

# UNICONE PLUS VS. UNICONE – IN VITRO STUDIE CYKLIČKÉ ÚNAVY PŘI RŮZNÝCH TEPLITÁCH OKOLNÍHO PROSTŘEDÍ

Původní práce – experimentální studie

## UNICONE PLUS VS. UNICONE – IN VITRO CYCLIC FATIGUE STUDY AT DIFFERENT ENVIROMENTAL TEMPERATURES

Original article – experimental study

Jusku A., Jirásek P., Petřivalská A., Rosa M., Staněk J., Harvan L.

Klinika zubního lékařství, Lékařská fakulta Univerzity Palackého a Fakultní nemocnice, Olomouc

### SOUHRN

**Úvod a cíl:** Problematika zalomení endodontických nikl-titanových (NiTi) nástrojů je velmi obsáhlá. Jedná se o slitinu, která má schopnost měnit vnitřní strukturu. Velké úsilí je věnováno vývoji slitiny s ideálními vlastnostmi. K zalomení nikl-titanových nástrojů v kořenovém kanálku může dojít ze dvou základních příčin. Jednou je překročení limitu odolnosti nástroje vůči cyklické únavě a druhou překročení limitu torzního zatížení nástroje. Většina autorů odborných publikací se shoduje v názoru, že hlavním faktorem ovlivňujícím zalomování nástroje je překročení limitu odolnosti vůči cyklické únavě. Cílem práce bylo zhodnotit odolnost nového nástroje Unicone Plus a jeho předchůdce Unicone vůči cyklické únavě za různých okolních podmínek.

**Metodika:** Celkem čtyřicet nástrojů (20 + 20) Unicone 6/025 a Unicone Plus 6/025 (Medin, Česká republika) s identickým průměrem hrotu 0,25 mm a konstantní kónicitou 0,06 byly podrobeny testu cyklické únavy za teploty 20 °C ± 1 °C a za teploty 35 °C ± 1 °C. Sestava využívá umělého kanálu imitujícího kořenový kanálek, vyrobeného z nerezové oceli o poloměru zakřivení 5 mm a úhlu zakřivení 60°. K sestavě byla přidána vodní lázeň, která byla naplněna vodou a udržována na požadované teplotě po celou dobu průběhu testu za kontroly infračerveného teploměru. Vzhledem k faktu, že se jedná o nástroje reciproční, byly testovány v módu Reciproc ALL. K hodnocení cyklické únavy nástrojů byl měřen čas od spuštění endomotoru do zlomu daného nástroje s přesností na celé sekundy. Pro statistické hodnocení byl využit neparametrický Kruskalův-Wallisův test s následnými Mannovými-Whitneyho U-testy mnohonásobného porovnání a Bonferroniho korekcí na hladině významnosti 5 %.

**Výsledky:** Porovnávány byly výsledky ze čtyř skupin měření. Bylo prokázáno, že nástroje Unicone byly statisticky významně méně odolné než Unicone Plus. Rovněž teplota okolního prostředí měla statisticky významný vliv u obou testovaných teplot ( $p < 0,05$ ). Vyšší okolní teplota měla sta-

tisticky významný vliv na zhoršování odolnosti vůči cyklické únavě ( $p < 0,05$ ).

**Závěr:** Unicone Plus nástroje jsou odolnější vůči cyklickému zatížení než nástroje Unicone. Větší odolnost je v tomto případě s největší pravděpodobností spojena s inovovaným výrobním procesem. S rostoucí okolní teplotou klesá odolnost nástrojů proti cyklické únavě.

**Klíčová slova:** cyklická únava, zalomení nástroje, reciproční nástroje, odolnost vůči zalomení, zpracování NiTi slitiny

### SUMMARY

**Introduction, aim:** The issue of fracture of endodontic nickel-titanium instruments is quite extensive. It is an alloy that has the ability to change its internal structure. A great deal of effort is devoted to the development of an alloy with ideal properties. Instruments fracture occurs for two basic reasons. The first one is exceeding the limit of resistance of the instrument to cyclic fatigue and the other one is exceeding the limit of torsional load of the instrument. Most authors agree, that the main factor influencing instruments fracture is exceeding the limit of cyclic fatigue. The aim of this study was to evaluate the resistance to cyclic fatigue of the Unicone Plus in comparison with its predecessor, Unicone, under different environmental conditions.

**Methods:** A total of forty (20 + 20) Unicone 6/025 and Unicone Plus 6/025 instruments (Medin, Czech republic) with identical tip diameter of 0.25 mm and constant taper of 0.06 were subjected to cyclic fatigue test at temperatures 20 °C ± 1 °C and 35 °C ± 1 °C. Special device was constructed for testing. This device uses the principle of using an artificial root canal made of stainless steel with a radius of the curvature of 5 mm, an angle of curvature of 60°. A thermostatic bath was added to the set-up. The liquid of the desired temperature was added to the container and maintained at that temperature

throughout the test under the control of an infrared thermometer. Due to the fact that tested instruments are used in reciprocal movement, they were tested in Reciprocal ALL mode. To evaluate cyclic fatigue of the instruments, the time was measured from the start of rotation of the instrument, until the fracture occurred with an accuracy of whole seconds. The non-parametric Kruskal-Wallis test was used for statistical evaluation, followed by Mann-Whitney U-tests of multiple comparison and Bonferroni correction at the significance level of 5%.

**Results:** The obtained results from four groups were compared. Unicone instruments were statistically significantly less durable than Unicone Plus at both

temperatures tested ( $p < 0.05$ ). Higher environmental temperature had statistically significant effect on lowering of cyclic fatigue resistance ( $p < 0.05$ ).

**Conclusion:** Unicone Plus instruments are more resistant to cyclic loading than Unicone. In this case, greater durability is most likely associated with innovative manufacturing processes. Furthermore, the resistance of instruments to cyclic fatigue decreases with increasing ambient temperature.

**Key words:** cyclic fatigue, instrument fracture, reciprocation instruments, fracture resistance, NiTi alloy processing

Jusku A, Jirásek P, Petřivalská A, Rosa M, Staněk J, Harvan L.

Unicone Plus vs. Unicone – in vitro studie cyklické únavy při různých teplotách okolního prostředí. Čes stomatol Prakt zubní lék. 2020; 120(3): 88–93

## ÚVOD A CÍL

Nitinol se v endodoncii využívá již déle než 30 let. Jedná se o ekvatomární slitinu složenou přibližně z 56 hmotnostních procent niklu a 44 hmotnostních procent titanu [1]. Slitina se v závislosti na okolních podmínkách nachází ve dvou základních fázích, vysokoteplotní austenitické, vyznačující se tuhostí, tvrdostí a superelasticitou, nebo nízkoteplotní martenzitické, vyznačující se tvárností, nižší tvrdostí a tvarovou pamětí. Krystalická mřížka austenitu má strukturu kubickou, u martenzitu monoklinickou. Nitinol může přecházet z austenitické do martenzitické fáze a zpět. Za dodržení specifických podmínek při výrobě se objevuje takzvaná rombická fáze (R-fáze), která je mezikrokem při přechodu z austenitické do martenzitické fáze. R-fáze se využívá při jednom z výrobních procesů a objevuje se i v konečných produktech v různém procentuálním zastoupení [2].

Separace nástroje v průběhu endodontické terapie je stále jednou z nejčastějších komplikací, a to i s přihlédnutím k neustálému vylepšování kvality slitiny. K separaci nástroje dochází překročením limitu torzního zatížení nebo cyklické únavy. Při klinickém užívání je nástroj v kanálku vždy pod vlivem torzního i cyklického zatížení. Většina autorů odborných publikací se shoduje, že převládajícím faktorem vedoucím k fraktuře nástroje je překročení limitu cyklické únavy, a to ve více než v 70 % případů [3–5]. Pouze v jedné studii se uvádí, že torzní únava vede k frakturám v nadpoloviční většině testovaných subjektů [6]. Zpočátku se k výrobě nástrojů používaly slitiny, které mají za teploty přítomné v kořenovém kanálku převážně austenitickou strukturu a ke změně v martenzit (pod-

léhající dalším deformačním procesům) je zapotřebí tlaku, který vzniká při opracování. Tento způsob transformace krystalické mřížky se odborně označuje jako napětově indukovaná martenzitická přeměna. Této změny je zapotřebí, aby se nástroj v kanálu deformoval, a kopíroval tak anatomii kořenového systému. Po odstranění působících sil se nástroj vrací do původního tvaru [1, 7].

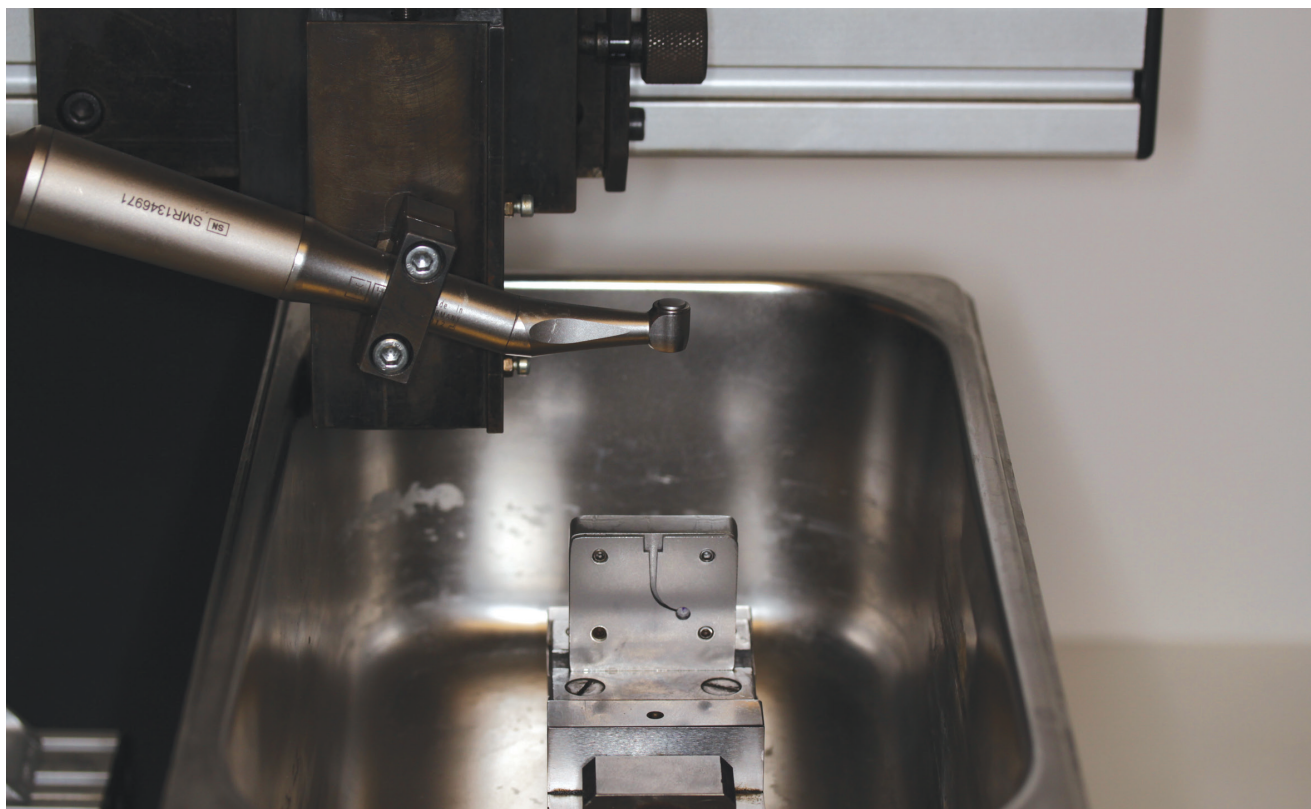
V současnosti se vylepšením výrobních procesů dosahuje situace, kdy za teploty přítomné při opracování endodontu mají nástroje převážně martenzitickou strukturu s malými podíly R-fáze a austenitu. K deformaci těchto nástrojů dochází jiným mechanismem než u předešlé skupiny, jelikož odpadá nutnost změny austenitu na martenzit. Jedná se o změnu, která je v odborné literatuře popisována jako martenzitická reorientace. Ta je založena na principu reorientace krystalické mřížky v prostoru, čímž je umožněna deformace nástroje [7].

Reciproční systém Unicone (Medin, a.s., Česká republika) je vyroben ze slitiny austenitického typu. Nástroje nově uvedeného systému Unicone plus jsou vyrobeny z novějšího typu slitiny martenzitického typu s následnou specifickou úpravou.

Cílem této studie bylo porovnat limity cyklické únavy systémů Unicone a Unicone Plus za rozdílných okolních teplot v laboratorních podmínkách.

## MATERIÁLY A METODIKA

Dvacet nástrojů Unicone 6/025 a dvacet nástrojů Unicone Plus 6/025 (Medin, Česká republika) s identickým průměrem hrotu 0,25 mm a konstantní kónicitou 0,06 byly podrobeny testu cyklické únavy ve vodní



**Obr. 1**  
Detail testovacího zařízení

**Fig. 1**  
Detail of test equipment

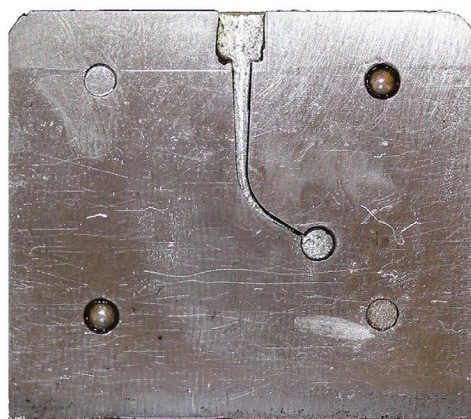
lázni za teploty  $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$  a za teploty  $35\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ . Celkově bylo pro studii využito 40 nástrojů, které byly před testováním zkontrolovány stereomikroskopem s dvacetinásobným zvětšením pro vyloučení případně poškozených nástrojů. K testování byla sestavena sestava (**obr. 1**), která vycházela ze zařízení použitého v nedávno provedené studii [8]. Sestava vyrobená z nerezové oceli využívá principu arteficiálního kanálku o poloměru zakřivení 5 mm, průměru v oblasti hrotu nástroje 0,3 mm, kónicitě 0,06 a úhlu zakřivení  $60^\circ$ , který imituje kořenový kanálek (**obr. 2**). K sestavě byla přidána vodní lázeň

s vodou udržovanou na požadované teplotě po celou dobu průběhu testu a kontrolovanou infračerveným teploměrem. Nástroje byly testovány pomocí násadce redukujícího počet otáček v poměru 6:1 (VDW, Německo) poháněného endomotorem WaveOne (Dentsply Maillefer, Švýcarsko). Násadec byl fixován na mobilním zařízení vhodném k přesnému zavádění do kanálku. Vzhledem k tomu, že se jedná o nástroje reciproční, byly testovány v módu Reciproc ALL, kdy je s nimi rotováno o  $150^\circ$  proti směru a o  $30^\circ$  ve směru pohybu hodinových ručiček, což odpovídá přibližně 300 otáčkám za minutu. K hodnocení cyklické únavy nástrojů byl měřen čas od spuštění endomotoru do momentu fraktury daného nástroje s přesností na celé sekundy.

Pro statistické hodnocení byl využit neparametrický Kruskalův-Wallisův test s následnými Mannovými-Whitneyho U-testy mnohonásobného porovnání a Bonferroniho korekcí na hladině významnosti 5 %.

## VÝSLEDKY

Výsledky byly vzájemně porovnávány ze čtyř skupin měření. Oba typy nástrojů byly porovnány při teplotách  $20\text{ °C}$  a  $35\text{ °C}$  a dále byly porovnávány u obou typů nástrojů výsledky získané pro jednotlivé teploty. Výsledky jsou shrnuty v **tabulce 1**.



**Obr. 2**  
Maketa kořenového kanálku, nerezový bloček

**Fig. 2**  
Root canal model, stainless steel block

**Tab. 1** Popisná statistika času do lomu nástrojů Unicone a Unicone plus ve 20 °C a 35 °C. Údaje jsou uvedeny v sekundách, počet testovaných vzorků je deset.

**Tab. 1** Descriptive statistics of time to fracture of Unicone and Unicone plus instruments at 20 °C and 35 °C. Data are given in seconds, the number of samples tested is ten.

Nástroj	UNICONE		UNICONE PLUS	
Teplota [°C]	20	35	20	35
Průměrná hodnota	118,8	80	255,6	170,1
Směrodatná odchylka	16,83	9,77	39,2	31,15
Minimum	98	63	189	135
Maximum	150	98	305	238
Medián	116	77	254	163

Nástroj Unicone byl méně odolný než jeho nástupce Unicone Plus jak při teplotě 20 °C ( $p < 0,05$ ), tak při teplotě 35 °C ( $p < 0,05$ ). Výdrž nástrojů při teplotě 35 °C byla nižší než při 20 °C, a to jak u nástrojů Unicone ( $p < 0,05$ ), tak u nástrojů Unicone Plus ( $p < 0,05$ ).

**Obrázky 3 a 4** dokumentují nástroje s fragmenty po proběhnutí testu. U všech nástrojů došlo k fraktuře ve vzdálenosti v rozmezí 4,9–6,1 mm od špičky nástroje.

## DISKUSE

Cyklickou únavu ovlivňuje velké množství faktorů. Mezi nejdiskutovanější patří způsob rotace nástroje v kořenovém kanálku, tvar průřezu nástroje a jeho průměr, způsob zpracování slitiny, hrubost povrchu a okolní teplota.

O vlivu způsobu rotace se diskutovalo ve velkém počtu odborných studií [9–12]. Ve všech se autoři shodují, že reciproční pohyb pozitivně ovlivňuje výdrž nástroje vůči cyklické únavě. Primárně byl reciproční pohyb zaveden za účelem snížení torzního zatížení nástrojů, ale ukázal se pozitivní vliv na odolnost

vůči cyklické únavě [13]. Z důvodu vyhnutí se nepřesným výsledkům v důsledku použití různých způsobů otáčení, byly do této studie zahrnuty pouze nástroje využívající reciproční pohyb.

Odolnost nástrojů vůči cyklické únavě se snižuje se zvyšující se maximální amplitudou tahového zatížení povrchu nástroje. Toto místo se nachází v bodě maximálního zakřivení nástroje v kanálku [14]. Vzhledem k faktu, že amplituda tahového napětí se zvyšuje s větším průměrem nástroje, jsou méně odolné vůči cyklické únavě než nástroje s menším průměrem [15]. Také tvar průřezu nástrojů má vliv na odolnost vůči cyklické únavě, a to takový, že čím menší je plocha průřezu nástroje v daném místě, tím většímu zatížení je nástroj schopen odolávat [16, 17]. Nástroje vybrané do studie mají shodný průměr i tvar průřezu, proto tato proměnná nemusí být brána v úvahu.

V současnosti jsou známy tři hlavní výrobní procesy endodontických nástrojů, a to broušení, kroucení a elektrojiskrové obrábění (EDM). Broušení, jakožto nejstarší používaný



**Obr. 3**  
Nástroj Unicone  
– se separovaným fragmentem

**Fig. 3**  
Instrument Unicone  
– with separated fragment

**Obr. 4**  
Nástroj Unicone Plus  
– se separovaným fragmentem

**Fig. 4**  
Instrument Unicone Plus  
– with separated fragment

proces, vede k největším defektům na povrchu i ve vnitřní struktuře nástroje [18]. Kroucení využívá zahřívání nikl-titanového drátu, kdy z austenitu přejde do R-fáze struktury krystalické mřížky, která disponuje výrazně nižším modulem pružnosti ve smyku [19]. Poté se díky získaným vlastnostem drát krouť. Po získání tvaru se tepelnými procesy převede vnitřní struktura zpět do austenitu [20]. V řadě studií bylo dokázáno, že tyto nástroje odolávají cyklické únavě lépe než nástroje broušené [21–23]. Nejnovější způsob výroby nástrojů v endodoncii využívá principu EDM. Jedná se o bezkontaktní postup obrábění, při kterém se využívá detailního odstranění materiálu pomocí pulzního elektrického výboje [24]. Vzhledem k absenci mechanických sil působících při výrobě již zmíněnými metodami, dochází k maximální eliminaci vzniku defektů krystalické mřížky [25]. Nástroje v současnosti vyráběné EDM metodou nedisponují recipročním způsobem pohybu, nicméně jejich výsledky při testování cyklické únavy předčí nástroje vyrobené broušením i kroucením [26, 27]. Nástroje testované v této studii jsou vyráběny moderními brusnými postupy. Zmíněná fakta vedou k otázce, zda by jiný výrobní proces nevedl ke zvýšení odolnosti testovaných nástrojů.

Kvalita povrchu endodontických nástrojů je dalším důležitým faktorem ovlivňujícím odolnost nástroje proti cyklickému zatěžování. Povrch nástrojů lze upravit velkým množstvím procesů. Při výrobě endodontických nástrojů se nejčastěji užívají dvě metody, a to zábrus s následným mechanickým nebo elektrochemickým leštěním. Povrch nástrojů užitých v této studii byl upravován broušením a následným leštěním. I to nejjemnější mechanické leštění zanechává na povrchu obrovské nerovnosti a defekty v porovnání s jinými metodami leštění [28]. Nástroje, jejichž povrch byl upraven elektrochemickým leštěním, vykazují lepší výsledky při testování cyklické únavy [29, 30], což vede ke stejné premise potenciálního zlepšení vlastností při změně lešticího protokolu. Výsledky studie ale nebyly ovlivněny úpravou povrchu ani výrobním procesem, vzhledem ke shodným výrobním postupům u obou nástrojů.

Výsledky vypracované studie ukazují, že dodatečné úpravy slitiny jsou velmi podstatným faktorem ovlivňujícím odolnost nástrojů. Slitiny bez tepelné úpravy vykazují zvýšený výskyt defektů krystalové mřížky. Tepelné zpracování slitiny v rozmezí 450–550 °C poskytuje atomům v mřížkách dostatečné množství energie k jejich reorga-

nizaci, což uvolňuje vnitřní napětí krystalické mřížky, a tím snižuje počet přítomných defektů. Důsledkem je, že tepelně upravené slitiny vykazují lepší odolnost vůči cyklické únavě [31]. Dále mohou být slitiny upravovány opakovaním cyklů studených a teplých lázní různých teplot za současného mechanického zatěžování. Tyto specifické způsoby úprav slitiny vedou k tvorbě více organizovaného, takzvaného trénovaného martenzitu [32]. Transformační teploty a mechanické vlastnosti jsou však dále ovlivňovány dalšími procesy, které jsou know-how každého výrobce. Z tohoto důvodu není možné sdělit, jaké detailní úpravy vedou ke kvalitě finálního výrobku.

Donedávna byla okolní teplota při testování cyklické únavy v zubním lékařství přehlížena. Testování nástrojů probíhalo při teplotách kolem 20 °C. Opomíjelo se, že teplota uvnitř kořenového systému je  $35 \pm 1$  °C [33]. Struktura slitiny z krystalografického hlediska a také mechanické vlastnosti slitiny jsou závislé na okolní teplotě a na tom, zda je slitina na tuto teplotu zahřívána nebo ochlazována [2]. Rozdíl 15 °C může vést ke změně poměru přítomného martenzitu a austenitu dramatickým způsobem [8]. Hodnoty transformačních teplot jsou technologově schopni ovlivnit. Výsledky této studie potvrdily, že při růstu okolní teploty klesá mechanická odolnost obou testovaných nástrojů, což je v souladu s nedávno publikovanými výsledky v zahraničí [34, 35].

Ke zlepšení vlastností nového nástroje by mohla pomoci změna výrobního procesu a jiná metoda povrchových úprav. Aby tato hypotéza mohla být potvrzena, bylo by potřeba realizovat studii, při které by se nástroj identického tvaru z identické slitiny vyrobil různými procesy a byly eliminovány proměnné zmíněné v diskusní části článku.

## ZÁVĚR

Nástroje Unicone Plus jsou odolnější vůči cyklické únavě než nástroje Unicone. To je s největší pravděpodobností spojeno s dodatečnými výrobními procesy. S rostoucí okolní teplotou klesá odolnost obou nástrojů vlivem cyklické únavy.

**Studie vznikla za podpory grantu  
IGA\_LF\_2020\_040.**

**MDDr. Alexandr Jusku**

Klinika zubního lékařství LF UP a FNO  
Palackého 12, 772 00 Olomouc  
e-mail: alexandrjusku01@seznam.cz

## LITERATURA

**1. Thompson SA.**

An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. *Int Endod J.* 2000; 33(4): 297–310.

**2. Zhou H, Peng B, Zheng Y-F.**

An overview of the mechanical properties of nickel-titanium endodontic instruments. *Endod Topics.* 2013; 29(1): 42–54.

**3. Cheung GSP, Darvell BW.**

Fatigue testing of a NiTi rotary instrument. Part 2: Fractographic analysis. *Int Endod J.* 2007; 40(8): 619–625.

**4. Parashos P, Gordon I, Messer HH.**

Factors influencing defects of rotary nickel-titanium endodontic instruments after clinical use. *J Endod.* 2004; 30(10): 722–725.

**5. Shen Y, Cheung GSP, Peng B, Haapasalo M.**

Defects in nickel-titanium instruments after clinical use. Part 2: Fractographic analysis of fractured surface in a cohort study. *J Endod.* 2009; 35(1): 133–136.

**6. Sattapan B, Nervo GJ, Palamara JE, Messer HH.**

Defects in rotary nickel-titanium files after clinical use. *J Endod.* 2000; 26(3): 161–165.

**7. Zupanc J, Vahdat-Pajouh N, Schäfer E.**

New thermomechanically treated NiTi alloys – a review. *Int Endod J.* 2018; 51(10): 1088–1103.

**8. Plotino G, Grande NM, Testarelli L, Gambarini G, Castagnola R, Rossetti A, Özyürek T, Cordaro M, Fortunato L.**

Cyclic fatigue of reciproc and reciproc blue nickel-titanium reciprocating files at different environmental temperatures. *J Endod.* 2018; 44(10): 1549–1552.

**9. Plotino G, Ahmed HMA, Grande NM, Cohen S, Bukiet F.**

Current assessment of reciprocation in endodontic preparation: A comprehensive review – Part II: Properties and effectiveness. *J Endod.* 2015; 41(12): 1939–1950.

**10. Yared G.**

Canal preparation using only one Ni-Ti rotary instrument: Preliminary observations. *Int Endod J.* 2008; 41(4): 339–344.

**11. Pedullà E, Grande NM, Plotino G, Gambarini G, Rapisarda E.**

Influence of continuous or reciprocating motion on cyclic fatigue resistance of 4 different nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2013; 39(2): 258–261.

**12. De-Deus G, Moreira EJJ, Lopes HP, Elias CN.**

Extended cyclic fatigue life of F2 ProTaper instruments used in reciprocating movement. *Int Endod J.* 2010; 43(12): 1063–1068.

**13. Castelló-Escrivá R, Alegre-Domingo T, Faus-Matoses V, Román-Richon S, Faus-Llácer VJ.**

In vitro comparison of cyclic fatigue resistance of ProTaper, WaveOne, and twisted files. *J Endod.* 2012; 38(11): 1521–1524.

**14. Melo MCC, Pereira ESJ, Viana ACD, Fonseca AMA, Buono VTL, Bahia MGA.**

Dimensional characterization and mechanical behaviour of K3 rotary instruments. *Int Endod J.* 2008; 41(4): 329–338.

**15. Bahia MGA, Lopes Buono VT.**

Decrease in the fatigue resistance of nickel-titanium rotary instruments after clinical use in curved root canals. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2005; 100(2): 249–255.

**16. Plotino G, Grande NM, Testarelli L, Gambarini G.**

Cyclic fatigue of Reciproc and WaveOne reciprocating instruments. *Int Endod J.* 2012; 45(7): 614–618.

**17. Grande NM, Plotino G, Pecci R, Bedini R, Malagnino VA, Somma F.**

Cyclic fatigue resistance and three-dimensional analysis of instruments from two nickel-titanium rotary systems. *Int Endod J.* 2006; 39(10): 755–763.

**18. Testarelli L, Grande N., Plotino G, Lendini M, Pongione G, Paolis G De, Rizzo F, Milana V, Gambarini G.**

Cyclic fatigue of different nickel-titanium rotary instruments: A comparative study. *Open Dent J.* 2009; 2009(3): 55–58. doi: 10.2174/1874210600903010055.

**19. Wu SK, Lin HC, Chou TS.**

A study of electrical resistivity, internal friction and shear modulus on an aged Ti49Ni51 alloy. *Acta Metall Mater.* 1990; 38(1): 95–102.

**20. Hou XM, Yahata Y, Hayashi Y, Ebihara A, Hanawa T, Suda H.**

Phase transformation behaviour and bending property of twisted nickel-titanium endodontic instruments. *Int Endod J.* 2011; 44(3): 253–258.

**21. Gambarini G, Gerosa R,****De Luca M, Garala M, Testarelli L.**

Mechanical properties of a new and improved nickel-titanium alloy for endodontic use: an evaluation of file flexibility. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2008; 105(6): 798–800.

**22. Larsen CM, Watanabe I, Glickman GN, He J.**

Cyclic fatigue analysis of a new generation of nickel titanium rotary instruments. *J Endod.* 2009; 35(3): 401–403.

**23. Bhagabati N, Yadav S, Talwar S.**

An in vitro cyclic fatigue analysis of different endodontic nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2012; 38(4): 515–518.

**24. Daneshmand S, Kahrizi EF, Abedi E, Mir Abdolhosseini M.**

Influence of machining parameters on electro discharge machining of NiTi shape memory alloys. *Int J Electrochem Sci.* 2013; 8(3): 3096–3104.

**25. Singh S, Maheshwari S, Pandey PC.**

Some investigations into the electric discharge machining of hardened tool steel

using different electrode materials. *J Mater Process Technol.* 2004;

149(1–3): 272–277.

**26. Pirani C, Iacono F, Generali L, Sassatelli P, Nucci C, Lusvardi L, Gandolfi MG, Prati C.**

HyFlex EDM: Superficial features, metallurgical analysis and fatigue resistance of innovative electro discharge machined NiTi rotary instruments. *Int Endod J.* 2016; 49(5): 483–493.

**27. Pedullà E, Lo Savio F, Boninelli S, Plotino G, Grande NM, La Rosa G, Rapisarda E.**

Torsional and cyclic fatigue resistance of a new nickel-titanium instrument manufactured by electrical discharge machining. *J Endod.* 2016; 42(1): 156–159.

**28. Hassel AW.**

Surface treatment of NiTi for medical applications. *Minim Invasive Ther Allied Technol.* 2004; 13(4): 240–247.

**29. Condorelli GG, Bonaccorso A, Smecca E, Schäfer E, Cantatore G, Tripi TR.**

Improvement of the fatigue resistance of NiTi endodontic files by surface and bulk modifications. *Int Endod J.* 2010; 43(10): 866–873.

**30. Anderson ME, Price JWH, Parashos P.**

Fracture resistance of electropolished rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod.* 2007; 33(10): 1212–1216.

**31. 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(6): 843–847.

**32. Otsuka K, Ren X.**

Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. *Prog Mater Sci.* 2005; 50(5): 511–678.

**33. De Hemptinne F, Slaus G,****Vandendael M, Jacquet W, De Moor RJ, Bottenberg P.**

In vivo intracanal temperature evolution during endodontic treatment after the injection of room temperature or preheated sodium hypochlorite. *J Endod.* 2015; 41(7): 1112–1115.

**34. Plotino G, Grande NM,****Mercadé Bellido M, Testarelli L, Gambarini G.**

Influence of temperature on cyclic fatigue resistance of ProTaper Gold and ProTaper Universal Rotary Files. *J Endod.* 2017; 43(2): 200–202.

**35. Grande NM, Plotino G, Silla E,****Pedullà E, DeDeus G, Gambarini G, Somma F.**

Environmental temperature drastically affects flexural fatigue resistance of nickel-titanium rotary files. *J Endod.* 2017; 43(7): 1157–1160.