico (TE) pode definir-se como um procedimento comum, usado pelos profissionais de Medicina Dentária no objetivo de conservar os dentes. Os instrumentos endodônticos tiveram um grande desenvolvimento após o interesse pelo uso das ligas de Níquel-Titânio (Ni-Ti), desenvolvida pelo Naval Ordnance Laboratory (NOL, Palm Springs, EUA) (Thompson, 2000). Este material revolucionou a Endodontia que gradualmente foi sendo aprimorada a partir de instrumentação manual para rotatória.

A aplicação de soluções irrigadoras é importante no tratamento químico-mecânico do sistema de canais radiculares do dente (Popović et al., 2016). Durante o protocolo de TE do dente usamos antes e entre cada lima, uma solução de hipoclorito de sódio (NaOCl), em concentrações próximas dos 5% (Clifford J. Ruddle, 2005). A agressividade química e eletroquímica da solução, que atuam diretamente sobre os instrumentos, pode degradar a superfície ativa das limas (Popović et al., 2016). Devido ao seu custo, os instrumentos são reutilizáveis na sua grande maioria. Para remover a matéria orgânica e os detritos das limas, a sua limpeza deve ser realizada através de um processo de limpeza e desinfecção seguida por esterilização em autoclave. A desinfecção pode envolver a imersão prévia de limas em substâncias desinfetantes corrosivas tais como NaOCl a 5% (O'Hoy et al., 2003).

Para o TE dos dentes, podemos usar os instrumentos rotatórios de Ni-Ti com conicidade variável como o sistema ProTaper[®] (Dentsply Mailefer, Switzerland). Essas limas têm uma ponta semi-ativa não cortante (Clifford J. Ruddle, 2005). A liga de Ni-Ti utilizada para fabricar as limas endodônticas contém aproximadamente 56% de níquel e 44% de titânio (Thompson, 2000). A biocompatibilidade e resistência à corrosão de Ni-Ti apresentam magnitudes diferentes quando comparadas ao titânio comercialmente puro (cp Ti) ou Níquel puro. Quanto maior a presença de elementos numa liga metálica biomédica, maior será o risco de libertação de diferentes íons em contato com os tecidos orais (Ryhanen et al., 1999). As limas Endodônticas estão em contato constante com os irrigantes durante os procedimentos de modelagem e limpeza. Mesmo sendo curto, o contato com esses irrigantes, alterações podem ocorrer na superfície dos instrumentos Ni-Ti (Ametrano et al., 2011). O hipoclorito de sódio é o irrigante Endodôntico mais comumente utilizado, cuja eficácia antimicrobiana se baseia em seu pH elevado

(pH > 11). Ele tem a capacidade de dissolver a matéria orgânica assim como atuar em caráter bactericida e viricida. Entretanto, esta substância é altamente corrosiva para os metais e pode acelerar a liberação de íons de limas endodônticas (O'Hoy et al., 2003).

O interesse deste trabalho foi baseado na avaliação da degradação dos instrumentos rotatórios após imersão em soluções desinfetantes seguida por ciclos de esterilização. A hipótese foi formulada na potencial liberação de íons metálicas como consequência da potencial corrosão das limas após desinfecção e esterilização.

II- Materiais e métodos

2.1. Métodos de pesquisa bibliográfica

Foi realizado um estudo transversal observacional descritivo.

A pesquisa bibliográfica deste trabalho foi realizada nos motores de internet Pubmed, B-on e Science Direct usando o VPN disponível, de forma a obter o maior número de artigos possível. As palavras chave utilizadas foram “Corrosion”; “Ni-Ti”; “ProTaper”; “Gold-Wire”; “M-Wire”; “Limas endodônticas”; “ICP-MS”.

Foram assim pesquisados artigos científicos a partir do ano 1999, tendo sido dada preferência de seleção aos publicados entre os últimos dezassete anos, tendo como resultado 70 artigos no total e seleccionei 25 artigos, em aplicação dos critérios de inclusão e exclusão.

Como critérios de inclusão foram usados artigos que abordassem o tema do nosso estudo sobre a corrosão dos instrumentos endodônticos, nomeadamente, aqueles que referissem as ProTaper[®] Next e Gold, ao Ni-Ti e, ainda, sobre os processos de esterilização e técnicas de análises.

Como critérios de exclusão foram rejeitados artigos com resumos fora dos objectivos, artigos muito específicos de um tema diferente, assim como artigos sem link online para download.

2.2. Limas Endodônticas

Um total de dezasseis limas endodônticas rotatórias (Protaper, Dentsply, Suíça) de níquel-titânio (Ni-Ti) com comprimento de 25mm foi testada neste estudo. Informações sobre as limas são apresentadas na Figura 1 e Tabela 1. Os irrigantes utilizados foram hipoclorito de sódio (NaOCl) a 5% em solução aquosa (VWR Chemicals Prolabo, Fontenay-sous-Bois, França) e água destilada. Dois grupos de limas Protaper Gold (F2) e Next (X2) foram comparadas neste estudo conforme descrito na Tabela 1.

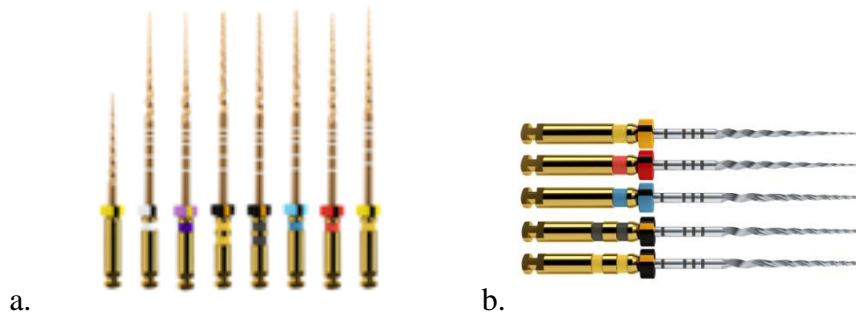


Figura 1: a. Sequência de limas ProTaper® Gold (Shapers Sx, S1, S2 e Finishers F1, F2, F3) b. Sequência de limas ProTaper® Next (X1, X2, X3, X4, X5)

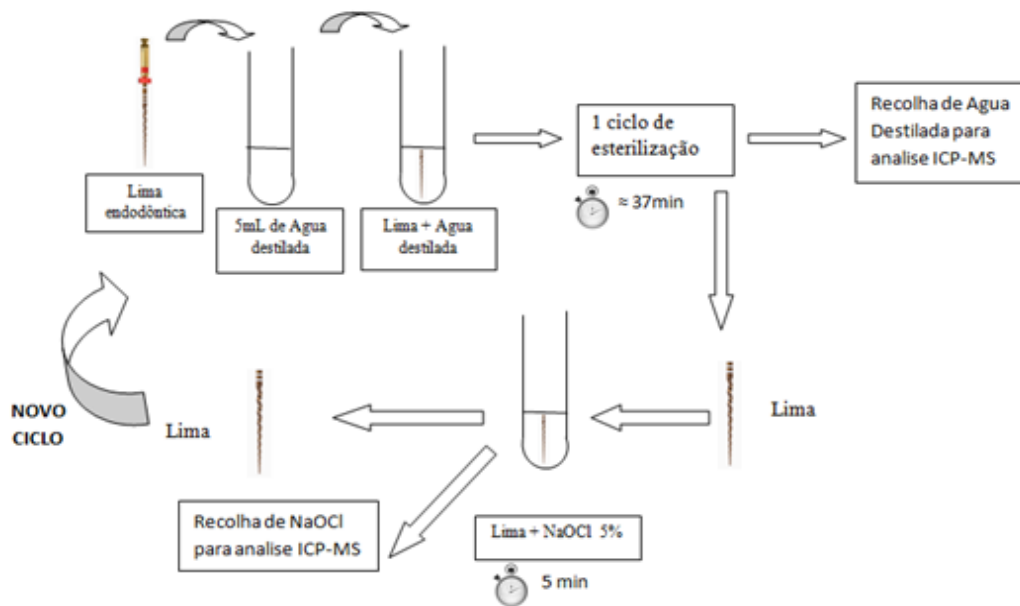


Figura 2: Protocolo de experimentação dos ciclos de esterilização

2.3. Degradação das limas

Para cada tipo de lima Protaper® Gold (F2) ou Next (X2), um grupo de 3 limas foi designado como o grupo controle (sem exposição em condições agressivas) e grupos de 5 limas foram analisadas em relação à degradação nas soluções selecionadas e após esterilização.

No grupo controle, os instrumentos rotatórios Endodônticos foram imersos apenas em água destilada durante 189 min, o que corresponde ao tempo de imersão das limas experimentais na água destilada durante os 5 ciclos de esterilização.

Cada lima foi imersa em 2mL de água destilada em frascos submetidos a 5 ciclos de esterilização em autoclave (JSM[®], PROHS, Portugal) 134° C; pressão de 2,3 Kgf/cm² por 38 min. Após esterilização, as limas foram imersas por 5 min em NaOCl a 5% seguido por 5 ciclos de esterilização alternados.

2.4. Análise microscópica /ou microscopia eletrônica

Após imersão nas soluções, as limas foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varrimento (MEV, JEOL-JSM, modelo T-330 A, USA), acoplado a um espectrómetro de energia dispersiva (EDS). Diferentes áreas na zona crítica ($n = 25$) foram inspecionadas para obtenção de micrografias em aumentos de 50 a 5000 X em modo de elétrons secundários (SE) e retro-espalhados (BSE) a 12 kV.

2.5. Análise química por ICP-MS

Após o tempo de imersão/esterilização das limas, as soluções de água destilada e hipoclorito de sódio com volume de 2 ml foram coletadas e armazenadas em frascos estéreis devidamente identificados sob temperatura de 4° C. A concentração de iões metálicos nas soluções foi analisada utilizando um Espectrómetro de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS, Perkin Elmer, modelo NexION 300D, Shelton,USA). As amostras foram digeridas em vasos fechados com a adição de 1 ml de HNO₃ bi-destilado com assistência de microondas.

2.6. Análises estatísticas

Os dados foram recolhidos em tabelas Excel e depois foram analisados estatisticamente com o programa SPSS[®] Statistics (versão 2.3, Chicago, USA) afim de poder comparar entre os grupos de teste, qual foi o grupo o mais afetado pela corrosão durante os vários ciclos.

III- Resultados

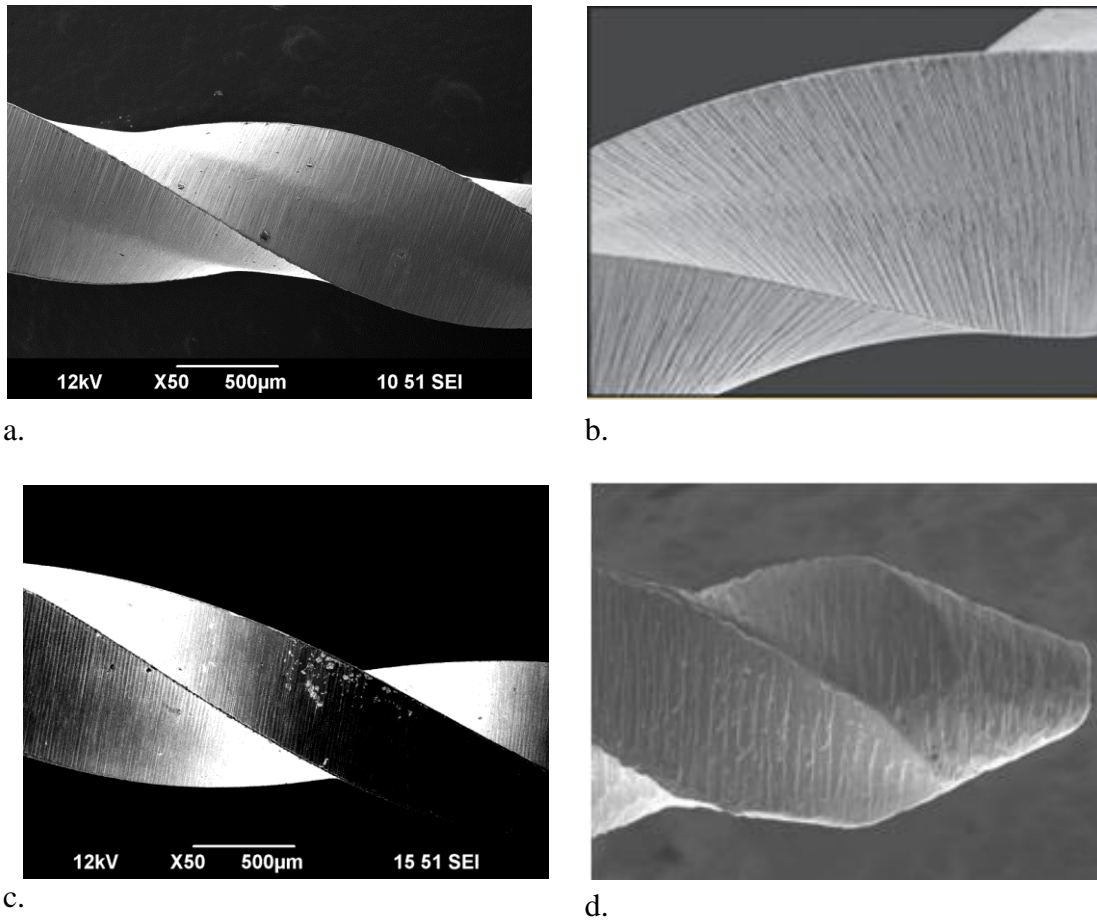


Figura 3: Imagens obtidas por MEV da parte ativa das limas : a. Lima controle ProTaper Gold com ampliação x50 após 189 minutos de imersão na água destilada b. Lima ProTaper Gold imaculada c. Lima controle ProTaper Next com ampliação x50 d. Lima ProTaper Next imaculada

A morfologia da superfície das limas fornecidas pelo fabricante é apresentada na Figura 4.b e 4.d.

Pode-se observar uma morfologia similar devido ao processo de usinagem industrial destes instrumentos. Entretanto, vale salientar que os dois grupos apresentam diferenças de fabricação com conseqüente modificação química da superfície. As limas ProTaper[®] Next são Ni-Ti M-Wire e são usinadas em fase R, distingue-as das restantes, sobre um tratamento térmico. As limas ProTaper[®] Gold são fabricadas por metalurgia submetidas a um tratamento complexo de arrefecimento por aquecimento (tratamento Gold) que resulta numa camada de óxido de titânio visível na superfície do instrumento.

Este tratamento controla as temperaturas de transição, criando uma liga de memória de forma.

As concentrações de libertação de iões de Ni e Ti nos líquidos por grupo são apresentados na Tabela 3. Não foram encontradas concentrações suficientes de iões Ni e Ti nos tubos de NaOCl para deteção pelo equipamento utilizado.

Para o sistema Gold, a solução de controlo mostrou uma concentração de Ni de 3,3µg/L, e de 2,6µg/L para o sistema Next. A concentração de Ti foi sempre inferior que 5µg/L e o ICP-MS não poderia dar um valor mais preciso. Os respetivos valores médios e desvio padrão de concentração de Ni e Ti para cada um dos grupos são apresentados na Tabela 4.

Os valores médios de concentração de Níquel para o grupo experimental Gold (A, B, C, D e E) em água destilada estava em 4,26 µg/L, enquanto o grupo Next exibiu um valor médio de 2,1 µg/L de Níquel em água destilada.

As limas Gold libertaram maior quantidade de Níquel após os ciclos de esterilização quando comparado ao sistema Next. A distribuição das médias de cada grupo experimental pode ser consultada no gráfico de barra (Fig.4) que ilustra o grau de libertação de Níquel pelos sistemas Gold e Next na água destilada.

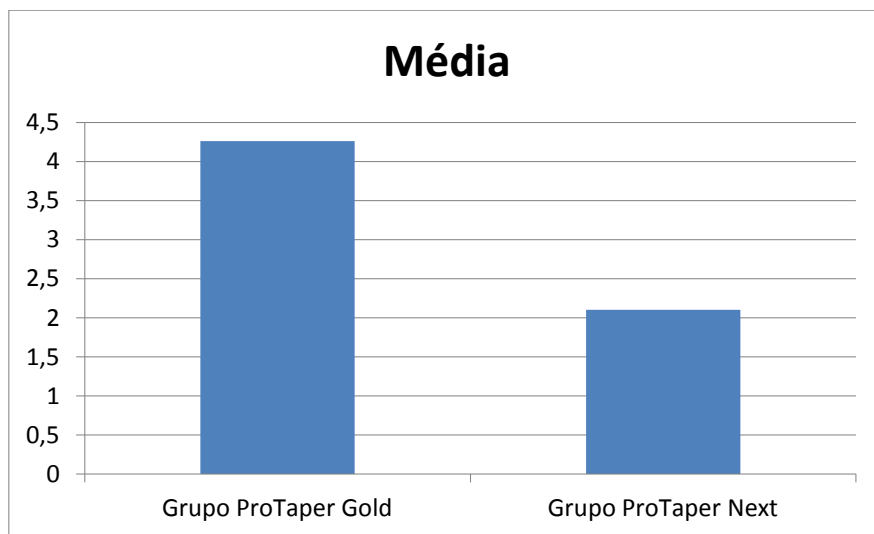


Figura 4: Média da libertação de níquel das ProTaper[®] Gold e ProTaper[®] Next em água destilada.

Na Figura 5, é possível observar o desvio padrão ocorrido entre os grupos, evidenciando que o maior índice de variância ocorreu para o sistema Gold.

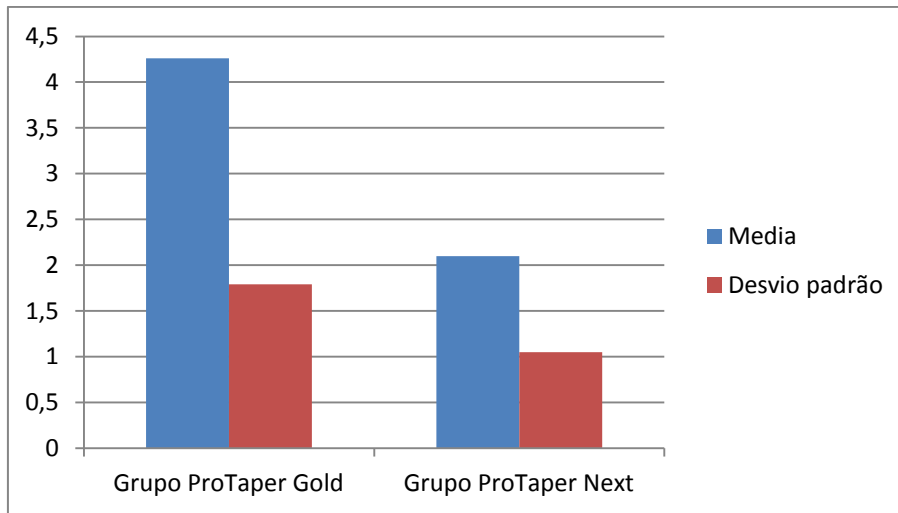


Figura n°5: Desvio Padrão ocorrido em cada grupo experimental

O teste não paramétrico de Kruskal-Wallis mostra que devemos rejeitar a hipótese nula porque a distribuição de Ni é a mesma entre as categorias de grupo ($p=0,047$). Como $p<0,05$, as medianas são estatisticamente diferentes.

IV- Discussão

Após consulta dos principais motores de busca científicos, verificou-se que não existem muitos estudos científicos publicados sobre a corrosão dos instrumentos endodônticos, nomeadamente sobre as limas ProTaper[®] Gold que são muitos recentes. Até ao momento, não existe nenhum estudo realizado e publicado com esta comparação entre as Next e as Gold.

Este estudo teve como objetivo analisar as superfícies da parte ativa de dezasseis instrumentos rotatórios (ProTaper[®]) após ciclos de esterilização e imersão em soluções de NaOCl 5% em condições similares à clínica. De acordo com a literatura, composição da liga, tempo de imersão e concentração de NaOCl, O'Hoy et al (2003), bem como tratamentos superficiais, são os principais fatores que influenciam a resistência à corrosão das ligas de Ni-Ti. Muitos estudos consideraram os efeitos do NaOCl nas ligas de Ni-Ti.

Numa primeira parte, analisamos a parte ativa dos instrumentos endodônticos com SEM para detectar sinais de degradação por corrosão. Observamos uma morfologia similar entre os dois tipos de sistemas. A pesquisa de literatura não revelou estudos comparando as deformações superficiais de instrumentos novos e usados através do uso de AFM. A qualidade da superfície geralmente foi avaliada com SEM em estudos anteriores.

Tripi et al (2001) compararam os defeitos nos instrumentos rotatórios GT após o seu uso e relataram mudanças significativas antes e depois do uso na presença de picadas e raspagens.

Wei et al (2007) avaliaram os instrumentos ProTaper[®] sob SEM e relataram defeitos, incluindo rachaduras superficiais, trincas de máquinas distorcidas, picadas e microfissuras. Os autores relataram também que, se esses instrumentos tivessem sido mais utilizados, a separação e a fratura de limas teria ocorrido.

Svec e Powers (2002) avaliaram os instrumentos ProFile[®] e observaram sinais de deterioração mesmo após uma utilização. A deterioração foi do tipo *pitting* ou *flaking* sendo um exemplo de desgaste da fadiga superficial.

Martins et al (2002) relataram irregularidades como *flash* metálico e marcas de fresagem profundas em novos instrumentos ProFile.

O nosso estudo, *in vitro*, mimetiza o uso clínico dos instrumentos endodônticos sem fadiga cíclica, e sem aumento da temperatura do NaOCl. Ao fim de 5 minutos de imersão em NaOCl a 5% após cada ciclo de esterilização, não observamos influência nas características da superfície, de tipo corrosão. Isso está de acordo com estudos anteriores.

No entanto, Darabara et al. (2004) não encontraram sinais de corrosão após imersão durante 1 hora em 5,25% de NaOCl e 17% de EDTA aquecido a 37°C. Possíveis explicações para esses achados conflitantes são as diferenças que existem entre os protocolos de experimentação e imersão utilizados. A imersão variou (entre 5 minutos e 48 horas), desde que o instrumento estivesse imerso de forma total e estática na solução. Essas condições, que imitam as usadas durante os procedimentos de limpeza dos instrumentos envolvendo NaOCl como agente desinfetante, são muito improváveis em procedimentos clínicos.

Popović J. et al (2016), investigam sobre a sensibilidade à corrosão dos instrumentos endodônticos de níquel-titânio (Ni-Ti) e aço inoxidável a ação do hipoclorito de sódio (NaOCl), digluconato de clorhexidina (CHX) e ácido etilenodiaminotetracético (EDTA) por método dinerométrico dinâmico. Uma das conclusões deste estudo indica que o uso de NaOCl a 5,25% pode causar corrosão superficial grave das limas de Endodontia de Ni-Ti e aço inoxidável.

Renata De Castro Martins et al (2002), avaliam o efeito de 5,25% de NaOCl nas características da superfície e resistência à fadiga do sistema ProFile[®] e concluem que a imersão de ProFile[®] em NaOCl durante 24 horas não teve influência nas características da superfície e na resistência à fadiga. O uso clínico simulado foi um ato decisivo na diminuição do tempo de vida em fadiga.

Eugenio Pedulla et al (2011), testaram 150 novas limas Twisted[®], Revo S SU files[®] e Mtwo file[®] (sistema *M-Wire*) que foram submetidas a um protocolo de imersão em 5% de NaOCl a 37 °C para 16 mm: sem imersão (controle), 5 minutos estaticamente, 1 minuto estaticamente, 5 minutos dinamicamente (300 rpm / min) e 1 minuto dinamicamente. Concluíram em seu estudo que a imersão estática ou dinâmica em NaOCl durante 1 minuto ou 5 minutos não reduziu significativamente a resistência à fadiga cíclica do NiTi mas o tipo de instrumento influencia a resistência à fadiga cíclica. As limas Twisted foram mais resistentes, seguidos das limas Mtwo e Revo S SU.

No entanto, Ye J. e Gao Y. (2012), tentaram caracterizar as mudanças microestruturais de *M-Wire* ao longo do processo de fadiga cíclica sob amplitude de deformação controlada. Os resultados sugerem que os instrumentos endodônticos fabricados em *M-Wire* devem ter maior resistência ao desgaste do que os instrumentos similares feitos de fios de NiTi superelásticos convencionais devido à sua microestrutura martensítica nano-cristalina única.

No nosso estudo foi relatado que a libertação de íons Níquel do sistema ProTaper[®] Gold na água destilada foi mais marcada do que no sistema ProTaper[®] Next. Isso pode ser explicado porque as limas ProTaper[®] Gold são fabricadas com um tratamento complexo de arrefecimento por aquecimento com transformação reversa da liga que passa através da fase R intermédia. Enquanto as limas ProTaper[®] Next tem um tratamento termomecânico, contém as 3 fases cristalinas, incluindo martensítica deformada e microtwinned, fase R e austenítica.

Podemos ver as limitações deste estudo. A imersão dos instrumentos rotatórios em NaOCl a 5% foi feita com uma temperatura ambiente sem obter um grande fenómeno de corrosão. Mas Berutti et al. (2006) trituraram instrumentos rotatórios ProTaper[®] em solução de NaOCl a 5% a 50°C durante 5 minutos. Encontraram efeitos de corrosão que atingiam a resistência à fratura de fadiga cíclica, especialmente quando o instrumento estava completamente imerso em solução, devido ao fenómeno de corrosão galvânica causado pela composição diferente da parte de trabalho e do eixo da ProTaper[®].

G. Spagnuolo et al. (2012) analisam 60 instrumentos rotatórios NiTi, 30 ProTaper[®] e 30 AlphaKite revestidos com Ni-Ti após 1, 5 e 10 ciclos de esterilização. Revelaram um aumento nas alterações da superfície na análise SEM, e os valores de EDS indicaram mudanças em composição da superfície química em todos os instrumentos. A diferença entre este estudo e o nosso é que fizemos apenas 5 ciclos de esterilização.

Plotino G. et al (2017) mostram que a temperatura intracanal influenciou a resistência à fadiga cíclica dos instrumentos produzidos com níquel-titânio tradicional, enquantoque não influenciou a vida de fadiga dos instrumentos produzidos com o tratamento térmico de ouro. O tratamento de aquecimento de ouro melhora a resistência à fadiga cíclica dos instrumentos ProTaper[®]. O ProTaper[®] Gold não registou diferenças na vida de fadiga entre as 2 temperaturas testadas (temperatura ambiente de 20°C e à

temperatura intracanal de 35°C) e exibiu uma resistência estatisticamente maior à fadiga cíclica do que os instrumentos ProTaper Universal®.

V- Conclusões

As seguintes conclusões foram obtidas a partir das análises laboratoriais da degradação dos instrumentos rotatórios NiTi após exposição a hipoclorito seguido por ciclos de esterilização:

- As limas do sistema Gold apresentaram uma maior libertação de níquel nas soluções de água destilada após 5 ciclos de esterilização. O tipo de superfície desenvolvido para estas ligas tem um comportamento mais suscetível à corrosão quando comparada a superfícies do sistema Next.
- A superfície da parte ativa das limas do sistema Next apresentam uma morfologia com caráter mais rugoso quando comparado as limas do sistema Gold. Esta morfologia confere-lhe menor resistência à fadiga cíclica.
- Tendo o desenvolvimento de novas ligas para instrumento endodônticos, são necessários mais estudos sobre a corrosão destes materiais em diversas condições agressivas de tratamento, desinfecção e esterilização.

Bibliografia

1. Ametrano G. et al (2011). Effects of sodium hypochlorite and EDTA on rotary nickel-titanium instruments evaluated using atomic force microscopy, *International Endodontic Journal*, 44, p. 203.
2. Berutti E. et al (2006). Influence of sodium hypochlorite on fracture proprieties and corrosion of ProTaper rotary instruments, *International Endodontic Journal*, 39, pp. 693–9.
3. Bonaccorso A. et al (2008). Pitting corrosion resistance of nickel-titanium rotary instruments with different surface treatments in seventeen percent ethylenediaminetetraacetic Acid and sodium chloride solutions, *Internacional Endodontic Journal*, 34(2), pp. 208-11.
4. Castro Martins R. e al (2006). The effect of sodium hypochlorite on the surface characteristics and fatigue resistance of ProFile nickel-titanium instruments, *Oral Surgery Oral Med Oral Pathology Oral Radiology Endodontic*, 102(4), pp. 99-105
5. Clifford J. Ruddle (2005). The ProTaper Technique : Shaping the Future of Endodontics, *Endodonzia Castellucci*, 2.
6. Darabara M. et al (2004). Susceptibility to localized corrosion of stainless steel and NiTi endodontic instruments in irrigating solutions, *International Endodontic Journal*, 37, pp. 705–10.
7. Gagliardi J. et al (2015). Evaluation of the shaping characteristics of ProTaper Gold, ProTaper NEXT, and ProTaper Universal in curved canals, *International Endodontic Journal*, 41(10), pp. 1718-24.
8. Gambarini G. et al. (2008). Fatigue Resistance of Engine-driven Rotary Nickel-Titanium Instruments Produced by New Manufacturing Methods, *Journal of Endodontics*, 34(8), pp. 1003-5.
9. Hieawy A. et al (2015). Phase transformation behavior and resistance to bending and cyclic fatigue of ProTaper Gold and ProTaper Universal instruments. *International Endodontic Journal*, 41(7), pp. 1134-8.
10. Kim H, Johnson JW. (1999). Corrosion of stainless steel, nickel-titanium, coated nickel-titanium, and titanium orthodontic wires, *Angle Orthodontic*, 69, pp. 39-44.
11. Martins RC, Bahia MGA e Buono VTL. (2002). Surface analysis of ProFile instruments by scanning electron microscopy and x-ray energy-dispersive

- spectroscopy: a preliminary study, *International Endodontic Journal*, 35, pp. 848 – 53.
12. O'Hoy P. Y. Z., Messer H. H. e Palamara J. E. A. (2003). The effect of cleaning procedures on fracture properties and corrosion of NiTi files, *International Endodontic Journal*, 36(11), pp. 724–32.
 13. Öztan D. et al (2002). Corrosion rates of stainless-steel files in different irrigating solutions, *International Endodontic Journal*, 35(8), pp. 655–59.
 14. Pedulla E. et al (2011). Cyclic Fatigue Resistance of Three Different Nickel-Titanium Instruments after Immersion in Sodium Hypochlorite, *International Endodontic Journal*, 37(8), pp. 1139-42.
 15. Plotino G. et al (2017). Influence of Temperature on Cyclic Fatigue Resistance of ProTaper Gold and ProTaper Universal Rotary Files, *International Endodontic Journal*, 43, pp. 200– 202.
 16. Popović J et al (2016). The examination of sensitivity to corrosion of nickel-titanium and stainless steel endodontic instruments in root canal irrigating solutions, *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, 22(1), pp. 95-100.
 17. Pramod Siva Prasad et al (2014). The effect of 5% sodium hypochlorite, 17% EDTA and triphala on two different rotary Ni-Ti instruments: An AFM and EDS analysis, *Journal of Conservative Dentistry*, 17(5), pp. 462–66.
 18. Ryhanen J. et al (1999). Bone modeling and cell-material interface responses induced by nickel-titanium shape memory alloy after periosteal implantation, *Biomaterials*, 20(14), pp. 1309-17.
 19. Spagnuolo G. et al (2012). Effect of autoclaving on the surfaces of TiN-coated and conventional nickel–titanium rotary instruments, *International Endodontic Journal*, 45, pp. 1148–1155.
 20. Svec TA e Powers JM. (2002). The deterioration of rotary nickel-titanium files under controlled conditions, *Journal Endodontic*, 28, pp. 105–7.
 21. Thompson SA. (2000). An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry, *International Endodontic Journal*, 33(4), pp. 297-310.
 22. Tripi TR, Bonaccorso A, Tripi V. (2001) Defects in GT Rotary instruments after use: a SEM study, *Journal of Endodontics*, 27, pp. 782–5.

23. Wei X et al. (2007). Modes of failure of ProTaper nickel-titanium rotary instruments after clinical use, *Journal of Endodontics*, 33, pp. 276 –9.
24. West J. (2015). Ni-Ti goes gold: “Ten clinical distinctions”. *Dent Today*, 34(4), pp. 66-71.
25. Ye J. e Gao Y. (2012). Metallurgical characterization of M-Wire nickel-titanium shape memory alloy used for endodontic rotary instruments during low-cycle fatigue, *International Endodontic Journal*, 38, pp. 105–107.

Anexo

Anexo I: Parecer da Comissão de Ética



Universidade Fernando Pessoa
www.ufp.pt

Exmo. Senhor
Prof. Doutor Luis Martins
Director da FCS

Porto, 05 de Dezembro de 2016

Exmo. Senhor Prof. Doutor,

A Comissão de Ética, depois de apreciado o Projeto de Mestrado em Medicina Dentária, de Chloe O'Neil, intitulado "Estudo da corrosão da parte activa de instrumentos rotatórios endodônticos", considera nada haver a opor ao mesmo.

Com os melhores cumprimentos.

A Presidente da
Comissão de Ética da UFP


Teresa Martinho Joldy



Tabela n°1: Grupos de limas e composição química

Limas (Fabricante País)	Grupo controle	Grupo experimental	Total	Composição química da parte ativa das limas
Grupo ProTaper Next (Dentsply Maillefer, Suíça)	3	5	8	Liga Ni-Ti, "M-wire" Tratamento termomecânico, com as 3 fases cristalinas, Incluindo martensite deformada e microtwinned, fase R e austenite.
Grupo Protaper Gold (Dentsply Maillefer, Suíça)	3	5	8	Liga Ni-Ti Gold-Wire Tratamento complexo de arrefecimento por aquecimento com transformação reversa da liga que passa através da fase R intermediada
Análise microscópica das limas por SEM	6	10	16	
Análise química dos tubos de água destilada por ICP-MS	2	10	12	
Análise química dos tubos de NaOCl por ICP-MS	2	10	12	

Tabela n°2 : Tempo de imersão dos instrumentos endodônticos em água destilada

Tempo de imersão na água destilada	ProTaper Gold Controle (min)	ProTaper Next Controle (min)	ProTaper Gold experimental (A, B C, D e E) (min)	ProTaper Next experimental (A, B C, D e E) (min)
Sem exposição	189	189	-	-
Ciclo de esterilização 1	0	0	38	38
Ciclo de esterilização 2	0	0	36	36
Ciclo de esterilização 3	0	0	40	40
Ciclo de esterilização 4	0	0	37	37
Ciclo de esterilização 5	0	0	38	38
Tempo total de imersão na água destilada	189	189	189	189

Tabela nº3: Resultados das concentrações de Ni e Ti detectadas nos tubos de água destilada dos diferentes grupos experimentais.

Tipo de limas	Ni	Ti
	µg/L	µg/L
Gold Controle	3,3	< 5
Gold A	6,3	< 5
Gold B	5,5	< 5
Gold C	4,7	< 5
Gold D	2,3	< 5
Gold E	2,5	< 5
Next Controle	2,6	< 5
Next A	1,8	< 5
Next B	2,4	< 5
Next C	2,0	< 5
Next D	0,7	< 5
Next E	3,6	< 5

Tabela n°4: Médias e desvios padrão das concentrações de Ni e Ti nos tubos de água destilada dos diferentes grupos experimentais.

	Média	Desvio padrão
Grupo ProTaper Gold	4,26	1,79
Grupo ProTaper Next	2,10	1,05

Tabela n°5: Análise estatística

grupo		Estatística	Erro Padrão	
Gold	Média	4,26	0,801	
	95% Intervalo de Confiança para Média	Limite inferior	2,03	
		Limite superior	6,48	
	Mediana	4,70		
	Variância	3,20		
	Desvio Padrão	1,79		
	Mínimo	2,30		
	Máximo	6,30		
	Amplitude	4,00		
	Amplitude interquartil	3,50		
Next	Média	2,10	0,469	
	95% Intervalo de Confiança para Média	Limite inferior	0,79	
		Limite superior	3,40	
	Mediana	2,00		
	Variância	1,10		
	Desvio Padrão	1,05		
	Mínimo	0,70		
	Máximo	3,60		
	Amplitude	2,90		
	Amplitude interquartil	1,75		