

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
CENTRO INTEGRADO DE SAÚDE
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PPG – MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

Tatiana Dias Costa

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DAS LIMAS ENDODÔNTICAS
PROTAPER® UNIVERSAL, MTWO®, RECIPROC® E WAVE-ONE® IMERSAS
EM SOLUÇÃO DE HIPOCLORITO DE SÓDIO A 5,25%**

Juiz de Fora

2014

TATIANA DIAS COSTA

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DAS LIMAS ENDODÔNTICAS
PROTAPER® UNIVERSAL, MTWO®, RECIPROC® E WAVE-ONE® IMERSAS
EM SOLUÇÃO DE HIPOCLORITO DE SÓDIO A 5,25%**

Dissertação apresentada ao PPG –
Mestrado em Clínica Odontológica da
Faculdade de Odontologia da
Universidade Federal de Juiz de Fora,
como parte dos requisitos para obtenção
do título de Mestre. Área de
concentração: Clínica Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Antônio Márcio Resende do Carmo

Co-orientador: Prof. Dr. Elison da Fonseca e Silva

Juiz de Fora

2014

Ficha catalográfica elaborada através do Programa de geração automática da Biblioteca Universitária da UFJF, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Costa, Tatiana Dias.

Avaliação da resistência à corrosão das limas endodônticas Protaper® Universal, Mtwo®, Reciproc® e Wave-One® imersas em hipoclorito de sódio a 5,25% / Tatiana Dias Costa. -- 2014.

84 p. : il.

Orientador: Antônio Márcio Resende Carmo

Coorientador: Elisa Fonseca Silva

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Odontologia. Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, 2014.

1. Endodontia. 2. Instrumentos odontológicos. 3. Hipoclorito de Sódio. 4. Corrosão. I. Carmo, Antônio Márcio Resende, orient. II. Silva, Elisa Fonseca, coorient. III. Título.



UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
PRÓ - REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO

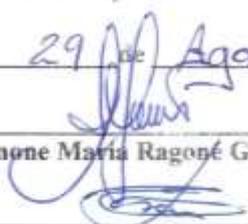
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
COORDENAÇÃO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

ATA N°. 11/2014

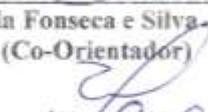
ATA DA DEFESA DE DISSERTAÇÃO DO
MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

Aos 29 dias do mês de Agosto do ano de 2014, às _____ horas, no Anfiteatro da Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, reuniu-se a Banca Examinadora composta pelo Professor Orientador Dr. Antônio Márcio Resende do Carmo, pelo Co-orientador Prof. Dr. Elison da Fonseca e Silva e pela Prof. Dr. Simone Maria Ragone Guimarães para a Defesa Pública de Dissertação de Mestrado, (requisito parcial) intitulada: "AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DAS LIMAS PROTAPER UNIVERSAL®, MTWO®, RECIPROC® E WAVEONE® IMERSAS EM SOLUÇÃO DE HIPOCLORITO DE SÓDIO 5.25%", da Candidata TATIANA DIAS COSTA, linha de pesquisa: Avaliação clínica e laboratorial dos materiais, instrumentos e técnicas odontológicas – área de concentração Clínica Odontológica. O presidente da Banca e orientador, Prof. Dr. Antônio Márcio Resende do Carmo abriu a sessão dando a todos o conhecimento das normas que regem a defesa de dissertação. A seguir, a candidata passou para defesa de sua dissertação, apresentando uma exposição de _____ minutos. Após a apresentação, a Banca arguiu a candidata sobre o seu trabalho, tendo a mesma respondido às questões apresentadas. Em seguida, a Banca se reuniu para julgamento da defesa, chegando ao seguinte resultado: a mestranda foi _____. Para validar a defesa e fazer jus ao título de Mestre em Clínica Odontológica, a Mestranda deverá entregar na Secretaria do Programa, no prazo máximo de 60 dias corridos, a Dissertação corrigida e encadernada nos moldes da UFJF, e o artigo referente à Dissertação enviado para Publicação em qualis indicado pelo orientador. Também não poderá ter pendências de qualquer natureza junto à Secretaria do Programa. Esta Ata terá validade de 60 dias para ser apresentada como documento de Defesa, quando então, será substituída pelo documento de entrega dos exemplares e do artigo, com validade até a obtenção do Diploma. O não cumprimento dos requisitos supra citados, impedirá ao aluno de obter a titulação. Nada mais havendo a tratar, foi encerrada a sessão de defesa e lavrou-se a presente ata, que será assinada pelos membros da Banca Examinadora e pela Candidata, que afirmam ter ciência e o pleno acordo.

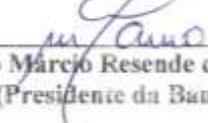
Juiz de Fora, 29 de Agosto de 2014.



Prof. Dr. Simone Maria Ragone Guimarães – CPF: 963.772.327-72



Prof. Dr. Elison da Fonseca e Silva – CPF: 300.919.346-72
(Co-Orientador)



Prof. Dr. Antônio Márcio Resende do Carmo – CPF: 432.224.046-15
(Presidente da Banca)

Tatiana Dias Costa

Mestranda: Tatiana Dias Costa – CPF: 582.868.116-15

Existem duas maneiras de ver a vida:
uma é pensar que não existem milagres e
a outra é pensar que tudo na vida é um
milagre!

Aos meus pais Zélia e José Maria, pelos ensinamentos mais importantes da minha vida, o apoio incondicional, o incentivo, o suporte e o zelo. Vocês são símbolos da força de vontade, da persistência, do amor e do respeito incondicional às minhas decisões. Obrigada por sempre estarem presentes. Amo muito vocês. Minha eterna gratidão!

Ao meu amado e companheiro André, que sempre me ofereceu um ombro amigo ou afago caso alguma coisa não saísse conforme planejado. Devo a você, não apenas a disciplina e a força de vontade, mas também uma visão do mundo inspirada pelo amor e pela realidade. Amo você!

AGRADECIMENTOS

A Deus, que ao revelar o amor na sua essência e pureza, nos conduz à outra esfera da realidade e nos permite compreender o verdadeiro significado da vida.

Ao meu irmão Murilo, pelos momentos de carinho, alegria, amizade. Que o amor que nos une dure para sempre!

À minha avó Adalgisa. Sua força e sabedoria são exemplos em minha vida. Obrigada pelo carinho e amor constantes.

Aos meus padrinhos Adalcy e Geraldo, pelo incentivo e carinho que vocês têm por mim. Um beijo no coração de cada um!

De forma muito especial, ao meu orientador, Professor Doutor Antônio Márcio Resende do Carmo, que apesar das inúmeras responsabilidades sempre esteve pronto, com vontade para orientar-me no que foi preciso com tamanha maestria. Tê-lo como orientador é um privilégio!

Ao meu co-orientador, Professor Doutor Elison da Fonseca e Silva, que abraçou o projeto desde seu início, sem nada questionar, oferecendo um trabalho maravilhoso, com muita competência e respeito. Que fique aqui registrada minha eterna gratidão por sua assistência incondicional, por suas palavras e atitudes seguras e, finalmente, pelas lições que me foram transmitidas juntamente com seu conhecimento científico.

À Professora Doutora Maria das Graças Afonso Miranda Chaves, Diretora da Faculdade de Odontologia da UFJF, a quem me espelho como exemplo de respeito. Agradeço de coração, pela confiança e oportunidade de realizar este sonho.

Aos professores do Mestrado, agradeço não apenas pelos ensinamentos transmitidos, mas também por terem me recebido sempre com tanto carinho e me ajudado de tantas formas.

À Professora Doutora Simone Maria Ragone Guimarães, pela delicadeza e satisfação com que aceitou em fazer parte da banca examinadora de defesa deste trabalho.

Ao IFET-JF/MG, que com presteza e atenção cedeu as dependências e equipamentos do Laboratório de Metalurgia para a realização deste trabalho. Não tenho palavras para agradecer este apoio!

À Faculdade Estácio de Sá, inspiradora de um sonho que ora acabo de realizar. Agradeço a grande oportunidade de lá iniciar minhas atividades do ensino na bela especialidade que é a Endodontia.

Aos funcionários da Faculdade de Odontologia da UFJF, pelo grande apoio, profissionalismo e carinho. Em especial à Wanessa, secretária do PPG - Mestrado em Clínica Odontológica, exemplo de eficiência, dedicação e simpatia.

Aos colegas do Mestrado, por termos caminhado juntos nesse desafio compartilhando horas no aprofundamento do saber profissional, trocando ideias e atingindo metas comuns.

Aos pacientes, por acreditarem no meu potencial e em muito contribuindo para complementar de maneira efetiva a minha formação profissional.

A todos, minha eterna gratidão...

"Quando penso que cheguei ao meu limite, descubro que tenho forças para ir além".

(Ayrton Senna)

RESUMO

Neste estudo foi testada a hipótese de que instrumentos endodônticos fabricados com a liga de NiTi com tratamento térmico *M-Wire* são mais resistentes à corrosão em solução de NaOCl. Avaliou-se, por ensaio de polarização potenciodinâmica, a resistência à corrosão de 14 limas de NiTi sem tratamento de superfície (ProTaper® Universal *Finishing* 2 – F2, n = 7 e Mtwo® 25.07, n = 7) e de 14 limas de NiTi com tratamento de superfície (Reciproc® R25 25.08, n = 7 e Wave-One® *Primary* 25.08, n = 7), quando imersas em solução irrigante de NaOCl a 5,25%. Em microscópio eletrônico de varredura, as micromorfologias das 28 limas testadas foram analisadas antes e após o ensaio eletroquímico. As curvas de polarização anódica foram obtidas com potencial de varredura que iniciou no E_{corr} de cada lima, com uma taxa de 0,333 mV/segundos (1,2 V/hora) até os E_{pite} , sendo considerada como faixa passiva, a região onde os valores de potencial tinham densidade de corrente inferior a 10^{-5} A/cm². A fim de se comparar as médias dos grupos aos pares foi empregada a prova não paramétrica de *Mann-Whitney*, utilizando-se o *software* estatístico SPSS-15 e o nível de significância adotado foi de $p < 0,05$. As curvas de polarização anódica demonstraram que todas as limas testadas foram passíveis de corrosão na solução de NaOCl a 5,25% (pH = 6,5). Observou-se que, no geral, apenas entre as limas Mtwo® (sem tratamento térmico) e Reciproc® (com tratamento térmico) não houve diferença estatisticamente significativa para E_{pite} ECS e $E_{\text{pite}}-E_{\text{corr}}$ ($p = 1,000$). Ao se comparar, aos pares, as limas sem tratamento térmico (ProTaper® Universal F2 e Mtwo®) com as limas com tratamento térmico (Reciproc® e Wave-One®) não houve diferença estatisticamente significativa (E_{corr} ECS, $p = 1,000$; E_{pite} ECS, $p = 0,265$; $E_{\text{pite}}-E_{\text{corr}}$, $p = 0,265$). A lima Reciproc® foi a que se apresentou mais resistente à corrosão e a ProTaper® foi a lima que mais sofreu corrosão na solução testada. Assim, a hipótese inicial de que instrumentos endodônticos fabricados com a liga de NiTi com tratamento térmico *M-Wire* são mais resistentes à corrosão em solução de NaOCl foi negada.

Palavras-chave: Endodontia. Instrumentos Odontológicos. Hipoclorito de Sódio. Corrosão.

ABSTRACT

This study tested the hypothesis that endodontic instruments manufactured with the NiTi alloy heat treated M-Wire are more resistant to corrosion in NaOCl solution. Was evaluated by potentiodynamic polarization test, the corrosion resistance of NiTi files 14 without surface treatment (Universal ProTaper® Finishing 2 - F2, n = 7 and Mtwo® 25.07, n = 7) and 14 files NiTi with surface treatment (R25 Reciproc® 25.08, n = 7 and Primary Wave-One® 25.08, n = 7), when immersed in irrigating solution of NaOCl 5.25%. In electronic scanning microscopy, the micromorphologies of 28 tested files analyzed before and after the electrochemical test. The anodic polarization curves obtained by scanning the potential E_{corr} that initiated in each file with a rate of 0.333 mV/sec (1.2 V/minute) to the E_{pite} , being considered passive track, the region where the values potential had density of less than 10^{-5} A/cm² current. In order to compare the averages of the groups in pairs used to non-parametric Mann-Whitney test, using the SPSS-15 statistical software and the significance level was $p < 0.05$. The anodic polarization curves show that all tested files are liable to the corrosion solution of 5.25% NaOCl (pH = 6.5). It was observed that, in general, only between Mtwo® (without heat treatment) and Reciproc® (heat treated) files there was no statistically significant difference for E_{pite} ECS and $E_{pite}-E_{corr}$ ($p = 1.000$). When comparing in pairs, the files without heat treatment (ProTaper® Universal F2 and Mtwo®) with files with heat treatment (Reciproc® and Wave-One®) there was no statistically significant difference (E_{corr} ECS, $p = 1.000$; E_{pite} ECS, $p = 0.265$; $E_{pite}-E_{corr}$, $p = 0.265$). The Reciproc® file introduced more resistant to corrosion and the ProTaper® was the file that suffered most corrosion in the tested solution. Thus, the initial hypothesis that endodontic instruments manufactured with the NiTi heat treated M-Wire are more resistant to corrosion in a solution of NaOCl was refused.

Keywords: Endodontics. Dental Instruments. Sodium Hypochlorite. Corrosion.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Quadro 1	Quadro do material utilizado na pesquisa.....	40
Figura 1	Fotografia das limas utilizadas no experimento: A) Wave-One®; B) ProTaper® Universal; C) Reciproc® e; D) Mtwo®.....	41
Figura 2	Fotografia ilustrando: A) vidro com a solução de NaOCl a 5,25%; B) peagâmetro digital (Wagtech®)	41
Figura 3	Fotografia do estabilizador de temperatura (Biomixer®) no momento da obtenção de 37°C da solução de NaOCl a 5,25%.....	42
Figura 4	Fotografia do potenciostato PGSTAT 128N (Metrohm Autolab®): A) potenciostato acoplado ao computador com o <i>Advanced Electrochemical Software</i> NOVA 1.9; B) gaiola de <i>Faraday</i> (onde o experimento é realizado; evita interferências e possibilita um resultado mais fidedigno); célula contendo a solução de NaOCl, o eletrodo calomelano (referência), eletrodo de trabalho (lima a ser testada) e o eletrodo de platina (libera a corrente)	43
Figura 5	Fotografia da cuba ultrassônica (Limp Sonic®): A) vista frontal demonstrando o tempo de limpeza; B) lima em solução de acetona.....	44
Figura 6	Fotografia dos eletrodos de trabalho: A) fio de cobre laminado em uma de suas pontas até a espessura de 1 mm; B) dispositivo projetado para a fixação do contato metálico lima/fio de cobre.....	45
Figura 7	Fotografia da conexão de latão coberta com silicone para isolar seu contato com a solução de trabalho.....	45
Figura 8	Fotografias do ensaio eletroquímico no esquema clássico de três eletrodos.....	46
Gráfico 1	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 1)...	48
Gráfico 2	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 2)..	49
Gráfico 3	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 3)..	49

Gráfico 4	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 4)..	50
Gráfico 5	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 5)..	50
Gráfico 6	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 6)..	51
Gráfico 7	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 7)..	51
Gráfico 8	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada das sete amostras das limas ProTaper® Universal.....	52
Gráfico 9	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 1).....	52
Gráfico 10	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 2).....	53
3Gráfico 11	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 3).....	53
Gráfico 12	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 4).....	54
Gráfico 13	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 5).....	54
Gráfico 14	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 6).....	55
Gráfico 15	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 7).....	55
Gráfico 16	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada das sete amostras das limas Mtwo®	56
Gráfico 17	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Reciproc® (Amostra 1).....	56
Gráfico 18	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Reciproc® (Amostra 2).....	57
Gráfico 19	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Reciproc® (Amostra 3).....	57

Gráfico 20	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Reciproc® (Amostra 4).....	58
Gráfico 21	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Reciproc® (Amostra 5).....	58
Gráfico 22	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Reciproc® (Amostra 6).....	59
Gráfico 23	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Reciproc® (Amostra 7).....	59
Gráfico 24	Curvas de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada das sete amostras das limas Reciproc®.....	60
Gráfico 25	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 1).....	60
Gráfico 26	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 2).....	61
Gráfico 27	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 3).....	61
Gráfico 28	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 4).....	62
Gráfico 29	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 5).....	62
Gráfico 30	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 6).....	63
Gráfico 31	Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 7).....	63
Gráfico 32	Curvas de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada das sete amostras das limas Wave-One®.....	64
Gráfico 33	Gráfico dos valores médios obtidos para os grupos das limas testadas.....	67
Gráfico 34	Gráfico dos valores médios obtidos para os para de de limas testadas sem e com tratamento.....	68
Figura 9	Micromorfologias de uma das limas ProTaper® Universal Finishing 2 – F: A) antes; B) após ensaio eletroquímico (MEV, aumentos de 256X e 250X).....	71

Figura 10	Micromorfologias de uma das limas Mtwo® 25.07: A) antes; B) após ensaio eletroquímico (MEV, aumento de 296X).....	71
Figura 11	Micromorfologias de uma das limas Reciproc® R25 25.08: A) antes; B) após ensaio eletroquímico (MEV, aumentos de 304X e 306X).....	72
Figura 12	Micromorfologias de uma das limas Wave-One® Primary 25.08: A) antes; B) após ensaio eletroquímico (MEV, aumentos de 242X e 250X).....	72

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Potencial de corrosão em circuito aberto (E_{corr}).....	64
Tabela 2	Potencial de pite (E_{pite}).....	65
Tabela 3	Resultados das polarizações anódicas das limas testadas.....	65
Tabela 4	Valores médios obtidos na prova <i>Mann-Whitney</i> para os grupos testados.....	66
Tabela 5	Valores médios obtidos na prova <i>Mann-Whitney</i> para os pares das limas sem e com tratamento térmico.....	68
Tabela 6	Comparação, aos pares, das polarizações anódicas das limas testadas.....	69
Tabela 7	Comparação, aos pares, das polarizações anódicas para os pares das limas testadas sem e com tratamento térmico.....	70

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

- HClO - Ácido hipocloroso
- H₂SO₄ - Ácido sulfúrico
- A/cm² - Ampère por centímetro quadrado
- Hg₂Cl₂ - Cloreto de mercúrio
- CFC - Cúbica de face centrada
- I_{cor} - Densidade de corrosão
- DFV - Deposição física de vapor
- # - Diâmetro
- EDS - Dispersão de energia de raios X
- EMF - Efeito memória de forma
- ECS - Eletrodo de calomelano saturado
- EPCC - Eletroquímico de polarização potenciodinâmica cíclica
- EEPPC - Ensaio eletroquímico de polarização potenciodinâmica cíclica
- ECC - Estrutura cristalina cúbica
- EDTA - *Ethylenediamine tetraacetic acid* (ácido etilenodiamino tetra-acético)
- R-EDTA - *Ethylenediamine tetraacetic acid with Cetrimide* (ácido etilenodiamino tetra-acético com Cetrimida)
- ° - Graus
- °C - Graus Celsius
- NaOCl - Hipoclorito de sódio
- IFET – - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Sudeste de Minas Gerais – Campus Juiz de Fora
- JF/MG
- = - Igual
- > - Maior que
- + - Mais
- ± - Mais ou menos (desvio-padrão)
- ® - Marca registrada
- < - Menor que
- μA - Microampère
- μA/cm² - Microampère por centímetro quadrado

MFA - Microscopía de força atômica
MEV - Microscopia eletrônica de varredura
mL - Mililitro
mm - Milímetro
mV - Milivolt
NOL - *Naval Ordnance Laboratory*
N/cm - Newton por centímetro
NiTi - Níquel-Titânio
nº. - Número
% - Percentual
H₂O₂ - Peróxido de hidrogênio
PCA - Potencial de circuito aberto
E_{corr} - Potencial de corrosão
E_{pite} - Potencial de pite
pH - Potencial hidrogeniônico
Ag/AgCl - Prata/Cloreto de prata
ARZ - Resistência zero
rpm - Rotação por minuto
Ra - Rugosidade
SE - Superelasticidade
3D - Tridimensional
RMS - Valor médio quadrático
x - *Versus*
V - Volt

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	20
2.1 Liga Níquel-Titânio	20
2.2 Instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi.....	23
2.2.1 Sistema ProTaper Universal (Dentsply Maillefer, Suíça).....	23
2.2.2 Sistema Mtwo (VDW, Munique, Alemanha).....	24
2.3 Instrumentos endodônticos reciprocantes de NiTi.....	24
2.3.1 Sistema Wave-One (Dentsply Maillefer, Suíça).....	25
2.3.2 Sistema Reciproc (VDW, Munique, Alemanha).....	26
2.4 Hipoclorito de sódio (NaOCl)	27
2.5 Corrosão	28
2.6 Estudos	29
3 PROPOSIÇÃO	39
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	40
4.1 Materiais.....	40
4.2 Métodos.....	44
4.3 Análise estatística	47
5 RESULTADOS.....	48
6 DISCUSSÃO	73
7 CONCLUSÃO	78
REFERÊNCIAS.....	79

1 INTRODUÇÃO

O preparo biomecânico dos canais radiculares tem como objetivo principal a remoção do tecido pulpar e/ou seus restos necróticos, proporcionando limpeza, modelagem e aumento da permeabilidade dentinária, favorecendo a hermética obturação. Este ato é realizado por meio da instrumentação dos canais radiculares empregando-se limas, alargadores, fresas, instrumentos sônicos ou outros aparelhos mecânicos e os sistemas rotatórios com limas de Níquel-Titânio (NiTi) (ESTRELA et al., 2004).

Várias substâncias irrigadoras têm sido propostas como coadjuvantes no processo de sanificação do conduto radicular. Contudo, o hipoclorito de sódio (NaOCl) constitui a substância irrigadora mais indicada devido a três características significativas: eficácia antimicrobiana, capacidade de dissolução tecidual e tolerância biológica dos tecidos periapicais em concentrações clínicas apropriadas. As ações química e física do NaOCl, juntamente com a ação mecânica dos instrumentos endodônticos são imprescindíveis na etapa de limpeza, desinfecção e modelagem do sistema de canais radiculares (MOTTA, 2008).

A Endodontia tem sofrido grandes transformações com o avanço dos conhecimentos biológicos, físicos e mecânicos. A necessidade de desenvolver tratamentos de maior eficiência e precisão tem feito com que pesquisadores busquem avanços tecnológicos a fim de tornar mais efetivo o preparo dos canais radiculares (GAMBARINI et al., 2008; GUTMANN; GAO, 2012; PEREIRA et al., 2012; PETERS; SCHÖNENBERGER; LAIB, 2001).

Walia, Brantley e Gertein (1988) foram pioneiros no emprego de uma nova liga metálica para a fabricação dos instrumentos endodônticos, a liga de NiTi. A utilização de instrumentos endodônticos flexíveis confeccionados com ligas NiTi superelásticas transformou os métodos de instrumentação do sistema de canais radiculares, reduzindo os erros de procedimento e tornando-os mais seguros e previsíveis (HILT et al., 2000; KUHN; TAVERNIER; JORDAN, 2001; THOMPSON, 2000). Os instrumentos produzidos a partir desta liga apresentam propriedades mecânicas vantajosas em relação às ligas de aço inoxidável, tais como: maior resistência à fratura por torção horária ou anti-horária, maior resistência à fadiga e alta flexibilidade (HILT et al., 2000). Isto se deve principalmente a duas propriedades

inerentes à liga de NiTi: o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE). Além disso, apresenta uma elevada resistência à corrosão e biocompatibilidade. Na Endodontia, esta liga contém aproximadamente 56% em peso de níquel e 44% em peso de titânio, resultando em uma combinação equiatômica dos principais componentes (THOMPSON, 2000).

A fim de melhorar a resistência à fratura por fadiga, por torção e a flexibilidade dos instrumentos de NiTi, pesquisadores e fabricantes tem desenvolvido novos métodos de fabricação. Destaca-se o fio *M-Wire* que é obtido por um processo termomecânico especial (BERENDT, 2007; BAHIA; BUONO, 2005; GAO et al., 2010; GUTMANN; GAO, 2012; SHEN et al., 2011).

A corrosão em limas endodônticas é uma grande preocupação na Odontologia, devido a consequências negativas tanto para o profissional quanto para o paciente. Essas limas são constantemente submetidas à ação de substâncias químicas auxiliares na desinfecção dos canais radiculares durante a prática clínica. Uma possível falha provocada por corrosão, poderá levar à ocorrência de fratura de limas no interior do canal radicular (MOTTA, 2008). A polarização potenciodinâmica, é o ensaio para obtenção de curvas de polarização, através da varredura contínua, iniciando-se ou no potencial de circuito aberto (PCA), chamado também potencial de corrosão (E_{corr}), ou em potenciais em que predominam reações catódicas, elevando-se a taxa de varredura constante (SEDRIKS, 1986).

A solução de NaOCl é utilizada no interior dos canais radiculares, com a finalidade de dissolver matéria orgânica e atuar como bactericida. Essa solução atua em conjunto com as limas endodônticas durante a limpeza e modelagem química e mecânica dos canais radiculares. Portanto, é de extrema importância a investigação do comportamento de corrosão e degradação das propriedades mecânicas da liga superelástica NiTi em solução de NaOCl.

Neste estudo foi testada a hipótese de que instrumentos endodônticos fabricados com a liga de NiTi com tratamento térmico *M-Wire* são mais resistentes à corrosão em solução de NaOCl. Portanto, tendo em vista os resultados conflitantes no arcabouço literário, este estudo foi realizado com a intenção de avaliar a resistência à corrosão de limas de NiTi sem tratamento térmico (ProTaper® Universal e Mtwo®) e de limas de NiTi com tratamento térmico (Reciproc® e Wave-One®) quando imersas em solução irrigante de NaOCl a 5,25%, utilizando o ensaio de polarização potenciodinâmica.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Liga Níquel-Titânio

As ligas NiTi foram desenvolvidas por Buehler, Gilfrich e Wiley (1963) para a aplicação em peças e instrumentos destinados ao programa espacial, em virtude de suas propriedades antimagnéticas e sua resistência à corrosão. Estas ligas receberam a denominação genérica de “Nitinol” por terem sido desenvolvidas no *Naval Ordnance Laboratory* (NOL), um centro de pesquisas da Marinha Norte-Americana.

Em 1998, Huang descreveu que as ligas quase equiatômicas de NiTi fazem parte de um grupo de ligas que apresenta propriedades especiais das quais as propriedades mecânicas dos instrumentos endodônticos de NiTi são fortemente dependentes. Estas propriedades especiais são denominadas EMF e SE, e estão relacionadas com a transformação de fases ocorrida entre duas diferentes estruturas cristalinas: a estrutura cristalina cúbica (ECC) da austenita e a estrutura cristalina monoclinica da martensita. A propriedade de EMF está relacionada a uma transformação de fases induzida por temperatura. A redução de temperatura faz com que a liga deixe de ter uma estrutura austenítica para ter uma estrutura martensítica ordenada, autoacomodada e reversível. Em baixas temperaturas, esta estrutura martensítica pode sofrer uma deformação que é reversível pelo aumento da temperatura.

Shaw e Kyriakides (1995) reportaram que na microestrutura das ligas de NiTi observa-se a deformação elástica associada a determinados níveis de tensão da aplicação. Quando a carga aplicada é retirada ocorre uma recuperação dimensional da liga. Caso a tensão aplicada seja maior que o limite elástico e estrutura cúbica de face centrada (CFC) começa a se transformar em monoclinica. Esse fenômeno é conhecido como transformação martensítica induzida por tensionamento. Uma deformação homogênea e macroscópica é observada. Com a remoção da carga aplicada observa-se uma recuperação elástica da estrutura CFC com a posterior transformação inversa, ou seja, a estrutura monoclinica volta a ser CFC o que reflete na deformação macroscópica. Entretanto, essa deformação deve

ficar entre 5 a 6%, para que a liga de NiTi reproduza esse comportamento conhecido como SE. Acima de 7,5% de deformação na estrutura monoclinica ocorre o deslizamento dos planos cristalográficos e inicia-se assim, a deformação plástica da estrutura.

De acordo com Kim e Johson (1999), o tratamento termomecânico relaciona-se com as mudanças nas condições do material: tratamento térmico ou trabalho a frio. O trabalho a frio influi na intensidade do encruamento resultante. A liga trabalhada a frio deve passar pelo procedimento de tratamento térmico para que possa exibir as propriedades SE e EMF. O tratamento térmico influencia sob dois aspectos: temperatura e tempo de aquecimento e velocidade de resfriamento. O tempo de aquecimento, sob o ponto de vista de crescimento de grão ou de solução de carbonetos, atua praticamente como a temperatura, e modo que as mesmas observações feitas a este último fator se aplicam no caso do tempo e aquecimento. O esfriamento, depois do material ter sido convenientemente aquecido, de acordo com as condições que o material é levado até a temperatura ambiente, vai determinar a estrutura final, apesar de sua natureza permanecer a igual.

Segundo Thompson (2000), a fabricação de instrumentos endodônticos de NiTi, a partir de fios superelásticos é mais complexa que os de aço inoxidável. Os instrumentos de NiTi, em razão de sua alta flexibilidade, podem ser produzidos pelo processo de usinagem e, em determinadas condições, pelo processo de torção da haste. Quando fabricados por usinagem, o lingote da liga NiTi é submetido a vários processos termomecânicos antes do fio ser usinado em instrumento endodôntico. Essencialmente, o lingote sofre forjamento rotativo e em seguida é laminado para barras de secção circular. Estas barras são então trefiladas, recozidas, decapadas e novamente trefiladas em fios mais finos. Estes fios são novamente recozidos, decapados, bobinados e em seguida, usinados.

Dentre as propriedades que diferenciam as ligas de NiTi com relação às de aço inoxidável, Kuhn e Jordan (2002) destacam a SE que se relaciona à mudança da fase da sua estrutura cristalina, quando a estrutura CFC se transforma em monoclinica (sistema cristalino que se caracteriza por três eixos cristalográficos de comprimentos diferentes). Essa alteração é promovida pela redução da temperatura durante o processo da fabricação das limas, sendo a estrutura monoclinica autocomandada. Após tratamentos térmicos entre 350 e 510°C durante 10 minutos, são encontrados dois picos durante o processo de resfriamento

(austenita → fase R, fase R → martensita) e dois picos durante o aquecimento (martensita → fase R, fase R → austenita). Quando a temperatura de tratamento está acima da temperatura de recristalização (600°C), os tratamentos térmicos determinam uma transição com apenas um pico durante o resfriamento e o aquecimento, sendo que a transformação martensítica ocorre a temperaturas mais baixas. Nestas condições, a liga apresenta transformações diretas entre austenita e martensita, não existindo a formação da fase R. Observaram que as condições de recozimento afetam fortemente o comportamento de tensão/deformação das limas de NiTi. Para tratamentos abaixo da temperatura de recristalização, as amostras geralmente apresentam níveis de tensão mais baixos para uma determinada deformação. Por outro lado, mostram que após os tratamentos em temperaturas acima da recristalização, os níveis de tensão aumentam.

Conforme Larsen et al. (2009), as ligas de NiTi tornaram-se populares por apresentarem ampla gama de aplicações biomédicas devido à sua capacidade única para recuperar a sua forma original depois de sofrer grandes deformações (até 8%) por meio do aquecimento, conhecido como EMF, ou por meio da remoção da carga, conhecidos como efeito SE. Instrumentos endodônticos feitos de ligas de NiTi têm sido amplamente selecionados por endodontistas para a remoção de tecidos mortos ou infectados e modelagem dos canais facilitando a obturação, uma vez que apresentam maior flexibilidade devido à sua superelasticidade comparado com instrumentos tradicionais feitos de aço inoxidável.

Segundo Lopes, Elias e Siqueira Júnior (2010), para os instrumentos endodônticos fabricados por torção, a porção do fio metálico correspondente às hastes de corte dos instrumentos é inicialmente submetida à usinagem para obtenção de hastes metálicas com formas piramidais triangulares ou quadrangulares. Posteriormente, para obtenção da forma final dos instrumentos de NiTi torcidos, a liga tem que apresentar uma composição que, ao ser submetida a um processo de resfriamento e aquecimento, permita o surgimento e manutenção de uma fase cristalográfica conhecida como fase R (estrutura cristalina romboédrica). Deste modo, o instrumento poderá ser imobilizado em uma das extremidades e submetido à deformação plástica por torção à esquerda.

2.2 Instrumentos endodônticos rotatórios de NiTi

De acordo com Leonardo (2008), os sistemas de instrumentos rotatórios de NiTi, adaptados para serem acionados por motores de baixa rotação e alto torque, foram desenvolvidos com o objetivo de tornar o preparo do canal radicular um procedimento mais rápido e eficiente. A SE e o efeito de forma propiciam ao instrumento retornar à sua posição original (reta), após receber flexão. Segundo o autor, esta característica traduz um bom recurso à instrumentação rotatória, produzindo um bom preparo nos terços cervical e médio, quando usada adequadamente, não sendo muito eficiente porém, para o preparo do terço apical do canal radicular.

2.2.1 Sistema ProTaper Universal (Dentsply Maillefer, Suíça)

Conforme descrito por Clauder e Bauman (2004), o sistema ProTaper® foi desenvolvido pelos cirurgiões-dentistas Clifford Ruddle (EUA), John West (EUA) e Pierre Machtou (França), com o auxílio de engenheiros da Dentsply Maillefer, doutores Francois Aeby e Gilbert Rota. Este sistema é descrito como sendo de conicidade variável, o que lhe confere maior flexibilidade quando comparado a outros sistemas de NiTi, apresentando-se nas versões rotatória e manual. São fabricados nos tamanhos de 21, 25 e 31 mm de comprimento. A ponta do instrumento é não cortante, possibilitando o avanço do instrumento suavemente pela trajetória original do canal. Apresenta cabo com tamanho de 12,5 mm e parte ativa (lâmina) com 14 mm de comprimento, o que facilita o trabalho nos dentes molares superiores e inferiores.

De acordo com Bonetti Filho (2009), o sistema ProTaper® original é composto por seis instrumentos, divididos em dois grupos: os três primeiros instrumentos são denominados de limas de formatação SX, S1 e S2 e, os três últimos são denominados de limas de acabamento F1, F2 e F3. No entanto, em 2006, o sistema ProTaper® sofreu algumas modificações pelo fabricante, passando a se chamar ProTaper® Universal. Dentre as modificações, foram introduzidos dois

novos instrumentos, no grupo de acabamento, o F4 e F5. Segundo o fabricante, outros aprimoramentos caracterizam o novo sistema, como: ponta com guia mais arredondada e ausência de ângulo de transição, permitindo maior segurança durante a instrumentação; modificação na dimensão de fabricação de alguns instrumentos, fazendo com que a transição entre eles seja mais suave (West, 2006) e alteração na seção transversal do instrumento F3 (em formato de "U") com a finalidade de se obter melhor flexibilidade e segurança.

2.2.2 Sistema Mtwo (VDW, Munique, Alemanha)

O sistema Mtwo[®], conforme descrito por Malagnino, Passariello e Sorci (2004) foi introduzido há poucos anos no mercado pela empresa alemã VDW. Como características pode-se citar: secção transversal em forma de "S"; conicidade .04, .05, .06 e .07; ponta inativa variando entre 250 e 350 rpm. Cada instrumento apresenta seu limite de torque, o qual varia entre 1-2 N/cm para a maior parte dos instrumentos, sendo que apenas um instrumento apresenta torque 3 N/cm. Segundo informações do fabricante, o sistema possui desenho dos instrumentos de forma que permite que estes trabalhem desde o início ao longo de todo o comprimento de trabalho.

De acordo com Balandrano et al. (2009), o diferencial deste sistema é que propõe uma técnica de instrumentação diferente da maioria dos sistemas rotatórios com instrumentos de NiTi. A preparação simultânea de todo o conduto favorece um desempenho mais equilibrado do instrumento nas paredes do canal apesar da conicidade ampliada.

2.3 Instrumentos endodônticos reciprocantes de NiTi

Conforme descrito por De-Deus et al. (2010), o movimento reciprocante diminui o estresse da lima pelo movimento especial *counter-clockwise* (ação de corte

no sentido anti-horário) e *clockwise* (liberação do instrumento no sentido horário). Esse tipo de movimento reduz o risco de fadiga cíclica.

Segundo Gutmann e Gao (2012), as limas de movimento recíprocante são fabricadas à partir de um NiTi especial contendo em sua composição química a liga *M-Wire*, desenvolvida por meio de um inovado processo de tratamento térmico que permite a confecção do preparo do canal radicular apenas com um único instrumento. De acordo com os fabricantes, são recomendadas para serem utilizadas em uso único (*single-file*).

Para Plotino et al. (2012), o objetivo principal dos movimentos recíprocantes é minimizar o risco de fratura causado pelo estresse torcional do instrumento. O ângulo de rotação no sentido anti-horário é designado para ser menor do que o limite elástico do instrumento. Por outro lado, esses instrumentos completam uma rotação de 360° com vários ciclos de movimentos recíprocantes. Os valores da rotação no sentido horário e anti-horário são diferentes. O ângulo maior de rotação (sentido anti-horário) determina o avanço do instrumentos para o interior do canal e desempenho de corte da dentina, enquanto que o ângulo menor corta (sentido horário) na direção oposta ao ângulo maior, permitindo que a lima realize um trajeto seguro no interior do canal, reduzindo o efeito de aparafusamento e redução de fratura da lima.

De acordo com Ye e Gao (2012), em 2011, dois importantes sistemas de limas de “uso único”, foram lançados no mercado internacional: WaveOne® (Dentsply Maillefer, Suíça) e Reciproc® (VDW, Munique, Alemanha). Trata-se de instrumentos rotatórios fabricados com uma nova liga de NiTi (*M-Wire*), que têm demonstrado um aumento na resistência à fadiga cíclica e melhores propriedades mecânicas, tornando mais segura sua utilização na rotina clínica.

2.3.1 Sistema Wave-One (Dentsply Maillefer, Suíça)

Segundo a Dentsply Maillefer (2012), o sistema Wave-One® apresenta as seguintes características: bom controle e sensação de segurança; precisão rápida e suave (bom controle); respeito à curvatura do canal radicular e tamanho do ápice; tamanho adicional (21.06), útil para canais radiculares estreitos, para garantir

segurança e conforto; usuários de limas manuais e do sistema ProTaper® tendem a preferir o sistema Wave-One® em função de sua sensação de segurança e controle; não há necessidade de desinfecção, limpeza, esterilização; não há risco de contaminação cruzada. Portanto, qualquer reutilização destes instrumentos aumenta o potencial de infecção cruzada para o próximo paciente.

No entendimento de Machado et al. (2012), o sistema Wave-One® possui uma secção que varia ao longo eixo do instrumento, onde na parte média e mais próxima ao cabo possui formato de triângulo com lados convexos, e na região mais próxima à ponta do instrumento este triângulo sofre uma modificação devido a adição de concavidade. A lima está disponível em três diâmetros, que também variam na conicidade, os chamados *Small* que possui ponta #21 e conicidade inicial 0.06, *Primary* com ponta #25 e conicidade inicial .08, e *Large* com ponta #40 e conicidade inicial 0.08. De acordo com o fabricante, a seleção da lima automatizada será de acordo com a lima manual exploratória utilizada para cada caso, no qual uma lima manual #10 com resistência de penetração referencia-se o uso da *Small*, a *Primary* é utilizada em maior parte dos casos, e a *Large* quando a lima exploratória manual #20 penetrar facilmente até o limite de trabalho.

2.3.2 Sistema Reciproc (VDW, Munique, Alemanha)

Conforme descrito por Machado et al., (2012), o sistema Reciproc® possui uma secção fixa em forma de “S” em todo seu eixo, e sua conicidade também é fixa somente nos 3 mm iniciais, passando a diminuí-la em direção ao cabo do instrumento. As limas também estão disponíveis em três diâmetros, as chamadas R25 com ponta #25 e conicidade inicial .08, R40 com ponta #40 e conicidade inicial .06, e R50 com ponta #50 e conicidade inicial .05. A seleção da lima para cada caso se baseia pelo aspecto radiográfico, onde condutos que não são facilmente visualizados nas imagens periapicais referenciam-se a lima R25, condutos nítidos indicam a R40, e condutos mais amplos utilizam a R50.

Para a empresa VDW (2012), o sistema Reciproc® foi criado para encontrar uma maneira mais simples e mais segura para preparar, com êxito, endodonticamente um canal radicular, e, cumprindo com os requisitos de alta

qualidade. Com movimentos alternados recíprocos, semelhantes ao movimento do sistema Wave-One®, o Reciproc® se propõe ao preparo dos canais radiculares com facilidade, segurança e rapidez. É ainda possível preparar canais radiculares com anatomias difíceis e com resultados previsíveis usando apenas um instrumento.

2.4 Hipoclorito de sódio (NaOCl)

Hand, Smith e Harrison (1978) verificaram que a diluição de uma solução de NaOCl a 5,0% diminuía sua capacidade de dissolução de tecido necrótico, salientando ainda que quanto maior a área de superfície de contato entre o tecido e a solução de NaOCl, melhor é a dissolução.

Moorer e Wesselink (1982) estudaram a influência do fluxo líquido, do potencial hidrogeniônico (pH) e da área de contato na capacidade de dissolução da solução de NaOCl. Observaram que o princípio ativo do NaOCl depende da quantidade de moléculas de ácido hipocloroso (HClO) não dissociadas. Esse ácido é responsável pela forte cloraminação e oxidação de matérias orgânicas, tais como tecido e microrganismos. O HClO é consumido na interação com matéria orgânica.

Só et al. (1997) avaliaram a habilidade de dissolução tecidual de soluções de NaOCl de diferentes fabricantes e concluíram que a capacidade de dissolução tecidual é diretamente proporcional à concentração da solução. Ressaltaram que o NaOCl a 0,5% apresenta limitada capacidade de dissolução tecidual.

Siqueira Júnior et al. (2000) compararam, *in vitro*, a redução bacteriana depois do preparo e irrigação com NaOCl a 1%, a 2,5% e a 5,25% e solução salina. Quarenta pré-molares inferiores unirradiculares com acesso coronário realizado, foram inoculados com *Enterococcus faecalis* previamente ao preparo e irrigação com uma das soluções testadas, sendo que os canais foram dilatados até um instrumento #40. As amostras foram levadas a meio de cultura e posteriormente foi realizada a contagem das cepas bacterianas. Todas as soluções testadas tiveram uma redução significativa do número de cepas bacterianas no interior dos canais radiculares, não havendo diferença significativa entre as três concentrações de NaOCl testadas. No entanto, todas as concentrações de NaOCl foram significativamente mais efetivas que solução salina. As três concentrações de NaOCl

mostraram grandes zonas de inibição. Concluíram que a troca constante e o uso de grandes quantidades da solução irrigadora mantém a efetividade antibacteriana da solução de NaOCl, compensando os efeitos da concentração.

Estrela et al. (2004) discutiram o mecanismo de ação do NaOCl baseado nas suas propriedades antimicrobianas e físico-químicas. Os autores concluíram que: 1) a velocidade de dissolução do fragmento de polpa bovina é diretamente proporcional à concentração da solução de NaOCl e maior sem tensoativo; 2) a variação da tensão superficial, do começo ao fim da dissolução pulpar, foi diretamente proporcional à concentração do NaOCl e maior nas soluções sem tensoativos; 3) com o aumento da temperatura da solução de NaOCl, a dissolução da polpa bovina é mais rápida; 4) quanto maior a concentração, menor é a redução do seu pH após a ação da dissolução tecidual.

2.5 Corrosão

Conforme descrito por Pourbaix (1988), a resistência à corrosão baseia-se na formação de uma camada passiva protetora. Determinados ambientes podem causar a ruptura nesse filme passivo, deixando na liga uma região susceptível ao ataque corrosivo. Em alguns metais o filme de óxido pode ser rompido com facilidade, bastando a presença de um determinado íon agressivo para que o filme localmente se deteriore. Alguns outros filmes não são tão sujeitos a destruição, mesmo quando o metal é solicitado mecanicamente, porque podem ser refeitos, se a velocidade de repassivação for superior à velocidade de iniciação da corrosão localizada.

Busslinger, Sener e Barbakow (1998) sugerem que a solução de NaOCl não possui efeitos nas propriedades mecânicas das limas endodônticas em um curto tempo de imersão. Entretanto, o efeito da aplicação de tensão no comportamento de corrosão da liga NiTi não tem sido pesquisada em solução de NaOCl. Alguns materiais, que são aparentemente inertes em um ambiente corrosivo, podem se mostrar susceptíveis à corrosão com a aplicação de tensão.

Para Yared, Bou Dagher e Machtou (2000), a fratura dos instrumentos rotatórios de liga NiTi no interior dos canais radiculares é uma das principais causas

de insucesso endodôntico. Quando presentes, a maior incidência de fraturas aparecem nos últimos 3 mm dos instrumentos. Para os autores é de extrema importância a avaliação de uma possível susceptibilidade à corrosão do NiTi ao NaOCl, já que durante o tratamento endodôntico, a lima e a solução irrigante atuam em íntimo contato. A susceptibilidade à corrosão pode culminar com a fratura do instrumento endodôntico.

Segundo Prymak et al. (2004), a resistência à corrosão do material em um determinado meio é determinante na diminuição da ocorrência de possíveis falhas, entre elas a fratura. Essa resistência à corrosão é influenciada por diversos fatores como: a composição química da liga, a rugosidade da superfície do material e a transformação de fases.

De acordo com Motta (2008), as ligas NiTi, como outros metais, estão sujeitas a corrosão em certos meios. Uma de suas formas primárias é a corrosão por pite, que consiste em um ataque localizado, na forma de uma cavidade, que ocorrem em materiais passivos expostos a meios que contém, principalmente, íons cloreto. Esse íon possui a capacidade de romper de maneira localizada o filme passivo protetor, acarretando a formação do pite. Esse tipo de corrosão é caracterizado pela existência de um potencial de eletrodo, a partir do qual tem início a nucleação e crescimentos de pites e, abaixo do qual, o pite não ocorre. Este potencial é conhecido como potencial de nucleação de pite. Quanto maior seu valor, mais resistente à corrosão por pite é o metal. Seu valor pode ser determinado por métodos eletroquímicos de ensaio (potenciodinâmicos e potencioestáticos).

2.6 Estudos

O estudo de Mueller (1982) foi a pesquisa mais antiga encontrada na literatura sobre a corrosão de limas endodônticas imersas em soluções irrigantes utilizando técnicas eletroquímicas e o potencioestato. Em sua pesquisa, o autor comparou a suscetibilidade à corrosão de limas de carbono Kerr[®] n^o. 120 e de aço inoxidável K-type[®]. Dentre as soluções irrigantes, testou diversas composições e concentrações, a saber: 1) NaOCl a 5,25%, a 5,0%, a 4,0%, a 2,5%, a 1,0%, a 0,5% e a 0,05%; 2) Hi-lex + H₂O₂ a 3% + NaOCl a 5%; 3) H₂O₂ a 3% + ácido cítrico a 50%

+ NaOCl a 1% + EDTA a 15%, e; 4) EDTA 15% + NaOCl a 5,25%. Além das diferentes soluções irrigantes, o autor testou diferentes soluções que possivelmente inibiriam o E_{corr} , a saber: silicato de sódio, nitrito de sódio, pirofosfato de sódio, fluoreto de sódio, benzoato de sódio e benzotriazol. Adicionalmente, testou surfactante (Nacconol 40F[®]) e solução aquosa (Natrosol 250MR[®]). Traçados eletrocinéticos potenciodinâmicos de polarização anódica foram determinados para os diferentes sistemas por meio do uso de um potenciostato programado a 0.012 V/minuto associado a um compartimento contendo três eletrodos, sendo um eletrodo composto pela parte cortante da lima endodôntica testada, um eletrodo de referência de calomelano (Hg_2Cl_2), e um eletrodo auxiliar de platina. O H_2O_2 , especialmente, em solução de EDTA reduziu as tendências de polarização, produzindo um comportamento menos ativo, do ponto de vista de corrosão, em comparação com a solução de NaOCl. O silicato de sódio foi o único inibidor eficaz, que ao nível de 3%, aumentou do potencial de decomposição para 0.8 V em alguns casos. As demais soluções inibidoras testadas apresentaram-se ineficazes. Concluiu que técnicas eletroquímicas baseadas em perfis de polarização e métodos de resistência de polarização são eficientes e confiáveis para mensurar a corrosão de instrumentos rotatórios endodônticos, devendo ser utilizadas para estudar os mecanismos das limas endodônticas, para julgar a suscetibilidade à corrosão de materiais recém desenvolvidos e aperfeiçoados para uso em Endodontia, bem como, para avaliar a eficácia de inibidores de corrosão dos instrumentos.

Stokes et al. (1999) avaliaram e compararam a suscetibilidade à corrosão de limas endodônticas de aço inoxidável e de NiTi, todas com 25 mm, imersas em NaOCl a 5,25%. As limas em aço inoxidável testadas foram Kerr K-Flex[®], Caulk Flex-O[®], e Union Broach Flex-R[®]; enquanto as limas em NiTi foram Union Broach[®] e Tulsa NiTi[®]. Para cada grupo, 24 limas foram testadas. O PCA foi registrado por 1 hora em um gráfico de curva com alta impedância. A gravação do gráfico para cada lima foi classificada utilizando escores de estabilidade: I) estável, II) instável, ou III) errático. O PCA foi medido por um potenciostato, utilizando um eletrodo de calomelano como referência. A classificação de PCA instável e irregular para as limas avaliadas foram: K-Flex[®] (16%), Flex-R[®] (12%), Flex-O[®] (75%), Union Broach[®] (62%), e Tulsa[®] (0%). Após o teste PCA, cada uma das 120 limas foi inspecionada por microscopia de luz com aumento de 25X. As frequências de corrosão visualmente observadas foram: K-Flex[®] (2/24), Flex-R[®] (1/24), Flex-O[®] (6/24), União

Broach® (2/24) e Tulsa® (0/24). Com base nos resultados, concluíram que houve uma diferença significativa na frequência de corrosão entre as diferentes marcas, quando avaliados pelo PCA e por microscopia de luz; entretanto, não houve diferença significativa entre o aço inoxidável e o NiTi.

Para analisar os efeitos corrosivos do NaOCl a 5,25% com pH 10.6 e do R-EDTA a 17% sobre limas de aço inoxidável manuais dos fabricantes Mani® (AISI 303 SS) e Dentsply Maillefer® (AISI 304 SS) e também sobre as limas manuais de NiTi de fabricação da Dentsply Maillefer®, Darabara et al. (2004) utilizaram uma amostra composta por 12 limas de cada modelo, as quais foram submetidas ao método de polarização potenciodinâmica cíclica. As 12 limas de cada material foram inseridas em resina epóxi, polidas e expostas às soluções irrigantes, sendo utilizadas como um eletrodo. Como referência, utilizaram um eletrodo de Ag/AgCl, sendo que uma placa de platina foi utilizada como um contraeletrodo. As curvas de polarização foram obtidas para todos os corpos de prova imersos em solução de R-EDTA e NaOCl a 37°C, com uma potência de varredura de 5 mV/minuto⁻¹. O E_{corr} , a densidade de corrosão (I_{corr}) e o potencial de cavitação/fenda (E_{pite}) foram calculados para cada curva. Os resultados foram analisados estatisticamente por meio da análise *Two-Way* ANOVA e do teste *Student-Newman-Keuls* para comparação múltipla dos materiais e soluções de irrigação que serviram como variáveis de discriminação ($p = 0,05$). As curvas de polarização cíclicas apresentaram histerese¹ negativo, demonstrando que não houve suscetibilidade para a ocorrência de cavitação ou fendas por corrosão para todos os materiais examinados em ambas as soluções irrigantes. Para as três limas, o NaOCl apresentou E_{corr} significativamente maior ($p = 0,011$), bem como menor I_{corr} comparado com o R-EDTA. Além disso, todos os materiais apresentaram E_{pite} igual em NaOCl, que demonstrou-se significativamente menor ($p = 0,009$) quando comparado ao E_{pite} em R-EDTA. Concluíram que, sob as condições do estudo, as ligas estudadas não sofreram cavitações ou fendas por corrosão em função das soluções irrigantes empregadas, sendo, portanto, passíveis de utilização clínica em Endodontia.

A influência da imersão em NaOCl na resistência à fratura por fadiga e corrosão cíclica de instrumentos rotatórios de NiTi ProTaper® Universal F2 foi avaliada por Berutti et al. (2006). No experimento utilizaram uma amostra composta

¹ Tendência de um material ou sistema de conservar suas propriedades na ausência de um estímulo que as gerou.

por 120 limas novas, as quais foram randomicamente divididas em três grupos ($n = 40$): G1 – controle, não imerso em NaOCl; G2 – 20 mm da parte cortante da lima imersos em NaOCl a 5%, a 50°C, por 5 minutos, e; G3 – instrumentos completamente imersos em NaOCl a 5%, a 50°C, por 5 minutos. Todos os instrumentos foram submetidos ao ensaio de fadiga (sendo registrados o tempo, em segundos, que levaram para fraturar), sendo que, aqueles inseridos em G3 que apresentaram fratura precoce, foram submetidos ainda à microscopia eletrônica de varredura (MEV), para análises micromorfológicas. Os dados foram analisados pelo teste de *Kruskal-Wallis* e *Post-Hoc* de comparações múltiplas ($p < 0,05$). As limas do grupo G3 apresentaram uma resistência significativamente inferior à fratura por fadiga cíclica quando comparadas às do G1 e G2 ($p < 0,001$). Em alguns instrumentos do G3, a fratura precoce ocorreu após alguns segundos de testes de fadiga. A observação em MEV revelou sinais evidentes de corrosão dos instrumentos fraturados. Portanto, concluíram que o fenômeno de fratura inicial pode ser atribuído à corrosão galvânica induzida pela presença de metais diferentes, em que um atua como o cátodo de um par galvânico, estabilizando quando o instrumento é imerso na solução de NaOCl. Ressaltaram que a liga de NiTi pode atuar como o ânodo e, portanto, passível de corrosão.

Para analisar a resistência à corrosão dos instrumentos rotatórios de NiTi imersos em soluções de NaOCl a 5,25%, Nóvoa et al. (2007) testaram nove limas endodônticas ProTaper® S1 de 25 mm em dois tipos de NaOCl a 5,25%: um com pH de 12.3 e outro parcialmente neutralizado por meio do uso H_2SO_4 resultando em um pH de 10.1. Medições eletroquímicas foram realizadas usando um potenciostato equipado com um amperímetro de resistência zero (ARZ) para as medições de corrente galvânica. As limas foram seccionadas em três partes (cortante, não cortante e haste), limpas com acetona e enxaguadas com água desmineralizada antes de serem imersas em solução de NaOCl para os testes. Cada conjunto de três peças constituiu um instrumento “virtual” através do ARZ, dando acesso às correntes galvânicas que circularam entre as três partes. O E_{corr} da liga de NiTi atingiu o domínio estático em cerca de 20 segundos de imersão no NaOCl com pH de 10.1. Após este período inicial o potencial manteve-se estável, indicando que foi alcançado o domínio estático. No entanto, em NaOCl com pH 12.3, nenhum estado estacionário foi alcançado, mesmo depois de 6000 segundos de imersão. Portanto, a liga não apresentou-se estável neste meio a partir do ponto de vista de corrosão.

Concluíram que a liga de NiTi corroeu no NaOCl com pH 12.3, principalmente quando associada galvanicamente ao ouro contido na haste do instrumento, porque o ouro catalisou a redução do NaOCl. Ressaltaram, que a resistência à corrosão pode ser aumentada reduzindo o pH da solução de NaOCl para 10.1.

Com o objetivo avaliar a resistência à corrosão por cavitação de instrumentos rotatórios em NiTi com diferentes tratamentos de superfície, quando imersos em soluções de EDTA a 17% e cloreto de sódio (NaCl) a 0,9%, Bonaccorso et al. (2008) utilizaram trinta limas que foram divididas em três grupos: G1 (n = 10) – limas RaCe® eletropolidas; G2 (n = 10) – limas RaCe® não eletropolidas, e; G3 (n = 10) – limas Alpha® revestidas por deposição física de vapor (DFV). Todos os instrumentos possuíam comprimento de 25 mm. As medições eletroquímicas foram realizadas utilizando um potenciostato para as medições de corrente galvânica a 37°C. As peças de corte e as hastes de todos os instrumentos foram imersas em acetona e enxaguadas em água desmineralizada antes da realização dos testes. A duração do estudo foi de 3 horas para o EDTA e 1,5 horas para o NaCl. Após o teste eletroquímico, as limas foram submetidas ao MEV para determinar os aspectos morfológicos da corrosão. Com base nos testes eletroquímicos, não houve problemas de corrosão localizada quando as limas foram imersas em EDTA. Em NaCl, o potencial de cavitação ocorreu em valores mais elevados para os instrumentos eletropolidos e DFV, o que indica um aumento da resistência à corrosão. Concluíram que parece haver um risco de corrosão para os instrumentos de NiTi, sem tratamentos de superfície, em contato com NaCl. Instrumentos de NiTi com tratamentos de superfície DFV e eletropolimento mostraram resistência aumentada à corrosão.

Com o objetivo de avaliar a resistência à corrosão da liga NiTi sob tensionamento em presença da solução irrigante NaOCl, Motta (2008) procedeu a análise da liga NiTi imersa em NaOCl a 1% e a 5,25%, com a liga tensionada, em uma célula eletroquímica de três eletrodos, constituída por um recipiente de vidro, contendo aproximadamente 600 mL de NaOCl, usado como eletrólito, e por uma tampa de acrílico, onde os eletrodos (NiTi, calomelano – referência, e platina – contraeletrodo) foram acoplados. O tensionamento da liga NiTi foi realizado por uma máquina de tração horizontal (Monsanto®) e os testes eletroquímicos foram feitos em um potenciostato (Omnimetria®, modelo PG-19). Além disso, as ligas NiTi foram submetidas à análise por MEV/espectroscopia por dispersão de energia de raios X

(EDS) para caracterizar as condições superficiais do material antes e após a realização dos ensaios. Antes de ser realizada a análise microscópica, as ligas foram imersas em acetona e inseridas em um aparelho de ultrassom (Ultra Sonic Cleaner USC 700®) para a limpeza da superfície das mesmas. Os corpos de prova ficaram imersos no período de 10 minutos e, em seguida, foram lavados com água destilada e secados. Assim, as amostras ficaram livres de impurezas ou resíduos da solução, o que facilitou a sua visualização, caracterização e análise. A autora observou que, apesar das densidades de corrente elevadas nas soluções de NaOCl a 1 e 5,25%, não foi verificada corrosão localizada intensa. As soluções de NaOCl nas duas concentrações não promoveram corrosividade intensa no NiTi. Concluiu que, mesmo considerando a presença de reações eletroquímicas envolvendo o eletrólito, o NaOCl a 1% apresentou, do ponto de vista da corrosão, comportamento ligeiramente mais agressivo do que o NaOCl 5,25%, e que a deformação induzida por tensionamento do NiTi não influenciou sua resistência à corrosão ao NaOCl.

O estudo de Yum et al. (2008) comparou a tendência à corrosão usando noventa limas endodônticas de NiTi, em variadas condições ambientais, antes e após a utilização clínica, por meio de análise eletroquímica e MEV/EDS. As limas testadas foram ProTaper® Universal S2, de 21 mm (n = 45), e Hero® 642, também de 21 mm (n = 45), divididas em 16 grupos (n = 5) de acordo com a temperatura de imersão, tipo de solução, marca das limas e aplicação de carga mecânica, além de dois grupos controles (n = 5), nos quais as limas não foram submetidas à imersão e carga. Os grupos experimentais incluíram imersão em água destilada a 22 e 55°C, com e sem carga mecânica, e imersão em NaOCl a 5,25%, a 22 e 55°C, com e sem carga mecânica. Previamente à análise microscópica, as limas foram limpas em cuba ultrassônica com água destilada e secas com jato de ar. Realizaram uma simulação de utilização padronizada em todas as limas da pesquisa. Não foram observados sinais de corrosão quando as limas foram imersas em água destilada ou NaOCl a 22°C. Contudo, constataram sinais gerais de corrosão (mudança de cor e existência de precipitação de metal), quando imersas em solução de NaOCl, à temperatura de 55°C. Este fenômeno foi mais frequentemente observado nas limas ProTaper Universal®. De forma geral, as limas apresentaram maior E_{corr} após a simulação de uso (0,7 V), quando comparadas à análise prévia à simulação (0,6 V). Concluíram que a temperatura da solução e a concentração de íons de cloreto apresentou um efeito sobre a resistência à corrosão das limas de NiTi. Ressaltaram

que a resistência à corrosão dos instrumentos de NiTi poderia ser aumentada por ocorrência de corrosão galvânica caso fossem adicionados metais diferentes em sua composição.

Por meio de microscopia de força atômica (MFA), Ametrano et al. (2011) avaliaram os efeitos do NaOCl e do EDTA sobre as características de superfície de limas ProTaper® em NiTi (S1, S2, F1 e F2). Para tanto, utilizaram uma amostra composta por vinte limas, divididas em cinco grupos: sem imersão, imersão em NaOCl a 5,25% por 5 ou 10 minutos, e imersão em EDTA a 17% por 5 ou 10 minutos. Vinte áreas de superfície à uma distância de 3 mm da ponta das limas (quadrados perfeitos de 1 x 1 µm) foram analisados por MFA operando no modo de contato em condições ambientais. Os dados foram coletados antes e após a imersão. Imagens tridimensionais (3D) (400 x 400 linhas) foram processadas utilizando o *software* Gwyddion®, e a média de rugosidade (Ra) e o valor médio quadrático (RMS) dos perfis das superfícies digitalizadas foi registrado. Os dados foram analisados por meio de ANOVA e teste *t* pareado. As imagens 3D da MFA revelaram irregularidades topográficas em escala manométrica nas limas, tanto antes quanto após a imersão em ambas as soluções irrigadoras. Tanto a Ra quanto o RMS foram estatisticamente maiores para os instrumentos imersos nas soluções de NaOCl e EDTA, quando comparados aos achados sem a imersão ($p < 0,05$). Concluíram que a imersão dos instrumentos ProTaper® em NiTi, tanto em EDTA quanto em NaOCl, causou alterações nas superfícies das limas.

Fazendo uso da mensuração potenciodinâmica das curvas de polarização em ambiente com 37°C, Casella e Rosalbino (2011) avaliaram a influência do tratamento de esterilização realizado a 50°C em uma solução de NaOCl a 5% sobre a corrosão de instrumentos endodônticos de NiTi (GT Rotary® e K3®) e de aço inoxidável (K File®), ambas de 25 mm. Também, com a finalidade de comparação, também realizaram a caracterização eletroquímica em limas não esterilizadas (controle). A caracterização da superfície da amostra, após os testes eletroquímicos, foi realizada por meio de MEV/EDS. Apenas as áreas de corte das limas ficaram submersas por 5 e 10 minutos para a realização do teste eletroquímico, que foi realizado com um eletrodo calomelano como referência. Não houve influência significativa do tratamento de esterilização na resistência à corrosão das limas K File® e GT Rotary®. No entanto, observaram uma influência negativa do tratamento de esterilização sobre a resistência à corrosão dos instrumentos K3®, e o efeito

apresentou-se de forma mais significativa para o período de imersão mais longo (10 minutos). Concluíram que os resultados da pesquisa sugerem a necessidade de desenvolvimento de instrumentos que utilizam diferentes materiais que são mais resistentes à corrosão quando submetidos à esterilização.

O estudo realizado por Amaral, Barros e Ponciano Gomes (2012) avaliou a resistência à corrosão de materiais compostos por NiTi utilizados em Endodontia. Para tanto, procederem ensaios eletroquímicos em eletrodos planos de NiTi imersos em solução de clorexidina a 0,2% e de NaOCl a 5,25% durante os tempos de 1 e 168 horas. Foram obtidas curvas de polarização anódica nos tempos pré-determinados, sendo que as curvas redox inicial e final determinaram a estabilidade eletroquímica das soluções testadas. O pH da clorexidina foi de 6.39, e da solução de NaOCl foi de 12.9. Células eletroquímicas com eletrodos de NiTi foram utilizadas para os ensaios de polarização anódica nos tempos de análise, sendo que um eletrodo de calomelano e um eletrodo de platina foram usados como de referência e contraeletrodo, respectivamente. O eletrodo de NiTi teve formato plano e área superficial de teste de aproximadamente 0,82 cm². Os eletrodos foram imersos em um volume aproximado de 300 mL da solução de teste. A faixa de potencial anódico usada foi de 0 a 1300 mV. Realizaram os testes em um potenciostato Autolab PGSTAT 302N[®] em modo potenciostático, ligado a um computador, e a leitura feita por meio do *software* GPES[®]. Os ensaios de polarização anódica foram realizados na velocidade de varredura de 50 mV/minuto. Constataram que a liga de NiTi apresentou boa resistência à corrosão no meio de solução de clorexidina 0,2% quando comparada ao NaOCl a 5,25%, no qual apresentou processo de corrosão. Portanto, concluíram que a clorexidina a 0,2% induziu um menor risco de fratura por corrosão do NiTi quando comparado ao NaOCl a 5,25%.

Visando analisar resistência à corrosão eletroquímica de limas RaCe[®] e Mtwo[®] após a esterilização repetida e procedimentos de preparo de canais radiculares, Shahi et al. (2012) utilizaram uma amostra dividida em oito grupos, sendo quatro de trabalho e quatro de esterilização. Além disso, utilizaram nove amostras novas, de cada lima testada, como controle. Cada grupo de trabalho foi composto por 72 limas, as quais foram utilizadas para o preparo de um canal radicular mesial de primeiros molares inferiores humanos extraídos. O procedimento foi repetido até o preparo de dois a oito canais. Como soluções irrigadoras desses procedimentos, utilizaram NaOCl a 2,5% ou soro fisiológico. Nos grupos de

esterilização, as 72 limas de cada grupo foram submetidas à limpeza e desinfecção em autoclave. Após a distribuição e realização dos procedimentos referentes aos grupos, as limas foram analisadas quanto à corrosão por meio da mensuração eletroquímica em potenciostato, utilizando-se eletrodos de platina e de calomelano como contraeletrodo e referência, respectivamente. Os dados obtidos foram submetidos aos testes de *Mann-Whitney U* e *Wilcoxon* para grupos independentes e dependentes, respectivamente. Foram encontradas diferenças significativas na resistência à corrosão das limas endodônticas Mtwo® e RaCe®, quando associadas a grupos de trabalho e de esterilização ($p < 0,001$); contudo, não encontraram diferenças entre os grupos de esterilização e os grupos controles ($p = 0,344$). As alterações na resistência à corrosão para as limas RaCe® foram mais elevadas quando irrigadas com NaOCl do que quando irrigadas com soro fisiológico, enquanto a corrosão das limas Mtwo® não foi influenciada pelas soluções de irrigação. Concluíram que a resistência à corrosão de limas Mtwo® #25, #30 e #35 foi significativamente maior do que a de limas RaCe® com tamanhos semelhantes.

Por meio de ensaio eletroquímico de polarização potenciodinâmica cíclica (EEPPC) e imagens obtidas por MEV, Franco (2013) avaliou a influência do NaOCl a 1% e 2,5% na qualidade do acabamento superficial e na resistência à corrosão de duas limas endodônticas (RaCe® e Hyflex®). Para o EEPPC, utilizou vinte limas de cada marca comercial (#25, conicidade 0.04 e 25 mm de comprimento), sendo que, dez foram fixadas, individualmente, pelo cabo a uma ponta de fio de cobre com diâmetro de 0,12 mm e com 20 cm de comprimento. Cada lima foi posicionada no interior de uma célula eletroquímica com 500 mL de solução de NaOCl a 1% à temperatura ambiente controlada em 23°C (± 2) até cobrir a parte ativa do instrumento. Os registros foram realizados com um potenciostato (PAR® modelo 273A). O mesmo ensaio foi procedido para as demais dez limas da mesma marca comercial, porém, com NaOCl a 2,5%. Além do EEPPC, a autora submeteu os instrumentos à análise em MEV, antes e depois do teste de corrosão, para a obtenção de fotomicrografias dos 3 mm finais de cada lima, visando estabelecer parâmetros para a avaliação final. Das fotomicrografias obtidas, 72 foram escolhidas, inseridas no *software* Power Point® sem legenda original de identificação, numeradas aleatoriamente para avaliação e projetadas em um monitor para seis avaliadores orientados e calibrados. Os dados obtidos foram tabulados e submetidos aos testes estatísticos de Friedman, *Wilcoxon* e *Mann-Whitney*. A lima

Hyflex[®] apresentou uma quantidade maior de alterações superficiais (ranhuras, manchas e materiais depositados) antes e depois do ensaio, mostrando-se mais suscetível à corrosão. As limas RaCe[®] apresentaram uma superfície mais polida e regular. Em relação a concentração do NaOCl, constatou que os defeitos presentes se tornavam mais evidentes para a concentração maior (2,5%). Nas duas concentrações os itens que apresentaram diferenças significativas foram bordas, ranhuras, microcavidades, rebarbas e material depositado. Concluiu que o acabamento superficial e a concentração da solução de NaOCl influenciam a resistência à corrosão dos instrumentos de NiTi.

3 PROPOSIÇÃO

Avaliar, por ensaio de polarização potenciodinâmica, a resistência à corrosão de limas de NiTi sem tratamento de superfície (ProTaper® Universal e Mtwo®) e de limas de NiTi com tratamento de superfície (Reciproc® e Wave-One®) quando imersas em solução irrigante de NaOCl a 5,25%.

Analisar, antes e após o ensaio de polarização potenciodinâmica, em microscópio eletrônico de varredura, as micromorfologias das limas testadas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

MATERIAL	FABRICANTE
Limas ProTaper Universal Lote 9937430	Dentsply Maillefer, Suíça.
Limas Mtwo Lote 036106	VDW GmbH, Munich, Alemanha.
Limas Reciproc Lote 070574	VDW GmbH, Munich, Alemanha.
Limas Wave-One Lote 070574	Dentsply Maillefer, Suíça.
Hipoclorito de sódio a 5,25%	Farmácia de Manipulação Cavaliere, Juiz de Fora, MG, Brasil.
Peagâmetro digital	Wagtech Projects Ltd., Thatcham, Berkshire.
Estabilizador de temperatura	Biomixer, Ribeirão Preto, SP, Brasil.
Cuba ultrassônica	Limp Sonic, São Paulo, SP, Brasil.
Potenciostato PGSTAT 128N	Metrohm Autolab B. V. Info, Utrecht, Holanda.
Microscópio eletrônico de varredura	VEGA 3 SBU Easyprobe Tescan, Shimadzu do Brasil Comércio Ltda., São Paulo, SP, Brasil.

Quadro 1 – Demonstrativo do material utilizado na pesquisa.

Neste estudo foram testadas 28 limas sem uso de NiTi com 25 mm de comprimento, sendo 14 sem tratamento de térmico (ProTaper® Universal *Finishing 2* – F2, n = 7 e Mtwo® 25.07, n = 7), de movimento rotatório e, 14 com tratamento térmico (Reciproc® R25 25.08, n = 7 e Wave-One® *Primary* 25.08, n = 7), de movimento recíprocante (Figura 1).

O NaOCl a 5,25%, preparado em farmácia de manipulação por meio dos protocolos normais para utilização em consultório, foi a solução irrigante utilizada para a avaliação da corrosão das limas (Figura 2A). Antes do ensaio, o pH desta solução foi aferido com peagâmetro digital (Wagtech®), cujo valor foi de 6.5 (Figura 2B). Antes de cada ensaio, a solução de NaOCl foi levada ao estabilizador de temperatura (Biomixer®) para obtenção de 37°C (Figura 3).

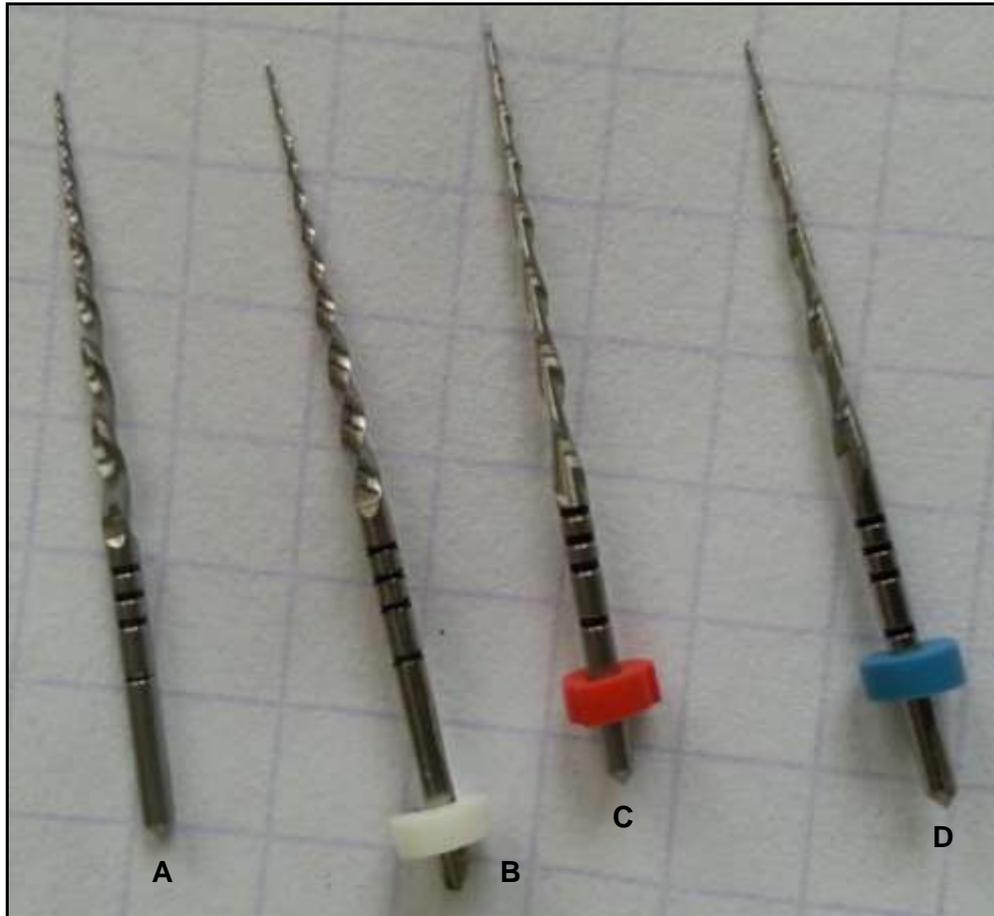


Figura 1 – Fotografia das limas utilizadas no experimento: A) Wave-One®; B) ProTaper® Universal C) Reciproc® e; D) Mtwo®.

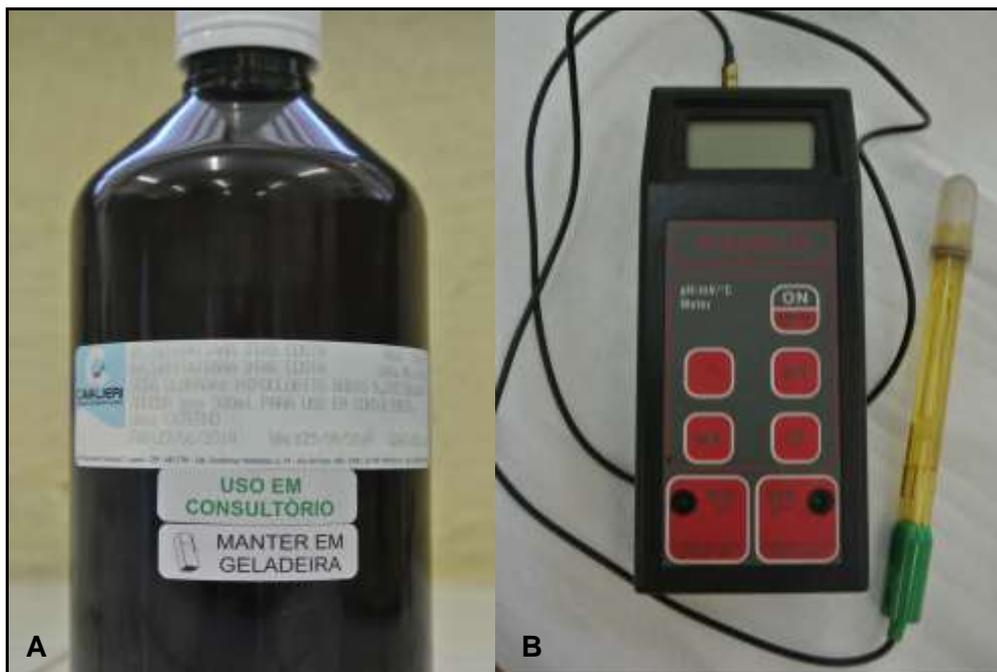


Figura 2 – Fotografias ilustrando: A) vidro com a solução de NaOCl a 5,25%; B) peagâmetro digital (Wagtech®).



Figura 3 – Fotografia do estabilizador de temperatura (Biomixer) no momento da obtenção de 37°C da solução de NaOCl a 5,25%.

Para a avaliação da resistência à corrosão, utilizou-se o ensaio de polarização potenciodinâmica em potenciostato PGSTAT 128N (Metrohm Autolab®) acoplado ao computador com o *Advanced Electrochemical Software* NOVA 1.9 (Figura 4), que demonstra o resultado em curvas de polarização anódica com potencial de varredura. Este ensaio foi realizado no Laboratório de Metalurgia do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Sudeste de Minas Gerais – Campus Juiz de Fora (IFET – JF/MG), sob a orientação e supervisão do Professor Doutor Elison da Fonseca e Silva.

Antes e após este ensaio, para análises micromorfológicas, as limas foram observadas em MEV. Esta análise também foi realizada no Laboratório de Metalurgia de IFET – JF/MG, sob orientação e supervisão do mesmo professor.



Figura 4 – Fotografias do potenciostato PGSTAT 128N (Metrohm Autolab®): A) potenciostato acoplado ao computador com o *Advanced Electrochemical Software* NOVA 1.9; B) gaiola de *Faraday* (onde o experimento é realizado; evita interferências e possibilita um resultado mais fidedigno); célula contendo a solução de NaOCl, o eletrodo calomelano (referência), eletrodo de trabalho (lima a ser testada) e o eletrodo de platina (libera a corrente).

4.2 Métodos

Previamente aos ensaios eletroquímicos, as limas foram limpas em cuba ultrassônica (Limp Sonic[®]) com solução de acetona por 30 minutos (Figura 5).

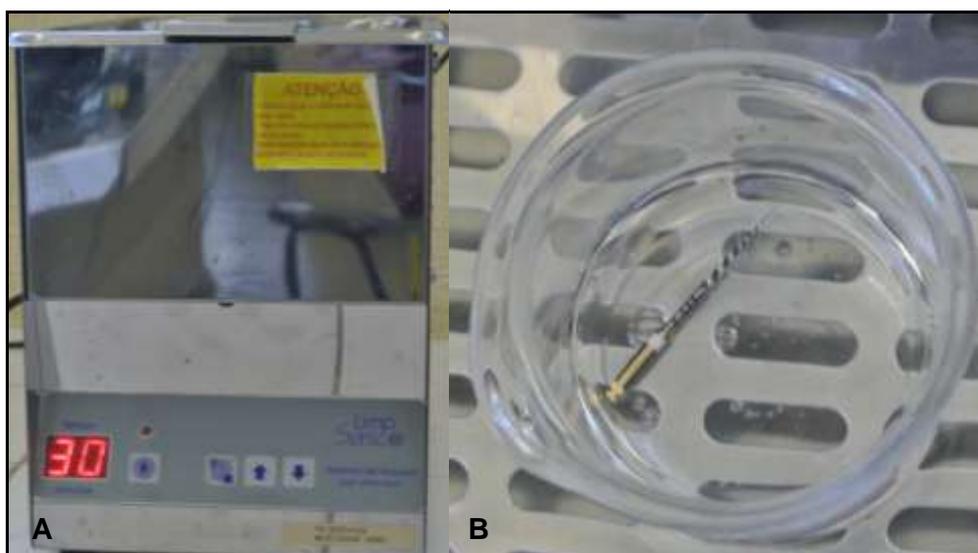


Figura 5 – Fotografias da cuba ultrassônica (Limp Sonic[®]): A) vista frontal demonstrando o tempo de limpeza; B) lima em solução de acetona.

Os eletrodos de trabalho consistiram de limas acopladas a um sistema desenvolvido para conexão entre um fio de cobre, previamente laminado em uma de suas pontas em laminador de ourives até a espessura de 1 mm (Figura 6A), e em seguida foi feita uma dobra para receber o cabo da lima. O dispositivo especialmente projetado para a fixação do contato metálico lima/fio de cobre foi instalado e apertado (Figura 6B). A área exposta à solução de NaOCl a 5,25% foi de 0,04 cm². A conexão de latão foi então coberta com silicone para isolamento de seu contato com a solução de trabalho. O conector de platina foi anexado ao fio de cobre e envolto por fita de teflon para a manutenção da proximidade dos eletrodos de trabalho e de platina, visando uma estabilidade de corrente elétrica (Figura 7). Para a padronização da distância entre os eletrodos (trabalho e platina) foi utilizado um gabarito de aproximadamente 0,5 mm confeccionado em borracha látex.



Figura 6 – Fotografias dos eletrodos de trabalho: A) fio de cobre laminado em uma de suas pontas até a espessura de 1 mm; B) dispositivo projetado para a fixação do contato metálico lima/fio de cobre.

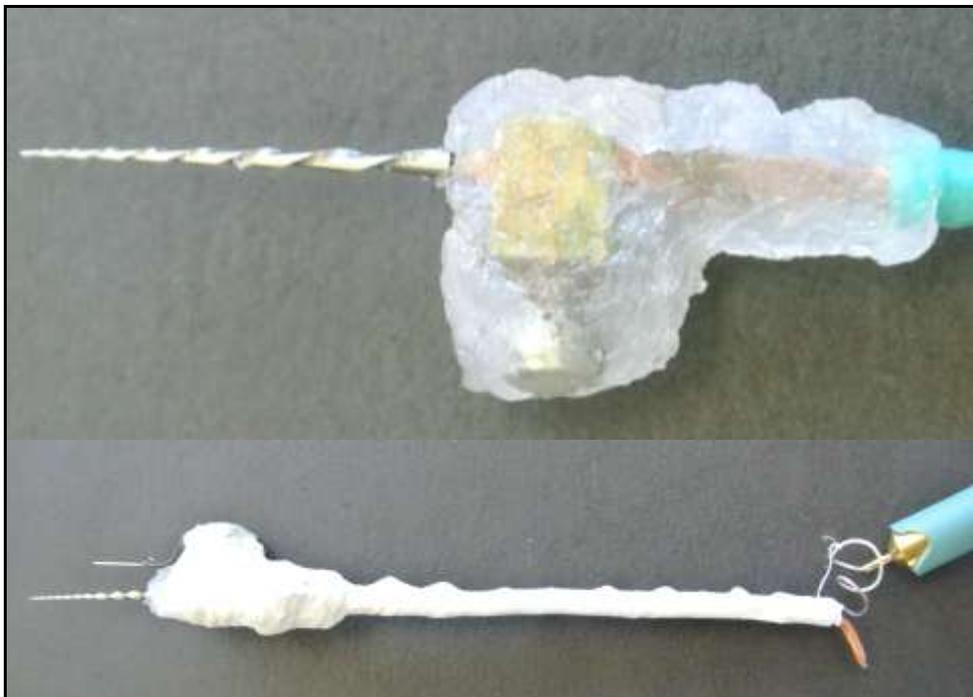


Figura 7 – Fotografia da conexão de latão coberta com silicone para isolar seu contato com a solução de trabalho.

Os ensaios eletroquímicos foram realizados utilizando o esquema clássico de três eletrodos, com um eletrodo de calomelano saturado (ECS) como referência, um eletrodo de platina de grande área atuando como contraeletrodo e o eletrodo de trabalho (Figura 8). Estes ensaios foram concretizados no potencial de circuito após 60 minutos de imersão das amostras na solução de NaOCl a 5,25% (pH 6.5) com temperatura de 37°C, naturalmente aerada. A cada ensaio foram utilizados 100 mL da solução testada.

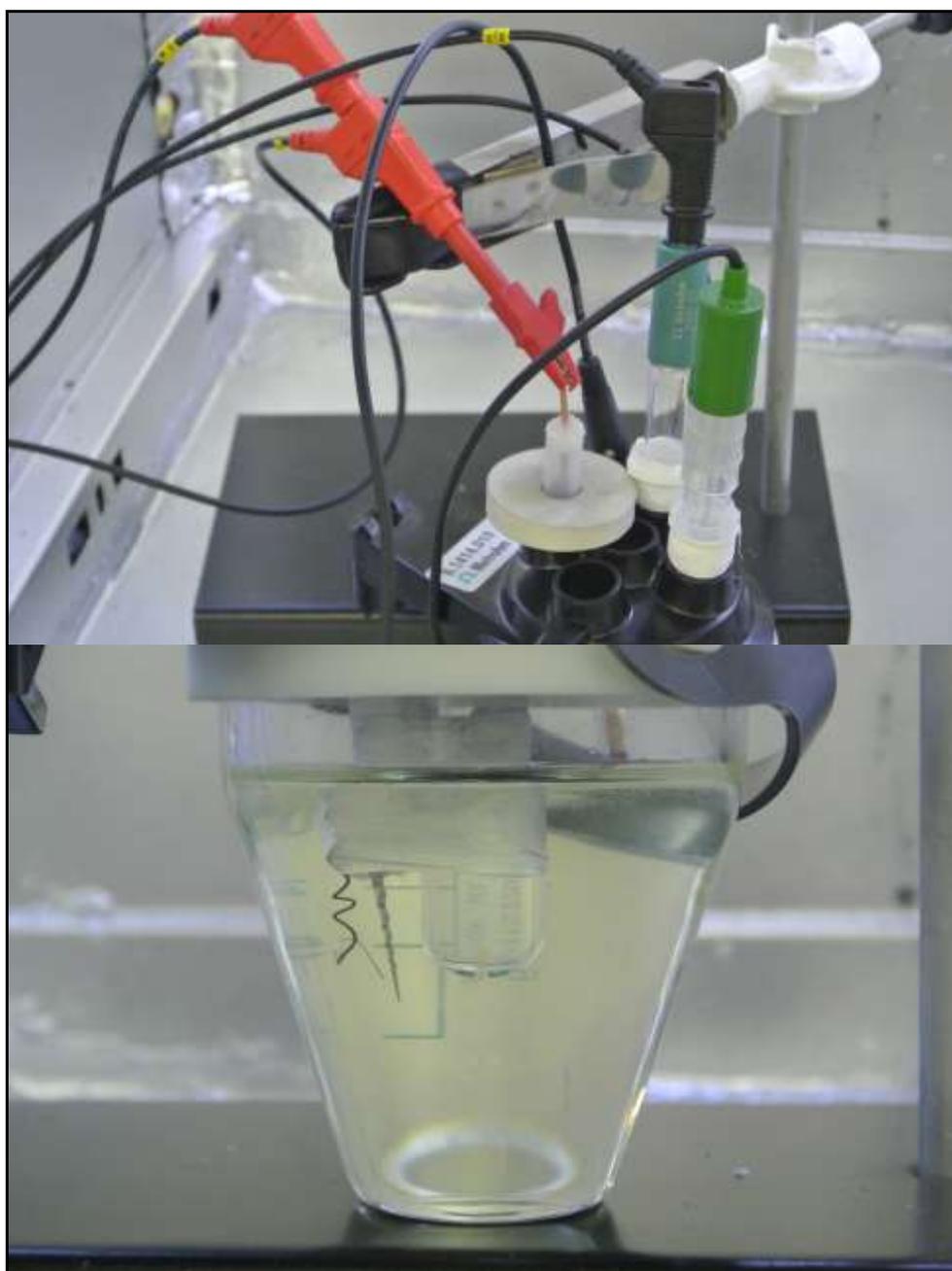


Figura 8 – Fotografias do ensaio eletroquímico no esquema clássico de três eletrodos.

As curvas de polarização anódica foram obtidas com potencial de varredura que iniciou no E_{corr} de cada lima, com uma taxa de 0,333 mV/segundos (1,2 V/hora) até os E_{pite} . Nesse estudo foi considerada como faixa passiva, a região onde os valores de potencial tinham densidade de corrente inferior a 10^{-5} A/cm².

4.3 Análise estatística

Empregou-se o *software* estatístico SPSS-15 e o nível de significância adotado foi de $p < 0,05$.

Os dados foram descritos utilizando-se médias, desvio-padrão, mínimo e máximo.

A fim de se comparar as médias dos grupos aos pares foi empregada a prova não paramétrica de *Mann-Whitney*, prova que substitui o teste t *de Student* nos casos de dados que não se adequam a uma distribuição normal.

5 RESULTADOS

As curvas de polarização anódica das quatro limas testadas foram levantadas pelo menos três vezes, com velocidade de varredura de 0,333 mV/segundo. Na solução de NaOCl a 5,25%, as limas passivaram de forma espontânea e os valores de E_{corr} encontrados foram distintos.

Nos Gráficos 1 a 8 estão ilustradas as curvas de polarização anódica das sete limas ProTaper® Universal *Finishing 2 – F* (sem tratamento).

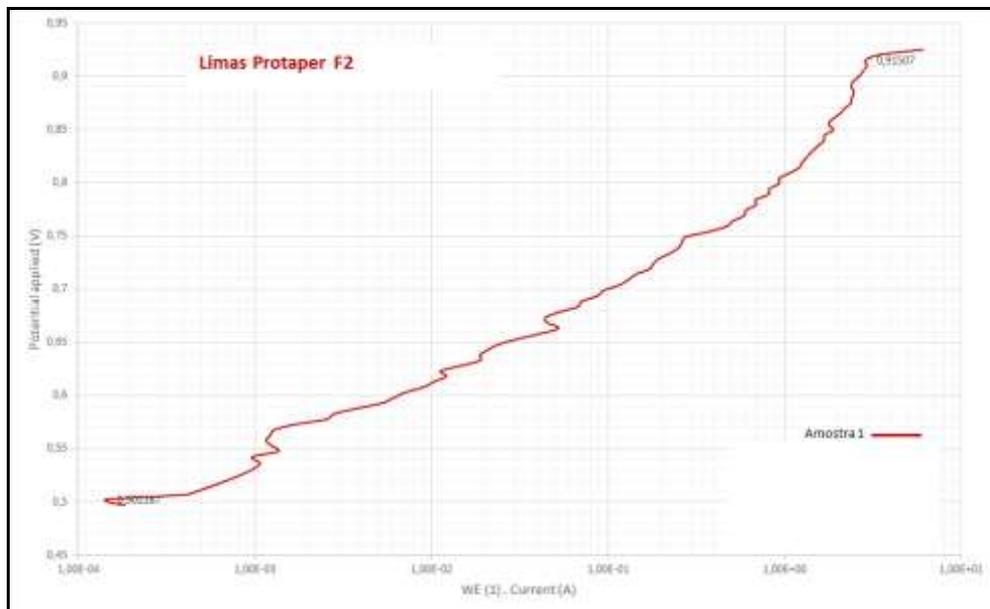


Gráfico 1 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 1).



Gráfico 2 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 2).



Gráfico 3 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 3).



Gráfico 4 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 4).



Gráfico 5 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 5).

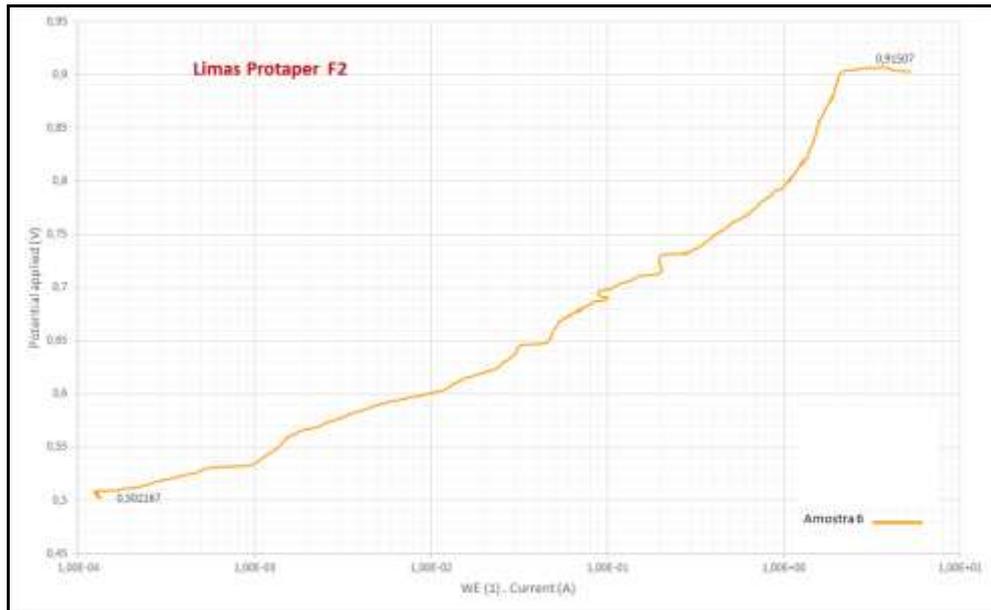


Gráfico 6 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 6).

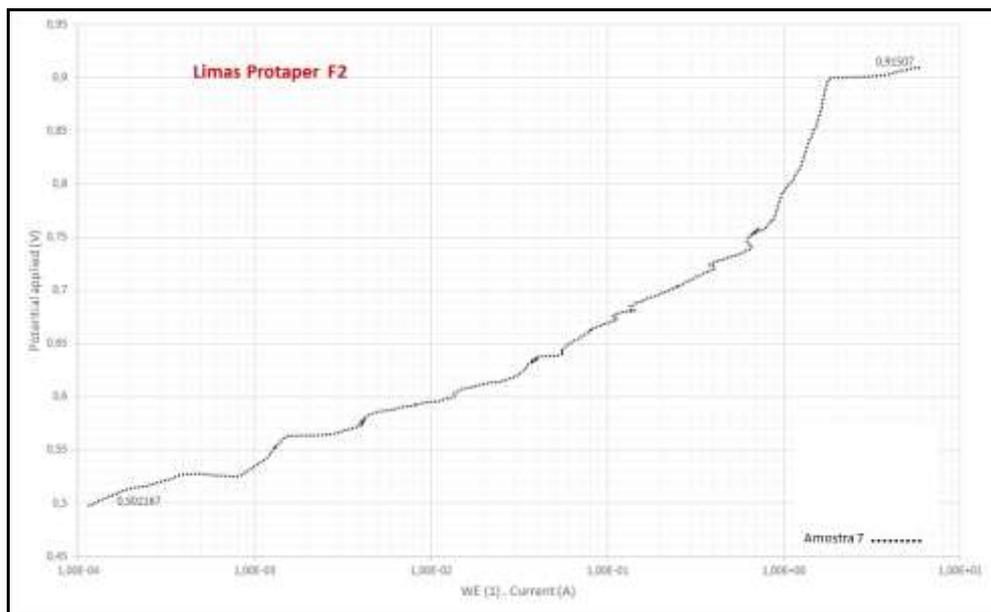


Gráfico 7 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima ProTaper® Universal (Amostra 7).

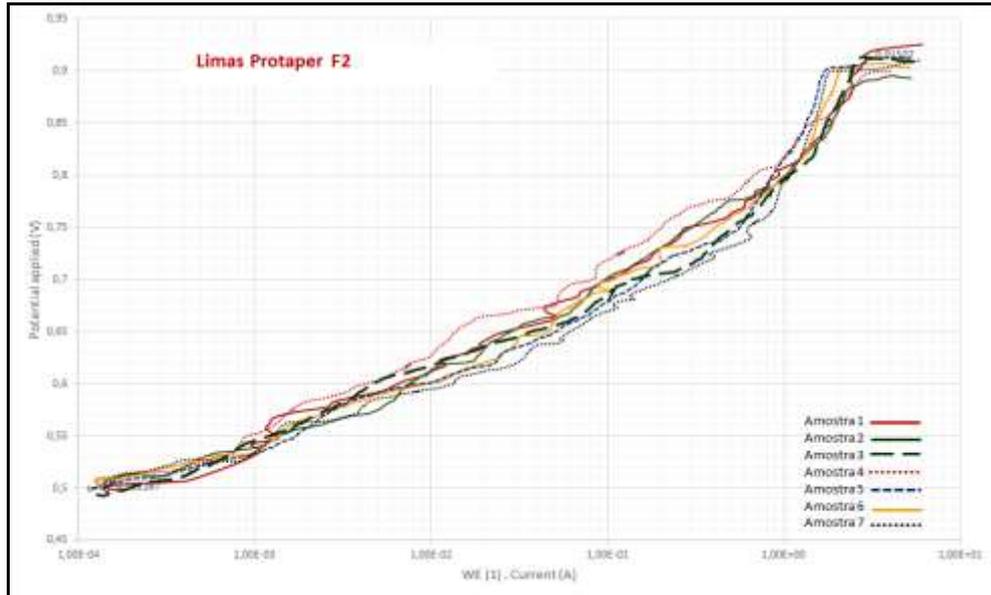


Gráfico 8 – Curvas de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada das sete amostras da lima Protaper® Universal.

As curvas de polarização anódica das limas Mtwo® 25.07 (sem tratamento), encontram-se ilustradas nos Gráficos 9 a 16.

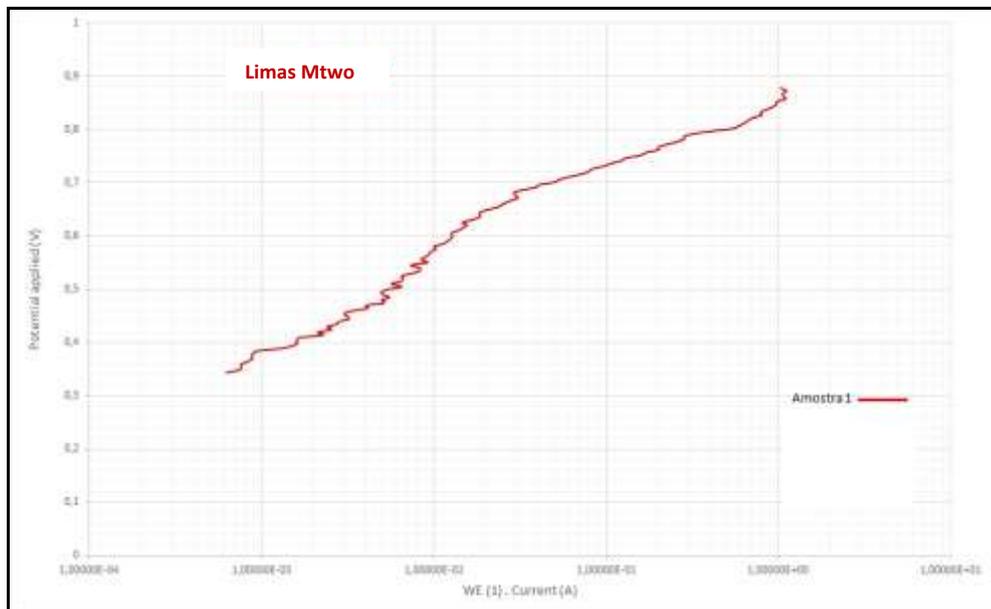


Gráfico 9 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 1).



Gráfico 10 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 2).

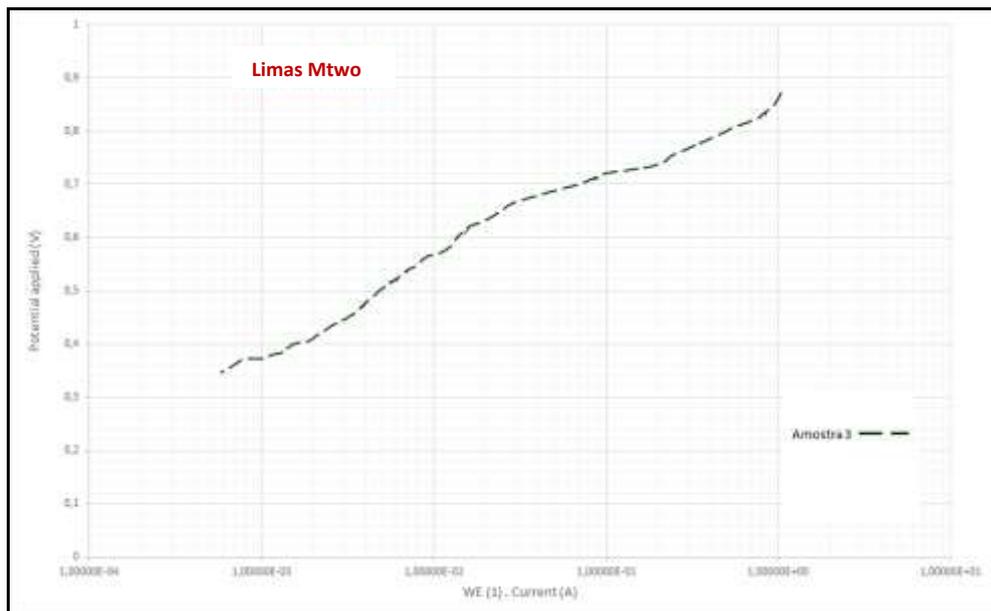


Gráfico 11 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 3).

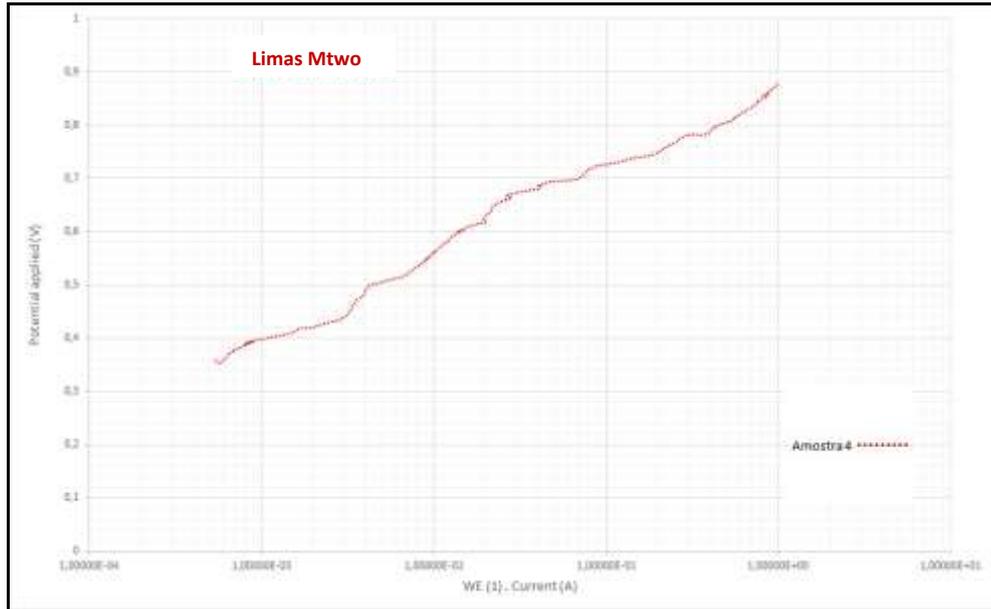


Gráfico 12 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 4).



Gráfico 13 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 5).



Gráfico 14 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 6).

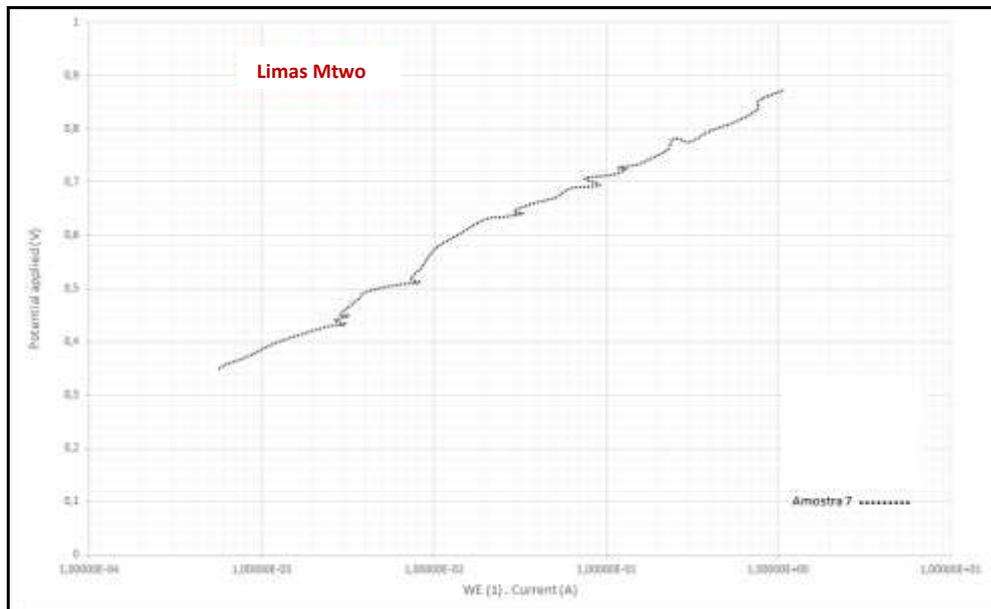


Gráfico 15 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Mtwo® (Amostra 7).

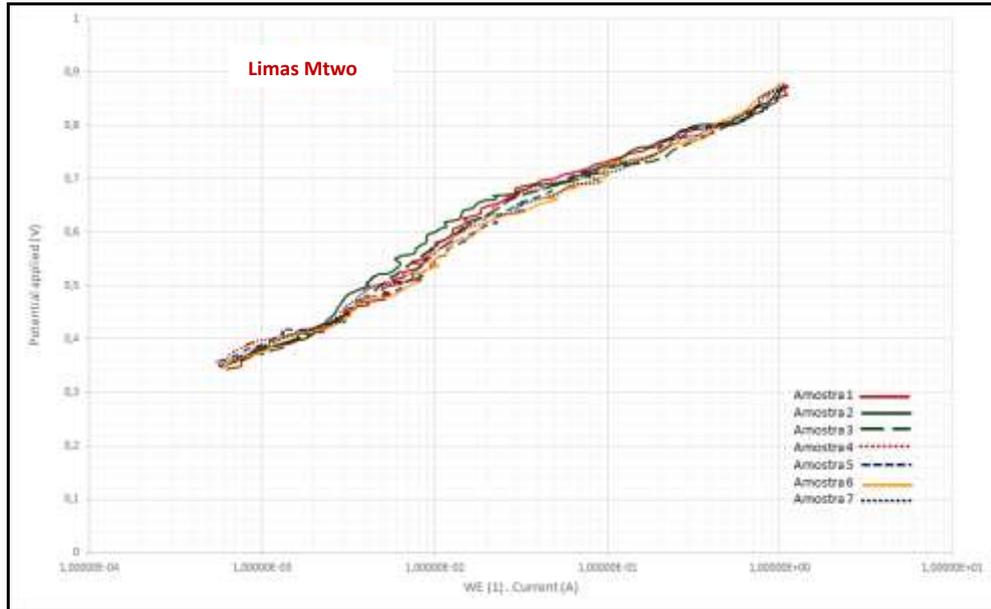


Gráfico 16 – Curvas de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada das sete amostras das limas Mtwo®.

Nos Gráficos 17 a 24 estão ilustradas as curvas de polarização anódica das limas Reciproc® R25 25.08 (com tratamento).

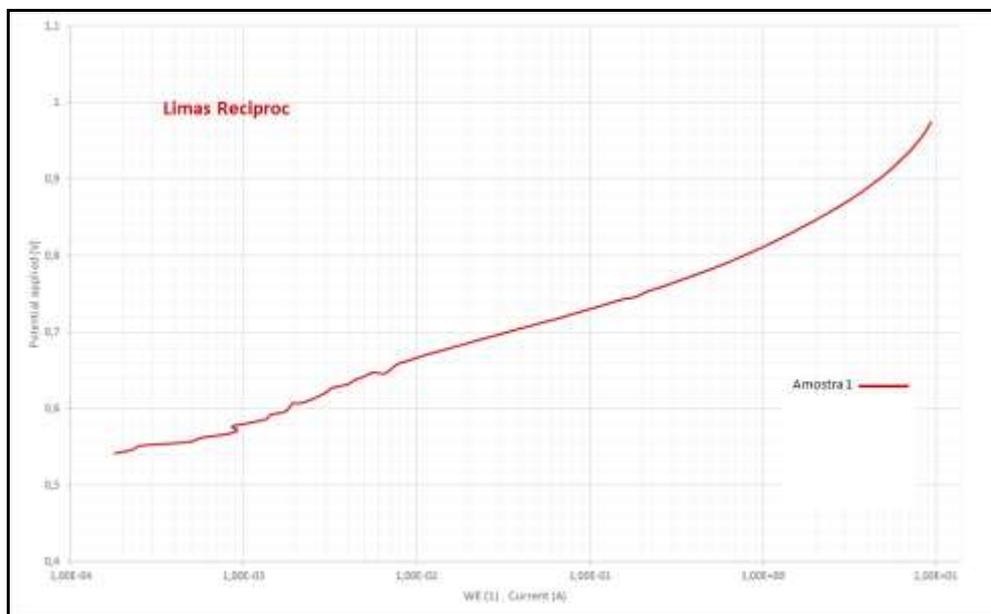


Gráfico 17 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Reciproc® (Amostra 1).

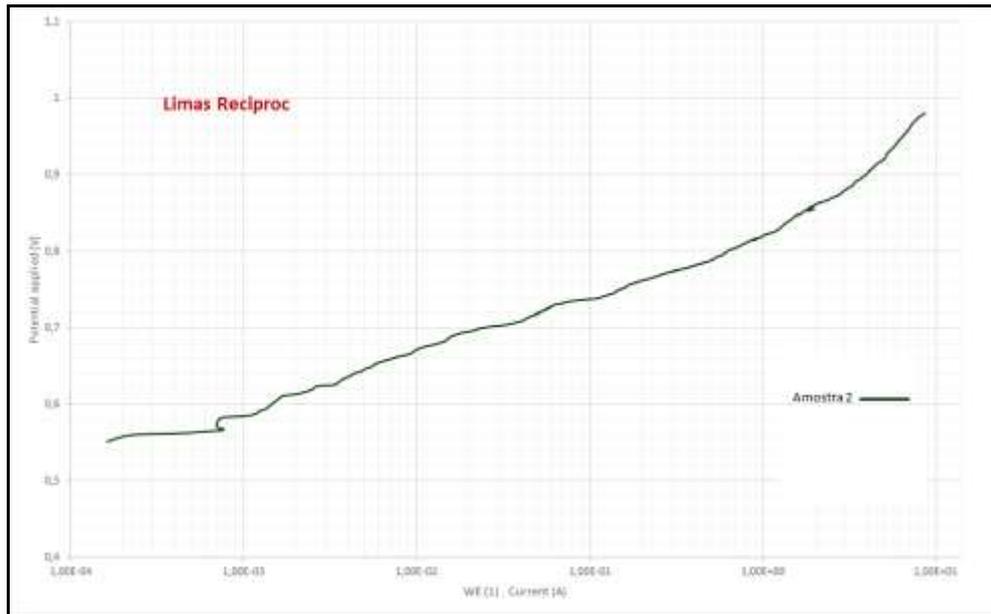


Gráfico 18 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Recíproc® (Amostra 2).

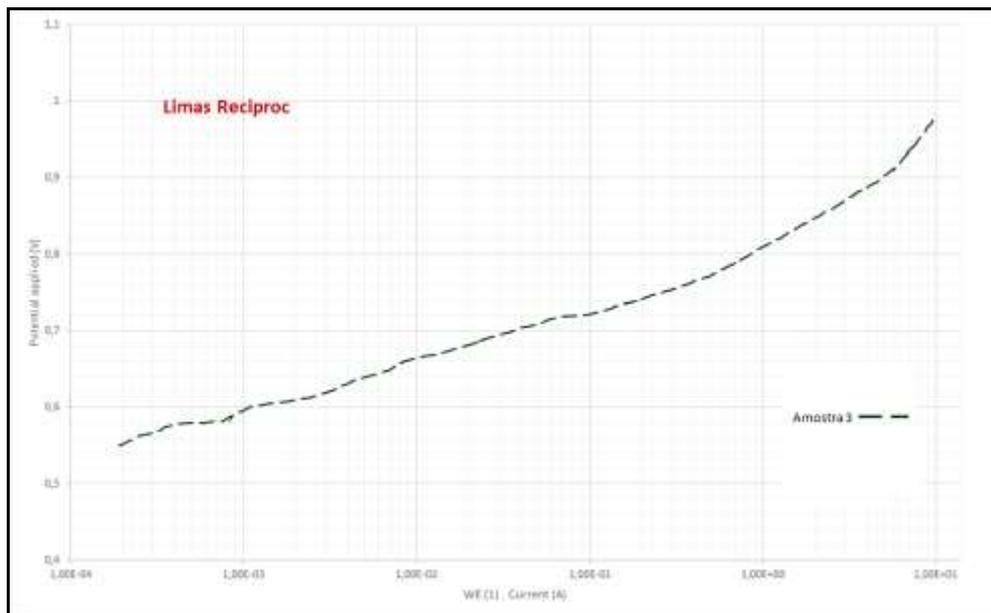


Gráfico 19 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Recíproc® (Amostra 3).

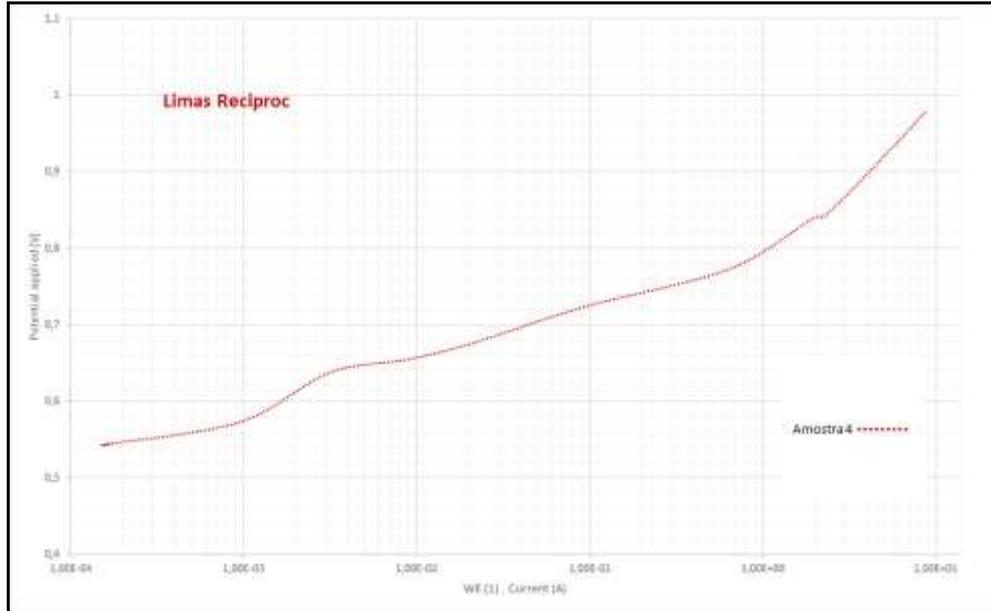


Gráfico 20 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Recíproc® (Amostra 4).

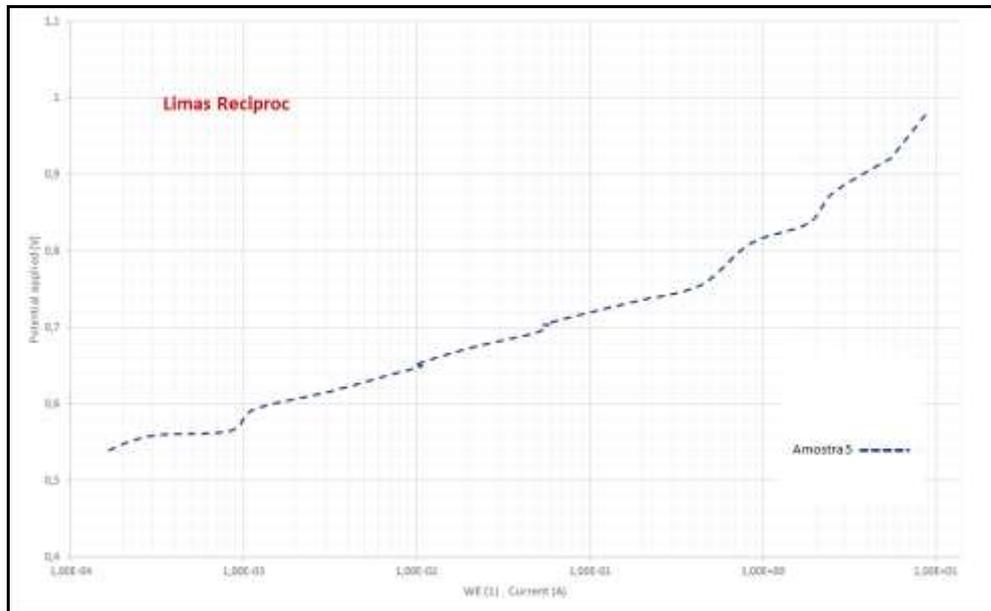


Gráfico 21 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Recíproc® (Amostra 5).

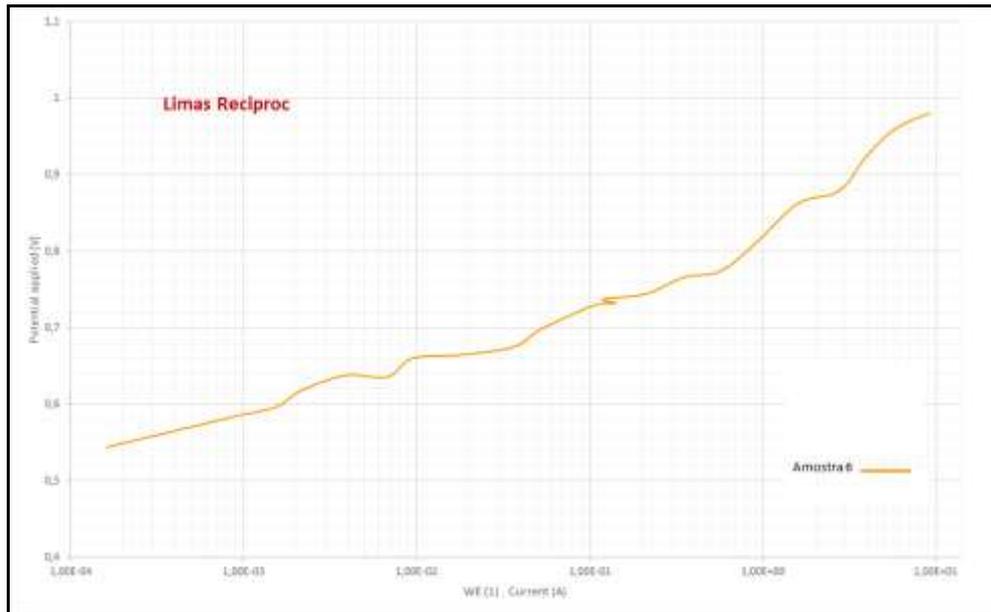


Gráfico 22 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Recíproc® (Amostra 6).

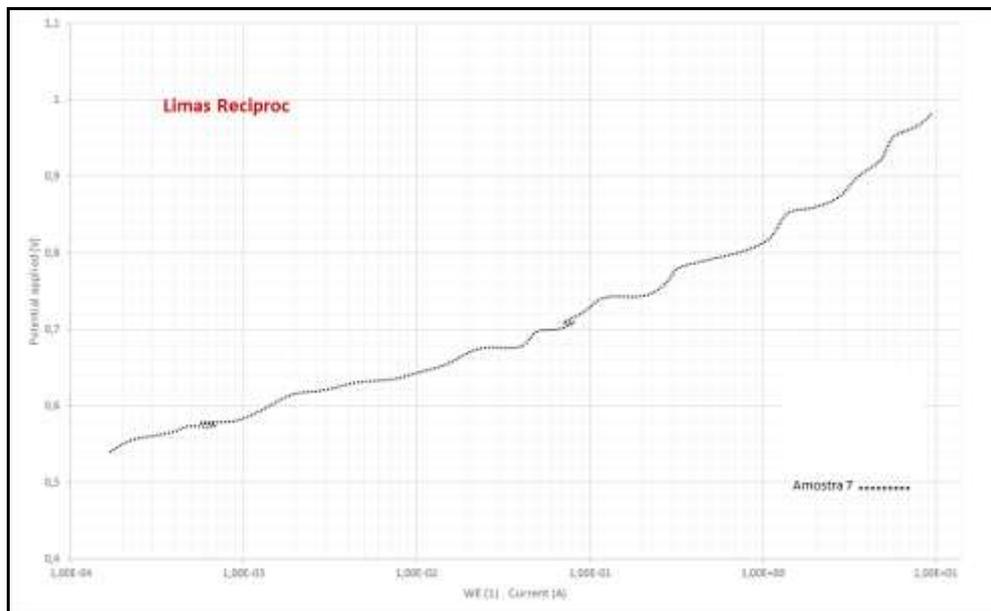


Gráfico 23 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Recíproc® (Amostra 7).

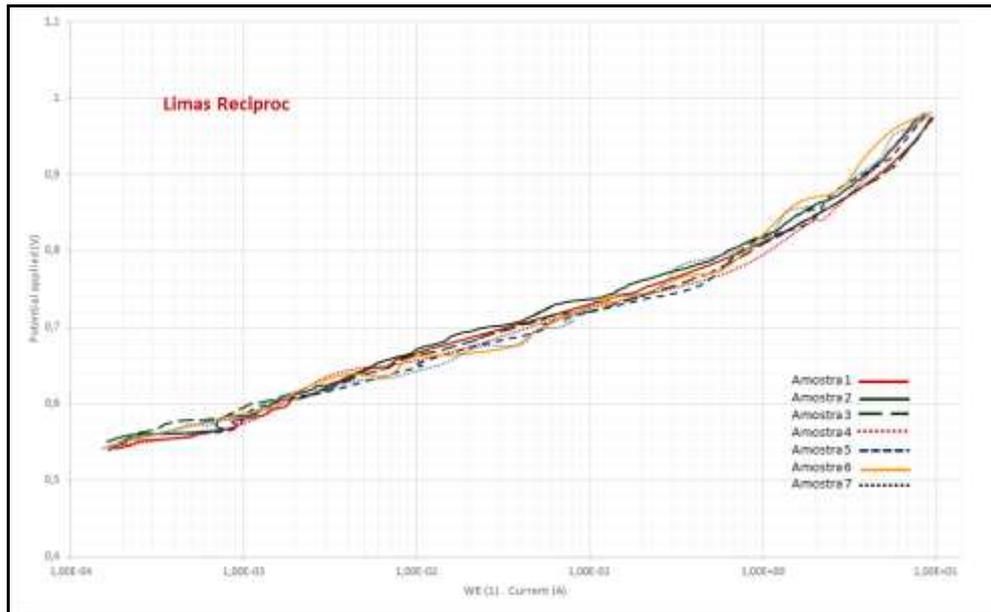


Gráfico 24 – Curvas de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada das sete amostras das limas Reciproco®.

As curvas de polarização anódica das limas Wave-One® Primary 25.08 (com tratamento), encontram-se ilustradas nos Gráficos 25 a 32.

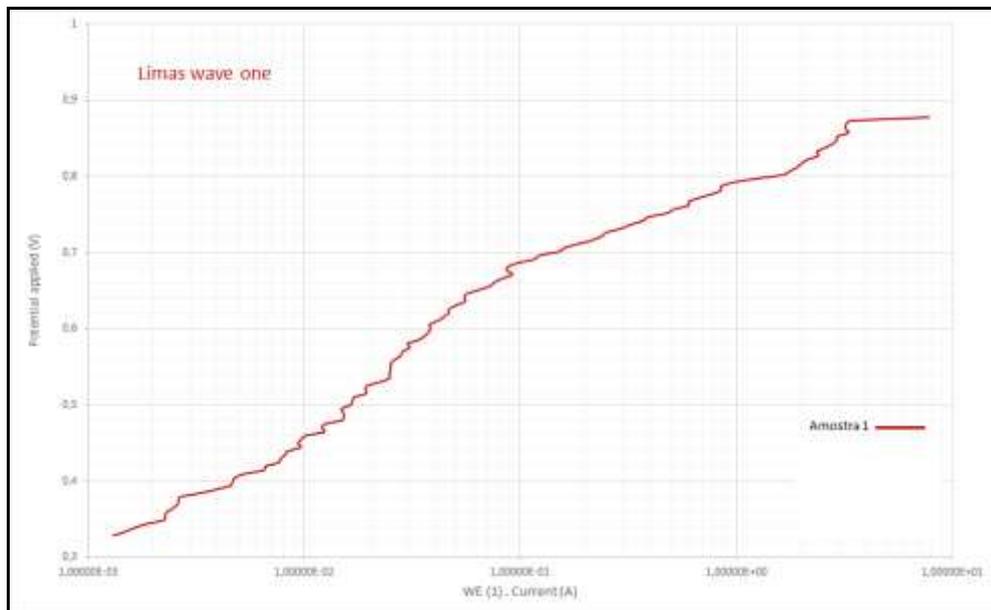


Gráfico 25 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 1).

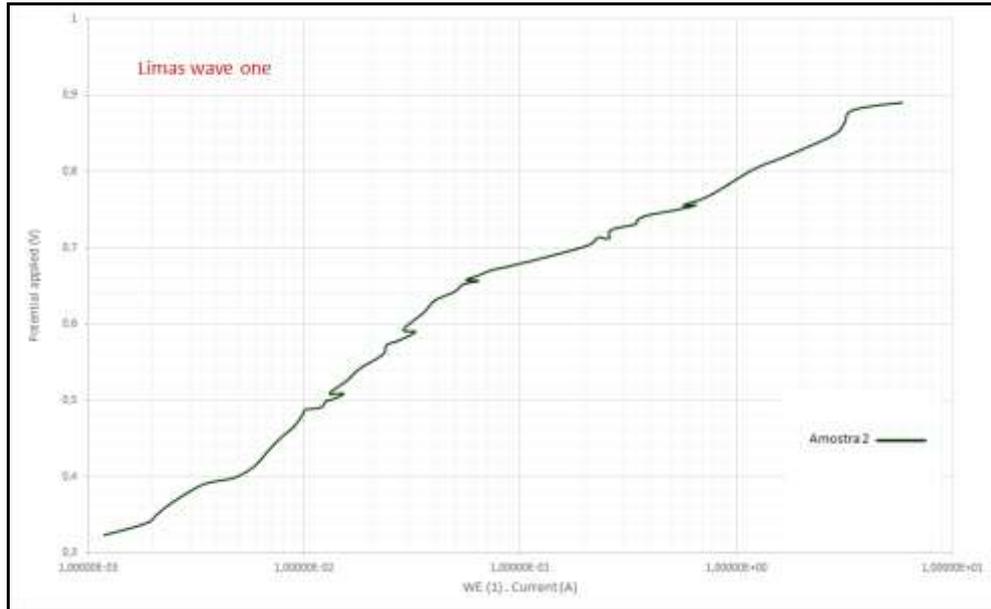


Gráfico 26 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 2).

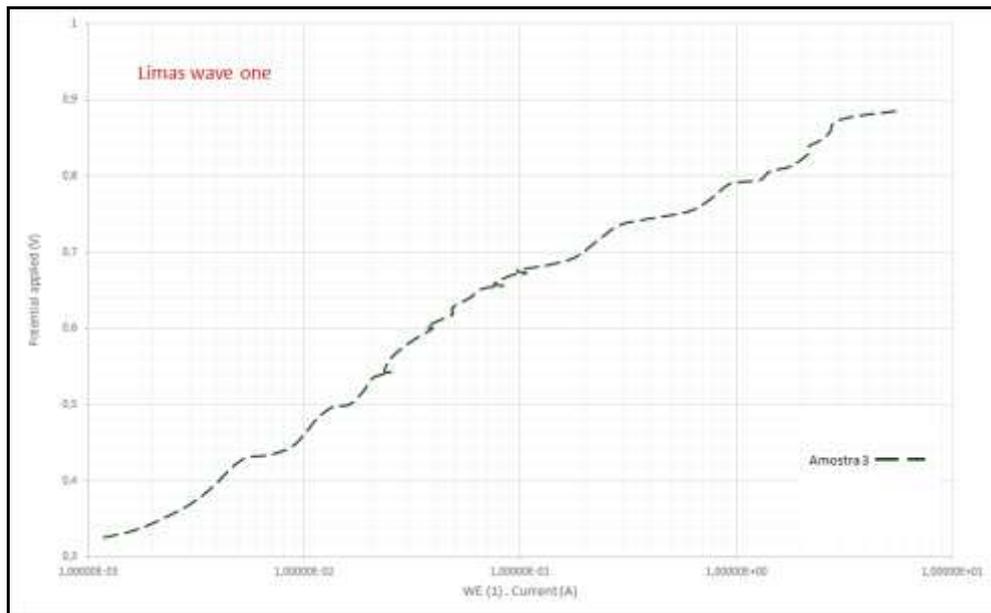


Gráfico 27 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 3).

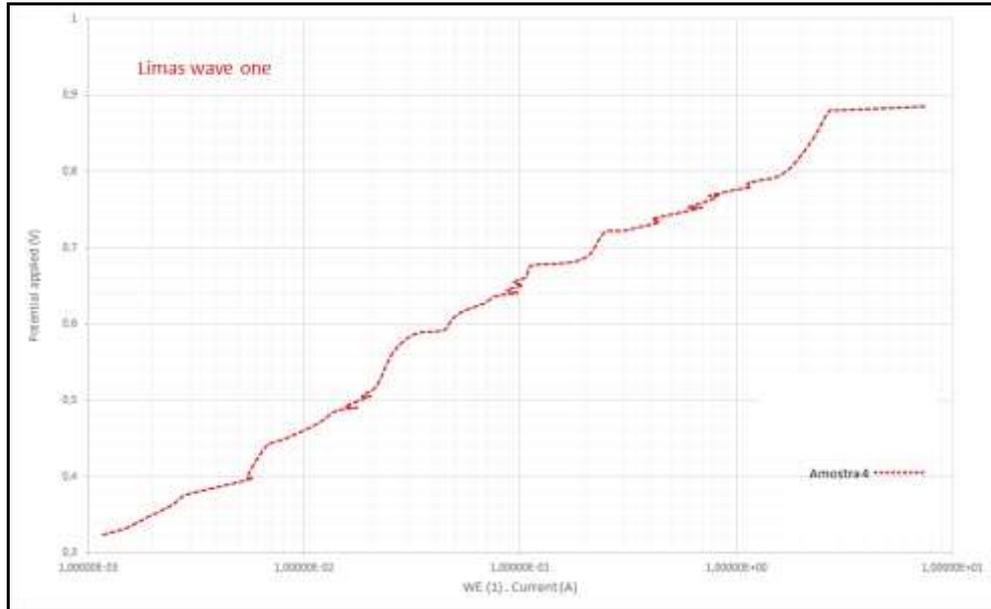


Gráfico 28 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 4).

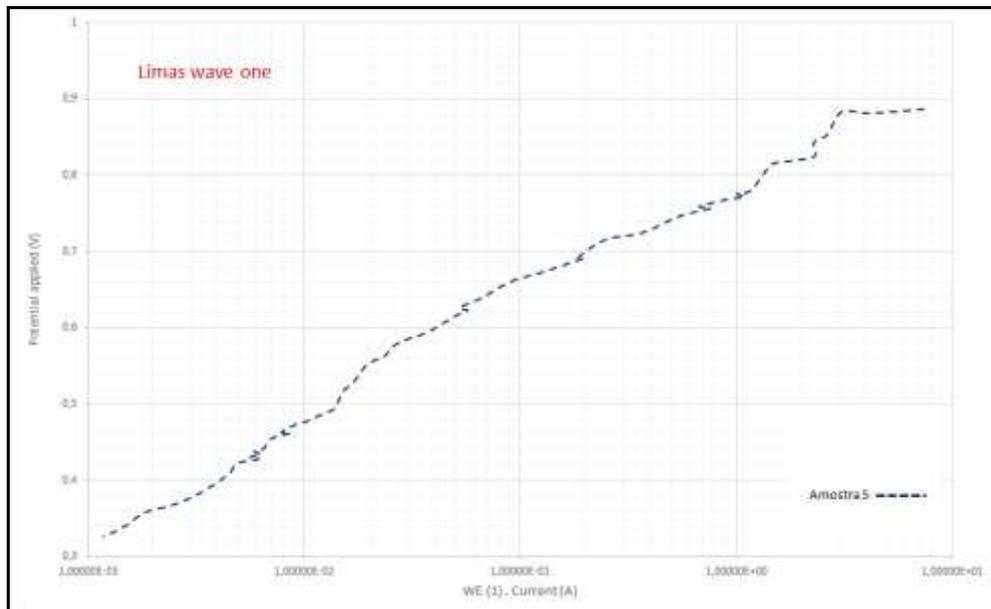


Gráfico 29 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 5).

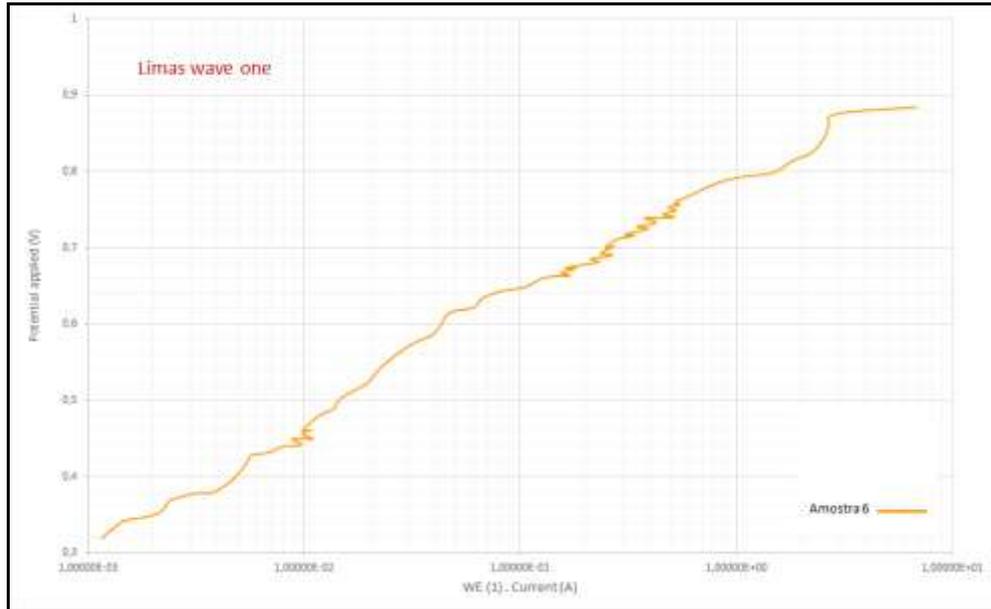


Gráfico 30 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 6).

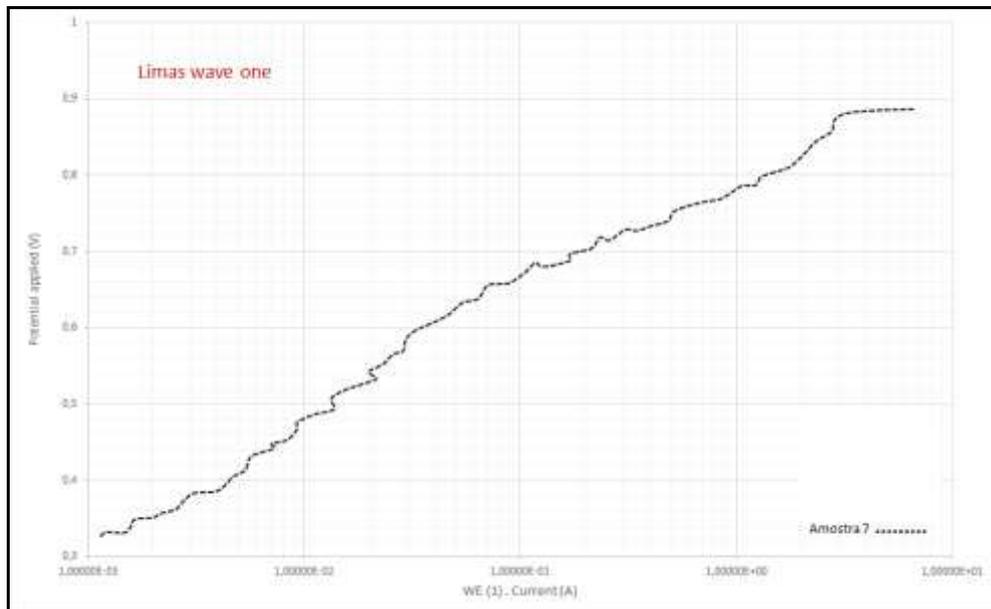


Gráfico 31 – Curva de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada para a lima Wave-One® (Amostra 7).

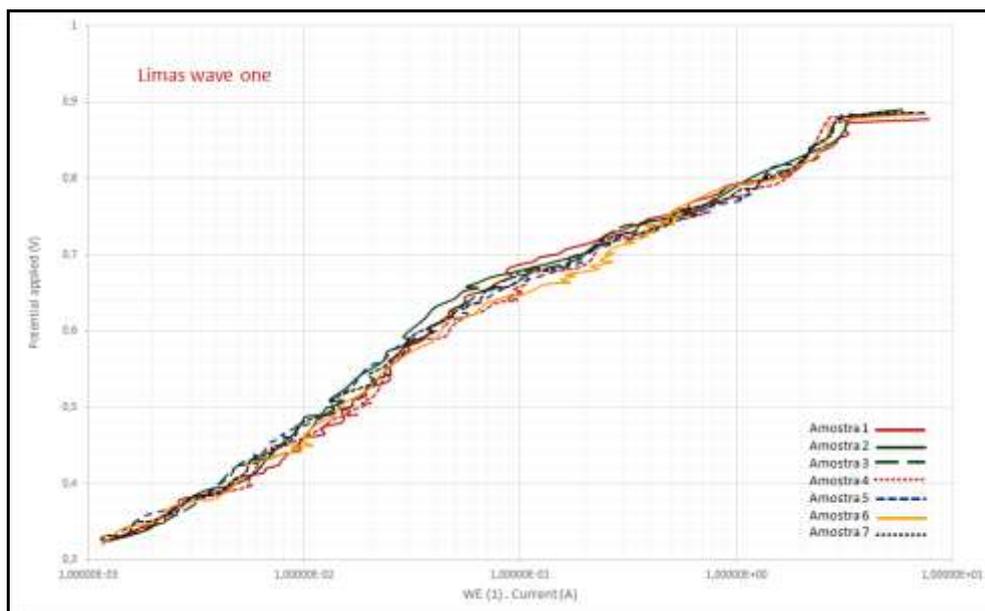


Gráfico 32 – Curvas de polarização anódica em solução de NaOCl a 5,25% naturalmente aerada das sete amostras das limas Wave-One®.

Todas as quatro marcas de limas testadas apresentaram processo de passivação na solução NaOCl a 5,25% (pH 6.5), ou seja, foi observada uma região passiva que se estende desde o PCA até o E_{pite} .

Na Tabela 1 estão demonstradas as densidades de corrente no potencial de 100 mV, das mesmas limas e suas referidas médias e, na Tabela 2, o E_{pite} .

Tabela 1 – Potencial de corrosão em circuito aberto (E_{corr})

LIMAS TESTADAS				
Amostra	ProTaper® F2	Mtwo®	Reciproc®	Wave-One®
1	0,501	0,341	0,541	0,321
2	0,518	0,342	0,545	0,321
3	0,485	0,357	0,539	0,321
4	0,520	0,348	0,541	0,321
5	0,500	0,358	0,541	0,321
6	0,519	0,345	0,542	0,318
7	0,499	0,345	0,542	0,321
Média	0,506	0,348	0,542	0,321

Tabela 2 – Potencial de pite (E_{pite})

Amostra	LIMAS TESTADAS			
	ProTaper F2 [®]	Mtwo [®]	Reciproc [®]	Wave-One [®]
1	0,915			0,869
2	0,885			0,881
3	0,912			0,882
4	0,895			0,882
5	0,910	Não detectado	Não detectado	0,882
6	0,910			0,875
7	0,900			0,881
Média	0,904			0,879

Foram observados domínios de passivação distintos para as quatro marcas de lima (Tabela 3).

Tabela 3 – Resultados das polarizações anódicas das limas testadas.

Limas	E_{corr} ECS	E_{pite} ECS	Domínio de passivação
			$E_{\text{pite}} - E_{\text{corr}}$
ProTaper[®]			
Amostra 1	0,501	0,915	0,414
Amostra 2	0,518	0,885	0,367
Amostra 3	0,485	0,912	0,427
Amostra 4	0,520	0,895	0,375
Amostra 5	0,500	0,910	0,410
Amostra 6	0,519	0,910	0,391
Amostra 7	0,499	0,900	0,401
Mtwo[®]			
Amostra 1	0,341		
Amostra 2	0,342		
Amostra 3	0,357		
Amostra 4	0,348		
Amostra 5	0,358		
Amostra 6	0,345		
Amostra 7	0,345		
Reciproc[®]			
Amostra 1	0,541		
Amostra 2	0,545		
Amostra 3	0,539		
Amostra 4	0,541		
Amostra 5	0,541		
Amostra 6	0,542		
Amostra 7	0,542		
Wave-One[®]			
Amostra 1	0,321	0,869	0,548
Amostra 2	0,321	0,882	0,560
Amostra 3	0,321	0,882	0,561
Amostra 4	0,321	0,882	0,561
Amostra 5	0,321	0,882	0,561
Amostra 6	0,318	0,875	0,557
Amostra 7	0,321	0,881	0,560

Na Tabela 4 encontram-se os valores médios, desvio-padrão, mínimo e máximo obtidos de cada grupo, obtidos na prova não paramétrica de *Mann-Whitney*. O Gráfico 33 demonstra a média individual de cada grupo de limas testadas.

Tabela 4 – Valores médios obtidos na prova *Mann-Whitney* para os grupos testados.

Limas		E_{corr}	E_{pite}	Domínio de passivação
		ECS	ECS	$E_{pite} - E_{corr}$
ProTaper®	Mean	,506	,904	,398
	Std. Deviation	,013	,010	,022
	Minimum	,485	,885	,367
	Maximum	,520	,915	,427
	N	7	7	7
Mtwo®	Mean	,348	,000	,000
	Std. Deviation	,007	,000	,000
	Minimum	,341	,000	,000
	Maximum	,358	,000	,000
	N	7	7	7
Reciproc®	Mean	,542	,000	,000
	Std. Deviation	,002	,000	,000
	Minimum	,539	,000	,000
	Maximum	,545	,000	,000
	N	7	7	7
Wave-One®	Mean	,321	,879	,558
	Std. Deviation	,001	,005	,005
	Minimum	,318	,869	,548
	Maximum	,321	,882	,561
	N	7	7	7
Total	Mean	,429	,446	,239
	Std. Deviation	,098	,454	,250
	Minimum	,318	,000	,000
	Maximum	,545	,915	,561
	N	28	28	28

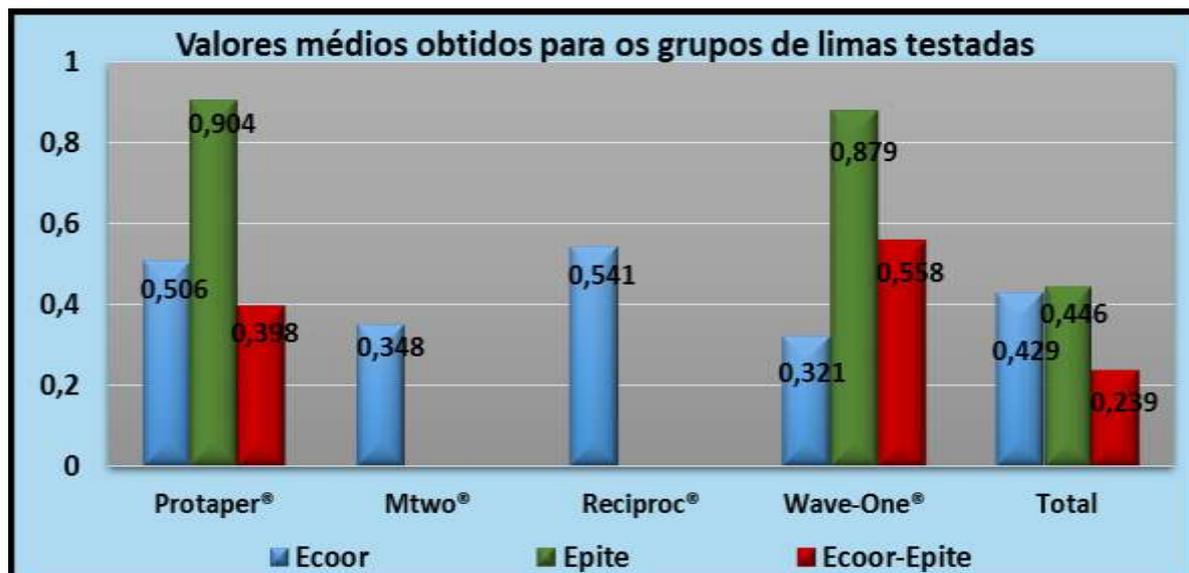


Gráfico 33 – Valores médios obtidos para os grupos das limas testadas.

Conforme demonstra a Tabela 4, os valores médios (Gráfico 34) e desvio padrão para os grupos de limas testadas foram: ProTaper® ($E_{\text{coor}} \text{ ECS} = 0,506 \pm 0,13$; $E_{\text{pite}} \text{ ECS} = 0,904 \pm 0,10$; $E_{\text{coor-Epite}} = 0,398 \pm 0,22$); Mtwo® ($E_{\text{coor}} \text{ ECS} = 0,348 \pm 0,07$; sem detecção para $E_{\text{pite}} \text{ ECS}$ e $E_{\text{coor-Epite}}$); Reciproc® ($E_{\text{coor}} \text{ ECS} = 0,542 \pm 0,02$; sem detecção para $E_{\text{pite}} \text{ ECS}$ e $E_{\text{coor-Epite}}$); Wave-One® ($E_{\text{coor}} \text{ ECS} = 0,321 \pm 0,01$; $E_{\text{pite}} \text{ ECS} = 0,879 \pm 0,05$; $E_{\text{coor-Epite}} = 0,558 \pm 0,05$); Total ($E_{\text{coor}} \text{ ECS} = 0,429 \pm 0,98$; $E_{\text{pite}} \text{ ECS} = 0,446 \pm 0,454$; $E_{\text{coor-Epite}} = 0,558 \pm 0,250$).

Os valores médios, desvio-padrão, mínimo e máximo dos pares, limas sem tratamento térmico (ProTaper® e Mtwo®) e limas com tratamento térmico (Reciproc® e Wave-One®) obtidos na prova não paramétrica de *Mann-Whitney* encontram-se na Tabela 5. O Gráfico 34 demonstra a média individual para cada par de grupo das limas testadas sem e com tratamento térmico.

Tabela 5 – Valores médios obtidos na prova *Mann-Whitney* para os pares das limas sem e com tratamento térmico.

Tratamento Térmico		Corpo de prova	E_{corr} ECS	E_{pite} ECS	Domínio de passivação $E_{pite}-E_{corr}$
Sem tratamento (ProTaper® e Mtwo®)	Mean	4,00	,427	,452	,199
	Std. Deviation	2,07	,083	,469	,207
	Minimum	1	,341	,000	,000
	Maximum	7	,520	,427	,427
	N	14	14	14	14
Com tratamento (Reciproc® Wave-One®)	Mean	4,00	,431	,439	,279
	Std. Deviation	2,07	,115	,456	,290
	Minimum	1	,318	,000	,000
	Maximum	7	,545	,882	,561
	N	14	14	14	14
Total	Mean	4,00	,429	,446	,239
	Std. Deviation	2,04	,098	,454	,250
	Minimum	1	,318	,000	,000
	Maximum	7	,545	,915	,561
	N	14	28	28	28

Os valores médios (Gráfico 34) e desvio padrão para os grupos de limas testadas foram: limas sem tratamento térmico (ProTaper® e Mtwo®) (E_{corr} ECS = $0,427 \pm 0,83$; E_{pite} ECS = $0,452 \pm 0,469$; $E_{corr}-E_{pite}$ = $0,199 \pm 0,207$); limas com tratamento térmico (Reciproc® e Wave-One®) (E_{corr} ECS = $0,431 \pm 0,115$; E_{pite} ECS = $0,439 \pm 0,456$; $E_{corr}-E_{pite}$ = $0,279 \pm 0,290$) e; Total (E_{corr} ECS = $0,431 \pm 0,115$; E_{pite} ECS = $0,439 \pm 0,456$; $E_{corr}-E_{pite}$ = $0,279 \pm 0,290$) (Tabela 5).

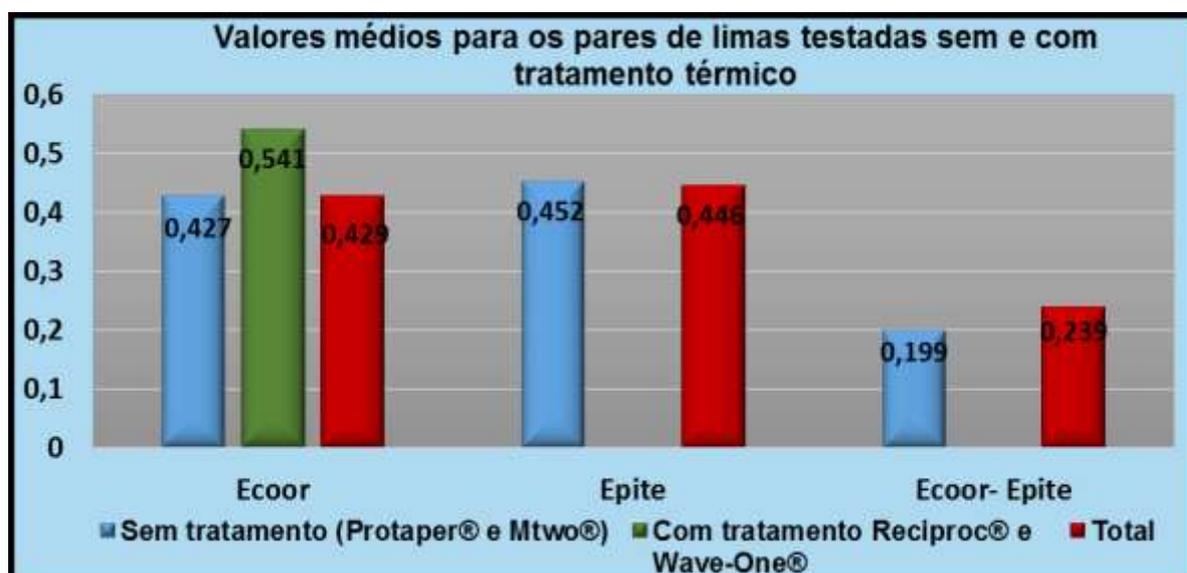


Gráfico 34 – Valores médios obtidos para os para de de limas testadas sem e com tratamento.

A Tabela 6 demonstra os valores obtidos na comparação, aos pares, das polarizações anódicas das limas testadas.

Tabela 6 – Comparação, aos pares, das polarizações anódicas das limas testadas.

ProTaper® x Mtwo®	E_{corr} ECS	E_{pite} ECS	Domínio de passivação E_{pite}-E_{corr}
Mann-Whitney U	,000	,000	,000
Wilcoxon W	28,000	28,000	28,000
Z	-3,134	-3,343	-3,343
Asymp. Sig. (2-tailed)	,002	,001	,001
Exact Sig. [2*(1-tailed Sig.)]	,001 ^(a)	,001 ^(a)	,001 ^(a)
ProTaper® x Reciproc®	E_{corr} ECS	E_{pite} ECS	Domínio de passivação E_{pite}-E_{corr}
Mann-Whitney U	,000	,000	,000
Wilcoxon W	28,000	28,000	28,000
Z	-3,148	-3,343	-3,343
Asymp. Sig. (2-tailed)	,002	,001	,001
Exact Sig. [2*(1-tailed Sig.)]	,001 ^(a)	,001 ^(a)	,001 ^(a)
ProTaper® x Wave-One®	E_{corr} ECS	E_{pite} ECS	Domínio de passivação E_{pite}-E_{corr}
Mann-Whitney U	,000	,000	,000
Wilcoxon W	28,000	28,000	28,000
Z	-3,258	-3,134	-3,134
Asymp. Sig. (2-tailed)	,001	,002	,001
Exact Sig. [2*(1-tailed Sig.)]	,001 ^(a)	,001 ^(a)	,001 ^(a)
Mtwo® x Reciproc®	E_{corr} ECS	E_{pite} ECS	Domínio de passivação E_{pite}-E_{corr}
Mann-Whitney U	,000	,000	,000
Wilcoxon W	28,000	28,000	28,000
Z	-3,151	0,000	0,000
Asymp. Sig. (2-tailed)	,002	1,000	,001
Exact Sig. [2*(1-tailed Sig.)]	,001 ^(a)	1,000 ^(a)	1,000 ^(a)
Mtwo® x Wave-One®	E_{corr} ECS	E_{pite} ECS	Domínio de passivação E_{pite}-E_{corr}
Mann-Whitney U	,000	,000	,000
Wilcoxon W	28,000	28,000	28,000
Z	3,262	-3,347	-3,347
Asymp. Sig. (2-tailed)	,001	,001	,001
Exact Sig. [2*(1-tailed Sig.)]	,001 ^(a)	,001 ^(a)	,001 ^(a)
Reciproc® x Wave-One®	E_{corr} ECS	E_{pite} ECS	Domínio de passivação E_{pite}-E_{corr}
Mann-Whitney U	,000	,000	,000
Wilcoxon W	28,000	28,000	28,000
Z	-3,278	-3,347	-3,347
Asymp. Sig. (2-tailed)	,001	,001	,001
Exact Sig. [2*(1-tailed Sig.)]	,001 ^(a)	,001 ^(a)	,001 ^(a)

p > 0,05 (Mtwo® x Reciproc®) para E_{pite} ECS e E_{pite}-E_{corr}.

Conforme demonstrado na Tabela 6, foi possível observar que houve diferença estatisticamente significativa nas seguintes comparações aos pares para os grupos de limas testadas: ProTaper[®] (sem tratamento térmico) x Mtwo[®] (sem tratamento térmico) ($p = 0,001$); ProTaper[®] (sem tratamento térmico) x Reciproc[®] (com tratamento térmico) ($p = 0,001$); ProTaper[®] (sem tratamento térmico) x Wave-One[®] (com tratamento térmico) ($p = 0,001$); Mtwo[®] (sem tratamento térmico) x Wave-One[®] (com tratamento térmico) ($p = 0,001$) e; Reciproc[®] (com tratamento térmico) x Wave-One[®] (com tratamento térmico) ($p = 0,001$). No par de limas Mtwo[®] (sem tratamento térmico) x Reciproc[®] (com tratamento térmico) observou-se que apenas no E_{corr} ECS, houve diferença estatisticamente significativa com $p = 0,001$; no entanto, para E_{pite} ECS e para domínio da passivação ($E_{pite}-E_{corr}$) não houve diferença estatisticamente significativa, com $p = 1,000$.

Os valores obtidos, na prova não paramétrica de *Mann-Whitney*, na comparação, aos pares, das polarizações anódicas das limas sem tratamento térmico (ProTaper[®] e Mtwo[®]) e limas com tratamento térmico (Reciproc[®] e Wave-One[®]) encontram-se na Tabela 7.

Tabela 7 – Comparação das polarizações anódicas para os pares das limas testadas sem e com tratamento térmico.

Sem tratamento (ProTaper [®] e Mtwo [®]) x Com tratamento (Reciproc [®] Wave-One [®])	E_{corr} ECS	E_{pite} ECS	Domínio de passivação $E_{pite}-E_{corr}$
Mann-Whitney U	98,000	73,500	73,500
Wilcoxon W	203,000	178,500	178,500
Z	,000	-1,203	-1,203
Asymp. Sig. (2-tailed)	1,000	,229	,229
Exact Sig. [$2^*(1$ -tailed Sig.)]	1,000 ^(a)	,265 ^(a)	,265 ^(a)

$p > 0,05$.

Ao se comparar os valores da polarização anódica para os pares das limas testadas sem tratamento térmico (ProTaper[®] Universal *Finishing* 2 – F e Mtwo[®] 25.07) e com tratamento térmico (Reciproc[®] R25 25.08 e Wave-One[®] *Primary* 25.08) (Tabela 7) foi possível observar que não houve diferença estatisticamente significativa (E_{corr} ECS, $p = 1,000$; E_{pite} ECS, $p = 0,265$; $E_{pite}-E_{corr}$, $p = 0,265$).

As micromorfologias das limas testadas, obtidas no MEV, antes e após o ensaio eletroquímico, encontram-se ilustradas nas Figuras 9 (ProTaper® Universal *Finishing 2 – F*), 10 (Mtwo® 25.07), 11 (Reciproc® R25 25.08) e 12 (Wave-One® *Primary 25.08*), respectivamente.

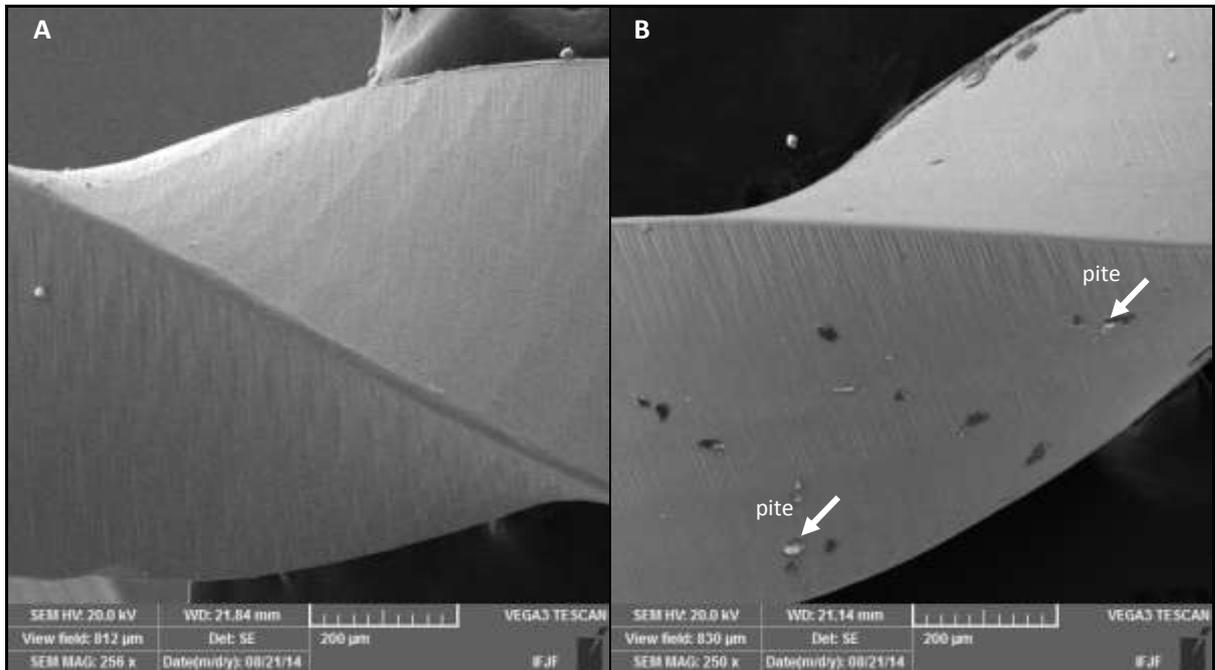


Figura 9 – Micromorfologias de uma das limas ProTaper® Universal *Finishing 2 – F*: A) antes; B) após ensaio eletroquímico (MEV, aumentos de 256X e 250X).

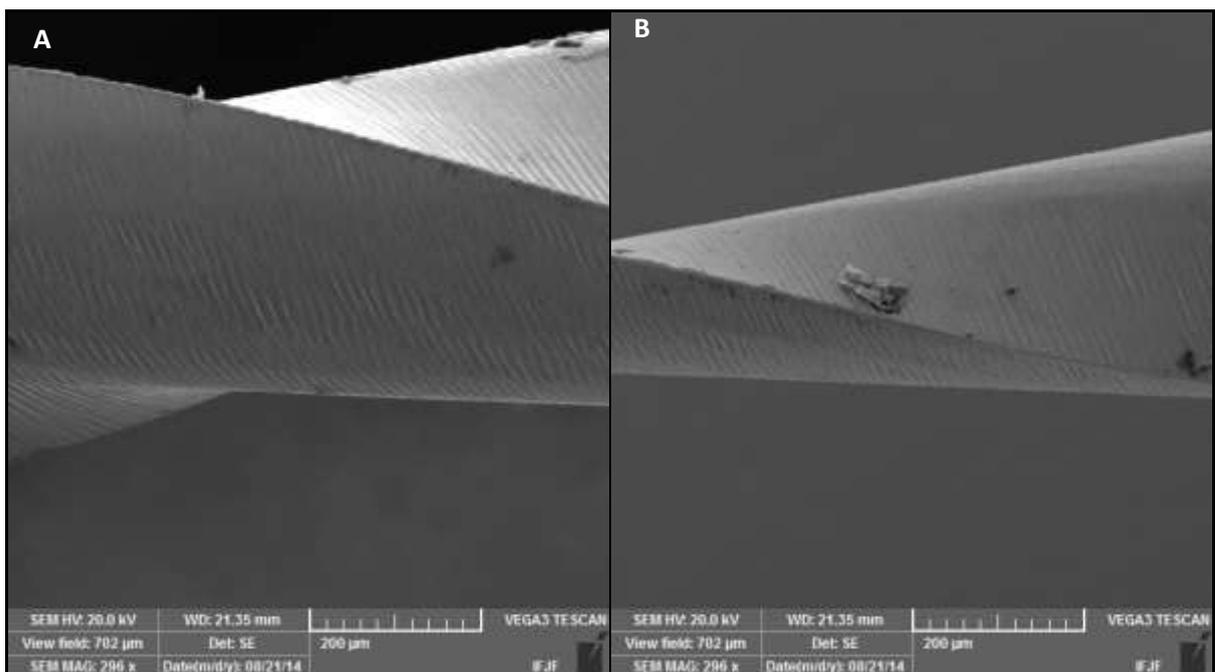


Figura 10 – Micromorfologias de uma das limas Mtwo® 25.07: A) antes; B) após ensaio eletroquímico (MEV, aumento de 296X).

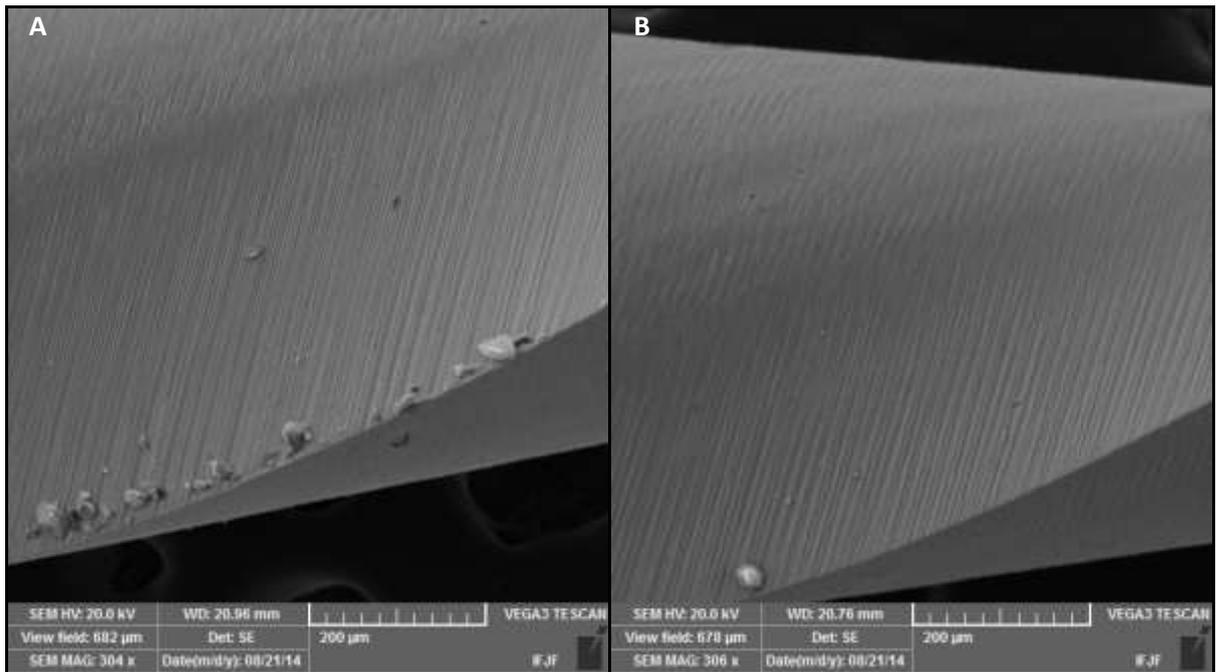


Figura 11 – Micromorfologias de uma das limas Reciproc® R25 25.08: A) antes; B) após ensaio eletroquímico (MEV, aumentos de 304X e 306X).

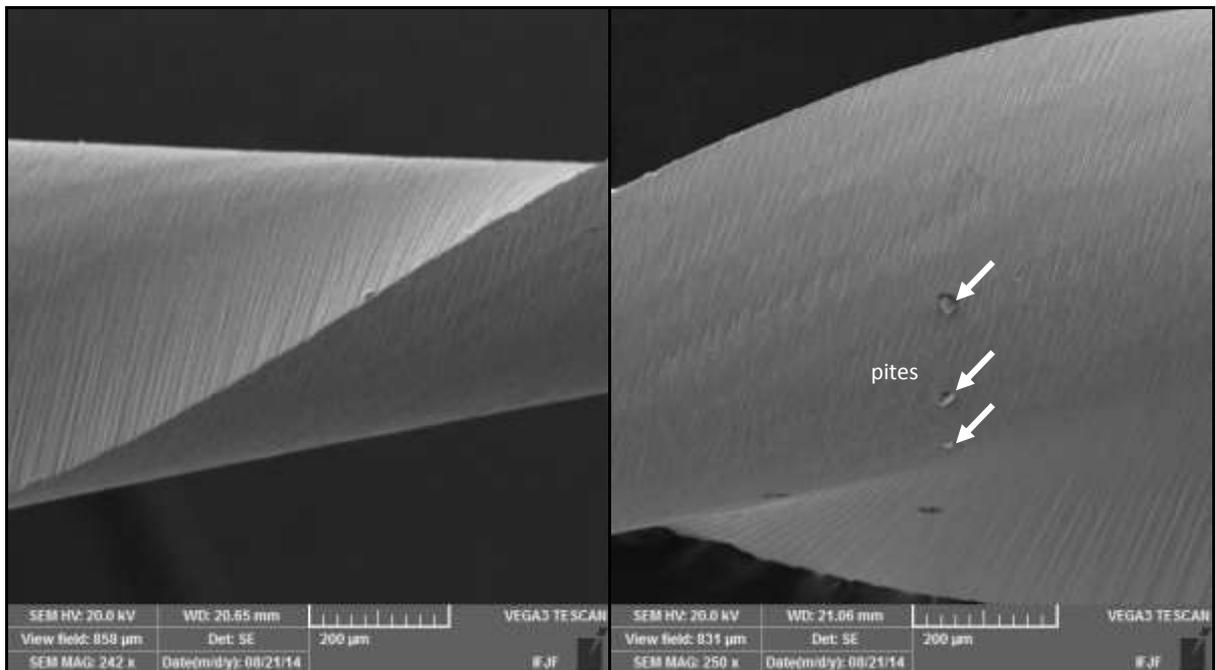


Figura 12 – Micromorfologias de uma das limas Wave-One® Primary 25.08: A) antes; B) após ensaio eletroquímico (MEV, aumentos de 242X e 250X).

6 DISCUSSÃO

A corrosão em limas endodônticas é uma grande preocupação na Odontologia, devido a consequências negativas tanto para o profissional quanto para o paciente. Essas limas são constantemente submetidas à ação de substâncias químicas auxiliares na desinfecção dos canais radiculares durante a prática clínica. Uma possível falha provocada por corrosão, poderá levar à ocorrência de fratura de limas no interior do canal (MOTTA, 2008; YARED; BOU DAGHER; MACHTOU, 2000).

No interior do canais radiculares, atuando com a finalidade de dissolver matéria orgânica e como bactericida, a solução NaOCl em conjunto com as limas endodônticas é utilizada durante a limpeza e modelagem química e mecânica dos canais radiculares (YARED; BOU DAGHER; MACHTOU, 2000). Para Buslinger, Sener e Barbakow (1998), a solução de NaOCl não possui efeitos nas propriedades mecânicas das limas endodônticas em um curto tempo de imersão. No entanto, estudos têm demonstrado que a solução de NaOCl tem capacidade corrosiva frente às ligas de NiTi. A resistência à corrosão do material em um determinado meio é determinante na diminuição da ocorrência de possíveis falhas, entre elas a fratura (PRYMAK et al., 2004). Assim, conforme mencionado por Motta (2008), as ligas NiTi, como outros metais, estão sujeitas a corrosão em certos meios. Nesse sentido, Berutti et al. (2006) complementam que a liga de NiTi pode atuar como o ânodo e, portanto, passível de corrosão.

As curvas de polarização, sugerem que a presença do tratamento térmico, denominado pelo fabricante como *M-Wire* (GAO et al., 2010; GUTMANN; GAO, 2012; SHEN et al., 2011), têm efeito benéfico na formação do filme passivo. Esse resultado pode estar relacionado à resistência à corrosão que a homogeneização da estrutura cristalina promovida pelo tratamento oferece ao material, visto que haverá a formação de grãos cristalográficos cujos tamanhos se assemelham, além do fato de que a estrutura monofásica se transforma em CFC (KUHN; JORDAN, 2002), que apresenta maior resistência à corrosão. No entanto, neste estudo, apesar de as limas Reciproc® R25 25.08 terem demonstrado resistência à corrosão por pite na solução de NaOCl a 5,25%, não foi possível relacionar esse efeito às limas Wave-One® Primary 25.08, que também possuem

tratamento térmico. Os resultados indicam que a lima Reciproc®, formou sobre sua superfície, na solução de NaOCl a 5,25%, filmes passivos resistentes ao processo corrosivo por pites.

A resistência das limas austeníticas à corrosão por pite, está vinculada à redução do pH na interface filme passivo/solução, por meio da formação de amônio NH_4^+ , que atua favorecendo a passivação (TALHA; BEHERA; SINHA, 2013; OLEFJORD; WEGRELIUS, 1996). No entanto, as ligas de aço inoxidável estudadas por Darabara et al. (2004), não sofreram cavitações ou fendas por corrosão em função das soluções de R-EDTA e NaOCl a 5,25% (pH 10.6) a 37°C. No estudo de Nóvoa et al. (2007), a liga de NiTi corroeu no NaOCl a 5,25%, com pH 12.3, principalmente quando associada galvanicamente ao ouro contido na haste do instrumento, porque o ouro catalisou a redução do NaOCl. Esses autores, ressaltaram, que a resistência à corrosão pode ser aumentada reduzindo o pH da solução de NaOCl para 10.1. Nesta pesquisa, o pH da solução de NaOCl a 5,25%, foi de 6.5 e mesmo assim, todas as limas estudadas foram passíveis de corrosão.

O mecanismo que descreve a resistência à corrosão por pites nesses materiais tem as seguintes etapas: 1) consumo de H^+ pelo nitrogênio dissolvido no pite, formando amônio e tornando a solução menos agressiva, reduzindo o pH, representado na seguinte fórmula: $\text{N} + 4\text{H}^+(\text{a}) + 3\text{e}^- \rightarrow \text{NH}_4^+(\text{aq})$; 2) a interface substrato/filme passivo fica enriquecida de nitrogênio durante a passivação, o que previne o ataque por ânions, sugerindo a formação de uma camada protetiva estável; 3) o nitrogênio incorpora-se no filme passivo formando uma densa camada de nitratos (NO^{2-} , NO^{3-}), promovendo o aumento da estabilidade do filme passivo, e; 4) a ação repulsiva do nitrogênio carregado negativamente ($\text{N}^{\delta-}$) aos íons Cl^- , e outros íons prejudiciais que ficam acumulados na camada passiva. A repulsão Cl^- favorece a repassivação dos pites (AZUMA; MIYUKI; KUD, 1996; JARGELIUS-PETTERSSON, 1999; LEE; YOON, 2010; LO; SHEK; LAI, 2009; MORI; BAUERNFEIND, 2004; OLEFJORD; WEGRELIUS, 1996; TALHA; BEHERA; SINHA, 2013).

Técnicas eletroquímicas baseadas em perfis de polarização e métodos de resistência de polarização são eficientes e confiáveis para mensurar a corrosão de instrumentos rotatórios endodônticos (MUELLER, 1982). A polarização potenciodinâmica, é o ensaio para obtenção de curvas de polarização, através da varredura contínua do potencial, iniciando-se no PCA, chamado também E_{corr}

(SEDRIS, 1986). A resistência à corrosão baseia-se na formação de uma camada passiva protetora, no entanto, determinados ambientes podem causar a ruptura nesse filme passivo, deixando na liga uma região susceptível ao ataque corrosivo (POURBAIX, 1988). Em materiais passivos expostos a meios que contém, principalmente, íons cloreto, que possui a capacidade de romper de maneira localizada o filme passivo protetor, acarreta na formação de pite (MOTTA, 2008). Para este autor, quanto maior o valor de pite, mais resistente à corrosão por pite é o metal.

Para os traçados eletrocinéticos potenciodinâmicos de polarização anódica de Mueller (1982) foi utilizado um compartimento contendo três eletrodos, sendo um eletrodo composto pela parte cortante da lima endodôntica testada, um eletrodo de referência de calomelano (Hg_2Cl_2), e um eletrodo auxiliar de platina. No estudo de Stokes et al. (1999), o PCA foi medido por um potenciostato, utilizando um eletrodo de calomelano como referência. Darabara et al. (2004) utilizaram um eletrodo de Ag/AgCl , sendo que uma placa de platina foi utilizada como um contraeletrodo. Para os ensaios de polarização anódica, Amaral, Barros e Ponciano Gomes (2012) empregaram um eletrodo de calomelano e um eletrodo de platina que foram usados como de referência e contraeletrodo, respectivamente. Motta (2008) procedeu a análise da liga NiTi em uma célula eletroquímica de três eletrodos, constituída por um recipiente de vidro, contendo aproximadamente 600 mL de NaOCl, usado como eletrólito, e por uma tampa de acrílico, onde os eletrodos (NiTi, calomelano – referência, e platina – contraeletrodo) foram acoplados. Também, nesta pesquisa, os ensaios eletroquímicos foram realizados utilizando o esquema clássico de três eletrodos, com um ECS como referência, um eletrodo de platina de grande área atuando como contraeletrodo e o eletrodo de trabalho e os ensaios foram concretizados no potencial de circuito após 60 minutos de imersão das amostras na solução de NaOCl a 5,25% (pH 6.5) com temperatura de 37°C, naturalmente aerada.

Previamente à análise microscópica, no estudo de Yum et al. (2008), as limas foram limpas em cuba ultrassônica com água destilada e secas com jato de ar. No estudo de Motta (2008), antes de ser realizada a análise microscópica, as ligas foram imersas em acetona e inseridas em um aparelho de ultrassom para a limpeza da superfície das mesmas. Nesta pesquisa, as limas testadas também passaram pelo processo de limpeza com acetona, antes dos ensaios eletroquímicos.

Para verificação das micromorfologias, as limas deste estudo foram observadas em MEV, antes e após os ensaios eletroquímicos. Na pesquisa de Bonaccorso et al. (2008), após o teste eletroquímico, as limas foram submetidas ao MEV para determinar os aspectos morfológicos da corrosão. Motta (2008) submeteu as ligas NiTi à análise por MEV/EDS para caracterizar as condições superficiais do material antes e após a realização dos ensaios. Franco (2013) submeteu os instrumentos à análise em MEV, antes e depois do teste de corrosão, para a obtenção de fotomicrografias dos 3 mm finais de cada lima, visando estabelecer parâmetros para a avaliação final.

Os traçados eletrocinéticos potenciodinâmicos de polarização anódica de Mueller (1982), foram determinados para os diferentes sistemas por meio do uso de um potenciostato programado a 0.012 V/minuto. Para os ensaios eletroquímicos, Stokes et al. (1999) utilizaram uma potência de varredura de 5 mV/minuto⁻¹. Os ensaios de polarização anódica de Amaral, Barros e Ponciano Gomes (2012) foram realizados na velocidade de varredura de 50 mV/minuto. Neste estudo, as curvas de polarização anódica foram obtidas com potencial de varredura que iniciou no E_{corr} de cada lima, com uma taxa de 0,333 mV/segundos (1,2 V/hora) até os E_{pite} .

Bonaccorso et al. (2008) concluíram que parece haver um risco de corrosão para os instrumentos de NiTi sem tratamentos de superfície. No mesmo estudo, instrumentos de NiTi com tratamentos de superfície mostraram resistência aumentada à corrosão. No entanto, este estudo, ao se comparar os valores da polarização anódica para os pares das limas testadas sem tratamento térmico (ProTaper® Universal *Finishing* 2 – F e Mtwo® 25.07) e com tratamento térmico (Reciproc® R25 25.08 e Wave-One® *Primary* 25.08) não foi observada diferença estatisticamente significativa. De forma adversa, Franco (2013) concluiu que o acabamento superficial e a concentração da solução de NaOCl influenciam a resistência à corrosão dos instrumentos de NiTi.

Motta (2008) observou que, mesmo considerando a presença de reações eletroquímicas envolvendo o eletrólito, o NaOCl a 1% apresentou, do ponto de vista da corrosão, comportamento ligeiramente mais agressivo do que o NaOCl 5,25%, e que a deformação induzida por tensionamento do NiTi não influenciou sua resistência à corrosão ao NaOCl. Yum et al. (2008) concluíram que a temperatura da solução NaOCl a 5,25%, a 22 e 55°C, e a concentração de íons de cloreto apresentou um efeito sobre a resistência à corrosão das limas de NiTi, ressaltando

que a resistência à corrosão dos instrumentos de NiTi poderia ser aumentada por ocorrência de corrosão galvânica caso fossem adicionados metais diferentes em sua composição. Utilizando limas ProTaper® em NiTi (S1, S2, F1 e F2) imersas em NaOCl a 5,25% por 5 ou 10 minutos, e em EDTA a 17% por 5 ou 10 minutos, Ametrano et al. (2011) concluíram que a imersão dos instrumentos, tanto em EDTA quanto em NaOCl, causou alterações nas superfícies das limas. Neste estudo, as limas ProTaper® Universal *Finishing 2 – F* e Mtwo® 25.07 (sem tratamento térmico) e as limas Reciproc® R25 25.08 e Wave-One® *Primary* 25.08 (com tratamento térmico) foram, de forma distinta, passíveis de corrosão na solução de NaOCl a 5,25%. Vale ressaltar que, apesar da passividade à corrosão, as limas Reciproc® R25 25.08 e Mtwo® 25.07 suportaram maior potencial sem a presença de pites na solução testada.

7 CONCLUSÃO

Frente à metodologia aplicada pode-se concluir que:

- Todas as limas testadas foram passíveis de corrosão na solução de NaOCl a 5,25% (pH 6.5);
- Houve uma variabilidade na resistência à corrosão por pites entre as limas testadas, principalmente para a Reciproc® R25 25.08 (com tratamento térmico) e Mtwo® 25.07 (sem tratamento térmico), que suportaram maior potencial sem a presença de pites;
- A lima Reciproc® R25 25.08 foi a que se apresentou mais resistente à corrosão e a ProTaper® Universal *Finishing 2 – F* foi a lima que mais sofreu corrosão na solução testada;
- A hipótese inicial de que instrumentos endodônticos fabricados com a liga de NiTi com tratamento térmico *M-Wire* são mais resistentes à corrosão em solução de NaOCl foi negada, tendo em vista que, apesar de as limas Reciproc® R25 25.08 terem apresentado resistência à corrosão por pite, o mesmo não foi observado nas limas Wave-One® *Primary* 25.08 quando comparadas aos demais grupos;
- Dessa forma, ressalta-se a necessidade de mais estudos para especular essa alteração nos instrumentos endodônticos confeccionados a partir da tecnologia *M-Wire*.

REFERÊNCIAS

AMARAL, C. C. F.; BARROS, C. D. R.; PONCIANO GOMES, J. A. C. **Avaliação da resistência à corrosão de uma liga de NiTi em soluções de clorexidina 0,2% e hipoclorito de sódio 5,25%**. 2012. In: Anais do 7º COLAOB, 22 a 25 ago. 2012.

Disponível em:

<http://www.metallum.com.br/7colaob/resumos/trabalhos_completos/01-052.doc>.

Acesso em: 10 maio 2014.

AMETRANO, G. et al. Effects of sodium hypochlorite and ethylenediaminetetraacetic acid on rotary nickel-titanium instruments evaluated using atomic force microscopy. **Int Endod J**, Oxford, v. 44, n. 3, p. 203-209, Mar. 2011.

AZUMA, S.; MIYUKI, H.; KUD, T. Effect of alloying nitrogen on crevice corrosion of austenitic stainless steels. **ISIJ Int**, Japan, v. 36, n. 7, p. 793-798, July 1996.

BAHIA, M. G.; BUONO, V. T. Decrease in the fatigue resistance of nickel-titanium rotary instruments after clinical use in curve root canals. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 100, n. 2, p. 249-255, Aug. 2005.

BALANDRANO, F. et al. Evaluación de la conformación de conductos curvos simulados con los sistemas ProTaper Universal, Light Speed Extra y Mtwo. **Endodoncia**, Mexico, v. 27, n. 4, p.175-180, Oct./Dec. 2009.

BERENDT, C. **Method of preparing Nitinol for use in manufacturing instruments with improved fatigue resistance**. US Patent Application US20070072147 A1, 13 set. 2005, 29 mar. 2007. Disponível em:

<<http://www.google.com/patents/US20070072147>>. Acesso em: 18 jul. 2014.

BERUTTI, E. et al. Influence of sodium hypochlorite on fracture properties and corrosion of ProTaper rotary instruments. **Int Endod J**, Oxford, v. 39, n. 9, p. 693-699, Sep. 2006.

BONACCORSO, A. et al. Pitting corrosion resistance of nickel-titanium rotary instruments with different surface treatments in seventeen percent ethylenediaminetetraacetic acid and sodium chloride solutions. **J Endod**, Baltimore, v. 34, n. 2, p. 208-211, Feb. 2008.

BONETTI FILHO, I. Sistema ProTaper. In: LEONARDO, M. R.; LEONARDO, R. T. **Endodontia: conceito biológico e recursos tecnológicos**. São Paulo: Artes Médicas; 2009. p. 315-344.

BRAITT, A. H. Saneamento dos canais radiculares. *RGO*. 1980;28(3):200-202.

BUEHLER, W. J.; GILFRICH, J. V.; WILEY, R. C. Effects of low-temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition NiTi. *J Appl Phys*, Reston, v. 34, p. 1475-1477, 1963.

BUSSLINGER, A.; SENER, B.; BARBAKOW, F. Effects of sodium hypochlorite on nickel-titanium light speed instruments. *Int Endod J*, Oxford, v. 31, n. 4, p. 290-294, July 1998.

CASELLA, G.; ROSALBINO, F. Corrosion behaviour of NiTi endodontic instruments. *CEST*, Manchester, v. 46, n. 4, p. 521-523, June 2011.

CLAUDER, T.; BAUMANN, M. A. Protaper NT System. *Dent Clin North Am*, Philadelphia, v. 48, n. 1, p. 87-111, Jan. 2004.

DARABARA, M. et al. Susceptibility to localized corrosion of stainless steel and NiTi endodontic instruments in irrigating solutions. *Int Endod J*, Oxford, v. 37, n. 10, p. 705-710, Oct. 2004.

DE-DEUS, G. et al. Assessment of apically extruded debris produced by the single-file ProTaper F2 technique under reciprocating movement. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, St. Louis, v. 110, n. 3, p. 390-394, Sep. 2010.

DENTSPLY-MAILLEFER. **Sistema Wave One**. 2012. Disponível em: <<http://dentsplymea.com/products/endodontics/endodontic-files/wave%E2%80%A2one%E2%84%A2-file>>. Acesso em: 18 maio 2014.

ESTRELA, C. **Ciência Endodôntica**. Volume 1. 2a. ed. São Paulo: Artes Médicas, 2004.

FRANCO, E. C. **Avaliação da influência do hipoclorito de sódio na qualidade da superfície e resistência à corrosão de limas de NiTi de diferentes procedências**. 2013. 118 f. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, São Paulo, 2013.

GAMBARINI, G. et al., 2008; Fatigue resistance of engine-driven rotary nickel-titanium instruments produced by new manufacturing methods. **J Endod**, Baltimore, v. 34, n. 8, p. 1003-1005, Aug. 2008.

GAO, Y. et al. Effects of raw material and rotational speed on the cyclic fatigue of Profile Vortex file rotary instruments. **J Endod**, Baltimore, v. 36, n. 7, p. 1205-1209, July 2010.

GUTMANN, J. L.; GAO, Y. Alteration in the inherent metallic and surface properties of nickel-titanium root canal instruments to enhance performance, durability and safety: focused review. **Int Endod J**, Oxford, v. 45, n. 2, p. 113-128, Feb. 2012.

HAND, R. E., SMITH, M. L.; HARRISON, J. W. Analysis of the effect of dilution on the necrotic tissue dissolution property of sodium hypochlorite. **J Endod**, Baltimore, v. 4, n. 2, p. 60-64, Feb. 1978.

HILT, B. R. et al. Torsional properties of stainless steel and nickel-titanium files after multiple autoclave sterilization. **J Endod**, Baltimore, v. 26, n. 2, p. 76-80, Feb. 2000.

HUANG, W. **Shape memory alloys and their application to actuators for deployable structures**. 1998. 192p. (Dissertation) – University of Cambridge, Cambridge, UK, 1998.

JARGELIUS-PETTERSSON, R. F. A. Electrochemical investigation of the influence of nitrogen alloying on pitting corrosion of austenitic stainless steels. **Corrosion Sci**, Cambridge, v. 41, n. 8, p.1639-1664, Aug. 1999.

KIM, H.; JOHNSON, J. W. Corrosion of stainless steel, nickel-titanium, coated nickel-titanium and titanium orthodontic wires. **Angle Orthod**, Appleton, v. 69, n. 1, p. 39-44, Jan./Feb. 1999.

KUHN et al. Influence of structure on nickel-titanium endodontic instruments failure. **J Endod**, Baltimore, v. 27, n. 8, p. 516-520, Aug 2001.

KUHN, G.; JORDAN, L. Fatigue and mechanical properties of nickel-titanium endodontic instruments. **J Endod**, Baltimore, v. 28, n. 10, p. 716-720, Oct. 2002.

LARSEN, C. M. et al. Cyclic fatigue analysis of a new generation of nickel titanium rotary instruments. **J Endod**, Baltimore, v. 35, n. 3, p. 401-403, Mar. 2009.

LEE, J. B.; YOON, S. I. Effect of nitrogen alloying on the semiconducting properties of passive films and metastable pitting susceptibility of 316L and 316LN stainless steels. **Mat Chem Physics**, Sydney, v. 122, n. 1, p. 194-199, July 2010.

LEONARDO, M. R. **Endodontia**: tratamento de canais radiculares. 4a ed. São Paulo: Médica Panamericana; 2008.

LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. Recent developments in stainless steels. **Mat Sci Eng R**, Gainesville, v. 65, n. 3/4, p. 39-104, May 2009.

LOPES, H. P.; ELIAS, C. N.; SIQUEIRA JUNIOR, J. F. Instrumentos Endodônticos. In: LOPES, H. P.; SIQUEIRA JUNIOR, J. F. **Endodontia**: biologia e técnica. 3a. ed. Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 2010. cap. 9. p. 305-413.

MACHADO, M. E. L. Análise do tempo de trabalho da instrumentação recíproca com lima única: WaveOne e Reciproc. **Rev Assoc Paul Cir Dent**, São Paulo, v. 66, n. 2, p. 120-124, abr./jun. 2012.

MALAGNINO, V.; PASSARIELLO, P.; SORCI, E. Preparazione endodontica die canali ovalari: confronto fratre tecniche. **Gior Ital Endodonzia**, Millan, v. 18, n. 3, p.142-148, Mar. 2004.

MORI, G.; BAUERNFEIND, D. Pitting and crevice corrosion of superaustenitic stainless steels. **Mat Corrosion**, Weinheim, v. 55, n. 3, p. 164-173, Mar. 2004.

MOORER, W. R.; WESSELINK, P. R. Factors promoting the tissue dissolving capability of sodium hypochlorite. **Int Endod J**, Oxford, v. 15, n. 4, p. 187-196, Oct. 1982.

MOTTA, C. P. T. **Efeitos de transformação de fase induzida por tensionamento sobre a resistência à corrosão nas ligas de níquel-titânio em solução de hipoclorito de sódio**. 2008. 114 f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em Engenharia, Rio de Janeiro, 2008.

MUELLER, H. J. Corrosion determination techniques applied to endodontic instruments - irrigating solutions systems. **J Endod**, Baltimore, v. 8, n. 6, p. 246-252, June 1982.

NÓVOA, X. R. et al. The corrosion of nickel-titanium rotary endodontic instruments in sodium hypochlorite. **Int Endod J**, Oxford, v. 40, n. 1, p. 36-44, Jan. 2007.

OLEFJORD, I.; WEGRELIUS, L. The influence of nitrogen on the passivation of stainless steels. **Corrosion Sci**, Cambridge, v. 38, n. 7, p. 1203-1220, July 1996.

PEREIRA, E. S. et al., 2012; Physical and mechanical properties of a thermomechanical treated NiTi wire used in the manufacture of rotary endodontic instruments. **Int Endod J**, Oxford, v. 45, n. 5, p. 469-474, May 2012.

PETERS, O. A.; SCHÖNENBERGER, K.; LAIB, A. Effects of four NiTi preparation techniques on root canal geometry assessed by micro computed tomography. **Int Endod J**, Oxford, v. 34, n. 3, p. 221-230, Apr. 2001.

PIRETTI, E. F.; COSTA, I. Surface characterisation of ASTM F139 stainless steel marked by laser and mechanical techniques. **Electroch Acta**, Leicester, v. 114, n. 3, p. 838–843, Dec. 2013.

PLOTINO, G. et al. Cyclic fatigue of Reciproc and WaveOne reciprocating instruments. **Int Endod J**, Oxford, v. 45, n. 7, p. 614-618, July 2012.

POURBAIX, M. **Lições e Corrosão Eletroquímica**. 3a. ed. Tradução M.E.M. Almeida e C.M. Oliveira. Bruxelas: CEBELCOR, 1987.

PRYMAK, O. et al. Fatigue of orthodontic nickel-titanium (NiTi) wires in different fluids under constant mechanical stress. **Mat Sci Eng A**, Sydney, v. 378, n. 1/2, p. 110-114, July 2004.

SEDRIKS, A. J. Plenary Lecture –1986: effects of alloy composition and microstructure on the passivity of stainless steels. **Corrosion**, Houston, v. 42, n. 7, p. 376-389, July 1986.

SHAHI, S. et al. Electrochemical corrosion assessment of RaCe and Mtwo rotary nickel-titanium instruments after clinical use and sterilization. **Med Oral Patol Oral Cir Bucal**, Valencia, v. 17, n. 2, p. e331-e336, Mar. 2012.

SHAW, J. A.; KYRIAKIDES, S. Thermomechanical aspects of NiTi. **J Mech Phys Solids**, Pasadena, v. 43, n. 8, p. 1243-1281, Aug. 1995.

SHEN, Y. et al. Fatigue testing of controlled memory wire nickel-titanium rotary instruments. **J Endod**, Baltimore, v. 37, n. 7, p. 997-1001, July 2011.

SIQUEIRA JÚNIOR J. F. et al. Chemomechanical reduction of the bacterial population in the root canal after instrumentation and irrigation with 1%, 2.5%, and 5.25% sodium hypochlorite. **J Endod**, Baltimore, v. 26, n. 6, p. 331-334, June 2000.

STOKES, O. W. et al. Corrosion in stainless steel and nickel-titanium files. **J Endod**, Baltimore, v. 25, n. 1, p. 17-20, Jan. 1999.

TALHA, M.; BEHERA, C. K.; SINHA, O. P. A review on nickel-free nitrogen containing austenitic stainless steels for biomedical. **Mater Sci Eng C Mater Biol Appl**, North Carolina, v. 33, n. 7, p. 3563-3575, Oct. 2013.

THOMPSON, S. A. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. **Int Endod J**, Oxford, v. 33, n. 4, p. 297-310, July 2000.

VDW. **Sistema Reciproc**. 2012. Disponível em: <<http://www.vdw-dental.com>>. Acesso em: 18 maio 2014.

WALIA, H.; BRANTLEY, A. W.; GERTEIN, H. et al. An initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files. **J Endod**, Baltimore, v. 14, n. 7, p. 346-351, July 1988.

YE, J.; GAO, Y. Metallurgical characterization of M-Wire nickel-titanium shape memory alloy used for endodontic rotary instruments during low-cycle fatigue. **J Endod**, Baltimore, v. 38, n. 1, p. 105-107, Jan. 2012.

YARED, G. M.; BOU DAGHER, F. E.; MACHTOU, P. Cyclic fatigue of ProFile rotary instruments after clinical use. **Int Endod J**, Oxford, v. 33, n. 3, p. 204-207, May 2000.

YUM, J. et al. Comparative analysis of various corrosive environmental conditions for NiTi rotary files. **J Korean Acad Conserv Dent**, Seoul, v. 33, n. 4, p. 377-388, July 2008.