



Disponibile online all'indirizzo [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)

SciVerse ScienceDirect

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/gie](http://www.elsevier.com/locate/gie)



ARTICOLO ORIGINALE

# Influenza della sterilizzazione su strumenti fabbricati con leghe trattate termicamente

*Influence of sterilization on instruments made by thermally-treated alloys*

Alberto Costanzo, Valentina Vincenzi, Alessio Giansiracusa, Valerio Milana, Valentina Marconi, Enrica Pietrangeli, Gianluca Plotino, Nicola M. Grande, Luca Testarelli, Gianluca Gambarini\*

Insegnamento di Endodonzia, Università "La Sapienza" di Roma

Ricevuto il 30 aprile 2011; accettato il 16 giugno 2011  
disponibile online il 2 agosto 2011

## PAROLE CHIAVE

Nichel-titanio;  
Trattamenti termici;  
Sterilizzazione;  
Fatica ciclica.

## KEYWORDS

Nickel-titanium;  
Thermal treatments;  
Sterilization;  
Cyclic fatigue.

## Riassunto

**Obiettivi:** Di recente sono stati proposti in endodonzia innovativi processi di produzione di leghe con trattamenti termici. Scopo di questo studio è stato di valutare l'effetto di vari cicli di sterilizzazione in autoclave sulla resistenza alla fatica ciclica di strumenti endodontici rotanti realizzati con leghe nichel-titanio (Ni-Ti) trattate termicamente.

**Materiali e metodi:** Sono stati selezionati tre gruppi (n = 24) di strumenti in Ni-Ti di taglia 04.40 K3, in lega Ni-Ti tradizionale, Vortex, in lega M-Wire e K3 XT prototipi in lega TF. Ogni gruppo è stato poi suddiviso in due sottogruppi (A e B) composti rispettivamente da strumenti non sterilizzati e strumenti sterilizzati in autoclave per 10 cicli a 134°. Tutti i 72 strumenti sono infine stati testati per fatica, valutando il numero di cicli a frattura (NCF). I dati sono stati raccolti e analizzati statisticamente (ANOVA).

**Risultati:** Gli strumenti K3 XT hanno mostrato una resistenza alla fatica ciclica significativamente maggiore ( $p < 0,05$ ) rispetto a tutti gli altri strumenti. Inoltre, sono state notate differenze statisticamente significative tra i file K3 XT sterilizzati e non sterilizzati (762 vs 651 NCF), mentre gli altri due tipi di strumento non hanno mostrato differenze rilevanti in seguito ai cicli di sterilizzazione (524 vs 539 K3, 454 vs 480 Vortex).

**Conclusioni:** Poiché i K3 e i K3 XT sono identici nel disegno e si differenziano solo per il trattamento termico, si può ipotizzare un'influenza positiva dell'apporto termico, come quello derivante da sterilizzazione in autoclave, in alcune leghe trattate termicamente.

© 2011 Società Italiana di Endodonzia. Pubblicato da Elsevier Srl. Tutti i diritti riservati.

## Summary

**Objectives:** Recently, innovative processes of production of alloys with thermal treatment have been proposed in endodontics. The aim of this study was to evaluate the effect of various cycles

\* Corrispondenza: Università "La Sapienza" di Roma, via Caserta 6 – 00161 Roma.  
E-mail: [nmg@fastwebnet.it](mailto:nmg@fastwebnet.it) (G. Gambarini).

of autoclave sterilization on cyclic fatigue resistance of rotary endodontic instruments, made of heat-treated nickel-titanium (Ni-Ti) alloys.

**Materials and methods:** Three groups (n = 24) of Ni-Ti instruments with the same size (04.40) were selected: K3 (traditional Ni-Ti alloy), Vortex (M-Wire alloy) and K3 XT prototype (TF alloy). Each group was then divided into two subgroups comprising respectively non-sterilized instruments and instruments sterilized in an autoclave for 10 cycles at 134°. All 72 instruments were finally tested for fatigue, considering the number of cycles to fracture (NCF). Data were collected and analyzed statistically (ANOVA).

**Results:** The instruments K3 XT showed significantly higher resistance to cyclic fatigue than all other instruments. Statistically significant differences ( $p < 0.05$ ) were also noted among the files K3 XT sterilized and unsterilized (762 vs 651 NCF), while the other two types of instrument did not show significant differences as a result of sterilization cycles (524 vs 539 K3, 454 vs 480 Vortex).

**Conclusions:** Given that K3 and K3 XT are identical in design and differ only in the heat treatment, a positive influence of heat treatment, such as the one caused by autoclaving, can be hypothesized.

© 2011 Società Italiana di Endodonzia. Published by Elsevier Srl. All rights reserved.

## Introduzione

Da quando, nel 1988, Walia et al.<sup>1</sup> hanno proposto in endodonzia l'impiego del nichel-titanio (Ni-Ti), una lega caratterizzata da eccellenti proprietà meccaniche come superelasticità e memoria di forma, il trattamento endodontico ha ottenuto grandi vantaggi, grazie anche alle conicità aumentate che permettono una preparazione dei canali radicolari più semplice ed efficiente. Inoltre, date le ottime caratteristiche di flessibilità e resistenza, questi strumenti hanno permesso di migliorare e superare molte delle problematiche legate all'uso clinico manuale dei tradizionali file in acciaio inossidabile<sup>2-6</sup>. Come risultato, oggi sono presenti sul mercato decine di tipi di strumenti rotanti in Ni-Ti, ognuno con peculiari caratteristiche di design, dimensioni e conicità, che si propongono di standardizzare le procedure di sagomatura dei canali radicolari<sup>7-11</sup>.

La possibilità che si verifichi una frattura dello strumento rotante rappresenta ancora oggi una delle maggiori preoccupazioni durante l'utilizzo clinico dei file in Ni-Ti<sup>12</sup>. La frattura spesso avviene per accumulo di fatica, in maniera inaspettata, senza alcun segno di una precedente deformazione plastica permanente. Si verifica come conseguenza dei cicli alternati di tensione-compressione che si generano nel punto di massima flessione di uno strumento, come ad esempio quando questo viene fatto ruotare all'interno di un canale curvo<sup>13</sup>. Sono state indagate molte variabili, come la velocità di rotazione, gli effetti dell'irrigazione, i trattamenti superficiali del metallo e le caratteristiche metallurgiche delle leghe nichel-titanio, che potrebbero influenzare la resistenza alla frattura per fatica ciclica delle lime rotanti in Ni-Ti<sup>12,13</sup>. Tuttavia, l'*International Standard Organization* (ISO) non ha, a oggi, approvato alcun test di protocollo che permetta di stabilire un minimo standard riguardante la resistenza alla fatica ciclica di uno strumento<sup>14</sup>.

Di recente, per incrementare la resistenza alla fatica ciclica, state proposte tecnologie innovative che tendono a migliorare i processi di lavorazione o l'uso di nuove leghe dotate di proprietà meccaniche superiori<sup>14,15</sup>. A tal fine, diverse case produttrici hanno sviluppato processi produttivi basati su trattamenti termici della lega, volti a ottimizzare le performance degli strumenti. Queste nuove leghe nichel-titanio trattate termicamente (come la lega M-Wire,

prodotta da Dentsply, Tulsa, OK, e la lega TF, prodotta da SybronEndo, Orange, CA), introdotte sul mercato da pochissimi anni, sembrano infatti possedere migliori caratteristiche fisiche (soprattutto legate all'elasticità) e una maggiore resistenza alla fatica, se confrontate con la tradizionale lega superelastica in Ni-Ti, che è classicamente composta da una maggior percentuale di struttura auste nitica. Giova ricordare che tutte queste leghe hanno una composizione simile nel rapporto fra nichel e titanio, mentre i diversi trattamenti termici influenzano le percentuali delle diverse fasi cristalline presenti nella lega e, di conseguenza, le proprietà meccaniche, sebbene sia quasi impossibile quantificare con precisione le fasi presenti all'interno di una lega, né le ditte produttrici forniscono indicazioni precise a riguardo. Inoltre, in letteratura, sono a oggi presenti pochissimi lavori che valutano queste nuove leghe e, soprattutto, la possibile influenza della temperatura (ad es., legata a processi di sterilizzazione) su leghe trattate termicamente. Alcuni autori hanno ipotizzato che il trattamento termico addizionale degli strumenti in Ni-Ti sottoposti alla sterilizzazione in autoclave possa incrementarne la flessibilità<sup>2</sup>. Tuttavia, le proprietà di superelasticità e memoria di forma del nichel-titanio dipendono in gran parte dalla storia di lavorazione termo-meccanica dello strumento<sup>3</sup>. Serene et al.<sup>4</sup> hanno dimostrato che la deformazione dei file in Ni-Ti, subita durante l'uso clinico, potrebbe essere recuperata usando temperature di sterilizzazione superiori a 125 °C. Anche se non è stato riportato alcun effetto della sterilizzazione in autoclave su alcuni degli strumenti rotanti testati, i Light-Speed e i ProFile hanno invece mostrato una resistenza alla fatica più alta dopo essere stati sottoposti alla sterilizzazione sia a vapore (autoclave) sia a calore secco<sup>5,6</sup>. In altri studi<sup>4,5,7-10</sup> sono stati osservati controversi rapporti tra le procedure di sterilizzazione e diversi tipi di strumenti rotanti in Ni-Ti, le cui performance e proprietà fisiche vengono influenzate (negativamente o positivamente) dal processo di sterilizzazione.

L'obiettivo di questo studio era di valutare l'effetto di vari cicli di sterilizzazione in autoclave sulla resistenza alla frattura per fatica ciclica di strumenti endodontici rotanti realizzati con nuove leghe nichel-titanio trattate termicamente. L'ipotesi nulla è che i trattamenti di sterilizzazione abbiano lo stesso effetto su leghe trattate e non trattate.

## Materiali e metodi

Sono stati selezionati tre gruppi ( $n = 24$ ) di strumenti in Ni-Ti aventi la stessa taglia (conicità 0,04 e diametro in punta 0,40 mm):

1. K3 (SybronEndo), in lega Ni-Ti tradizionale.
2. Vortex (Dentsply Tulsa Dental Specialties), in lega M-Wire.
3. K3 XT prototipi (SybronEndo), in lega TF.

Ogni gruppo è stato poi suddiviso in due sottogruppi ( $n = 12$ ):

- A. Strumenti non sterilizzati.
- B. Strumenti sterilizzati.

In totale, quindi, è stata testata la resistenza alla fatica ciclica di 72 strumenti, appartenenti a 6 diversi gruppi (1A, 1B, 2A, 2B, 3A, 3B) composti da 12 file ciascuno. Gli strumenti dei sottogruppi B sono stati sottoposti a 10 cicli di sterilizzazione in autoclave (Sterilix Vacuum Plus, Reverberi, Italia); ogni ciclo è stato effettuato alla temperatura di 134 °C per una durata di 35 minuti (di cui 20 minuti effettivi di sterilizzazione e 15 minuti necessari per l'asciugatura). Il dispositivo usato per il test di fatica ciclica è identico a quello impiegato in studi già validati nella letteratura internazionale<sup>14</sup>, formato da un telaio principale al quale sono collegati un supporto mobile in plastica che blocca univocamente il manipolo azionato da un micromotore elettrico a induzione e un blocco in acciaio inossidabile contenente i canali artificiali.

Ogni strumento è stato testato in un canale radicolare simulato con angolo di curvatura di 60° e raggio di curvatura di 5 mm. Il centro della curvatura era situato a 5 mm dalla punta del file e il segmento curvo del canale misurava circa 5 mm in lunghezza. Il posizionamento preciso e riproducibile di ogni strumento all'interno del canale artificiale è stato reso possibile dall'impiego di uno specifico dispositivo mobile in grado di reggere il manipolo. Ciò ha garantito l'inserimento dello strumento alla corretta profondità di lavoro nel canale artificiale e l'allineamento tridimensionale degli strumenti rispetto al canale stesso. Quest'ultimo è stato realizzato riproducendo la dimensione e la conicità degli strumenti oggetto del test, fornendo in questo modo una giusta traiettoria, corrispondente ai parametri di curvatura prescelti. Tutti gli strumenti sono stati fatti ruotare a una velocità costante di 300 rpm, usando un manipolo (W & H Dentalwerk, Burmoos, Austria) alimentato da un motore elettrico a controllo di torque (X-Smart; Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland), inducendone la frattura. Il tempo impiegato da ogni strumento per fratturarsi è stato registrato con un cronometro (1/100 secondo) e moltiplicato per il numero di rotazioni effettuate al minuto, ottenendo così il numero di cicli a frattura (NCF) per ogni campione. Sono state poi calcolate per ogni gruppo le medie e le deviazioni standard (DS) degli NCF e della lunghezza delle porzioni separate. Infine, i risultati sono stati analizzati statisticamente con l'analisi della varianza a una via ANOVA e i confronti multipli sono stati effettuati con il test  $t$  di Student-Neuman-Keuls (SNK), con livelli di significatività posti a  $p < 0,05$ .

## Risultati

Le medie e le DS degli NCF, relative ai sei gruppi testati, sono riportati nella *tabella 1*. Un valore di NCF più elevato è

**Tabella 1** Risultati del test di fatica ciclica espressi in NCF (numero cicli a frattura) valori medi e deviazione standard.

Gruppi	Strumenti	NCF (valori medi e DS)
1A	K3	52443
1B	K3 sterilizzati	53964 <i>non significativa</i>
2A	Vortex	45495
2B	Vortex sterilizzati	480104 <i>non significativa</i>
3A	K3 XT	651149
3B	K3XT sterilizzati	762199 <i>significativa</i>

correlato a una maggiore resistenza alla frattura per fatica ciclica degli strumenti testati.

Tramite l'analisi della varianza a una via ANOVA si è ottenuto un valore di  $p = 0,000$ ; questo sta a indicare che esistono differenze statisticamente significative tra i gruppi. Il test  $t$  di SNK per i confronti multipli ci ha poi indicato precisamente tra quali gruppi fossero presenti differenze significative ( $p < 0,05$ ).

Gli strumenti K3 XT (sia sterilizzati sia non) hanno mostrato una media degli NCF, quindi una resistenza alla fatica ciclica, significativamente maggiore rispetto a tutti gli altri file. Confrontando tra loro i risultati dei sottogruppi A e B per ogni tipo di strumento sono state notate differenze statisticamente significative ( $p < 0,05$ ) solo tra i file K3 XT sterilizzati e non sterilizzati (762 vs 651 NCF); per contro, gli altri due tipi di strumento non hanno mostrato importanti cambiamenti ( $p > 0,05$ ) nella media degli NCF in seguito ai cicli di sterilizzazione (524 vs 539 K3; 454 vs 480 Vortex).

## Discussione

La resistenza alla fatica ciclica degli strumenti rotanti in Ni-Ti è stata finora oggetto di grande interesse nella letteratura scientifica endodontica. La maggior parte degli studi sulla fatica ciclica ha focalizzato la propria attenzione su varie caratteristiche dei file in Ni-Ti, come il design o la composizione della lega<sup>16-21</sup>; altre ricerche hanno invece valutato gli effetti delle condizioni di sterilizzazione sulle proprietà meccaniche e quindi sulle performance degli strumenti rotanti in Ni-Ti<sup>5,6,11,16-22</sup>, ottenendo talora risultati contrastanti. Un recente studio di Hilfer et al.<sup>23</sup> ha analizzato l'effetto di cicli ripetuti di sterilizzazione in autoclave sulla resistenza alla fatica ciclica delle nuove leghe in Ni-Ti trattate termicamente: le procedure di sterilizzazione non hanno alterato significativamente tre dei quattro gruppi di strumenti testati (GTX 20.04, GTX 20.06, Twisted File 25.04); solo il gruppo dei Twisted File 25.06 ha esibito, sempre dopo la sterilizzazione, una significativa variazione in difetto della media degli NCF (419 Vs. 371).

L'obiettivo di questo studio è stato di valutare l'effetto di vari cicli di sterilizzazione in autoclave sulla resistenza alla frattura per fatica ciclica di strumenti endodontici rotanti, realizzati con nuove leghe in Ni-Ti. Per questo, sono stati scelti come campioni da sottoporre al test due tipi diversi di file (Vortex, K3 XT prototipi), realizzati rispettivamente con due nuove diverse leghe in Ni-Ti (lega M-Wire, lega TF),

aventi tutti la stessa dimensione e conicità (40.04) per poterli così confrontare in maniera attendibile. È stato poi deciso di selezionare un terzo gruppo di campioni, realizzato in lega Ni-Ti tradizionale; la scelta è ricaduta sui K3 poiché questi file si sono rivelati, in studi precedenti<sup>11,24</sup>, tra i più resistenti alla fatica ciclica fra quelli realizzati con la tradizionale lega in Ni-Ti e soprattutto perché hanno forma e dimensioni analoghi ai prototipi K3 XT, in tal modo limitando differenze di performance legate a una diversa morfologia degli strumenti.

Nelle condizioni di questo lavoro, i 10 cicli di sterilizzazione in autoclave hanno influenzato significativamente solo la resistenza alla fatica ciclica dei file K3 XT, in modo positivo. Tali strumenti, dopo essere stati sottoposti ai 10 cicli di sterilizzazione, hanno mostrato un incremento statisticamente significativo del numero di cicli necessario per provocare la frattura (651 vs 752). Inoltre, indipendentemente dalle procedure di sterilizzazione, hanno mostrato la migliore performance relativa alla resistenza ai test di fatica ciclica. Diversamente dallo studio condotto da Hilfer et al.<sup>23</sup>, in nessun gruppo è stata notata, dopo i cicli in autoclave, una diminuzione significativa della resistenza alla frattura per accumulo di fatica ciclica.

I risultati attuali suggeriscono che i cicli di sterilizzazione in autoclave non forniscono una quantità di energia tale da consentire un effetto del trattamento termico in grado di causare un cambiamento di fase cristallina con queste nuove tecniche di fabbricazione. Questo, alla luce di quanto riportato in letteratura sull'effetto delle temperature sulla lega Ni-Ti, cioè che sono necessarie temperature di 170 °C per iniziare il riordino della struttura cristallina, 430-440 °C per ottenere la massima resistenza alla fatica e 640 °C per completare la conversione della fase martensitica in quella austenitica<sup>3,5</sup>.

## Conclusioni

Ripetuti cicli di sterilizzazione in autoclave sembrano non influenzare le proprietà meccaniche di strumenti in Ni-Ti prodotti con leghe tradizionali. Al contrario, gli strumenti endodontici rotanti K3 XT (prototipi), realizzati con la tecnologia TF, hanno mostrato un incremento significativo della resistenza alla frattura per accumulo di fatica ciclica sia negli strumenti nuovi sia in quelli sterilizzati. Va rilevato che i K3 e i K3 XT sono identici nel disegno e si differenziano solo per il trattamento termico. Di conseguenza, si può ipotizzare un'influenza positiva dell'apporto termico in alcune leghe trattate termicamente di nuova concezione. Tale influenza potrebbe portare, se opportunamente sviluppata, alla possibilità di rigenerare strumenti stressati dall'uso clinico e aprire la strada a interessanti novità in tema sia di ricerca sia di produzione.

**Rilevanza clinica:** L'osservazione di un aumento delle prestazioni meccaniche in strumenti endodontici costruiti con nuove leghe in seguito alle comuni procedure di sterilizzazione potrebbe determinare un aumento della sicurezza nell'impiego clinico di questi ultimi.

## Conflitto di interessi

Gli autori dichiarano di non aver nessun conflitto di interessi.

## Finanziamento allo studio

Gli autori dichiarano di non aver ricevuto finanziamenti istituzionali per il presente studio.

## Bibliografia

1. Walia HM, Brantley WA, Gerstein H. An initial investigation of the bending and torsional properties of Nitinol root canal files. *J Endod* 1988;14(7):346–51.
2. Yahata Y, Yoneyama T, Hayashi Y, Hebiara A, Doi H, Hanawa T, et al. Effect of heat treatment on transformation temperatures and bending properties of nickel-titanium endodontic instruments. *Int Endod J* 2009;42(7):621–6.
3. Zinelis S, Darabara M, Takase T, Ogane K, Papadimitriou GD. The effect of thermal treatment on the resistance of nickel-titanium rotary files in cyclic fatigue. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2007;103:843–7.
4. Serene TP, Adams JD, Saxena A. Nickel-titanium instruments: application in endodontics. St. Louis: Ishiyaku EuroAmerica; 1995.
5. Mize SB, Clement DJ, Pruett JP, Carnes Jr DL. Effect of sterilization on cyclic fatigue of rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod* 1998;24(12):843–7.
6. Viana AC, Gonzalez BM, Buono VT, Bahia MG. Influence of sterilization on mechanical properties and fatigue resistance of nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Int Endod J* 2006;39(9):709–15.
7. Silvaggio J, Hicks ML. Effect of heat sterilization on the torsional properties of rotary nickel-titanium endodontic files. *J Endod* 1997;23(12):731–4.
8. Hilt BR, Cunningham CJ, Shen C, Richards N. Torsional properties of stainless-steel and nickel-titanium files after multiple autoclave sterilizations. *J Endod* 2000;26(2):76–80.
9. Canalda-Shali C, Brau-Aguadè E, Seentis-Vitalta J. The effect of sterilization on bending and torsional properties of K-files manufactured with different metallic alloys. *Int Endod J* 1998;31(1):48–52.
10. Chaves Craveiro de Melo M, Guiomar de Azevedo Bahia M, Lopes Buono VT. Fatigue resistance of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod* 2002;28(11):765–9.
11. Tripi TR, Bonaccorso A, Condorelli GG. Cyclic fatigue of different nickel-titanium rotary instruments. *Oral Source* 2006;102:106–14.
12. Haikel Y, Serfaty R, Bateman G, Senger B, Allemann C. Dynamic and cyclic fatigue of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod* 1999;25:434–40.
13. Pruett JP, Clement DJ, Carnes Jr DL. Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod* 1997;23:77–85.
14. Gambarini G, Grande NM, Plotino G, Somma F, Garala M, De Luca M, et al. Fatigue resistance of engine-driven rotary nickel-titanium instruments produced by new manufacturing methods. *J Endod* 2008;34:1003–5.
15. Johnson E, Lloyd A, Kuttler S, Namerow K. Comparison between a novel nickel-titanium alloy and 508 Nitinol on the cyclic fatigue life of ProFile 25/.04 rotary instruments. *J Endod* 2008;34:1406–9.
16. Gambarini G. Cyclic fatigue of nickel-titanium rotary instruments after clinical use with low and high torque endodontic motors. *J Endod* 2001;27:772–4.
17. Bahia MG, Gonzales BM, Buono VT. Fatigue behaviour of nickel-titanium superelastic wires and endodontic instruments. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 2006;29:518–23.
18. Lopes HP, Moreira EJ, Elias CN, de Almeida RA, Neves MS. Cyclic fatigue of ProTaper instruments. *J Endod* 2007;33:55–7.

19. Larsen CM, Watanabe I, Glickman GN, He J. Cyclic fatigue analysis of a new generation of nickel-titanium rotary instruments. *J Endod* 2009;35:401–3.
20. Aydin C, Inan U, Tunca YM. Comparison of cyclic fatigue resistance of used and new RaCe instruments. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Radiol Endod* 2010;109:e131–4.
21. Fife D, Gambarini G, Britto LL. Cyclic fatigue testing of Protaper Ni-Ti rotary instruments after clinical use. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Radiol Endod* 2004;97:251–6.
22. Gambarini G. Cyclic fatigue of Profile rotary instruments after prolonged clinical use. *Int Endod J* 2001;34:386–9.
23. Hilfer PB, Bergeron BE, Mayerchak MJ, Roberts HW, Jeansonne BG. Multiple autoclave cycle effects on cyclic fatigue of nickel-titanium rotary files produced by new manufacturing methods. *J Endod* 2011;37:72–4.
24. Yao JH, Schwartz SA, Beeson TJ. Cyclic fatigue of three types of rotary nickel-titanium files in a dynamic model. *J Endod* 2006;32:55–7.