

Изменение кристаллической решетки никель-титановых эндодонтических инструментов в результате автоклавирования

ХАБАДЗЕ З. С.¹, к.м.н., доцент

БАЛАШОВА М. Е.², студентка 5 курса

ЗОРЯН А. В.¹, к.м.н., доцент

МОХАМЕД Эль-Халаф РАМИЗ А.², студент 4 курса

АБДУЛКЕРИМОВА С. М.², студентка 4 курса

БАКАЕВ Ю. А.², студент 4 курса

КУЛИКОВА А. А.², студентка 4 курса

¹Кафедра терапевтической стоматологии

²Стоматологический факультет

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования

«Российский университет дружбы народов»

Резюме

Цель. Определение характера изменений кристаллической решетки никель-титановых инструментов класса Protaper Universal в процессе повторяющихся циклов автоклавирования, на основании полученных результатов сделать вывод о влиянии многократной стерилизации на особенности клинического использования протейперов. **Материалы и методы.** Эндодонтические никель-титановые инструменты класса Protaper Universal 21 экзemplяр. Инструменты разделили на три группы по семь образцов, рентгеноструктурное элементное исследование и рентгенодифракционный анализ проводили после одного, четырех и семи циклов стерилизации в автоклаве при режиме 134°C, давление 2 бар (1,9 атм.), время 26 минут. **Результаты.** По данным рентгеноструктурного исследования, образцы представляют собой сплав системы Ni-Ti и материал, содержащий железо (предположительно сталь). Помимо никеля и титана, были обнаружены: железо, хром, кобальт и цинк. С увеличением числа повторных циклов автоклавирования массовая доля Fe, Co, Zn, Cr уменьшалась, с последующим исчезновением Fe, Co и Zn. Возможно, добавление стали влияет на режущую способность инструментов. Следовательно, при уменьшении количества стали снижается и режущая эффективность никель-титановых протейперов, что негативно сказывается на их очищающей способности. По результатам второго исследования было установлено: с увеличением циклов автоклавирования уменьшилось процентное содержание Fe, наблюдались изменения трех полученных дифрактограмм, которые свидетельствовали об увеличении количества мартенситной фазы и уменьшения аустенитной. **Выводы.** Накопление такой хрупкой и нестабильной структуры как мартенсит может повлечь за собой уменьшение прочности материала на скручивание и привести к поломке инструмента в процессе использования. Режущая эффективность протейперов также снижается при повторных циклах стерилизации, что может быть вызвано сдвигом аустенитной и мартенситной фаз, влияющих на механические свойства.

Ключевые слова: protaper, никель-титановые инструменты, автоклавирование, кристаллическая решетка.

Основные положения

1. В процессе повторяющихся циклов автоклавирования кристаллическая решетка никель-титановых инструментов класса Protaper Universal претерпевает структурные изменения.

2. Многократные циклы стерилизации могут повлиять на особенности клинического использования протейперов и на результаты эндодонтического лечения.

Changes in the crystal lattice of nickel-titanium endodontic instruments as a result of autoclaving

KHABADZE Z. S.¹, PhD, Associate Professor

BALASHOVA M. E.², 5th year student

ZORYAN A. V.¹, PhD, Associate Professor

MOHAMED El-Khalaf Ramiz A.², 4th year student

ABDULKERIMOVA S. M.², 4th year student

BAKAEV Yu. A.², 4th year student

KULIKOVA A. A.², 4th year student

¹Department of Therapeutic Dentistry

²Faculty of Dentistry

Peoples' Friendship University of Russia

Abstract

Aim. Determine the nature of the changes of the crystal lattice of nickel-titanium instruments Protaper Universal in the process of repeated autoclaving based on the results to conclude about the influence of multiple sterilization on the characteristics of clinical use of protaper. **Materials and methods.** is endodontic nickel-titanium instruments of Protaper Universal 21 copies. The instruments were divided into 3 groups of 7 samples, x-ray elemental examination and x-ray diffraction analysis were performed after 1, 4 and 7 cycles of autoclaving at 134°C, pressure 2 bar (1.9 ATM.), time 26 minutes. **Results.** According to x-ray diffraction, the samples are an alloy of the Ni-Ti system and a material containing iron (presumably steel). In addition to nickel and titanium, iron, chromium, cobalt and zinc were found. With increasing number of repeated autoclaving cycles, the mass fraction of Fe, Co, Zn, Cr is decreased, followed by the disappearance of Fe, Co and Zn. Probably the addition of steel affects the cutting ability of the protapers. Consequently, with a decrease of steel content, the cutting efficiency of nickel-titanium protapers also decreases, which negatively affects their cleaning ability. According to the results of the second study, it was found that with increasing autoclaving cycles, the percentage of Fe is decreased, there were changes in the three obtained diffractograms, which indicated an increase in the number of martensitic phase and a decrease in austenitic. **Conclusions.** The accumulation of such a fragile and unstable structure as martensite can lead to a decrease in the strength of the material to torsion force and lead to breakage of the instrument during the use. The cutting efficiency of the protapers is also reduced during repeated sterilization cycles, which can be caused by the austenitic and martensitic phase displacement affecting the mechanical properties.

Key words: protaper, nickel-titanium instruments, autoclaving, crystal lattice.

Highlights

1. The crystal lattice of Nickel-titanium tools of the Protaper Universal class undergoes structural changes during the process of repeated autoclaving cycles/
2. Repeated sterilization cycles can affect the features of the clinical use of protaper and results of endodontic treatment.

ВВЕДЕНИЕ

Эндодонтические инструменты на основе никель-титанового сплава находят широкое применение в стоматологии благодаря наличию отличительных свойств: высокой гибкости, эффекту памяти формы и сверхэластичности [1, 2]. Изменения этих свойств определяются состоянием и трансформациями кристаллической решетки никель-титанового сплава [3]. Изменения в структуре сплава возникают при непосредственном использовании и в результате изменения температур в ходе завершающего этапа стерилизации- автоклавирования в режиме 2,0 атмосферы, 134°C, 18 минут, согласно руководству по применению Protaper Universal (Dentsply).

Проблема изменения кристаллической решетки никель-титановых эндодонтических инструментов класса Protaper под действием повторных циклов стерилизации в автоклаве является актуальной, так как изменяются и физико-механические показатели данного сплава. Изменения и деформации во внутренней структуре материала могут повлечь за собой ряд осложнений в процессе эндодонтического лечения, одним из которых является отлом рабочей части инструмента в корневом канале зуба.

Согласно рекомендациям производителей, стоит учитывать, что многократные циклы дезинфекции и стерилизации повышают риск перелома инструмента, однако точная информация о количестве повторных циклов стерилизации и их влиянии на состояние никель-титановых эндодонтических инструментов отсутствует.

По данным некоторых исследований, изменение кристаллической решетки никель-титанового сплава под действием высоких температур влечет за собой снижение показателей прочности на излом, увеличение шероховатости и появление неровностей на поверхности инструментов [4-6].

В исследовании Spagnuolo G., Ametrano G., D'Antò V., Rengo C., Simeone M., Riccitiello F., Amato M. проводился анализ влияния повторных циклов автоклавирования на состояние поверхности ротационных инструментов (протейперов) из NiTi-сплава. Состояние инструмен-

тов оценивалось после 1, 5 и 10 циклов стерилизации с помощью: сканирующего электронного микроскопа (СЭМ), энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭЦП) и атомно-силовой микроскопии (АСМ). При оценке результатов СЭМ, в исследуемых инструментах было выявлено наличие питтинговой коррозии и увеличение поверхностных изменений.

Энергодисперсионная рентгеновская спектрометрия показала изменения процентного состава элементов после повторяющихся циклов стерилизации: наблюдалось уменьшение содержания никеля и титана и увеличение процента алюминия. При оценке рельефа инструментов с помощью атомно-силовой микроскопии было обнаружено увеличение неровностей и шероховатости поверхности после 5, в большей степени – после 10 циклов стерилизации. Отсюда авторами исследования были сделаны выводы о том, что многочисленные циклы автоклавирования способствовали модификации рельефа поверхности и химического состава никель-титановых инструментов [4].

В исследовании Nair A. S., Tilakchand M., Naik B. D. было доказано, что увеличение шероховатости и появление неровностей на поверхности NiTi-файлов и структурных изменений пропорционально количеству повторных циклов автоклавирования. Авторы связывали это с осаждением оксидов титана и снижением содержания никеля на поверхности инструментов [5].

ЦЕЛЬ ИССЛЕДОВАНИЯ

Определить характер изменений кристаллической решетки никель-титановых инструментов Protaper Universal в процессе повторяющихся циклов автоклавирования, на основании полученных результатов сделать вывод о влиянии многократной стерилизации на особенности клинической эксплуатации протейперов.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Материалом исследования были выбраны эндодонтические никель-титановые инструменты класса Protaper Universal (Dentsply), 21 экземпляр.

Были проведены рентгеноструктурное элементное исследование и рентгенологический дифракционный анализ для обнаружения и изучения изменений кри-

сталлической решетки никель-титановых протейперов. Инструменты разделили на три группы по семь образцов, лабораторные исследования проводили после 1, 4 и 7 циклов стерилизации в автоклаве при режиме 134°C, давление 1,9 атм., время 26 минут.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЯ

Для кристаллической структуры NiTi-сплава характерны обратимые фазовые трансформации в процессе деформации вследствие воздействия внешних сил и при изменении температурного режима. В первом случае, если нагрузка превышает предел упругости аустенитной фазы металла, он начинает переходить в мартенситную фазу. При растяжении инструмента свыше 6% необратимые деформации растут, образец может разрушиться, так как в мартенситной фазе материал не прочен [6, 7].

Во втором случае превращения, происходящие в процессе изменения температуры, играют значительную роль в устранении деформаций в структуре сплава. Считается, что деформации материала можно практически полностью устранить, если нагреть его выше области температурной трансформации, то есть выше 100°C, до уровня возвратной температурной трансформации (УВТТ), равной 125°C. Восстанавливается прежняя структура материала, его кристаллическая решетка, сплав претерпевает обратимое превращение из мартенситной фазы в аустенитную. При температуре ниже 100°C материал оказывается в области температурной трансформации (ОТТ), начинает менять свои физические свойства [8].

Стоит учитывать, что начальная (аустенит) и дочерняя (мартенсит) фазы, существующие в разных физических условиях, имеют различные типы кристаллической решетки и отличаются по ряду свойств. Для образцов исследуемого сплава максимальная прочность реализуется в аустенитной фазе. Сплав никеля и титана в аустенитной фазе характеризуется стабильностью структуры, более высоким сопротивлением к разрушению, в том числе к последующим упругим деформациям в процессе использования при механической обработке корневого канала. Мартенсит обладает высокой твердостью и прочностью, низкой пластичностью, структура неравномерная и нестабильная, хрупкая, в ней существуют большие внутренние микронапряжения, которые влияют на параметры кристаллической решетки [8]. Интересно, что макроскопически трансформация по мартенситному механизму никак не проявляется.

Рентгеноструктурное элементное исследование

Согласно данным рентгеноструктурного исследования, инструменты класса Protaper Universal представляют собой сплав системы Ni-Ti и некоторое количество стали.

В исследуемых образцах помимо никеля и титана были обнаружены: железо, хром, кобальт и цинк. Также было установлено, что с увеличением числа повторных циклов автоклавирования массовая доля таких компонентов, как Fe, Co, Zn, Cr уменьшается, с последующим исчезновением Fe, Co и Zn. Полученный результат свидетельствует об уменьшении количества предполагаемой стали в образцах.

Наличие кобальта в образцах объясняется тем, что область температурной трансформации (ОТТ) для NiTi сплава находится в пределах от -50°C до 100°C. Добавление в сплав кобальта помогает снизить верхний пре-

дел ОТТ. Таким образом, температура существования стабильной и устойчивой к деформациям аустенитной фазы приближается к примерным значениям рабочей температуры в полости рта [8].

Рентгенодифракционный анализ

В ходе проведенного дифрактометрического анализа были получены три рентгенограммы, описывающие дифракционные картины исследуемых образцов.

При сравнении объемных показателей материалов было обнаружено, что с увеличением циклов автоклавирования изменилось процентное содержание основных элементов. Количество Fe уменьшилось с 41% до 2%, а количество Ni и Ti компенсаторно возросло.

При сравнении трех дифрактограмм были выявлены изменения дифракционных картин образцов. С увеличением циклов стерилизации изменяются основные характеристики дифрактограмм, что свидетельствует об образовании внутренних изменениях параметров кристаллической решетки и изменениях фазового состава исследуемых образцов. Так как в первом исследовании в составе образцов была обнаружена сталь, точно сказать о распределении фаз на дифрактограммах не предоставляется возможным.

Высокие и узкие дифракционные пики соответствуют высокотемпературной аустенитной B2-фазе, кристаллическая структура которой однородна, стабильна, микронапряжения и деформации в ней отсутствуют. После четырех циклов стерилизации интенсивность пиков аустенита уменьшилась, а после семи произошло уширение дифракционного рефлекса аустенитной фазы превращения, что свидетельствует о нарушении его однородности. В результате нарушения обратимых межфазовых превращений по мартенситному механизму происходит уменьшение прочностных характеристик материала.

С увеличением повторных циклов автоклавирования количество мартенситной фазы в исследуемых образцах незначительно увеличилось. На образцах, которые прошли семь циклов, было замечено небольшое количество мартенситной фазы на пределе видимости, что характеризуется на дифрактограммах как определение малоинтенсивных дифракционных пиков. Накопление мартенситной фазы в материале и увеличения внутренних микронапряжений и деформаций в ней при повторном автоклавировании приводит к тому, что часть мартенсита не может превратиться обратно в аустенит. Таким образом, неустойчивая и непрочная фаза постепенно накапливается.

Остаточный мартенсит и соответственно остаточные микронапряжения, накапливающиеся в кристаллической решетке в процессе многократных циклов стерилизации, препятствует движению фронта превращения, что приводит к уменьшению обратимой деформации, а следовательно, к увеличению остаточной деформации [9], что также уменьшает прочность материала. Кроме того, сильное деформационное упрочнение типично для мартенситной фазы сплавов никелида титана [10].

Выводы

Согласно данным рентгеноструктурного анализа, в составе исследуемых протейперов помимо основных компонентов были обнаружены Fe, Co, Zn, Cr (предположительно состав стали). Количество элементов уменьшалось в процессе автоклавирования. Возможно, добавление стали влияет на режущую способность инструментов. Следовательно, при уменьшении количества стали снижается и режущая эффективность

никель-титановых протейперов, что может негативно сказываться на их очищающей способности, приводит к заклиниванию инструмента в корневом канале. Стоит заметить, что производители не указывают на наличие стали в составе инструментов.

При повторных циклах стерилизации в исследуемых образцах увеличивается количество мартенситной фазы. В результате последующих использований таких инструментов в клинической практике под воздействием значительных деформаций количество мартенсита снова будет увеличиваться. Так как мартенсит является хрупкой, нестабильной и неустойчи-

вой структурой, данное явление может повлечь за собой уменьшение прочности материала на скручивание и привести к поломке инструмента в процессе клинического использования эндодонтического инструментария.

Режущая эффективность протейперов также снижается при повторных циклах стерилизации. Предположительно, это может быть вызвано сдвигом аустенитной и мартенситной фаз, влияющих на механические свойства.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Пименов Л. Б. Системы никель-титановых эндодонтических файлов // Эндодонтия today. 2004. №12. С. 21-25. [Pimenov L. B. The systems of Nickel-titanium endodontic files // Endodontics today. 2004. №12. P. 21-25.]
2. Безрукова И. В., Петрухина Н. Б., Аманатиди Г. Е. и др. Сравнительный анализ применения инструментов ProTaper // Эндодонтия today. 2004. №3-4. С. 22-31. [Bezrukova I. V., Petrukhina N. B., Amanatidis G. A., et al. Comparative analysis of the use of ProTaper instruments // Endodontics today. 2004. №3-4. P. 22-31.]
3. Болячин А. В., Шеплев Б. В. Конструктивные особенности активных NiTi инструментов // Эндодонтия today. 2003. №1-2. С. 53-56. [Bolyachin A. V., Shalev B. V. design features active NiTi tools // Endodontics today. 2003. №1-2. P. 53-56.]
4. Spagnuolo G., Ametrano G., D'Anto V., Rengo C. et al. Effect of autoclaving on the surfaces of TiN-coated and conventional nickel-titanium rotary instruments // International Endodontic Journal. 2012. №45. P. 1148-1155. – DOI: 10.1111/j.1365-2591.2012.02088.x.
5. Nair A. S., Tilakchand M., Naik B. D. The effect of multiple autoclave cycles on the surface of rotary nickel-titanium endodontic files: An in vitro atomic force microscopy investigation // J Conserv Dent. 2015. May-Jun. №18 (3). P. 218-222. – DOI: 10.4103/0972-0707.157256.
6. Tanomaru-Filho M., Galletti Espir C., Carolina Venção A. et al. (2018). Cyclic Fatigue Resistance of Heat-Treated Nickel-Titanium Instruments // Iran Endod Journal. №13 (3). P. 312-317. – DOI: 10.22037/iej.v13i3.18637.
7. Gambarini G., Miccoli G., Seracchiani M. et al. (2018). Fatigue Resistance of New and Used Nickel-Titanium Rotary Instruments: a Comparative Study // Clin Ter. 169(3). P.96-101. – DOI: 10.7417/T.2018.2061.

8. Ржанов Е. А., Болячин А. В. Инструменты из никель-титанового сплава, используемые в эндодонтии. Обзор. Часть 1 // Клиническая стоматология. 2004. №2. С.26-32. [Rzhanov E. A., Bolyachin A. V. Instruments from Nickel-titanium alloy used in endodontics. Review. Part 1 // Clinical Dentistry. 2004. № 2. P. 26-32.]

9. Крейцберг А. Ю. Формирование наноструктур при комбинированной термомеханической обработке и управление функциональными характеристиками сплавов Ni-Ti с памятью формы: Автореф. дис. ... канд. техн. наук. – М., 2014. – 156 с. [Kreuzberg A. Yu., Formation of nanostructures in combination of thermomechanical processing and control of functional characteristics of the alloys Ni-Ti shape memory: dissertation. – М., 2014. – P. 156.]

10. Разоренов С. В., Гаркушин Г. В., Канель Г. И. и др. Поведение никель-титановых сплавов с эффектом памяти формы в условиях ударно-волнового нагружения // Физика твердого тела. 2011. Т. 53. Вып. 4. С.768-773. [Razorenov S. V., Garkushin G. V., Kanel' G. I., etc. the Behavior of Nickel-titanium alloys with shape memory effect under conditions of shock-wave loading // Physics of solid state. 2011. Vol. 53. Issue. 4. P. 768-773.]

Поступила 26.12.2018

Координаты для связи с авторами:
117437, г. Москва, ул. Миклухо-Маклая, д. 8
E-mail: dr.zura@mail.ru

СТИЛЬ • БЕЗОПАСНОСТЬ • КОМФОРТ

hogies™

**НАДЕЖНАЯ ЗАЩИТА
ГЛАЗ ВРАЧА
И ПАЦИЕНТА**

STOMPROM.RU
уполномоченный представитель в России

Тел.: 8 800 200 6131 (звонок по РФ бесплатный)
e-mail: sale@stomprom.ru, www.stomprom.ru