

POLITECNICO DI TORINO

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali



**Politecnico
di Torino**

Tesi di Laurea Magistrale

Caratterizzazione chimica e metallografica di strumenti endocanalari sottoposti a diversi trattamenti termici

Relatore

Prof.ssa Sabrina GRASSINI

Candidato

Samuele BLASI

Correlatore

Dott. Leonardo IANNUCCI

OTTOBRE 2022

Sommario

Al giorno d'oggi si stima che almeno il 90 % della popolazione mondiale soffra di carie. Se trascurata, tale patologia può portare ad una infiammazione irreversibile della polpa (pulpite). L'evoluzione della malattia pulpare è la necrosi della polpa ed alcune volte l'ascesso acuto. In questi casi, il trattamento endodontico prima e la ricostruzione della corona poi permettono il recupero dell'elemento dentale. Solo nel caso in cui sia impossibile garantire una stabilità nel tempo dell'elemento dentario, l'odontoiatra opterà per la soluzione implantare. Si evince quindi che l'endodonzia giuoca un ruolo fondamentale nel recupero dell'elemento dentale. La terapia endodontica ha come obiettivo la neutralizzazione del contenuto del sistema dei canali radicolari. Questo si ottiene mediante la sagomatura, la detersione e l'otturazione tridimensionale di questi spazi. La sagomatura dei canali è la fase più importante di tutto il trattamento. L'obiettivo della strumentazione utilizzata durante la fase di sagomatura è il conferimento di una forma tronco-conica continua centrifuga al canale radicolare. Questo permette di aprire il complesso sistema canalare agli irriganti (ipoclorito di sodio e acido etilendiamminotetraacetico) che hanno una duplice azione: solvente sulla polpa e contemporaneamente anche battericida. Occorre però sottolineare come sia impossibile sterilizzare il sistema dei canali radicolari con la sola sagomatura e detersione. Questo obiettivo risolutivo viene successivamente raggiunto mediante l'otturazione tridimensionale, che ha lo scopo di rubare lo spazio vitale ai batteri sfuggiti alla sagomatura e alla detersione, murandoli tra le pareti canalari e i materiali di otturazione. In passato la sagomatura veniva eseguita mediante strumenti endodontici manuali (file). Le varie criticità della procedura manuale erano le tempistiche, la laboriosità e la manualità individuale dell'operatore. L'endodonzia ha vissuto negli ultimi anni una vera e propria rivoluzione grazie all'introduzione degli strumenti meccanici, rotanti o reciprocanti in Nichel-Titanio. La lega Ni-Ti ha permesso di ottenere i seguenti vantaggi:

1. realizzazione di strumenti meccanici dove l'abilità dell'operatore non è più determinante;
2. la realizzazione di strumenti a conicità aumentata grazie alle straordinarie caratteristiche meccaniche della lega Ni-Ti (superelasticità e alta resistenza

a flessione e torsione), il che si traduce nell'utilizzo di pochi strumenti per portare a termine sagomature perfettamente centrifughe del canale originario.

Il lavoro sperimentale si è concentrato sullo studio e la caratterizzazione di diversi prototipi di strumenti endocanalari rotanti. Lo scopo del lavoro di tesi è stato quello di valutare gli effetti dei trattamenti termici e dei processi di fabbricazione sulla microstruttura e sulla topografia dei vari prototipi mediante fluorescenza a raggi X (XRF), analisi chimica elementare mediante microsonda a dispersione di energia (EDS), osservazioni al microscopio elettronico a scansione ad emissione di campo (FESEM) e al microscopio metallografico.

Ringraziamenti

Prima di ogni cosa volevo dire grazie, anzi infiniti grazie a mia madre, mio padre e mia sorella, perchè senza di loro tutto questo non si poteva realizzare. Grazie per aver creduto in me dal primo istante, anche quando all'inizio le cose non sembravano andare per il verso giusto, voi mi avete dato la forza di continuare a credere nei miei sogni, spronandomi a dare di più. Grazie per gli infiniti sforzi e sacrifici che avete fatto per me durante questi anni, spero di ripagarvi un giorno. Vi voglio un bene dell'anima. Grazie anche a mia zia Laura e a tutti i miei parenti, chi più chi meno, nonostante tutto mi siete stati vicino.

A mia nonna Enza e mio nonno Oronzo che mi guardano da lassù. Avrei tanto voluto che assisteste anche voi a questo traguardo, spero di avervi reso orgogliosi di me. Posso aver perso la vostra presenza, la vostra voce, il vostro profumo, ma certe persone non le perdi mai se le porti nel cuore.

A Dalila, la mia persona, colei che mi fa stare sempre col sorriso quando ce l'ho accanto. Grazie per avermi sostenuto e sopportato nelle salite e nelle discese di questo percorso e avermi dato sempre i giusti consigli per andare avanti. Grazie di esserci sempre, nonostante tutto. L'amore che provo per te non si può descrivere a parole.

Vorrei ringraziare il mio relatore, la professoressa Sabrina Grassini, e i miei supervisor Amina e Leonardo per il loro aiuto, le loro indicazioni e i loro consigli durante il lavoro di tesi. Grazie per avermi trasmesso un metodo che sarà di grande aiuto anche nella vita lavorativa.

A Diego, Eugenio, Simone e Pietro, i miei compagni di viaggio, coloro che più hanno vissuto i miei scleri e le gioie che mi ha regalato questo percorso. Grazie per tutti i bei momenti che abbiamo passato insieme, le infinite giornate di studio, i pranzi, le cene e ogni piccolo momento che ha reso questo viaggio ancora più bello. Grazie anche a Cristiano e a tutta casa Pellice, grazie a voi mi sono sentito a casa.

Senza tutti voi i giorni sarebbero passati molto più lentamente.

A Pierluigi, Valerio, Jacopo, Daniele, Mattia, Giorgio e Fabrizio, i miei amici di sempre, che nonostante la distanza che ci ha diviso durante questi anni, mi siete stati vicini in un modo o nell'altro. E' impossibile esprimere tutta la gratitudine per voi e tutto il bene che vi voglio. Un filo invisibile ci legherà per sempre.

A Gigi, il mio coinquilino, e a Davide, grazie per aver condiviso casa Altamore con me, la vita tra quelle quattro mura sarebbe stata sicuramente molto più triste senza di voi.

A Gianmarco, grazie per il tuo aiuto e sostegno durante questi anni. Ho sempre ammirato il tuo impegno e la tua determinazione.

Infine, grazie a me stesso. Col tempo hai imparato quanto conta studiare e impegnarsi nella vita per raggiungere i propri sogni. All'inizio tutto può sembrare un lontano miraggio, ma ricorda sempre che se credi veramente in ciò che fai, non esiste alcun ostacolo.

“Ci saranno sempre pietre sulla strada davanti a noi. Saranno ostacoli o trampolini di lancio; tutto dipende da come le usiamo.”

Friedrich Nietzsche

Indice

Elenco delle tabelle	IX
Elenco delle figure	X
1 Introduzione	1
1.1 Il trattamento endodontico	1
1.2 Sagomatura canalare	2
1.3 Strumenti rotanti	5
1.3.1 Design	7
1.3.2 Distribuzione degli sforzi	9
1.3.3 Vita utile	12
1.3.4 Nuove frontiere	16
2 Le leghe Ni-Ti in endodonzia	20
2.1 Cenni storici	20
2.2 Composizione chimica	23
2.3 Processi produttivi	26
2.3.1 Fusione e colata	27
2.3.2 Lavorazione superficiale	30
2.4 Microstruttura e trasformazioni di fase	32
2.5 Proprietà della lega	36
2.5.1 Effetto memoria di forma e superelasticità	36
2.5.2 Biocompatibilità	42
2.5.3 Resistenza alla corrosione	42
2.6 Trattamenti termici	43
2.7 Tipologie di leghe	46
2.7.1 Leghe Ni-Ti austenitiche	46
2.7.2 Leghe Ni-Ti martensitiche	51
2.7.3 Lega <i>MaxWire</i>	54

3	Materiali e metodi	55
3.1	Tecniche di caratterizzazione	56
3.1.1	Fluorescenza di raggi X	56
3.1.2	Microscopia elettronica ad emissione di campo	57
3.1.3	Analisi metallografiche	62
4	Risultati e discussioni	67
4.1	Spettrofotometria XRF	67
4.2	Microscopia elettronica ad emissione di campo	68
4.2.1	Analisi EDS	75
4.2.2	Superficie di frattura (Gruppo 2)	76
4.3	Analisi metallografiche	78
4.3.1	Sezione trasversale alla base dello strumento	78
4.3.2	Sezione trasversale all'apice dello strumento	83
5	Conclusioni	85
	Bibliografia	88

Elenco delle tabelle

3.1	Parametri operativi utilizzati durante la fluorescenza di raggi X. . .	57
3.2	Parametri operativi utilizzati durante l'analisi al FESEM.	62
4.1	Composizioni chimiche delle leghe che costituiscono la parte attiva degli strumenti del Gruppo 1, 2 e 3.	76

Elenco delle figure

1.1	Fasi del trattamento endodontico. Il dente danneggiato (a) viene dapprima sottoposto a sagomatura (b), successivamente viene pulito e riempito con un sigillante (c) fino a completa otturazione (d) [2].	2
1.2	Radiografie di denti trattati che presentano canali radicolari anatomicamente complessi [3]	3
1.3	Schema dell'approccio <i>crown-down</i> della preparazione [4]	4
1.4	Esempio di uno strumento endocanalare [17].	6
1.5	Distribuzione degli sforzi di Von Mises applicando un momento torcente (1) di 2.5 Nmm e uno flettente (2) di 2.9 Nmm nel modello del <i>ProTaper</i> (A) e del <i>ProFile</i> (B) [8].	8
1.6	Rappresentazioni schematiche di un <i>rake angle</i> negativo (a), neutro (b) o positivo (c) [9].	9
1.7	Residui dentinali tra le lame dello strumento che fanno aumentare l'area di contatto con le pareti del canale radicolare [10].	11
1.8	Schema rappresentativo dell'evoluzione degli strumenti rotanti nelle varie generazioni.	17
1.9	Immagine al SEM della superficie di uno strumento endodontico in Ni-Ti prodotto per torsione, è possibile apprezzare che la direzione delle striature metalliche è in senso assiale [21].	18
1.10	Immagine al SEM della superficie di uno strumento endodontico in Ni-Ti prodotto per molatura, è possibile apprezzare che la direzione delle striature metalliche è in senso trasverso.	19
2.1	William Buehler, l'inventore del Nitinol [22].	21
2.2	Diagramma di fase Ni-Ti [29].	23
2.3	Confronto della composizione chimica e delle inclusioni di una lega Ni-Ti "standard" e "ad elevata purezza" con i requisiti della normativa ASTM F2063-12 [27].	24
2.4	Evoluzione dell'ampiezza massima di deformazione in funzione dei cicli a rottura per una lega standard e una ad elevata purezza [27].	25
2.5	Classificazione dei metodi di produzione di una lega Ni-Ti.	27

2.6	Rappresentazione schematica della produzione di un filo in lega Ni.Ti. (1) Filo dopo " <i>rotary swaging</i> ", (2) Trafilatura, (3) Ricottura, (4) Decalaminazione, (5) Trafilatura fine, (6) Ricottura, (7) Trafilatura per ottenere la sezione trasversale voluta, (8) Pulizia, (9) Condizionamento, (10) Avvolgimento del filo su bobine [47].	28
2.7	Processo di produzione VAR [33].	29
2.8	Lavorazione per elettroerosione. (1) Ionizzazione del del liquido dielettrico (2) Scarica elettrica (3) Vaporizzazione di una piccola particella (4) Risolidificazione. [32].	31
2.9	Le due principali strutture cristalline delle leghe Ni-Ti: (a) struttura cubica B2 dell'austenite; (b) struttura monoclina B19' della martensite, con $\beta = 96.8^\circ$ [54].	33
2.10	Schema dei reticoli delle strutture cristalline presenti nella lega Nitinol. I piani grigi nelle strutture cristalline indicano i piani reticolari di corrispondenza tra le celle unitarie standard [55].	34
2.11	Ciclo di isteresi di una lega Ni-Ti. (Ms) temperatura iniziale della martensite, (Mf) temperatura finale della martensite, (As) temperatura iniziale dell'austenite, (Af) temperatura finale dell'austenite [45].	35
2.12	Schematizzazione microscopica delle trasformazioni che stanno alla base dell'effetto memoria di forma [46].	37
2.13	Rappresentazione schematica delle trasformazioni alla base della superelasticità (in alto) e dell'effetto memoria di forma (in basso).[44]	37
2.14	Stent autoespandibile in Nitinol [58].	38
2.15	Diagramma schematico sforzo-deformazione-temperatura di una tipica lega a memoria di forma [49].	39
2.16	Curva sforzo-deformazione di una lega NiTi superelastica, che mette in evidenza il classico ciclo di isteresi di carico-scarico. [49].	40
2.17	Curva sforzo-deformazione di una lega Ni-Ti e relative trasformazioni. Si evidenzia la formazione di austenite, seguita da un plateau a stress costante che corrisponde alla trasformazione di fase da austenite a martensite, fino alla formazione di martensite che genera sollecitazioni più elevate [45].	41
2.18	Confronto tra una curva sforzo-deformazione di una lega Ni-Ti e di un acciaio inossidabile [47].	41
2.19	Correnti galvaniche e potenziale di corrosione per la coppia galvanica strumento rotante gambo. (a) Subito dopo la voltammetria ciclica. (b) 10 minuti dopo [52].	44

2.20	Curve sforzo-deformazione schematiche del Ni-Ti convenzionale (nero) e dell' <i>M-Wire</i> (rosso) che mostra il fenomeno dello snervamento (YP) con un modulo elastico iniziale più basso di <i>M-Wire</i> ($\Delta E1$) rispetto al Ni-Ti convenzionale ($\Delta E2$). Il plateau a sforzo costante si verifica a causa della trasformazione della martensite (SIM). [32].	48
2.21	Tempo necessario per preparare un canale a forma di "S" con una dimensione dell'apice di 0,25 mm. <i>Brasseler EndoSequence CM Taper Files, Komets F360, FKG Race Evo, Edge Taper Platinum</i> non sono marchi registrati di <i>Dentsply Sirona</i> (n=5 per gruppo). [36].	49
2.22	Resistenza a fatica dei <i>ProTaper UltimateTM</i> e della concorrenza testata ad un angolo di 90° (raggio di 3 mm di curvatura). <i>Brasseler EndoSequence CM Taper Files, Komets F360, FKG Race Evo, Edge Taper Platinum</i> non sono marchi registrati di <i>Dentsply Sirona</i> [36].	50
2.23	(a) Effetto di <i>springback</i> delle leghe Ni-Ti austenitiche. (b) Effetto di memoria controllata delle leghe Ni-Ti martensitiche. [32].	52
3.1	Fluorescenza X: il fotone incidente (verde) promuove un elettrone ad uno stato di energia maggiore. La lacuna viene colmata da un altro elettrone, che libera energia attraverso un fotone di fluorescenza (rosso) [40].	56
3.2	Spettrofotometro XRF "Bruker Tracer 5i" utilizzato per le analisi.	57
3.3	Microscopio FE-SEM <i>ZEISS Supra 40</i> [45].	58
3.4	Diagramma schematico del microscopio elettronico a scansione [38].	60
3.5	Emissioni che si verificano nel SEM a seguito dell'interazione tra elettroni del fascio primario (PE) ed elettroni del campione (dall'alto al basso: generazione di elettroni secondari, generazione di elettroni retrodiffusi, generazione di raggi X ed elettroni secondari) [39].	61
3.6	Lo strumento inglobato nella resina è bloccato e pronto per essere tagliato.	63
3.7	Lucidatrice <i>Remet LS2</i> .	64
3.8	Campione dopo immersione per 1 secondo nella soluzione acida.	65
4.1	Spettri delle tre leghe che costituiscono la parte attiva dei prototipi di ogni gruppo oggetto di analisi (è stato preso in esame un solo strumento per ogni gruppo).	68
4.2	Grafico a colonne rappresentante le aree sottese ai picchi degli elementi presenti in maggiore quantità.	69
4.3	Grafico a colonne rappresentante le aree sottese ai picchi degli elementi presenti in tracce.	70
4.4	Ricostruzione delle immagini ottenute al FE-SEM (ingrandimento 180x) degli strumenti endocanalari del gruppo 1.	71

4.5	Ricostruzione delle immagini ottenute al FE-SEM (ingrandimento 180x) degli strumenti endocanalari del gruppo 2 (A, B e C) e il prototipo del gruppo 3.	72
4.6	Micrografia al FE-SEM ad ingrandimento 1000x in cui si osservano i dettagli delle striature prodotte dalla molatura.	73
4.7	Micrografia al FE-SEM ad ingrandimento 500x in cui vengono messi in risalto i trucioli rimasti adesi allo strumento F3.	74
4.8	Ingrandimento 500x al FE-SEM delle punte di ciascun prototipo del Gruppo 1.	74
4.9	Ingrandimento 180x al FESEM della punta del prototipo appartenente al gruppo 3 di analisi.	75
4.10	Superficie di frattura del prototipo A del Gruppo 2 (ingrandimento 518x).	76
4.11	Ingrandimento 6910x del centro della superficie di frattura del prototipo A del Gruppo 2, che mette in risalto la presenza di microvuoti, indicati dalle frecce gialle.	77
4.12	Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta dello <i>Slider</i> . La fase martensitica si presenta sottoforma di aghetti (triangolo blu), mentre la fase austenitica è più chiara (stella rossa).	79
4.13	Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta dello <i>Shaper</i>	79
4.14	Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta del <i>Finisher 1</i>	80
4.15	Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta del <i>Finisher 2</i>	81
4.16	Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta del <i>Finisher 3</i>	81
4.17	Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta del prototipo del Gruppo 3.	82
4.18	Micrografia ottica (20x) delle punte dei prototipi del Gruppo 1 e del Gruppo 3.	84

Capitolo 1

Introduzione

1.1 Il trattamento endodontico

Il trattamento endodontico (definito anche terapia canalare o più comunemente devitalizzazione) è una procedura attraverso la quale si cura un dente affetto da patologie della polpa e/o dell'apice della radice. Il fine ultimo è asportare il tessuto pulpare infiammato o infetto contenuto all'interno della corona del dente e dei canali delle radici, e sostituirlo con un materiale inerte, mantenendo così la parte non danneggiata del dente.

La terapia canalare si esegue più spesso in elementi con patologie della polpa conseguenti a carie profonde, traumi e fratture. Frequentemente si può manifestare la "pulpite", che procura al soggetto dolori violenti e improvvisi: se non trattata, essa può evolvere fino ad ascesso dentario provocando gonfiore, dolore e febbre alta. In alcuni casi la polpa muore più o meno lentamente (necrosi) e l'infezione raggiunge i tessuti contenuti all'interno del dente in profondità, estendendosi all'osso che circonda le radici e causando patologie comunemente definite "granulomi" o "cisti" (in questi casi il danno alla polpa risulta essere meno evidente). Possono verificarsi nei pazienti anche patologie più rare, meno prevedibili e di origine meno conosciuta come i riassorbimenti radicolari. In tutti questi casi trova indicazione il trattamento endodontico, a condizione che il dente da preservare abbia un sostegno osseo e gengivale sano da poter essere inserito in un piano di cura che preveda durata funzionale ed estetica ragionevole [1].

I trattamenti endodontici richiedono tempi di esecuzione più o meno lunghi ma possono garantire la guarigione delle infezioni, permettendo il mantenimento dei denti nella loro sede naturale. In questo modo, si evita l'estrazione precoce del dente e si risparmia sull'impiego di terapie più costose e invasive (es. impianto protesico).

Dal punto di vista pratico, in primo luogo viene effettuata una radiografia del

dente, in modo tale da osservare la forma dei canali radicolari e determinare la presenza di eventuali infezioni nell'osso attorno al dente. Dopo aver effettuato un'accurata diagnosi, si prepara la cavità d'accesso sulla superficie masticante dei denti e si procede alla rimozione di tutto il contenuto dei canali radicolari, ovvero dei residui pulpari (vitali o necrotici) e dei batteri, principali cause dell'infiammazione [1]. Sostanzialmente, il procedimento consta di tre fasi (Figura 1.1):

1. Sagomatura: si rimuove meccanicamente il contenuto canalare, creando nello stesso tempo una forma conica delle pareti adatta a una completa otturazione;
2. Detersione: grazie all'ausilio di soluzioni disinfettanti definite "irriganti" vengono eliminati chimicamente i vari residui organici e inorganici;
3. Otturazione: si sigilla l'intero sistema canalare con la guttaperca, un materiale biocompatibile e inerte, e un sottile strato di cemento, in modo tale da impedire l'infiltrazione di nuovi batteri che sarebbero i responsabili del fallimento del trattamento [1].

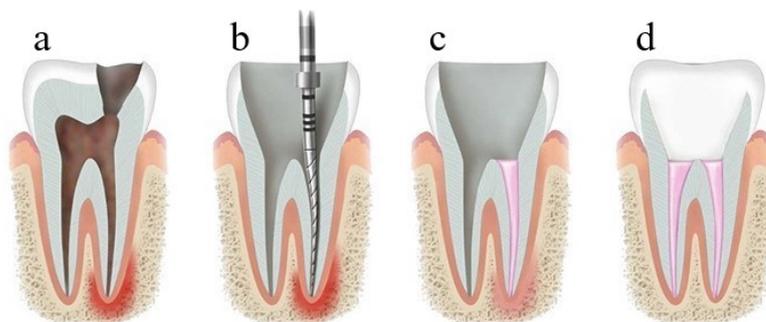


Figura 1.1: Fasi del trattamento endodontico. Il dente danneggiato (a) viene dapprima sottoposto a sagomatura (b), successivamente viene pulito e riempito con un sigillante (c) fino a completa otturazione (d) [2].

Affinchè la terapia canalare abbia successo, la fase di sagomatura risulta essere di vitale importanza.

1.2 Sagomatura canalare

La sagomatura dei canali radicolari risulta di estrema importanza nella terapia canalare, considerando che essa determina l'efficacia di tutte le procedure successive; solamente dopo una sagomatura ben riuscita si potrà avviare la detersione del sistema canalare e, ulteriore requisito indispensabile, sarà possibile ottenere una chiusura tridimensionale dello spazio endodontico con un materiale termoplastico

e un cemento sigillante. Tuttavia, in ogni fase del trattamento, le principali difficoltà sono strettamente legate alle complessità anatomiche intrinseche del canale radicolare stesso, il quale, per sua natura, presenta morfologie naturali come diramazioni, delta apicali e altre anomalie [3](Figura 1.2).



Figura 1.2: Radiografie di denti trattati che presentano canali radicolari anatomicamente complessi [3]

In assenza di una strumentazione adeguata, risulta complicato ottenere un'alesatura perfetta dei canali radicolari, dal momento che è difficile accedere a ogni punto della cavità. In generale, è comunque compito dell'operatore andare ad asportare quanto più materiale pulpare nocivo possibile, di modo che la detersione risulti più agevole. Infatti, se la sagomatura non è ben eseguita o se gli strumenti utilizzati non offrono buone prestazioni, gli irriganti avranno maggiore difficoltà a raggiungere il terzo apicale, determinando quindi una detersione insufficiente. D'altro canto, una sagomatura eccessivamente invasiva potrebbe determinare la comparsa di ulteriori problemi, come l'indebolimento della radice stessa con conseguente predisposizione alla frattura dell'elemento trattato [3].

La sagomatura influisce notevolmente anche sul processo di riempimento tridimensionale dello spazio endodontico. Infatti, l'assenza di una corretta morfologia conferita dal processo di alesatura al canale radicolare determina maggiori complicanze durante le procedure di otturazione, unite a una scarsa efficacia da parte del sistema endodontico nel mantenere nel tempo lo stato di disinfezione e la funzione masticatoria del dente. Come conseguenza, si vanifica tutta l'operazione del trattamento canalare e, più in generale, anche la permanenza dell'elemento dentale nell'arcata del paziente [3].

La forma e le dimensioni del canale preparato dovrebbero essere scelte in funzione dei materiali utilizzati per otturare, della tecnica impiegata e della forma e dimensioni originarie del canale. Se si considera la moltitudine di strumenti a disposizione e la loro varietà di design e conicità, è logico pensare che gli strumenti rotanti utilizzati durante la sagomatura sono progettati con particolare attenzione alla fase di otturazione. Nell'ottica di conseguire una otturazione ideale e quindi un trattamento endodontico di successo, la fase di sagomatura, come già accennato,

non è affatto trascurabile, dal momento che è necessario che gli strumenti da otturazione raggiungano la profondità necessaria all'interno della cavità. Inoltre, deve essere garantito l'adattamento di materiali (la guttaperca e i cementi canalari) che hanno caratteristiche fisiche e chimiche specifiche, in uno spazio complesso e abbastanza particolare.

Nella fase di sagomatura è necessario l'utilizzo di strumenti rotanti, i quali perforano il canale radicolare fino in profondità, promuovendo la rimozione meccanica del contenuto pulpare danneggiato. Le tecniche di preparazione canalare con strumentazione rotante sono principalmente due: *step-back* e *crown-down*. La prima prevede la sagomatura prima della porzione apicale del canale e poi di quella coronale; quella più frequentemente utilizzata è la tecnica *crown-down* o *corono-apicale*: essa implica una sequenza operativa che prevede prima la preparazione della parte coronale del canale poi di quella media ed in ultimo di quella apicale (Figura 1.3). La tecnica *crown-down* presenta numerosi vantaggi:

- grande libertà di sondare l'anatomia dei canali radicolari;
- facilità di accesso e ottima ricostruzione dell'apice;
- bassa quantità di detriti;
- tempi e costi bassi.

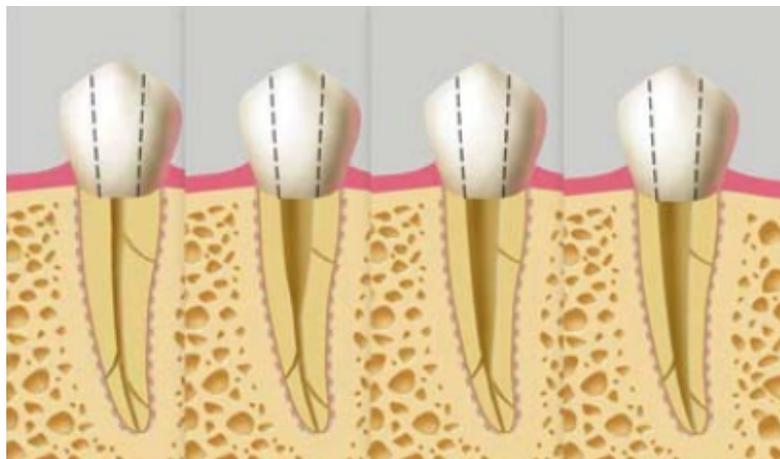


Figura 1.3: Schema dell'approccio *crown-down* della preparazione [4]

All'atto pratico si opera inizialmente con strumenti di elevata taglia e conicità, seguiti da quelli con diametro e conicità minori via via che ci si avvicina all'apice. Il concetto che sta alla base è che lo strumento di diametro maggiore prepara il canale a ricevere gli strumenti di diametro minore, questi ultimi più flessibili e più resistenti

alla fatica. Inoltre, teoricamente, gli strumenti per la preparazione apicale, essendo il canale già svasato, dovrebbero lavorare solo con la parte finale, senza impegnare tutta la parte attiva. Le tecniche crown-down prevedono in genere l'utilizzo degli strumenti senza sviluppare alcuna pressione all'apice; pertanto quando diventa impossibile la progressione dello strumento lo si toglie dal canale e si passa al successivo [4]. Chiaramente non è semplice valutare quanto uno strumento debba o possa arrivare in profondità, per cui questa tecnica è soggetta a delle variazioni individuali in funzione delle varie anatomie canalari e della pressione che l'operatore imprime sullo strumento all'interno del canale.

1.3 Strumenti rotanti

L'esistenza degli strumenti per la preparazione canalare fu per la prima volta descritta nel '700 da *Pierre Fauchard*, il quale pubblicò la famosa opera '*Le chirurgien dentiste*'. Tale innovazione pone *Fauchard* a tutti gli effetti tra i padri della moderna odontoiatria dato che in quel tempo non esistevano ancora descrizioni sistematiche di preparazione dei canali radicolari. Si ritiene invece che *Edward Maynard* fu colui che sviluppò il primo strumento manuale avvolgendo un filo rotondo con dei piccoli aghi per estirpare il tessuto pulpare. Il prototipo di tale strumentazione (con le dovute modifiche in base a considerazioni anatomiche) non fu ignorato, tanto che verso la metà del '800 i libri di testo raccomandano l'allargamento dei canali radicolari mediante strumenti manuali. Secondo *Hulsmann e coautori* (2005), il primo che descrisse la strumentazione rotativa fu *Oltramare*, il quale introdusse l'uso di sottili aghi a sezione rettangolare che potevano essere fissati a dispositivi rotanti e inseriti all'interno del canale fino all'apice e poi azionati [5].

Nel 1928 una ditta austriaca (*Bürmoos*, Austria) introdusse il "*Cursor filing contra-angle*" che consentiva una combinazione di movimento rotazionale e verticale dello strumento. Questa tipologia di dispositivo divenne poi apprezzata in Europa come conseguenza alla commercializzazione del sistema *Racer* (WH) nel 1958, che lavorava con movimento verticale, e del *Giromatic* (Micromega, Besançon, Francia), dal movimento reciprocante di rotazione di 90°. Il solo difetto di tali strumenti era rappresentato dalla loro rotazione limitata e da un rigido movimento verticale, dovuto al fatto che venivano fabbricati in acciaio inossidabile; l'operatore poteva soltanto influire sulla velocità di rotazione e l'ampiezza del movimento verticale [5].

Le criticità legate alla strumentazione manuale e rotante in acciaio inossidabile hanno afflitto per anni il mondo dell'endodonzia per numerosi motivi. Come prima cosa, la quantità di strumenti e di passaggi per conseguire la sagomatura voluta implicava un notevole dispendio di tempo e costi. Inoltre, con gli strumenti in

acciaio inossidabile si verificavano frequentemente fenomeni di trasporto canale (spostamento della parete esterna del canale, con conseguente diminuzione dell'angolo di curvatura, ottenendo così un raddrizzamento del canale originale [6]) e aberrazioni (perdita della centratura, zipping, intaccature), dovuto al tipo di materiale troppo rigido e poco flessibile. Da ciò scaturiva anche il rischio di rimuovere un quantitativo eccessivo di dentina, con l'ottenimento di forme del canale sagomato non riproducibili e non ideali per la fase di otturazione successiva.

Solamente verso il 1980, *Walia e coautori* descrissero e introdussero gli strumenti rotanti in Nichel-Titanio. L'introduzione delle leghe Ni-Ti ha profondamente cambiato le procedure di preparazione dei canali radicolari, tanto da essere considerato come l'evento rivoluzionario che ha stabilito l'inizio dell'endodonzia moderna. La sperimentazione di questa lega trovò un'enorme successo, principalmente grazie alle migliori caratteristiche meccaniche rispetto all'acciaio inossidabile e alle innovazioni dei processi produttivi per ciò che riguarda il design degli strumenti, in termini di diametro e conicità.

Il presupposto imprescindibile per gli strumenti rotanti è l'utilizzo di motori che garantiscano una rotazione continua e/o reciprocante. Il movimento reciprocante implica rotazioni in senso orario (che fanno avanzare lo strumento) e rotazioni in senso antiorario: in questo modo si esclude il rischio di avvitaamento eccessivo perchè il movimento contrario lo libera dall'impedimento all'interno del canale radicolare. Alcuni studi sostengono che il movimento reciprocante conferisce una maggior durata e una miglior resistenza alla fatica [7]. Ciò che sta alla base di questo particolare tipo di movimento è la riduzione dei punti di contatto con le pareti interne del canale radicolare, in modo tale da evitare che le superfici di taglio degli strumenti raggiungano uno stress tale da provocarne la rottura. La parte attiva degli strumenti, che termina con la punta o guida di penetrazione, è dotata di particolari geometrie e conicità che possono variare in base alla casa produttrice e alle specifiche operative dettate dalla sequenza *corono-apicale* (Figura 1.4).



Figura 1.4: Esempio di uno strumento endocanalare [17].

1.3.1 Design

Il design degli strumenti endocanalari è pensato per lo più in funzione della flessibilità, della capacità di taglio e della resistenza alla frattura. In base alla geometria e alla conicità degli strumenti si verifica, sulla superficie di taglio, una certa distribuzione di stress che varia nei diversi punti di contatto.

Gli strumenti rotanti a conicità aumentata che lavorano all'interno del canale sono soggetti a una serie di sforzi ciclici strettamente correlati con l'anatomia naturale del canale radicolare, con la durezza della dentina rimossa e con la qualità della lega. Lo strumento ideale dovrebbe essere dunque sufficientemente in grado di resistere agli sforzi di torsione e flessione che si generano durante l'inserimento e l'estrazione dello strumento all'interno del canale, in modo da poter ottenere una sagomatura ottimale. In quest'ottica, la sezione geometrica risulta essere molto importante, in quanto essa determina le caratteristiche di resistenza alle varie sollecitazioni a cui è sottoposto lo strumento, mentre la capacità di taglio è dipendente dalla forma delle lame.

Per capire come la sezione è in grado di condizionare le *performance* di uno strumento rotante è interessante analizzare gli studi portati avanti da Berutti e coautori [8]. Gli autori hanno analizzato i comportamenti meccanici di due tipi di strumenti differenti (*ProFile* e *ProTaper*) dotati di sezioni differenti. I risultati ottenuti dalla modellizzazione delle condizioni operative (applicazione di un momento torcente pari a 2.5 Nmm e uno flettente pari a 2.9 Nmm) attraverso una simulazione via software hanno portato alla conclusione che le due sezioni differenti tra loro vanno a generare diverse sollecitazioni di torsione e flessione negli strumenti. In particolare, la distribuzione degli sforzi di torsione nel modello con la sezione del *ProTaper* risultano molto uniformi e regolari, mentre nel modello del *ProFile* sono presenti dei picchi di sforzi più elevati alla base delle scanalature delle lame e la loro distribuzione è eterogenea. Successivamente è stata simulata ed osservata anche la distribuzione di sforzi di flessione sulla superficie degli strumenti, applicando un momento flessionale di 2.9 Nmm. I risultati ottenuti evidenziano come, anche in questo caso, il modello del *ProTaper* rispetto al *ProFile*, raggiunge livelli di sollecitazione più bassi distribuiti in maniera omogenea su tutta la superficie [8] (Figura 1.5).

Nel descrivere il design e la geometria dello strumento è opportuno definire l'angolo di taglio (angolo compreso tra il bordo di taglio e una sezione trasversale dello strumento perpendicolare al suo asse di rotazione) e il passo (distanza tra due scanalature viste lateralmente) dello strumento.

E' stato dimostrato [9] che gli strumenti con angolo di taglio e passo costanti aiutano a trattenere più detriti nelle scanalature, specialmente nella porzione coronale. D'altra parte, una riduzione progressiva del passo dalla base alla punta (con conseguente aumento delle scanalature), fornisce un'aumento della lunghezza

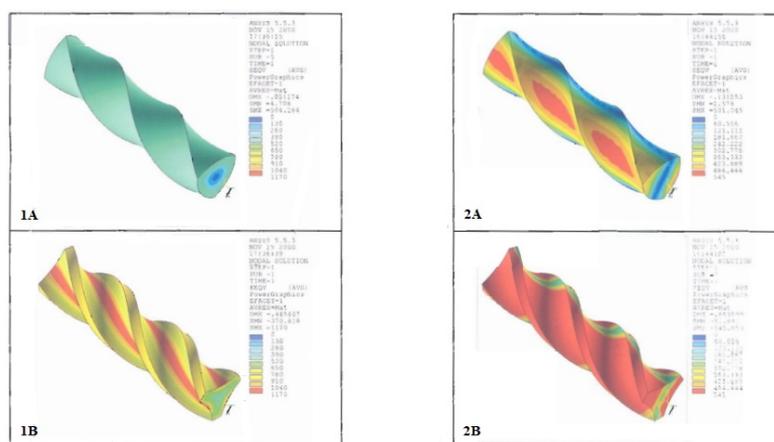


Figura 1.5: Distribuzione degli sforzi di Von Mises applicando un momento torcente (1) di 2.5 Nmm e uno flettente (2) di 2.9 Nmm nel modello del *ProTaper* (A) e del *ProFile* (B) [8].

dei bordi di taglio dello strumento, con un miglioramento notevole della capacità di taglio, della resistenza a flessione e una riduzione delle sollecitazioni percepite dal materiale in superficie. Strumenti rotanti che presentano passo crescente invece, permettono una rimozione di detriti e residui organici migliore e presentano una maggiore flessibilità, ma il rischio di rottura sotto sollecitazioni di torsione aumenta di gran lunga siccome si ha una distribuzione di sforzi non omogenea. Quando lo strumento inizia a penetrare e tagliare le pareti del canale radicolare, gli sforzi gradualmente aumentano dal bordo di taglio alla parte più bassa della scanalatura. Aumentando la profondità della scanalatura è stato osservato che viene migliorato il processo di scarico dei residui dentinali durante la sagomatura, tuttavia gli sforzi si andranno ad intensificare sempre di più nei punti più profondi della scanalatura, con il rischio di avere la rottura dello strumento [9].

L'angolo di inclinazione (*rake angle*) dello strumento è correlato con la pendenza e la posizione del bordo di taglio su una sezione trasversale e può essere positivo o negativo. Tale angolo viene spesso rappresentato attraverso delle linee. Si traccia una prima linea che collega la punta tagliente del bordo con il centro della sezione (asse di rotazione); successivamente viene tracciata una seconda linea tangenziale alla curva della faccia tagliente. In particolare, quando la prima linea è davanti alla seconda linea tangente alla faccia tagliente, il *rake angle* è positivo; altrimenti l'angolo viene definito positivo [9](Figura 1.7).

Se lo strumento possiede una sezione trasversale tale che il suo *rake angle* risulta positivo, è stato dimostrato che esso possiede una efficienza di taglio più elevata, ma un'usura più rapida dei bordi. Viceversa, strumenti che hanno un angolo di inclinazione neutro o negativo presentano comunque una buona capacità di taglio,

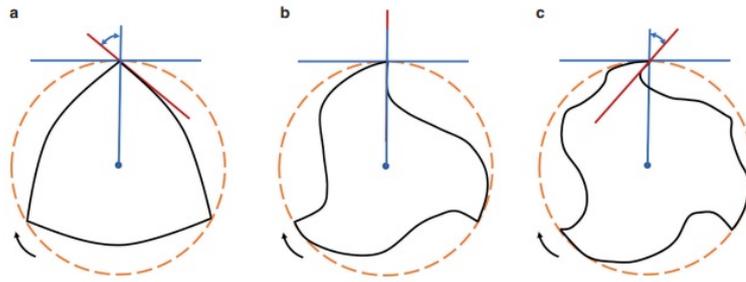


Figura 1.6: Rappresentazioni schematiche di un *rake angle* negativo (a), neutro (b) o positivo (c) [9].

ma si usurano meno [9].

La conicità di uno strumento si può descrivere come il rapporto tra il diametro e la lunghezza della parte attiva di uno strumento. Ad esempio, per un utensile con una conicità del 4 %, il suo diametro aumenta di 0,04 mm per ogni millimetro aggiuntivo della lunghezza dell'utensile. Strumenti ad elevata e media conicità sono utilizzati per un rapido taglio della dentina, mentre strumenti a bassa conicità sono impiegati per la rifinitura del canale, in particolare della porzione apicale, pur contribuendo a mantenere la direzione assiale originale del canale radicolare [9].

Il processo di fabbricazione degli strumenti risulta di fondamentale importanza in quanto influisce anche sulle proprietà finali della lega. Il taglio al tornio di precisione è il metodo di lavorazione più utilizzato, in quanto permette di lavorare il filo in Ni-Ti in modo da conferirgli disegni sempre più complessi e performanti. Tuttavia, questo processo presenta numerose problematiche come i trucioli superficiali che rimangono spesso ancorati alla superficie del bordo di taglio, i quali diventano col tempo una potenziale causa di rottura dello strumento dal momento che in quelle zone si verifica una intensificazione degli sforzi.

1.3.2 Distribuzione degli sforzi

Gli sforzi a cui è soggetto ciclicamente lo strumento durante la sagomatura canalare sono i responsabili della sua deformazione e, nel peggiore dei casi, della sua rottura. La deformazione dello strumento scaturisce dalla presenza di due tipi di sollecitazioni che si generano sullo strumento: flessione e torsione [10].

Gli sforzi di torsione sono molto pericolosi e, se molto intensi, possono provocare rapidamente la frattura. In particolare, la sollecitazione si intensifica e causa la rottura dello strumento generalmente in tre situazioni:

1. quando un'ampia porzione di superficie dello strumento entra a contatto con le pareti canalari (il fenomeno prende il nome di *taper lock*);

2. quando la punta dello strumento è più grande della sezione del canale da sagomare;
3. quando l'operatore esercita una pressione eccessiva.

Diversamente dagli sforzi di flessione, i quali dipendono molto dalla anatomia naturale del canale, è possibile intervenire sugli sforzi di torsione riducendone parzialmente l'effetto. In particolare, la riduzione dell'area di contatto tra lo strumento e le pareti è una delle tecniche per rendere lo strumento meno soggetto a sollecitazioni torsionali. Più grande sarà la superficie di contatto, più elevato sarà il torque che si genera nello strumento e dunque più facilmente esso arriverà a rottura. Uno stratagemma per evitare tale inconveniente è quello di adottare la tecnica *crown-down*. Numerosi studi hanno dimostrato che gli strumenti rotanti sono soggetti a sforzi di tipo torsionale inferiori se utilizzati seguendo tale tecnica piuttosto che con la tecnica *step-back*. In aggiunta, anche la capacità di taglio degli strumenti migliora di gran lunga se gli strumenti vengono utilizzati in sequenza dal più grande al più piccolo, fino a raggiungere la porzione apicale [10].

Gli strumenti rotanti dotati di maggiore conicità, una volta introdotti nel canale, creano una forma molto simile alla loro. Esso viene inserito all'interno del canale fino a quando la sua progressione è impedita, successivamente si passa allo strumento con conicità inferiore, il quale non lavorerà più nelle zone dove ha già sagomato lo strumento precedente. In questo modo il canale viene preparato con una sequenza corono-apicale e l'area di contatto tra strumento e parete viene ridotta drasticamente. Un altro elemento che potrebbe aumentare la superficie di contatto tra lo strumento e le pareti interne del canale è l'accumulo di residui dentinali tra le lame. Questi residui organici si accumulano in grande quantità e se non vengono rimossi possono compattarsi sempre di più durante gli usi successivi dello strumento. In questo modo, l'area di contatto tra strumento e canale aumenta, la parte attiva assume non più una forma elicoidale bensì tronco-conica e le sollecitazioni di torsione si intensificano notevolmente. In questo caso, l'operatore deve essere consapevole di quando la velocità dello strumento inizia a diminuire, sinonimo di un eccessivo accumulo dei residui organici tra le lame. E' altresì importante, dopo ogni passaggio, pulire sistematicamente le lame dello strumento rotante [10] (Figura 1.7).

La punta dello strumento può essere un'altra causa della frattura dello strumento e quindi del mancato successo di un trattamento endodontico. Gli strumenti rotanti con maggiore conicità possiedono generalmente una punta non attiva (o moderatamente tagliente), in quanto si deve assolutamente prevenire fenomeni di *ledging* (perforazione della porzione esterna della curva dall'utilizzo di strumenti poco flessibili con una punta tagliente e lavorante) o danni del forame apicale (allargamento che può portare ad una scorretta determinazione della lunghezza di lavoro, raddrizzamento dei canali curvi e sovra-estensione). Se da un lato la



Figura 1.7: Residui dentinali tra le lame dello strumento che fanno aumentare l'area di contatto con le pareti del canale radicolare [10].

punta non attiva porta ad evitare di incorrere in tali problematiche, dall'altro ne genera delle nuove. Nel caso in cui una punta non tagliente incontra un canale con una sezione trasversale più piccola, la punta avanza con grande difficoltà. Nel momento in cui la punta si dovesse bloccare e si dovesse superare il torque massimo che lo strumento può sostenere, gli sforzi torsionali ai quali è sottoposto lo strumento si intensificano e si verifica immediatamente una deformazione plastica con conseguente rottura dello strumento. Questa condizione, unita alla complessità anatomica del canale radicolare, sono tra le più frequenti cause della frattura degli strumenti endodontici a conicità aumentata. E' proprio per questo motivo che è necessario creare manualmente un percorso (*glide path*) per lo strumento che presenta una conicità maggiore. L'applicazione di una pressione eccessiva sullo strumento da parte dell'operatore è uno degli altri motivi che può determinare la frattura dello strumento all'interno del canale. La sua velocità rotazionale diminuisce e conseguentemente, dato che il motore continua a imprimergli una certa velocità, gli sforzi torsionali sulla superficie aumentano notevolmente, portando lo strumento a rottura [10].

Ciò nonostante, non sono da trascurare gli sforzi di flessione ai quali è sottoposto lo strumento. Tali sforzi provocano una deformazione plastica permanente e dipendono dall'anatomia originale del canale il quale, con le sue curvature, porta lo strumento a flettersi nel momento in cui esso passa all'interno del canale radicolare. *Pruett* e coautori [11] hanno dimostrato che il raggio di curvatura, l'angolo di

curvatura e la larghezza dello strumento sono i responsabili della sua frattura per un numero elevato di cicli a flessione. Se si immagina lo strumento rotante in uno stato stazionario all'interno di un canale, segue che esso è soggetto a due diversi tipi di sollecitazione:

- compressione nei pressi della superficie interna della curva;
- trazione nei pressi della superficie esterna della curva.

Nella parte centrale dello strumento esiste, in teoria, un piano neutro dove non vi è alcun tipo di sollecitazione, che separa i due stati tensionali associati allo strumento. Tali stati di tensione raggiungono un massimo nella sezione dove il raggio di curvatura è minore, per poi diminuire gradualmente man mano che ci si allontana dall'area di massima sollecitazione. Se si pensa invece allo strumento in movimento (rotazione continua), tutte le sollecitazioni prima menzionate varieranno continuamente a ogni rivoluzione. Si avrà un continuo passaggio da stati tensionali di trazione a stati tensionali di compressione e viceversa, di modo che la lega viene soggetta ciclicamente a sollecitazioni di tipo opposto. Da ciò, ne consegue che risulta fondamentale non bloccare mai la rotazione dello strumento all'interno del canale radicolare. La porzione di strumento dove si ha la sezione con il raggio di curvatura minimo sarà estremamente sollecitata; in quella zona si raggiungerà l'onset di deformazione plastica. E' essenziale dunque conoscere il corretto funzionamento di uno strumento endocanalare di questo tipo nel miglior modo possibile, in modo tale da poter avere una distribuzione degli sforzi omogenea. Un'accortezza che si può adottare è quella di introdurre lo strumento già in rotazione all'interno del canale e farlo avanzare con una bassa pressione manuale con un movimento fluido, continuo e senza interruzioni. E' necessario fare gli stessi accorgimenti anche durante la sua estrazione [10].

1.3.3 Vita utile

Precedentemente, è stato osservato come i numerosi cicli di stress flessionali e torsionali a cui è sottoposto uno strumento rotante in fase di lavoro siano strettamente dipendenti dalla dimensione della punta, dalla conicità, dalla larghezza del canale radicolare e dalla pressione manuale esercitata sull'apparecchio endodontico dall'operatore. Per "vita utile" si intende l'arco di tempo che ci impiega lo strumento endodontico a subire una modifica sostanziale delle sue proprietà meccaniche ideali mentre lavora nei canali radicolari. Come si può intuire, data la stretta correlazione tra le condizioni di lavoro e le caratteristiche del materiale, è difficile predire questo parametro in maniera esatta. *Pruett* e coautori [11] hanno dimostrato che la vita di uno strumento rotante è strettamente connessa con il numero di cicli che esso esegue all'interno del canale. Naturalmente, la vita sarà

diversa da strumento a strumento, ma è praticamente costante per strumenti che hanno le stesse caratteristiche (materiale, composizione, processo di fabbricazione e trattamento termico).

Si potrebbe paragonare lo strumento rotante in Ni-Ti a una macchina avente un serbatoio pieno di carburante. Il carburante può essere sfruttato per andare in salita, in discesa, in autostrada o in viaggio su un terreno misto. Chiaramente, il consumo e conseguentemente la distanza coperta saranno differenti. Un ruolo importante è svolto anche dal pilota: se egli utilizza l'acceleratore con moderazione, il consumo sarà molto probabilmente più basso e la distanza percorsa sarà maggiore. Lo strumento rotante in Ni-Ti, con il suo serbatoio pieno di carburante (vita utile), è in grado di sagomare anatomie del canale semplici, complesse o una combinazione di esse [10].

L'anatomia naturale del canale è sicuramente il fattore che più condiziona la durata della vita di uno strumento endocanalare rotante. E' stato precedentemente osservato come la deformazione è in larga parte determinata dagli sforzi di flessione che lo strumento subisce durante la sagomatura del canale. Alcuni autori [11, 12] non considerano la velocità rotazionale come un fattore che incide molto sulla frattura dello strumento. Al contrario, altri studi [13, 14] hanno dimostrato la notevole influenza della velocità di rotazione sulla vita utile dello strumento. E' intuibile che aumentando la velocità, aumenta anche il contatto con la parete del canale e di conseguenza aumenta anche la quantità di detriti tra le lame e la parete [14]. *Yared* e coautori [15] hanno dimostrato che la longevità dello strumento è strettamente correlata al numero di rotazioni che esso compie all'interno del canale. Più l'anatomia originale del canale è complessa, più lo strumento si usura a fatica, con conseguente riduzione della sua vita utile. Pertanto, il raggio di curvatura del canale che deve essere sagomato è determinante nella fatica ciclica a cui è soggetto lo strumento.

Tuttavia, l'anatomia naturale del canale, con le sue curvature, non è l'unico fattore a ridurre la vita dello strumento, dato che anche la dimensione del canale e le caratteristiche della dentina sono anche decisivi. La capacità di taglio della punta dello strumento, come abbiamo osservato, non è in generale molto efficiente. Ciò causa un rapido aumento delle sollecitazioni di torsione che lo strumento accumula quando avanza nelle sezioni canalari che presentano un diametro uguale o inferiore a quello della punta. Questo episodio si riesce a identificare facilmente durante la sagomatura in quanto si ha un repentino aumento della coppia che il motore applica allo strumento per superare tale ostacolo [10]. La durezza della dentina è un altro fattore che incide sull'accumulo delle sollecitazioni di torsione sul materiale. Le caratteristiche della polpa e quindi anche della dentina cambiano con il passare del tempo dovuto al normale invecchiamento o alla comparsa di eventi patologici come l'infiammazione della polpa. Chiaramente, più la dentina presenta una durezza elevata, più sarà elevata la coppia da applicare per tagliarla. Ciò si traduce in un

aumento delle sollecitazioni torsionali che lo strumento subisce, le quali ne riducono la vita a fatica [10].

Come è già stato accennato, è molto importante trovare un equilibrio tra la velocità di rotazione e la coppia massima utilizzata, la quale dovrebbe essere inferiore al momento torcente necessario a portare la lega all'onset di deformazione plastica, che ne causa la rottura. Risulta dunque essenziale utilizzare un motore elettrico che permette di impostare la velocità di rotazione e la coppia massima che può essere raggiunta, seguendo le indicazioni del produttore di quel particolare tipo di sistema rotante.

Le caratteristiche del canale sagomato finale giocano un ruolo importante nella vita utile di uno strumento rotante. Ci sono in particolare due fattori che influenzano il risultato finale [10]:

- la parte attiva realmente coinvolta nel taglio;
- la profondità che può raggiungere lo strumento nel canale.

Come affermato in precedenza, più è piccola la porzione di parte attiva dello strumento direttamente coinvolta nel rimuovere la dentina, più basse saranno le sollecitazioni di torsione percepite dallo strumento. Per soddisfare tale requisito, è indispensabile adottare la tecnica *crown.down*. Per quanto riguarda il secondo fattore che influenza il risultato finale dello strumento, è ovvio sottolineare che più esso lavora in profondità nel canale, più la sua vita si riduce. Ciò si verifica ogni qual volta il canale è stretto e pieno di curvature, oppure se lo strumento lavora solo con la porzione più piccola della sua parte attiva (porzione apicale). A tale proposito, è opportuno ricordare l'importanza di non rimanere in uno stato stazionario con lo strumento all'interno del canale; una volta che si raggiunge l'apice, è necessario estrarre immediatamente lo strumento. Questo permette una distribuzione omogenea degli sforzi torsionali e flessionali nell'intera area di lavoro dello strumento [10].

E' stato osservato che anche l'esperienza dell'operatore è decisiva nel prevenire la frattura dello strumento rotante nel canale, il quale può inconsapevolmente applicare una pressione eccessiva nella porzione apicale. Questo porta alla generazione di un forte attrito tra i bordi taglienti dello strumento e le pareti canalari. Lo strumento rotante, in questo modo, viene soggetto a dei momenti torcenti non trascurabili, necessari a mantenere la velocità rotazionale dello strumento costante, con un conseguente accumulo di stress sulla superficie dello strumento e, in taluni casi, deformazione plastica che può portare a rottura. *Sattapan* e coautori [18] hanno dimostrato che le fratture per torsione (55,7 %) sono molto più frequenti rispetto a quelle per flessione (44,3 %) e si verificano a causa dell'operatore che applica una sovrappressione sullo strumento. *Blum* e coautori [19] invece hanno osservato che i

livelli di sforzo massimo si generano durante la fase di penetrazione dello strumento e non durante quella di estrazione.

Risulta fondamentale per non incorrere in una rottura dello strumento anche il metodo di utilizzo [10]. L'operatore senza esperienza tende generalmente ad esitare con lo strumento in rotazione all'interno del canale per troppo tempo. Come è stato sottolineato in precedenza, anche il movimento deve essere fluido nel momento sia nella fase di penetrazione che in quella di estrazione dello strumento all'interno del canale. Ciò porta a inutili sovraccarichi di stress che lo strumento accumula. Inoltre, se l'operatore mantiene lo strumento in rotazione in un canale con una curvatura accentuata, si crea un'area danneggiata nei pressi della sezione con il minimo raggio di curvatura, dove gli sforzi di flessione sono massimi. Secondo *Sattapan* e coautori [20], se lo strumento viene utilizzato con un leggero movimento avanti e indietro, gli stress che si vanno a creare sullo strumento nell'area apicale sono relativamente bassi anche in canali stretti, indipendentemente dalla dimensione e la conicità dello strumento. D'altro canto, l'operatore più esperto è in grado di sentire l'avanzamento dello strumento rotante nel canale e riesce conseguentemente a guidarlo correttamente applicando una pressione corretta e ad estrarlo immediatamente nel momento in cui raggiunge la lunghezza di lavoro voluta.

In alcuni casi, alcuni operatori tendono a inclinare il dispositivo rotante: in questo modo, si va a creare una curvatura sullo strumento al di fuori del canale, la quale fa sì che si verifichi un aumento del carico sulla porzione di strumento all'interno del canale. Anche in questo caso si manifesta un'intensificazione degli sforzi e un maggiore rischio di frattura dello strumento [10]. Occorre osservare anche quante volte possono accadere incidenti alla fine della sagomatura, durante l'ultimo passaggio con l'ultimo strumento. Può capitare che, a causa di un calo di concentrazione da parte dell'operatore, sapendo che lui/lei è agli sgoccioli del lavoro, non si attiene rigidamente alle regole e probabilmente esercita una pressione eccessiva sul dispositivo per terminare rapidamente il lavoro [10]. In particolare, *Yared* e coautori [15] raccomandano l'utilizzo degli strumenti rotanti seguendo alcune linee guida molto rigide: la pressione apicale che viene esercitata sullo strumento deve essere molto leggera, e il suo utilizzo all'interno del canale deve durare solo pochi secondi.

C'è da tenere anche in conto che l'operatore con più esperienza dovrà attentamente controllare, utilizzando un sistema di ingrandimento, che ogni strumento, dopo averlo usato, non solo sia in buone condizioni, ma deve anche capire più o meno il carico di lavoro che ha subito. Se una grande porzione di strumento è piena di residui dentinali, il lavoro portato avanti dallo strumento si può considerare considerevole. Se la porzione della parte attiva lavorante è la porzione apicale dello strumento, significa che lo strumento ha lavorato in un canale molto stretto e che il prezzo per allargarlo è stato abbastanza elevato in termini di stress accumulato,

dunque lo strumento ha consumato una buona quota parte della sua vita utile. La parte attiva dello strumento non sempre deve coincidere con la lunghezza del canale. Questo è particolarmente vero quando la complessità dell'anatomia del terzo apicale può favorire la frattura della punta e/o una incorretta sagomatura di questa importante porzione del canale radicolare [10].

Anche la scelta degli strumenti rotanti e della corretta sequenza operativa è necessario che venga modulata in base al particolare caso clinico.

1.3.4 Nuove frontiere

L'avvento delle leghe Ni-Ti ha permesso una totale rivoluzione nel mondo dell'endodonzia, grazie allo sviluppo di strumenti rotanti più evoluti e molto più performanti rispetto a quelli in acciaio, in quanto a efficienza di taglio e flessibilità. Tuttavia, come è già stato accennato, la resistenza agli stress di torsione e flessione rimane il loro più grande limite. Il fatto che essi ruotano continuamente e/o reciprocamente all'interno del canale radicolare implica la nascita di sollecitazioni sulla parte attiva lavorante, le quali possono portare a una frattura intraoperatoria della punta. Difatti, pur presentando ottime proprietà meccaniche, la lega Ni-Ti subisce un calo delle sue prestazioni dovuto al fatto che vengono accumulati gli stress a cui va incontro in condizioni operative.

Tuttavia, l'introduzione delle leghe Ni-Ti ha comunque prodotto notevoli benefici alla performance degli strumenti endocanalari rotanti e all'efficacia della terapia canalare:

- procedure operative più rapide e semplici: l'utilizzo di strumenti a conicità aumentata e la spiccata capacità di taglio ha permesso di ridurre notevolmente il numero degli strumenti e quindi i tempi della sagomatura, oltre al fatto che viene favorita la creazione di uno spazio endodontico che riproduce fedelmente il canale radicolare originale, riducendo apprezzabilmente gli errori;
- trattamento più efficace e prevedibile: l'impiego di strumenti a conicità aumentata (maggiori diametri) migliora la rimozione meccanica del contenuto nocivo e/o infiammato e al contempo anche l'efficacia di detersione e otturazione successive, le quali vengono semplificate se il canale è correttamente sagomato.

La necessità di migliorare le caratteristiche meccaniche di tali strumenti e renderli più sicuri ed efficienti ha portato col tempo al perfezionamento della geometria degli strumenti e al contempo, alla sperimentazione di diversi trattamenti termici in grado di cambiare la microstruttura della lega e anche la sua flessibilità.

Gli strumenti rotanti in Ni-Ti hanno subito continue evoluzioni in più di 30 anni dalla comparsa del primo strumento sul mercato nel 1992. Nel 2013, *Haapsala* ha

esaminato lo sviluppo degli strumenti in Ni-Ti e li ha suddivisi in cinque generazioni [9].

La prima generazione è apparsa negli anni '90 ed era rappresentata da *ProFile*, *LightSpeed* (*Lightspeed Inc, San Antonio, TX, USA*), *Quantec* (*Sybron Endo, CA, US*), *Greater Taper* (*Tulsa Dental Products, Tulsa, Okla*), e *Hero-642* (*Micro-Mega, Besançon, France*). L'obiettivo principale era perfezionare il design geometrico dello strumento, come la sezione trasversale e la forma delle scanalature, insieme a un'ottima rifinitura anche del bordo di taglio.

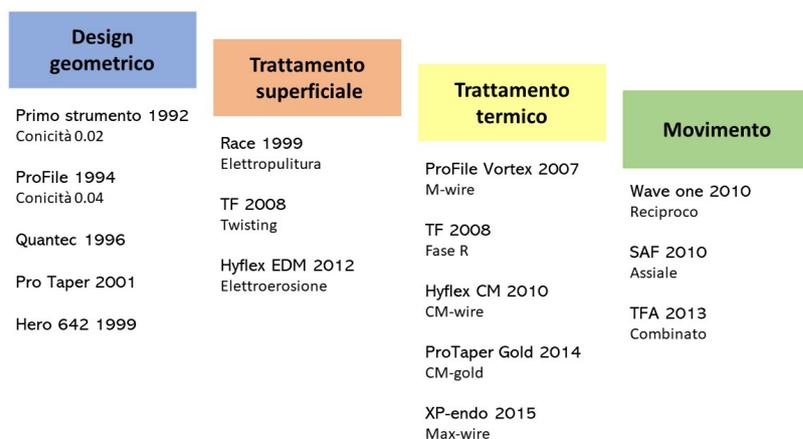


Figura 1.8: Schema rappresentativo dell'evoluzione degli strumenti rotanti nelle varie generazioni.

La seconda generazione è stata introdotta tra la fine degli anni '90 fino e gli inizi degli anni 2000; all'interno di questa categoria gli strumenti rotanti più rappresentativi erano *ProTaper Universal*, *K3* (*Sybron Endo, Orange County, CA, USA*), *Hero Shaper*, *BioRaCe* (*FKG Dentaire, La-Chaux-de Fonds, Switzerland*), e *EndoSequence* (*Brasseler, Savannah, GA, USA*). L'innovazione si focalizzava sullo sviluppo di particolari trattamenti superficiali, come l'elettropulitura o l'elettroerosione, con l'obiettivo di ridurre i difetti di produzione e aumentare l'efficienza di taglio [9]. Nel 2007, con l'avvento della lega Ni-Ti *M-Wire*, nasce una terza generazione di strumenti rotanti in Ni-Ti, dedicando particolare attenzione al materiale costituente la parte attiva dello strumento. Non molto tempo dopo sono stati sviluppati diversi tipi di lega come la lega a memoria controllata (*CM-wire*), la *R-phase*, la lega martensitica-austenitica elettropulita (*MaxWire*), la *Blue Wire* e la *Gold Wire*: questo passo in avanti ha aperto le porte a un rilevante miglioramento delle proprietà della lega, con particolare attenzione alla resistenza alla fatica e alla flessibilità. Dal momento che fino ad allora gli strumenti ruotavano con un movimento continuo,

dal 2008 in poi è stato sperimentato anche il movimento reciprocante, combinato e assiale, determinando la comparsa della quarta generazione di strumenti rotanti in Ni-Ti. All'interno di questa generazione si trovano gli strumenti reciprocanti *Reciproc* (VDW, Munich, Germany), *WaveOne* (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland), il sistema di strumenti a movimento assiale *SAF* (ReDent Nova, Ra'anana, Israel) e il sistema di strumenti *TF* (SybronEndo, Orange, CA, USA) che si muovono con un movimento combinato. Grazie all'avvento della quarta generazione, l'efficacia clinica è notevolmente migliorata in virtù del minor numero di strumenti utilizzati [9] (Figura 1.8).

Con l'avvento sul mercato degli strumenti *TF* della *Sybron Endo* è stato anche introdotto il processo di produzione per torsione, il quale ha prodotto importanti novità riguardo al processo produttivo di tali strumenti. Questo processo di fabbricazione prevede un trattamento termico iniziale seguito da processi di rifinitura brevettati, i quali consentono di avere un controllo delle fasi e delle proprietà finali della lega. In questo modo, da un filo di Ni-Ti si ottiene lo strumento endocanalare finale, senza passare da processi di molatura o intaglio [9]. In figura 1.9 è riportata un'immagine al SEM di uno strumento prodotto per torsione, mentre in figura 1.10 uno strumento che ha subito operazioni di molatura in superficie in modo da ottenere la geometria finale.

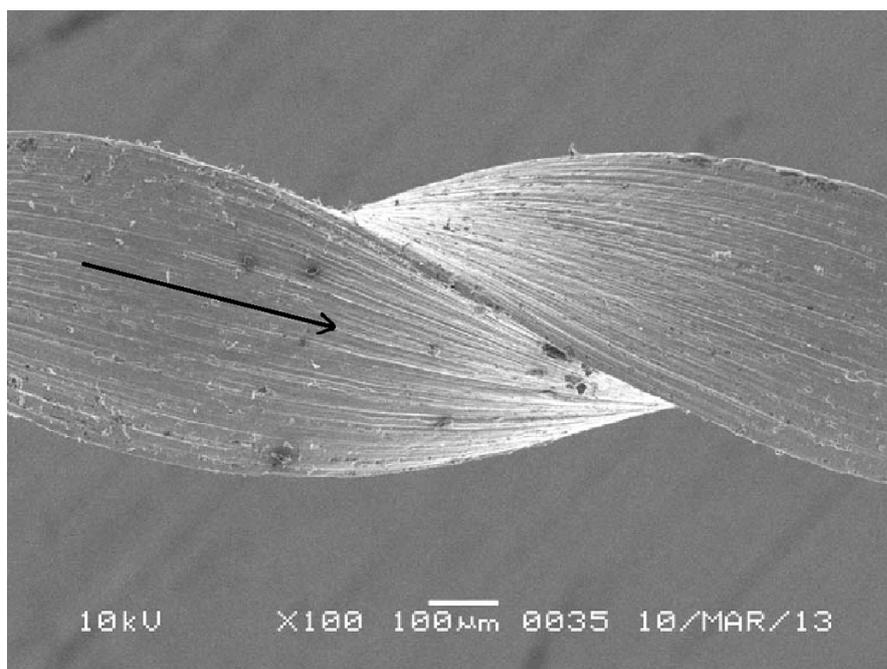


Figura 1.9: Immagine al SEM della superficie di uno strumento endodontico in Ni-Ti prodotto per torsione, è possibile apprezzare che la direzione delle striature metalliche è in senso assiale [21].

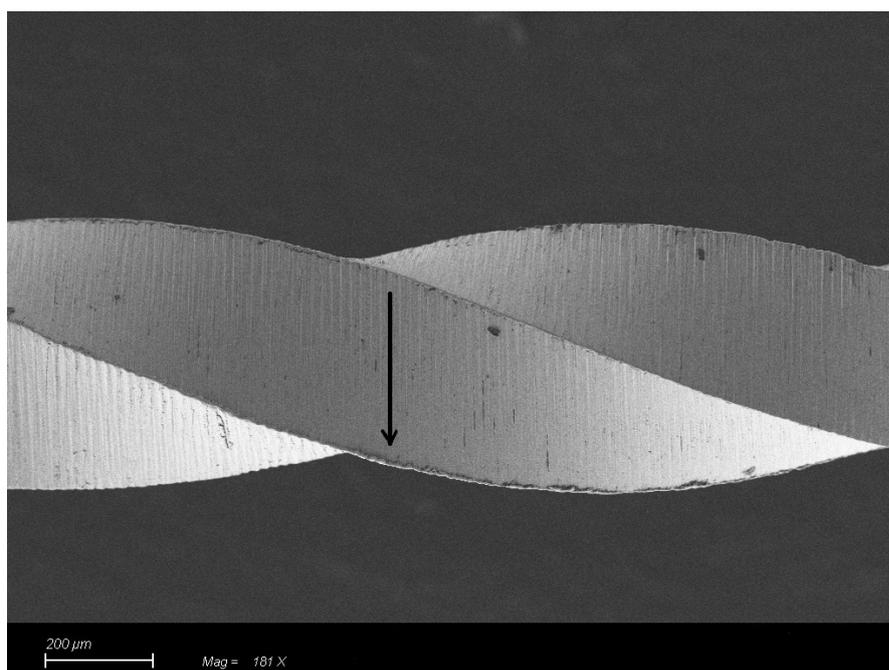


Figura 1.10: Immagine al SEM della superficie di uno strumento endodontico in Ni-Ti prodotto per molatura, è possibile apprezzare che la direzione delle striature metalliche è in senso trasverso.

Con l'obiettivo di ottenere *performance* migliori, come prerequisito gli strumenti rotanti in Ni-Ti devono possedere elevata rigidezza torsionale (la quale implica una migliore efficienza di taglio e una riduzione del rischio di cedimento a flessione) ed elevata flessibilità (per adattarsi alle diverse morfologie del canale radicolare), così da ridurre i danni a fatica ed evitare fenomeni di trasporto canalare. Col tempo, tali strumenti hanno subito numerose modifiche geometriche, soprattutto nella forma della sezione trasversale e nella profondità delle scanalature. In più, con il continuo sviluppo della tecnologia metallurgica, i produttori sono intervenuti sulle proprietà fisiche della lega, provando a cambiarne la microstruttura e le fasi presenti. Per conseguire questo risultato sono stati eseguiti specifici trattamenti termici, sottoponendo il materiale della parte attiva a un ciclo di riscaldamento e raffreddamento con temperature e tempi idonei a far cambiare la microstruttura della lega, in modo tale da renderlo più flessibile e meno superelastico [9].

Così dal 2010 in poi, si assiste alla comparsa degli strumenti di quinta generazione, i quali possiedono conicità progressive, una sezione eccentrica e trattamenti termici specifici: tra i più diffusi troviamo gli strumenti *ProTaper Next* (*Dentsply Sirona, US*), *Revo-S* (*Micro-Mega, Besançon, France*), *OneShape* (*Micro-Mega, Besançon, Franc*) e *ProTaper Ultimate* (*Dentsply Sirona, US*) [9].

Capitolo 2

Le leghe Ni-Ti in endodonzia

2.1 Cenni storici

La lega Ni-Ti è un composto intermetallico equiatomico o quasi composto da Nichel e Titanio. Venne scoperta agli inizi degli anni 60 dal giovane scienziato *William Buehler* (Figura 2.1) e dai suoi collaboratori del *Naval Ordinance Laboratory* negli USA. *Buehler* era un metallurgista a quell'epoca e lavorava ad un progetto per lo sviluppo di un'ogiva del missile *Polaris*, il cui compito principale era quello di proteggere il missile dal calore che si genera durante il rientro nell'atmosfera terrestre. *Buehler* definì tale progetto "noioso" e sperava che qualcosa di "interessante" venisse fuori, e difatti è ciò accadde davanti a molte facce incredule. *Buehler*, con molta curiosità, studiò le leghe binarie come possibili materiali per realizzare tale ogiva. Egli selezionò più di 60 tipi di leghe per ulteriori esami da un libro intitolato "*Constitution of Binary Alloys*", tra cui la lega Nichel-Titanio. Nel 1959, mentre preparava i lingotti per i test, fece cadere intenzionalmente uno dei lingotti già raffreddati sul pavimento, sperando che si sentisse un rumore tipo uno scampanio, indice che il materiale aveva le proprietà da lui desiderate. Tuttavia, nel momento in cui il lingotto cadde a terra, si sentì un tonfo sordo, come se fosse attutito. Ipotizzando che il lingotto fosse pieno di difetti interni, *Buehler* ne fece cadere un altro che non si era ancora raffreddato del tutto, il quale produsse un rumore simile ad uno scampanio. Tuttavia, una volta che il lingotto veniva raffreddato, produceva nuovamente un effetto sonoro smorzato, proprio come nel primo caso. Questo era l'indizio che tale lega era chiaramente una lega binaria, e che questo marcato cambiamento di smorzamento acustico era correlato a un importante cambiamento strutturale dal punto di vista atomico. *Buehler* chiamò tale lega Nitinol, da *Nickel-Titanium Naval Ordinance Laboratories* (Ni per Nichel, Ti per Titanio e Nol per *Naval Ordinance Laboratories*). Tuttavia, solo nel 1961 venne scoperta una delle proprietà peculiari di tale lega [16].



Figura 2.1: William Buehler, l'inventore del Nitinol [22].

Buehler fece numerosi test per capire e determinare la vita a fatica della lega flettendo una striscia avente una forma simile a una fisarmonica, più e più volte. Il suo progetto fu sottoposto a numerosi controlli e, un giorno, mentre il tecnico di *Buehler* stava presentando le proprietà di resistenza a fatica davanti agli alti funzionari, uno dei presenti riscaldò il Nitinol con un accendino e rapidamente esso si raddrizzò [16].

La scoperta di un materiale in grado di generare energia meccanica sotto effetto di calore a bassa temperatura ebbe ripercussioni su tutta la comunità scientifica. Numerosi scienziati iniziarono a sperimentare come costruire motori con il Nitinol che possono trasformare energia a basso potere calorifico in energia ad alto potere calorifico che può essere usata per compiere lavoro. Si ebbe il culmine alla *Nitinol Heat Engine Conference*, ospitata dalla *Naval Surface Weapons Center* nel 1974 [16].

Alla *Nitinol Heat Engine Conference*, la *NSWC* riunì insieme i migliori scienziati che lavoravano con il Nitinol per discutere i risultati e per capire cosa si bisognasse fare per far sì che le macchine termiche in Nitinol possano diventare realtà [16].

Durante quegli anni, l'attività che riguarda il Nitinol sembrò quasi esaurirsi e scomparire. Prima della conferenza, i ricercatori che si occupavano del Nitinol parteciparono a noti canali di notizie come la *BBC* o la *CNN*; tuttavia, dopo la conferenza, le principali reti televisive per oltre vent'anni davano pochissima importanza a tale lega. Ciò ha portato nel tempo alla nascita di tutta una serie di teorie complottiste che classificavano il Nitinol come un materiale top secret utilizzato per esperimenti governativi o come una tecnologia aliena scoperta con

l'incidente di *Roswell* [16].

Tuttavia, la realtà è molto diversa. Dietro le scene, gli scienziati dei materiali lavoravano duramente per capire come funzionava il Nitinol. La volta dopo che il Nitinol apparve in pubblico non ci si riferiva a questo materiale con questa accezione, ma veniva definito titanio semplice. Ovviamente, si trattava di un termine improprio dato che il Nitinol conteneva un quantitativo leggermente superiore di Nichel e non di Titanio. In questo caso, non venne neanche mostrato l'effetto di memoria di forma della lega, nonostante il pubblico era entusiasta della volta precedente. Infatti, questo materiale era completamente diverso ed è stato pubblicizzato sotto il nome commerciale di *Flexon* dalla compagnia *Marchon Eyewear* [16].

Il prodotto, che fu immesso nel mercato nel 1995, era insolito in quanto si poteva piegare attraverso distorsioni molto importanti e ritornava semplicemente alla sua forma originale una volta rilasciato lo sforzo. Nel momento in cui *Nike* iniziò ad usarlo nella loro linea di occhiali *Vision*, gli atleti cominciarono a comprarli ovunque, dato che, avendo uno stile di vita molto attivo, la rottura degli occhiali era all'ordine del giorno: ci si poteva addirittura sedere sopra o intenzionalmente provare a fletterli ma essi ritornavano sempre alla loro forma naturale. Questi occhiali potevano sottostare a tali sollecitazioni di continuo, apparentemente per sempre. Le persone che rompevano gli occhiali ogni sei mesi da quel momento avrebbero potuto passare diversi anni su una singola montatura. I telai sono stati definiti "superelastici" [16].

Quando fu scoperto il Nitinol superelastico, non passò molto tempo che i medici chirurghi iniziarono ad utilizzarlo sulle persone. Una delle prime applicazioni fu per la realizzazione di stent vascolari in quanto era possibile piegare lo stent in modo tale che potesse essere inserito nelle vene dei pazienti. Una volta inserito, tale materiale poteva resistere a deformazioni severe e durare più dell'acciaio inossidabile, grazie alla sua elevata resistenza allo schiacciamento e la buona stabilità radiale [16].

Gli stent superelastici in Nitinol erano in grado di subire una deformazione del 30 % con un'aspettativa di vita di cicli a rottura superiore a 10.000.000. L'acciaio inossidabile, invece, poteva sopportare una deformazione di appena lo 0,5 % con una vita a fatica di circa 1 milione di cicli. Ciò ha permesso di considerare gli stent intravascolari qualcosa di permanente, senza che ci fosse mai la necessità di sostituirli [16].

L'unica perplessità che affliggeva la comunità medica ruotava attorno al problema che il Nitinol contenesse oltre il 50 % di Nichel, il che avrebbe rappresentato un problema per le persone allergiche a tale elemento. Naturalmente, se una quantità sufficiente di nichel si dissolvesse dal Nitinol e nel flusso sanguigno potrebbe potenzialmente causare enormi problemi ai pazienti. Fortunatamente, i ricercatori hanno tempestivamente scoperto che la biocompatibilità della lega Ni-Ti è molto elevata, il che garantiva libertà ai medici di impiantarli nei pazienti in qualsiasi modo ritengano opportuno. Da allora, la lega Ni-Ti ha sostituito le altre leghe in

quasi tutti i tipi di impianti nel corpo umano. I ricercatori hanno scoperto che è un ottimo materiale per la sostituzione dell'anca perché il fenomeno superelastico smorza le vibrazioni causate dalla deambulazione, prolungando notevolmente la vita utile di una protesi articolare. A causa dell'ottima biocompatibilità del Nitinol, il settore medico ne risulta il più grande consumatore al mondo. Il secondo maggior consumatore di Nitinol è invece l'industria degli occhiali [16].

2.2 Composizione chimica

Oggi giorno, il materiale sicuramente più indicato che viene utilizzato per la fabbricazione di strumenti endocanalari risulta la lega Ni-Ti con una composizione chimica corrispondente alla concentrazione atomica stechiometrica degli elementi nella fase intermetallica NiTi (Figura 2.2), con la minor concentrazione possibile di altri elementi, i quali giocano solamente il ruolo di impurezze e riducono le proprietà fisiche del materiale e dello strumento rotante fatto di quel materiale [23].

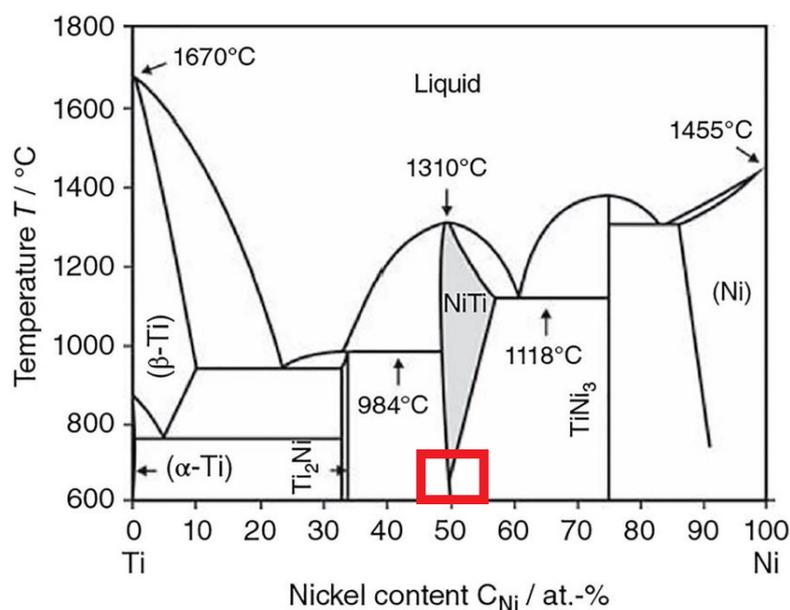


Figura 2.2: Diagramma di fase Ni-Ti [29].

Molto spesso, per la costruzione di strumenti endocanalari, viene utilizzata una lega contenente il 56 % di Nichel e il 44 % di Titanio (in peso), anche se questa non è l'unica composizione lega utilizzata per questo scopo [23].

Tuttavia, va sottolineato che anche piccole variazioni della composizione chimica della lega, sempre all'interno delle concentrazioni definite dagli standard [24], possono causare dei cambi significativi delle proprietà funzionali degli strumenti

endocanalari e altri dispositivi medici in Nitinol. Le leghe Ni-Ti prodotte industrialmente contengono tra il 25 e il 50 % di Titanio e tra il 50 e il 75 % di Nichel [23]. Una composizione tipica secondo la norma ASTM 2063 prevede il 55.75 % di Nichel, lo 0.038 % di Carbonio, lo 0.04 % di Ossigeno e lo 0.012 % di Ferro, non più dello 0.005 % di Cu, Co, Cr, H, Nb, e il resto è Titanio [25]. In queste leghe, il nichel e il titanio sono presenti in concentrazioni atomiche stechiometriche corrispondenti alla fase intermetallica NiTi e vengono solitamente classificate secondo la concentrazione in peso del nichel, come ad esempio Nitinol 55 o Nitinol 60 [25]. In alcuni casi, è anche possibile una sostituzione parziale del nichel con il cobalto, ma con una concentrazione in peso non superiore al 2 % [26]. Il processo di produzione è anche essenziale, in quanto aumentando la purezza dei materiali di partenza viene ridotta la presenza di inclusioni non metalliche e vengono migliorate le proprietà a fatica [27, 28].

A conferma di questo fatto, *Launey* e coautori [27] hanno esaminato la resistenza flessionale a fatica di due leghe Ni-Ti, una "standard" e una "ad elevata purezza", prodotte entrambe attraverso *Vacuum Arc Remelting* (VAR). La composizione chimica e la distribuzione delle inclusioni sono state valutate sul materiale massivo in conformità con la norma ASTM F2063 [24], come mostrato in figura 2.3.

		Standard	High Purity	ASTM requirement (ASTM F2063-12)
Chemical composition (wt%)	Nickel	55.6	56.0	54.5-57.0
	Titanium	Balance	Balance	Balance
	Oxygen+nitrogen	0.0252	<0.0060	≤ 0.050
	Carbon	<0.0020	<0.0020	≤ 0.050
	Aluminum	<0.0057	<0.0050	-
	Cobalt	<0.0050	<0.0050	≤ 0.050
	Copper	<0.0050	<0.0050	≤ 0.010
	Chromium	<0.0050	<0.0050	≤ 0.010
	Hydrogen	0.0015	0.0012	-
	Iron	<0.0050	<0.0050	≤ 0.050
	Manganese	<0.0050	<0.0050	-
	Molybdenum	<0.0050	<0.0050	-
	Niobium	<0.0050	<0.0050	≤ 0.025
	Silicon	<0.0025	<0.0025	-
	Sulfur	<0.0010	<0.0010	-
	Tin	<0.0100	<0.0100	-
	Tungsten	<0.0050	<0.0050	-
	Transformation temperature*	A _f (°C)	-12	-11
Non metallic inclusion/porosity	Longitudinal length (µm)	35	17	≤ 39
	Area fraction (%)	1.01	0.28	≤ 2.8

* Measured by Differential Scanning Calorimetry (DSC) in accordance with ASTM F2004 (ASTM F2004-05).

Figura 2.3: Confronto della composizione chimica e delle inclusioni di una lega Ni-Ti "standard" e "ad elevata purezza" con i requisiti della normativa ASTM F2063-12 [27].

La differenza principale tra questi materiali è il contenuto di ossigeno inferiore nella lega Ni-Ti ad elevata purezza, che si traduce in una minore lunghezza massima e una ridotta area in frazione delle inclusioni non metalliche. Tutte altre caratteristiche sono praticamente identiche. Si deve anche sottolineare che il contenuto di nichel è leggermente superiore nel Nitinol a elevata purezza. Siccome le impurezze

(carbonio e ossigeno) sono molto affini al titanio della matrice, la lega a più elevata purezza con il suo contenuto di ossigeno inferiore deve avere un contenuto di nichel più elevato per creare lo stesso rapporto relativo di nichel:titanio nella matrice. I materiali massivi da testare sono stati convertiti da *NDC (Fremont, California, USA)* in un filo con un diametro finale di 0,52 mm. Nel tentativo di impartire una dimensione dei grani e una densità di dislocazioni nominalmente identiche, entrambe le bobine di filo sono state esposte a un programma di trafilatura identico. I campioni sono stati poi testati ciclicamente a trazione, con una deformazione media del 3 %. E' stato constatato che la maggior concentrazione di inclusioni non metalliche nella lega standard determina una resistenza a fatica notevolmente inferiore (Figura 2.4) rispetto alla lega a più elevata purezza. In particolare, la lega standard presenta una ampiezza di deformazione a rottura (10^7 cicli) dello 0,5 %, mentre la lega a elevata purezza ha un'ampiezza di deformazione a rottura all'incirca del 2.5 % [27].

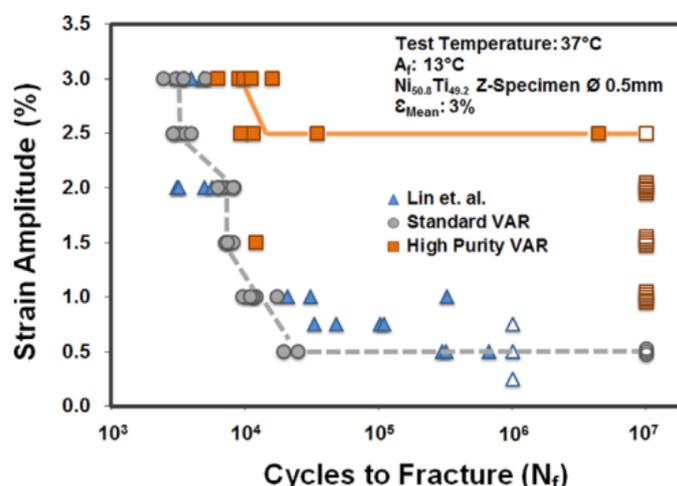


Figura 2.4: Evoluzione dell'ampiezza massima di deformazione in funzione dei cicli a rottura per una lega standard e una ad elevata purezza [27].

Anche se i due materiali ricadono all'interno dei requisiti indicati dalla norma ASTM [25], entrambi differiscono indubbiamente in maniera sostanziale nella struttura e nelle proprietà. Nella lega standard, la presenza di inclusioni non metalliche (molto probabilmente $Ti_4Ni_2O_x$) nei pressi della superficie è la principale causa della generazione di tutte le cricche che porterebbero poi a rottura del materiale.

Data la forte affinità tra il titanio, l'ossigeno e il carbonio, nasce la necessità di minimizzare le inclusioni non metalliche. E' chiaro dunque che il processo produttivo delle leghe Ni-Ti risulta di vitale importanza nell'ottica di ottenere un materiale finale con le proprietà più simili a quelle desiderate. In più, è anche imprescindibile

ottenere una lega con una precisa composizione chimica che sia stabile nel tempo. Nonostante l'elevata affinità del titanio per l'ossigeno, prevenire l'ossidazione del titanio ha anche lo scopo di prevenirne una variazione incontrollata del rapporto tra le concentrazioni atomiche di nichel e titanio, dovuto al coinvolgimento degli atomi nelle reazioni con l'ossigeno. Durante la produzione di leghe Ni-Ti, è fondamentale utilizzare materiali di partenza con una elevata purezza, ad esempio contenenti il 99.99 % in peso di Nichel e il 99.8 % in peso di Titanio, in modo tale da ridurre la quantità di inclusioni non metalliche e migliorare le proprietà a fatica [23].

2.3 Processi produttivi

Dalla precedente osservazione risulta evidente che lievi variazioni nella composizione chimica della lega entro le concentrazioni consentite dalle norme possono causare cambiamenti significativi nelle proprietà funzionali degli strumenti endocanalari in Ni-Ti. Le tecnologie per la produzione di strumenti per il trattamento dei canali radicolari in lega Ni-Ti dovrebbero garantire la massima resistenza alla trazione possibile, assicurata dalla composizione stechiometrica della lega, e una significativa flessibilità, responsabile dell'elevata resistenza alla fatica. L'insieme di queste proprietà garantiscono agli strumenti rotanti la possibilità di operare anche in canali che presentano curvature importanti [23].

La fabbricazione di strumenti endocanalari in Nitinol è più complessa rispetto a quella di strumenti in acciaio inossidabile dato che è difficile realizzarli per torsione. Dato che si vuole raggiungere una certa flessibilità, e considerata la resistenza che tale lega oppone alla deformazione plastica in un intervallo di deformazione relativamente ampio, bisogna essere consapevoli che un tentativo di conferire le caratteristiche geometriche volute in modo efficace attraverso la torsione, molto probabilmente porterebbe allo scarto dello strumento prima della fine del processo tecnologico. Per questo motivo la forma e le caratteristiche geometriche dello strumento sono garantite dalla fresatura e dalla successiva rettifica (molatura), attraverso l'asportazione delle varie irregolarità della superficie, con tutti gli effetti negativi risultanti sulla tenacità a frattura, sull'efficienza di taglio e sulla resistenza alla corrosione [23].

Le leghe Ni-Ti commerciali possono essere prodotte attraverso processi di fusione e colata o tramite metodi innovativi basati sulla metallurgia delle polveri, i quali non sono ancora sfruttati dal punto di vista industriale dato che sono ancora in via di sperimentazione. In Figura 2.5 è rappresentato uno schema dei vari processi di produzione delle leghe Ni-Ti.

Esistono anche altri metodi di produzione del Nitinol ma non hanno importanza industriale, come la fusione ad arco plasma, la fusione per induzione e la fusione tramite fascio elettronico in quanto non sono commercialmente praticabili [23].

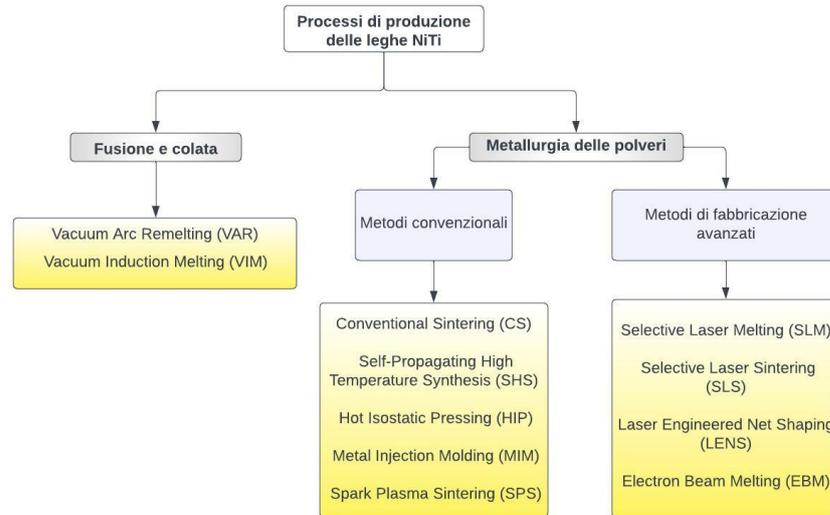


Figura 2.5: Classificazione dei metodi di produzione di una lega Ni-Ti.

Una volta prodotta, la lega viene sottoposta a vari processi prima che il filo finito possa essere lavorato per la creazione di uno strumento endocanalare. Essenzialmente, il pezzo colato viene forgiato in una pressa che presenta una forma cilindrica, prima di essere trasformato in un filo attraverso una tecnologia chiamata "*rotary swaging*" o rotoformatura, la quale prevede l'inserimento del cilindro in degli stampi che ruotano e pressano il pezzo generando una diminuzione del suo diametro. Il filo viene poi laminato per ottenere una forma conica, applicando una pressione uniforme attraverso una serie di rulli. Durante la fase di costruzione, vengono eseguiti altri processi sul filo laminato, tra cui la trafilatura del filo su un cono, la ricottura del filo, la decalaminazione (in modo tale da poter rimuovere lo strato di ossido formatosi durante le lavorazioni a caldo) e un'ulteriore trafilatura seguita da ripetuti processi di ricottura con il filo in configurazione diritta. Questa fase è seguita da un'ulteriore trafilatura al fine di ottenere una voluta sezione trasversale del filo, ad esempio creando una sezione rotonda, quadrata o oblunga prima di un processo di pulizia e condizionamento. Il filo finito viene immagazzinato su delle bobine prima della lavorazione superficiale [47]. Questo processo è illustrato nella figura 2.6.

2.3.1 Fusione e colata

Tra i processi di fusione e colata, i quali vengono sempre condotti in atmosfera inerte in modo tale da minimizzare la formazione di inclusioni non metalliche, quelli

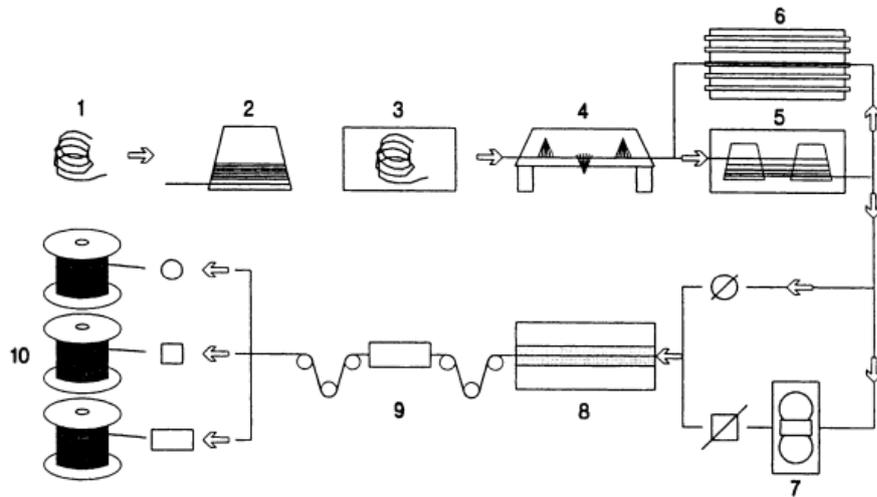


Figura 2.6: Rappresentazione schematica della produzione di un filo in lega Ni.Ti. (1) Filo dopo "rotary swaging", (2) Trafilatura, (3) Ricottura, (4) Decalamazione, (5) Trafilatura fine, (6) Ricottura, (7) Trafilatura per ottenere la sezione trasversale voluta, (8) Pulizia, (9) Condizionamento, (10) Avvolgimento del filo su bobine [47].

adottati per le leghe Ni-Ti utilizzate per la produzione di strumenti endocanalari sono:

- *Vacuum Arc Remelting (VAR)*;
- *Vacuum Induction Melting (VIM)*;
- Un processo ibrido tra i due che prevede dapprima la produzione di un lingotto attraverso VAR, il quale viene successivamente sottoposto a un trattamento VIM.

E' stato dimostrato che il processo VIM rappresenta la tecnologia di lavorazione più vantaggiosa per ottenere un prodotto di elevata qualità [23]. Questi processi di fabbricazione delle leghe Ni-Ti garantiscono un quantitativo minimo di inclusioni non metalliche, il che permette un incremento della resistenza a fatica, sebbene Launey e altri [27] indichino che nella lega Ni-Ti a elevata purezza prodotta con il metodo VIM ci siano più inclusioni (sia di ossidi che di carburi) rispetto al metodo VAR. La dipendenza della resistenza a fatica dalla dimensione e dalla distribuzione delle inclusioni non metalliche è stata confermata nel lavoro portato avanti da *Rahim* e coautori [28].

Vacuum Arc Remelting (VAR)

Nella tecnologia di fusione VAR si ha la generazione di un arco elettrico tra il cilindro di materiale di partenza e il fondo di una siviera in rame raffreddata ad acqua, il tutto sottovuoto [30]. Il lingotto fonde e risolidifica sul fondo. In figura 2.7 è rappresentato uno schema del processo VAR.

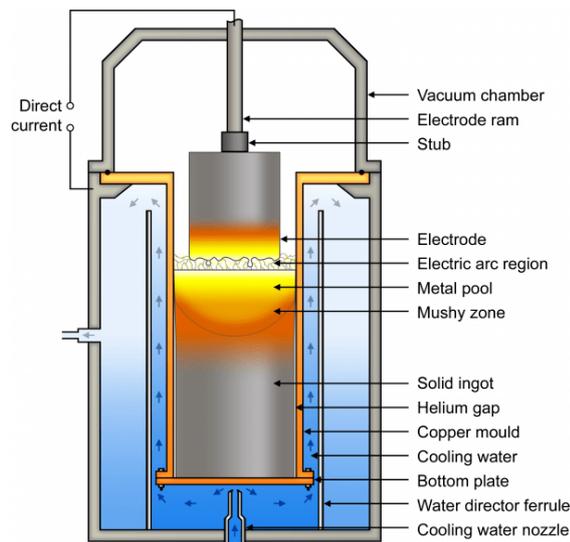


Figura 2.7: Processo di produzione VAR [33].

La fusione e la risolidificazione vengono effettuate in crogiolo di rame raffreddato ad acqua e quindi viene evitata la contaminazione dal crogiolo. I lingotti VAR sono generalmente di elevata purezza e non contengono più di 200 ppm di carbonio. Tuttavia, la fusione è limitata ad una piccola zona e quindi il lingotto manca di omogeneità chimica. Pertanto, di solito è necessario fondere più volte il lingotto per avere una omogeneità chimica accettabile. A volte si adotta il processo ibrido dove il VIM è seguito dal VAR per ottenere lingotti con maggiore omogeneità [53].

Vacuum Induction Melting (VIM)

Questo processo prevede l'applicazione di campi magnetici alternati allo scopo di fondere il materiale di partenza, sempre all'interno di un crogiolo dove viene creato il vuoto e viene fatto fluire azoto. Nel processo VIM, le forze elettrodinamiche che si generano determinano un'eccellente agitazione della massa fusa, garantendo una maggiore omogeneità chimica e microstrutturale nel lingotto. Come accennato precedentemente, il carbonio è altamente solubile nel nichel e ha un'alta affinità nei confronti del titanio. Dato che generalmente viene utilizzato un crogiolo in grafite,

il principale svantaggio del processo per VIM è la contaminazione da carbonio del lingotto [34].

2.3.2 Lavorazione superficiale

Il Nitinol è un materiale difficile da deformare plasticamente, quindi è praticamente soggetto solo a lavorazioni a caldo, compresa la laminazione, la pressatura, l'imbutitura e l'estrusione. Gli strumenti endocanalari in Ni-Ti sono costituiti da fili prodotti per trafilatura o estrusione. La lavorazione per asportazione di truciolo viene eseguita con l'utilizzo di utensili realizzati in carburi sinterizzati.

Tra i vari metodi di lavorazione non tradizionali, a parte la molatura, è anche possibile utilizzare tecnologie di lavorazione laser, di elettrolucidatura ed elettroerosione [31].

Elettrolucidatura ed elettroerosione

Il processo di elettrolucidatura, noto anche come trattamento superficiale elettrochimico, prevede la deposizione galvanica di ioni metallici sulla superficie di un oggetto con l'obiettivo di ridurre le irregolarità della superficie negli strumenti metallici. Questo metodo è stato utilizzato per la prima volta per la produzione di strumenti rotanti in Ni-Ti da *FKG* nel 1999. Gli strumenti Ni-Ti torniti meccanicamente vengono immersi in un bagno elettrolitico che causa una reazione di ossidoriduzione, con la formazione di uno strato di ossido uniforme sulla superficie degli strumenti [9]. È stato dimostrato che l'elettrolucidatura (EP) [32]:

- migliora la rugosità superficiale;
- garantisce brillantezza;
- promuove la rimozione di cricche superficiali e tensioni residue;
- migliora l'efficienza della preparazione dei canali radicolari;
- garantisce un miglior angolo di deflessione durante la preparazione del canale radicolare;
- migliora la resistenza alla corrosione.

L'elettrolucidatura ha un effetto benefico sulla resistenza a frattura degli strumenti endodontici in lega Ni-Ti, migliorandone la vita a fatica rispetto a strumenti non trattati. Non ci sono prove riguardo alla capacità di questo trattamento di bloccare la propagazione delle cricche o di aumentare il torque massimo sopportabile rispetto a strumenti endodontici non elettrolucidati. La magnetoelettrolucidatura è

una variante dell'elettrolucidatura, che differisce per l'applicazione di un campo magnetico costante (MEP), ed è stato appurato che è una tecnologia particolarmente vantaggiosa, poichè garantisce un aumento della resistenza a fatica.

Diversi studi hanno rivelato che la presenza di microcricche, trucioli superficiali e segni della lavorazione di fresatura superficiali possono essere ridotti con l'elettrolucidatura [59].

Un altro processo innovativo è la lavorazione per elettroerosione (EDM). Il primo strumento rotante lavorato superficialmente per elettroerosione è l'*Hyflex EDM*, il quale presenta una superficie unica che migliora efficacemente la resistenza alla frattura e l'efficienza di taglio [32]. Come verrà approfondito successivamente, risulta particolarmente vantaggioso combinare questa tecnologia per lavorare una particolare tipologia di lega Ni-Ti nota come *CM-wire*.

L'EDM è un trattamento sottrattivo, implementato da *Coltène/Whaledent Inc., Cuyahoga Falls, OH, USA* dopo l'anno 2011, che consente una rimozione precisa e senza contatto del materiale mediante scariche elettriche pulsate, eliminando ogni sollecitazione meccanica. La ionizzazione del liquido dielettrico in cui avviene il processo si verifica dopo aver ottenuto uno spazio sufficientemente piccolo tra il materiale processato e l'elettrodo, a condizione che entrambi questi elementi siano elettricamente conduttivi. Successivamente, piccole particelle dell'oggetto lavorato evaporano sotto l'influenza di scariche elettriche e dopo la solidificazione nel liquido dielettrico, vengono lavate via [23] (figura 2.8).

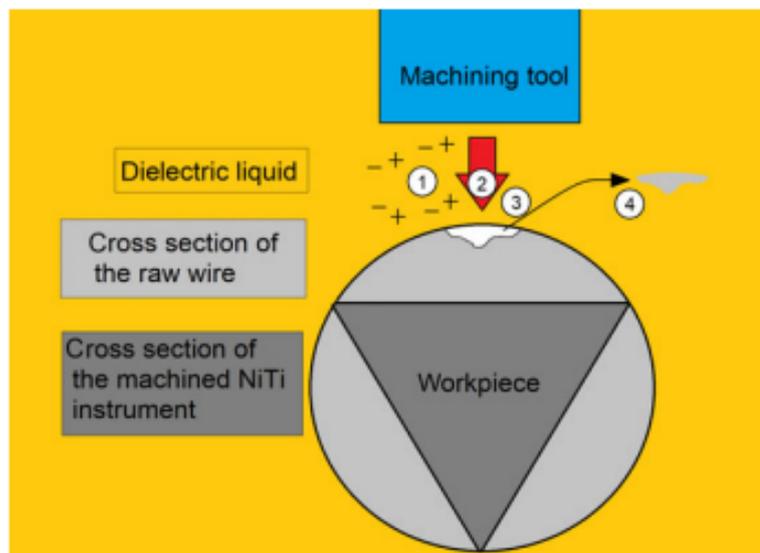


Figura 2.8: Lavorazione per elettroerosione. (1) Ionizzazione del del liquido dielettrico (2) Scarica elettrica (3) Vaporizzazione di una piccola particella (4) Risolidificazione. [32].

È possibile riutilizzare strumenti endodontici che hanno subito questo trattamento senza cambiamenti significativi nella qualità della loro superficie. In particolare, la qualità della loro superficie dopo la sagomatura di canali fortemente curvi, è fortemente influenzata dal tipo di materiale utilizzato. E' stato dimostrato che si ha un vantaggio notevole utilizzando *Hyflex EDM*, in quanto la sua rugosità superficiale dopo la sagomatura non cambia di molto come nel caso dell'*Hyflex CM* [23].

Come sottolineato nel lavoro di *Dobrzanski* e coautori [23], non ci sono prove convincenti che dimostrino un miglioramento delle proprietà di taglio degli utensili *Hyflex EDM* rispetto ad altri utensili realizzati in lega Ni-Ti. La durezza e la durata a fatica degli strumenti realizzati attraverso EDM sono maggiori; allo stesso tempo, il torque da superare per avere rottura è inferiore, non solo rispetto a *Hyflex CM*, ma anche rispetto agli strumenti in lega Ni-Ti convenzionale e in lega *M-Wire*, le cui composizioni di fase verranno descritte più avanti.

2.4 Microstruttura e trasformazioni di fase

La lega Ni-Ti è un composto binario intermetallico ed equiatomico le cui caratteristiche meccaniche la rendono diversa da qualsiasi altra lega (come ad esempio l'acciaio) in passato utilizzata per la produzione di strumenti rotanti endocanalari [4]. Nella microstruttura di questo materiale si possono distinguere tre diverse fasi microstrutturali:

- Austenite, che ha una struttura cristallina ad alta simmetria solitamente basata su un reticolo cubico, ed è stabile ad alta temperatura;
- Martensite, la quale ha una struttura cristallina con simmetria inferiore, è più duttile e più stabile a basse temperature;
- Fase R o romboidale, che è la fase di transizione fra le due precedenti, con una diversa configurazione cristallografica (può esistere in varie forme "intermedie") e con un diverso orientamento dei cristalli.

La struttura ordinata B2 dell'austenite può essere vista come due semplici reticoli cubici compenetranti rispettivamente di Ni e Ti (spesso viene erroneamente chiamato reticolo cubico a corpo centrato, che sarebbe accurato solo se il materiale fosse monoatomico). La martensite ha una struttura cristallina B19' ordinata, dove B19 identifica la struttura ortorombica risultante da deformazioni normali disuguali rispetto alle direzioni $\langle 100 \rangle$ della struttura austenitica, e l'apostrofo (') indica che il reticolo è stato ulteriormente distorto da una deformazione di taglio, con conseguente simmetria monoclinica [54] (figura 2.9).

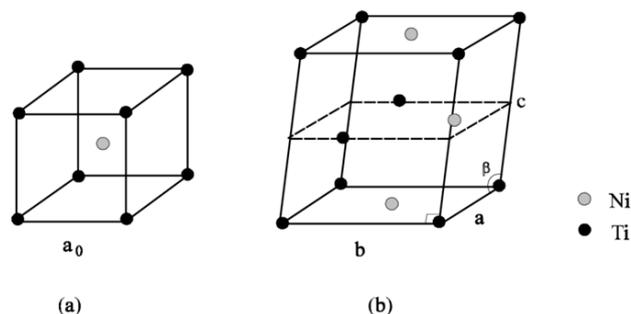


Figura 2.9: Le due principali strutture cristalline delle leghe Ni-Ti: (a) struttura cubica B2 dell'austenite; (b) struttura monoclinica B19' della martensite, con $\beta = 96.8^\circ$ [54].

L'austenite (fase generatrice) è più stabile alle alte temperature, mentre la martensite è stabile a più basse temperature, ed entrambe sono le principali strutture cristalline della lega Ni-Ti. La temperatura di trasformazione delle due fasi può variare: ad esempio, nelle leghe Ni-Ti convenzionali è una temperatura compresa tra 16–31 °C.

In determinate condizioni (ad esempio se si opera un invecchiamento a temperature intorno ai 300-400 °C per favorire la precipitazione della fase Ti_3Ni_4 , se si effettua una sostituzione con un terzo elemento come il ferro o l'alluminio o se la lega subisce un trattamento termico dopo lavorazione a freddo), prima della trasformazione in martensite, viene stabilizzata la fase R. La fase R può formarsi in un intervallo molto piccolo di temperatura e le sue proprietà differiscono dalle altre fasi presenti in particolare per il modulo di Young, inferiore rispetto a quello dell'austenite (circa 80–90 GPa) e della martensite (circa 30–40 GPa) [32]. La generazione di questa fase implica una distorsione romboedrica della struttura B2 come si nota nella figura 2.10, dove vengono ignorate le complesse strutture di impilamento che si verificano effettivamente nel superreticolo.

La fase austenitica è più resistente e rigida rispetto alla martensite, la quale a sua volta presenta carico di snervamento e modulo elastico inferiori. Ciò dimostra che la martensite può essere facilmente deformata a basse sollecitazioni, mentre l'austenite non è in grado a causa del carico di snervamento più elevato [43].

La trasformazione della struttura cristallina del reticolo può essere attivata meccanicamente (*Stress Induced Martensite*, SIM) o mediante variazioni di temperatura (*Thermally Induced Martensite*, TIM). Partendo da un sistema austenitico ad elevata temperatura, la martensite (TIM) che si forma al raffreddamento eredita la composizione chimica e l'ordine atomico della fase generatrice [56], questo poichè

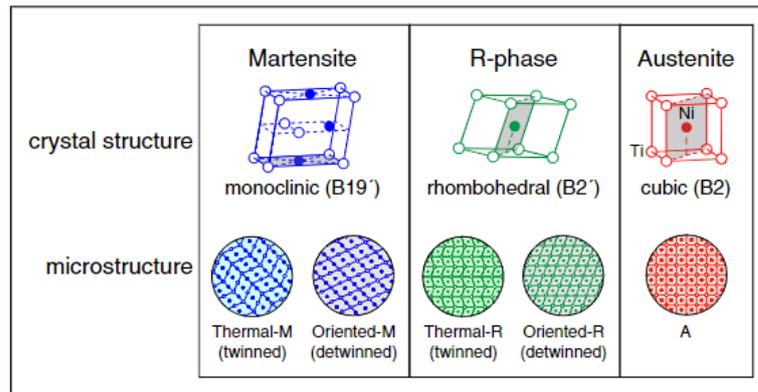


Figura 2.10: Schema dei reticoli delle strutture cristalline presenti nella lega Nitinol. I piani grigi nelle strutture cristalline indicano i piani reticolari di corrispondenza tra le celle unitarie standard [55].

le trasformazioni martensitiche sono trasformazioni di fase allo stato solido che si verificano senza diffusione o deformazione plastica, il che le rende potenzialmente reversibili. In questo tipo di trasformazioni l'interfaccia avanza ad ogni piano atomico, nel quale ogni atomo si muove su distanze relativamente brevi. Il risultato finale di tutti questi piccoli spostamenti coordinati è la nuova struttura martensitica.

A causa della minor simmetria, in fase martensitica possono coesistere diverse orientazioni chiamate varianti. In un particolare tipo di stato detto di martensite *twinned* o gemellata, sono presenti tutte le varianti, dato che sono accoppiate tra loro orientazioni dello stesso tipo.

La formazione di martensite *twinned* (o martensite termoelastica) nella lega Ni-Ti è un fenomeno reversibile e si verifica nel momento in cui viene raffreddata una struttura austenitica; a causa della trasformazione da austenite a martensite, si genera uno stato di stress che viene dissipato con la geminazione (*twinning*) della martensite. Quando invece esiste uno stato di sforzo la lega si deforma e restano solo le varianti che si adattano maggiormente allo sforzo; in questo caso la martensite che si forma è detta *detwinned* o martensite indotta da sforzo (SIM) [57].

La composizione delle fasi e di conseguenza le proprietà meccaniche della lega Ni-Ti dipendono fortemente dal ciclo termico che essa subisce. Questo è dovuto al fatto che la lega presenta un ciclo di isteresi al variare della temperatura (Figura 2.11).

Quando l'austenite si raffredda, inizia a trasformarsi in martensite alla temperatura di inizio trasformazione della martensite (M_s) e completa la transizione alla temperatura finale della martensite (M_f). D'altra parte, quando il Ni-Ti martensitico viene riscaldato oltre la temperatura di inizio trasformazione dell'austenite (A_s), la struttura cristallina della lega inizia la transizione verso l'austenite, e

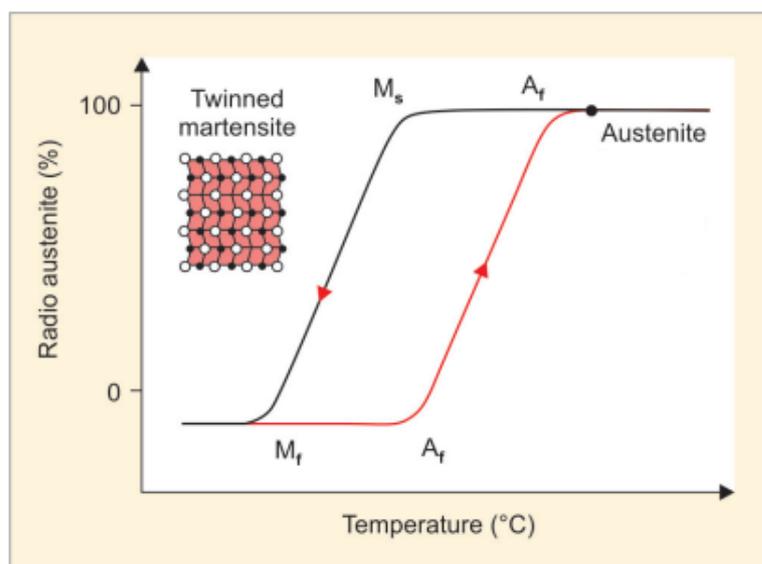


Figura 2.11: Ciclo di isteresi di una lega Ni-Ti. (M_s) temperatura iniziale della martensite, (M_f) temperatura finale della martensite, (A_s) temperatura iniziale dell'austenite, (A_f) temperatura finale dell'austenite [45].

una volta riscaldato oltre la temperatura finale dell'austenite (A_f), la struttura cristallina del Ni-Ti diventa interamente austenite [43]. Se invece la temperatura di raffreddamento o riscaldamento che viene raggiunta ricade all'interno del ciclo di isteresi, si genera una lega che presenterà una certa percentuale di fase martensitica e austenitica. La larghezza del ciclo di isteresi dipende dall'esatta composizione chimica della lega e dal suo processo di lavorazione.

A causa della capacità di riorientamento della struttura in fase gemellata, la martensite ha una resistenza alla fatica ciclica superiore rispetto all'austenite [32]. In sostanza quindi, un cambiamento nelle temperature di trasformazione (M_s , M_f , A_s , A_f) della lega Ni-Ti utilizzata, che può essere ottenuto attraverso un trattamento termico, meccanico o tramite una variazione della composizione chimica, è lo strumento più importante per i produttori di strumenti endocanalari per variare la composizione delle fasi e di conseguenza le proprietà meccaniche della lega Ni-Ti.

Sia l'effetto memoria di forma che la superelasticità, proprietà peculiari della lega, derivano da trasformazioni martensitiche tra le varie fasi. Quest'ultime sono anche dette trasformazioni atermiche, poiché la quantità di nuova fase presente dipende solo dalla temperatura raggiunta e non da quanto dura la permanenza isoterma; esse implicano cambiamenti nella struttura cristallina che possono essere indotti, come già anticipato, da variazioni di temperatura o stress.

2.5 Proprietà della lega

Il successo della lega NiTi risiede nelle sue proprietà fisiche e meccaniche che la rendono unica e particolarmente adatta alla fabbricazione di strumenti rotanti endodontici [44]:

- effetto memoria di forma e superelasticità;
- biocompatibilità;
- resistenza alla corrosione.

2.5.1 Effetto memoria di forma e superelasticità

Le prime due proprietà hanno un ruolo fondamentale nel determinare il comportamento meccanico degli strumenti rotanti in Ni-Ti. La prima, l'effetto di memoria di forma, permette agli strumenti in Ni-Ti di "memorizzare" una certa forma e di ritornare con il riscaldamento alla forma originale austenitica, grazie alla transizione di fase tra la fase martensitica *detwinned*, che è stabile al di sotto di una certa temperatura critica, e la fase austenitica, stabile al di sopra di un'altra temperatura critica. In seguito ad un successivo raffreddamento della lega oltre la temperatura critica, il materiale ritorna in una configurazione martensitica gemellata (*twinned*). A questo punto, si può sfruttare il fenomeno della memoria di forma per deformare nuovamente il materiale, descrivendo una specie di ciclo, raffigurato in figura 2.12.

La seconda, la superelasticità, permette alla lega Ni-Ti di deformarsi reversibilmente a deformazioni molto elevate (fino all'8 %) grazie alla creazione della fase martensitica indotta da stress (SIM) [44]. Tuttavia, quando il carico viene rimosso, la nuova fase martensitica diventa instabile e il Ni-Ti ritorna in fase austenitica. Le due trasformazioni che stanno alla base di queste due caratteristiche peculiari, sono la trasformazione in martensite attivata termicamente (TIM) e la trasformazione in martensite indotta da sforzo (SIM), che sono raffigurate schematicamente in figura 2.13.

Effetto memoria di forma

L'effetto memoria di forma delle leghe Ni-Ti è una proprietà molto sfruttata soprattutto in ambito medico-chirurgico, basti pensare che gli stent cardiovascolari autoespandibili (figura 2.14) svolgono la loro funzione proprio grazie alla caratteristica di memorizzare la loro forma alla quale sono stati formati. Dato che gli stent devono entrare nel diametro molto piccolo di vene/arterie, è stato sfruttato l'effetto memoria di forma delle leghe Ni-Ti. In particolare, una volta prodotto lo stent in fase austenitica, esso viene fatto raffreddare inducendo la formazione di martensite

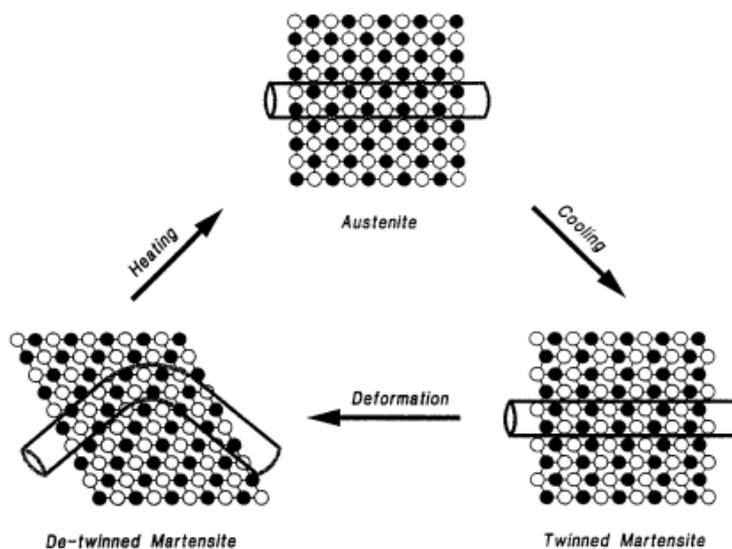


Figura 2.12: Schematizzazione microscopica delle trasformazioni che stanno alla base dell'effetto memoria di forma [46].

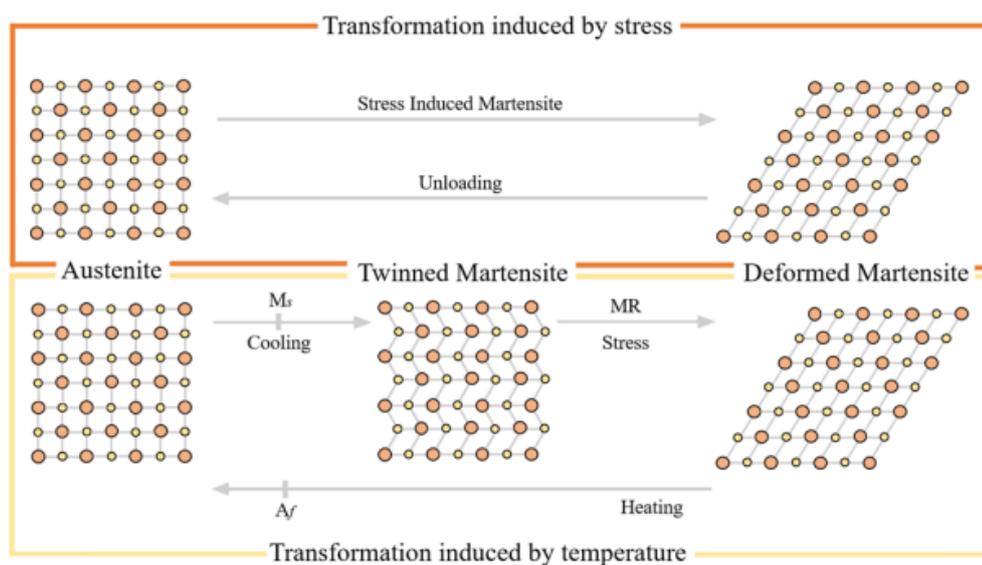


Figura 2.13: Rappresentazione schematica delle trasformazioni alla base della superelasticità (in alto) e dell'effetto memoria di forma (in basso).[44]

twinned. Successivamente gli viene impartita una forma, in modo tale da favorire la riorientazione dei piani nella direzione più favorevole allo sforzo applicato e ottenere una variazione di forma netta con un meccanismo chiamato *detwinning*,

riducendo al minimo il diametro dello stent. Una volta inserito nella vena/arteria del corpo umano, la temperatura aumenta, si raggiunge la temperatura di A_s e il materiale inizia a deformarsi poichè ritorna alla forma austenitica originale fino a completa trasformazione alla temperatura A_f . Ovviamente, è necessario che il materiale subisca un determinato trattamento termico in modo da modulare la temperatura di trasformazione del materiale intorno ai .

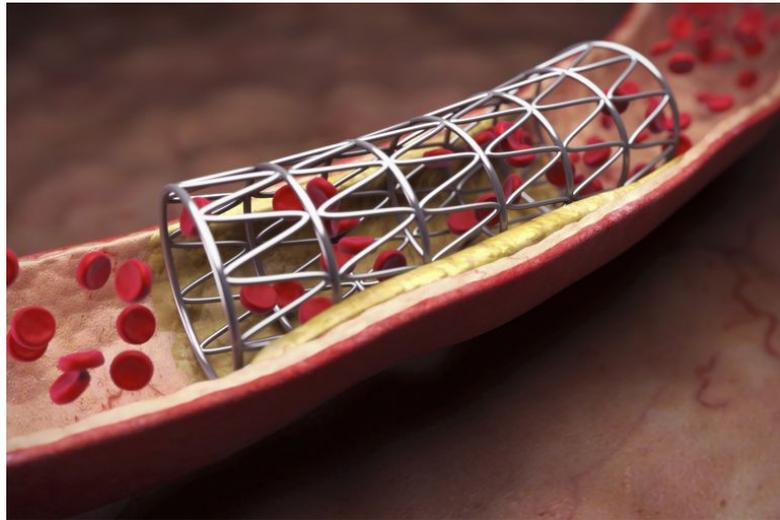


Figura 2.14: Stent autoespandibile in Nitinol [58].

L'effetto memoria di forma si può manifestare a una o a due vie. Nelle leghe che presentano memoria di forma a una via, il materiale riesce a "ricordare" solo la forma che aveva ad alta temperatura. Dunque partendo da un materiale in cui è presente solo martensite *detwinned* e riscaldando sopra A_f si riesce a far riacquistare la forma iniziale all'oggetto. E' una proprietà intrinseca del materiale.

Le leghe che possiedono invece caratteristiche di memoria di forma a due vie, sono in grado di memorizzare sia la forma austenitica sia quella martensitica in seguito a una diminuzione o aumento della temperatura. Questo effetto, rispetto all'altro, è reversibile: non rappresenta una proprietà intrinseca, bensì il materiale può guadagnare queste caratteristiche in seguito a determinati trattamenti termomeccanici cosiddetti di *training* [48]. L'effetto di queste trasformazioni è istantaneo.

Il meccanismo della memoria di forma può sostanzialmente essere riassunto in un diagramma sforzo-deformazione-temperatura (figura 2.15).

Superelasticità

Oltre all'effetto di memoria di forma, le leghe Ni-Ti presentano anche l'effetto superelastico (SE), fenomeno sfruttato soprattutto negli strumenti rotanti. Queste

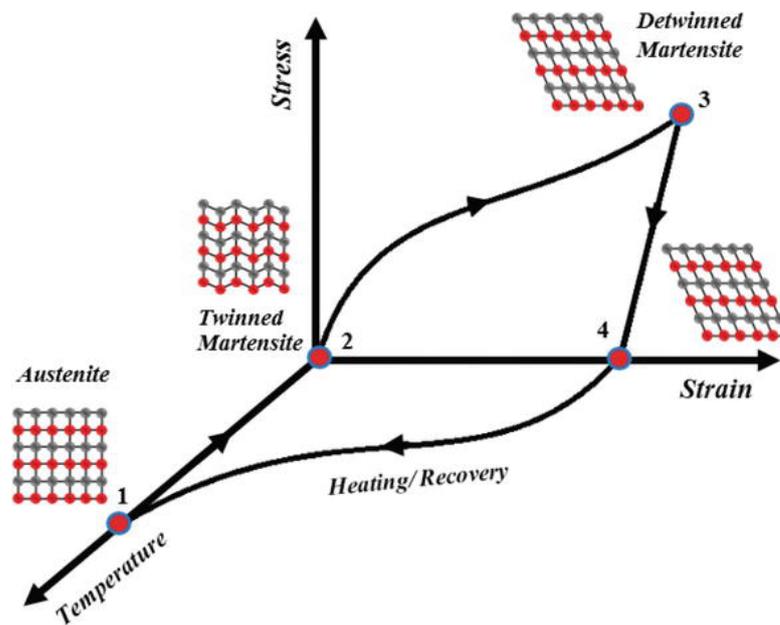


Figura 2.15: Diagramma schematico sforzo-deformazione-temperatura di una tipica lega a memoria di forma [49].

caratteristiche distinguono le leghe Ni-Ti dagli altri materiali metallici.

Come già accenato, la transizione dalla fase austenitica a quella martensitica può avvenire anche in seguito all'applicazione di uno stress, come avviene durante la preparazione del canale radicolare. Nella maggior parte dei metalli, quando una forza esterna supera un determinato valore all'interno del reticolo viene indotto lo slittamento delle dislocazioni causando una deformazione permanente; tuttavia, nelle leghe Ni-Ti si verifica una trasformazione martensitica indotta da stress (SIM), piuttosto che uno slittamento [48]. Questo fenomeno è alla base della superelasticità del materiale, grazie al quale lo strumento rotante riesce immagazzinare e recuperare totalmente grandi deformazioni.

Il comportamento superelastico si osserva durante il caricamento e lo scaricamento al di sopra di A_f ed è associato alla trasformazione martensitica indotta da sollecitazioni (SIM) e successivamente alla trasformazione verso la fase austenitica al momento dello scarico (figura 2.13 in alto). Come detto finora, se la lega a una temperatura superiore ad A_f viene sollecitata esternamente, si deforma trasformandosi in martensite *detwinned*, che è instabile alle alte temperature. Quando il carico viene rimosso, la lega si trasforma nuovamente in austenite e la forma originale della lega viene completamente recuperata. I percorsi di carico e di scarico mentre la lega viene deformata non coincidono, con il percorso di scarico che presenta un plateau a sollecitazioni inferiori rispetto al plateau di carico. La figura 2.16

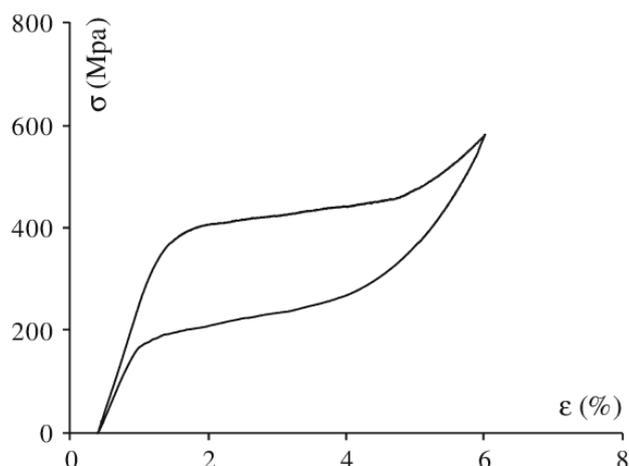


Figura 2.16: Curva sforzo-deformazione di una lega NiTi superelastica, che mette in evidenza il classico ciclo di isteresi di carico-scarico. [49].

rappresenta una curva sforzo-deformazione tipica del comportamento superelastico in particolari condizioni di carico e scarico.

La trasformazione da austenite in martensite attivata meccanicamente causa [46]:

- una variazione volumetrica associata alla transizione da una fase all'altra;
- la stabilizzazione delle sollecitazioni percepite a causa della deformazione progressiva (figura 2.16), in un'intervallo che normalmente va dal 2% all'6%;
- l'effetto cosiddetto di "*springback*", che permette al materiale di riacquistare la forma iniziale quando lo sforzo diminuisce o cessa del tutto, senza che si verifichi una deformazione plastica.

Il valore del plateau in figura 2.17 relativo alla trasformazione di fase rappresenta un compromesso tra la resistenza dello strumento e la sua performance sotto carichi ciclici. In particolare, il suo valore non dovrebbe essere troppo basso in quanto altrimenti lo strumento non riesce a sopportare sforzi elevati ed è più predisposto alla deformazione plastica; e non dovrebbe neanche essere troppo alto per garantire sufficiente resistenza alla fatica ed evitare perforazioni o deviazioni del canale radicolare [47].

La superelasticità di una lega Ni-Ti consente di recuperare completamente deformazioni fino all'8% (figura 2.18), rispetto a un massimo di meno dell'1% di altre leghe, come l'acciaio inossidabile [47].

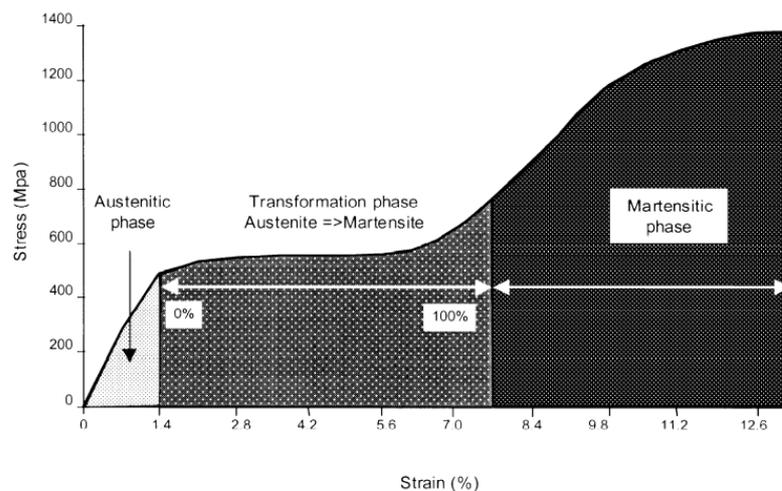


Figura 2.17: Curva sforzo-deformazione di una lega Ni-Ti e relative trasformazioni. Si evidenzia la formazione di austenite, seguita da un plateau a stress costante che corrisponde alla trasformazione di fase da austenite a martensite, fino alla formazione di martensite che genera sollecitazioni più elevate [45].

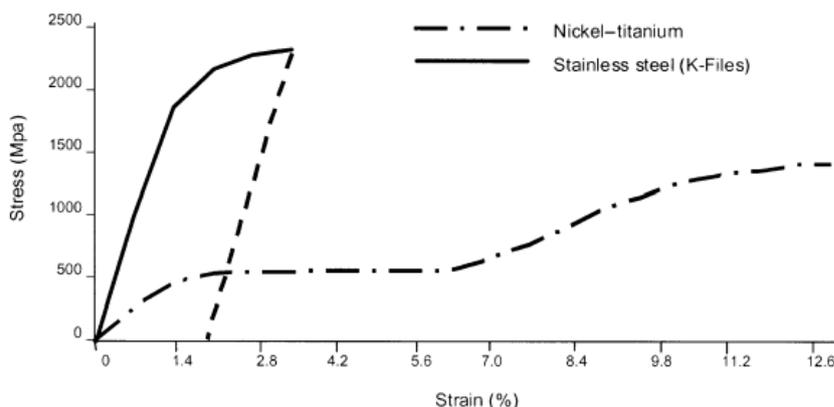


Figura 2.18: Confronto tra una curva sforzo-deformazione di una lega Ni-Ti e di un acciaio inossidabile [47].

Al di sotto di un certo carico, la trasformazione indotta dalla sollecitazione meccanica è sottoposta solo a deformazione elastica, come diretta conseguenza della superelasticità. Se però si supera il limite di snervamento la deformazione diventa irreversibile (deformazione plastica) e lo strumento endodontico viene danneggiato in modo permanente [44].

Quando lo strumento rotante viene posizionato in un canale curvo, gli atomi

si riorganizzano in una matrice esagonale fitta e la lega viene trasformata nella struttura cristallina di martensite più flessibile. Questa transizione molecolare consente allo strumento di piegarsi facilmente quando incontrano curve severe senza manifestare deformazione plastica. Quando lo stress viene rimosso, la lega torna alla sua forma iniziale di austenite. Questa trasformazione rappresenta una proprietà unica delle leghe Ni-Ti e rende questo materiale una delle poche leghe adatte alla produzione di strumenti endodontici rotanti.

2.5.2 Biocompatibilità

Il termine "biocompatibilità" può essere definito semplicemente come la capacità di un materiale di essere accettato dall'organismo. Dal momento che tutti i materiali generano una "reazione da corpo estraneo" quando vengono impiantati nell'organismo, il grado di biocompatibilità è legato all'entità di questa reazione. Pertanto, la biocompatibilità è direttamente correlata al comportamento alla corrosione del del materiale in una soluzione specifica e alla tendenza della lega a rilasciare potenziali ioni tossici. Le analisi della letteratura indicano che le leghe Ni-Ti hanno una ottima biocompatibilità, in quanto permettono la formazione di un di uno strato passivante di ossido di titanio (TiO_2) [51].

Questo strato di ossido serve a due scopi [51]:

- Aumenta la stabilità degli strati superficiali, proteggendo il materiale bulk dalla corrosione.
- Crea una barriera fisica e chimica contro l'ossidazione del Ni.

Per quanto riguarda gli strumenti rotanti in Ni-Ti, non essendo degli oggetti che devono stare a contatto per molto tempo con i fluidi corporei (es. impianto protesico), la richiesta di livelli elevati di biocompatibilità non è stringente.

2.5.3 Resistenza alla corrosione

In condizioni operative, lo strumento non è soggetto a fenomeni corrosivi importanti, mentre lo è durante la sterilizzazione, prima dell'utilizzo. Quest'ultima, insieme alla disinfezione degli strumenti dopo l'uso, potrebbe causare reazioni di corrosione o di deterioramento nello strumento, diminuendone la vita a fatica, le prestazioni e portando a frattura prematura lo strumento.

Nel lavoro di *Nòvoa* e coautori [52], è stata valutata la resistenza alla corrosione di alcuni strument rotanti in NiTi in una soluzione di ipoclorito di sodio (NaOCl), la quale viene generalmente utilizzata per sterilizzare gli strumenti. In particolare, lo scopo era quello di valutarne la resistenza alla corrosione immergendoli in una

soluzione al 5.25% di ipoclorito di sodio (pH = 12,3) e nella stessa soluzione parzialmente modificata aggiungendo acido solforico (H_2SO_4) fino a pH = 10,1. I risultati sperimentali hanno evidenziato che il potenziale di corrosione (E_{corr}) della lega Ni-Ti raggiunge il dominio passivo in circa 20 s di immersione nella soluzione a pH 10,1. Dopo questo periodo iniziale il potenziale rimane costante, indice che è stata raggiunta una passivazione stabile. Tuttavia, a pH 12,3 non è stato raggiunto uno stato stazionario neanche dopo 6000 s di immersione. Pertanto, la lega non è stabile in questo mezzo dal punto di vista della corrosione. Dalla micrografie ottenute, si evince che la soluzione corrode e rivela i bordi di grano della lega. L'identificazione di questi prodotti di corrosione lascia pensare che il processo al catodo coinvolge la formazione di ioni cloruro (Cl^-). Inoltre, l'accumulo di prodotti di corrosione sulla punta dello strumento rotante a causa della polarizzazione dovrebbe contribuire alla passivazione della superficie, cioè la superficie diventa meno reattiva. Per verificare questa ipotesi, sono state eseguite misure galvaniche sulla punta e sul gambo dello strumento dopo la polarizzazione. I risultati sono riportati in figura 2.19, dove si può notare che, inizialmente, la punta presentava un comportamento catodico rispetto al gambo. Pertanto, l'ossido formato elettrochimicamente nobilita la punta. Tuttavia, questi ossidi non sono stabili e si dissolvono, per cui dopo 140 secondi il gambo torna a essere il materiale più nobile [52].

Dai risultati ottenuti da *Nòvoa* e coautori [52], si evince che la resistenza a corrosione è maggiore in condizioni di pH più acido della soluzione di sterilizzazione (pH = 10), in quanto il sistema entra nel dominio di stabilità dell'ossido TiO_2 .

2.6 Trattamenti termici

L'effetto memoria di forma e la superelasticità delle leghe Ni-Ti (in particolare le leghe quasi equiatomiche leggermente più ricche in Nichel) sono due proprietà strettamente dipendenti dalla composizione chimica e dalle variazioni microstrutturali che si verificano durante i trattamenti termici. È ben noto che i processi termici che subiscono le leghe Ni-Ti, attivano processi diffusivi che portano alla precipitazione di seconde fasi. I precipitati che possono formarsi sono Ni_4Ti_3 (metastabile), Ni_3Ti_2 (metastabile) e Ni_3Ti (stabile). La loro formazione può avere un grosso impatto sulla trasformazione martensitica, e in generale, sulle temperature di trasformazione. Inoltre, la precipitazione di seconde fasi può anche contribuire in un sostanziale incremento della resistenza della lega [83].

Il comportamento superelastico di una lega NiTi dipende fortemente da vari fattori come la temperatura, le condizioni del trattamento termico, la modalità di carico o la microstruttura. Un fattore molto importante è anche la composizione chimica della lega.

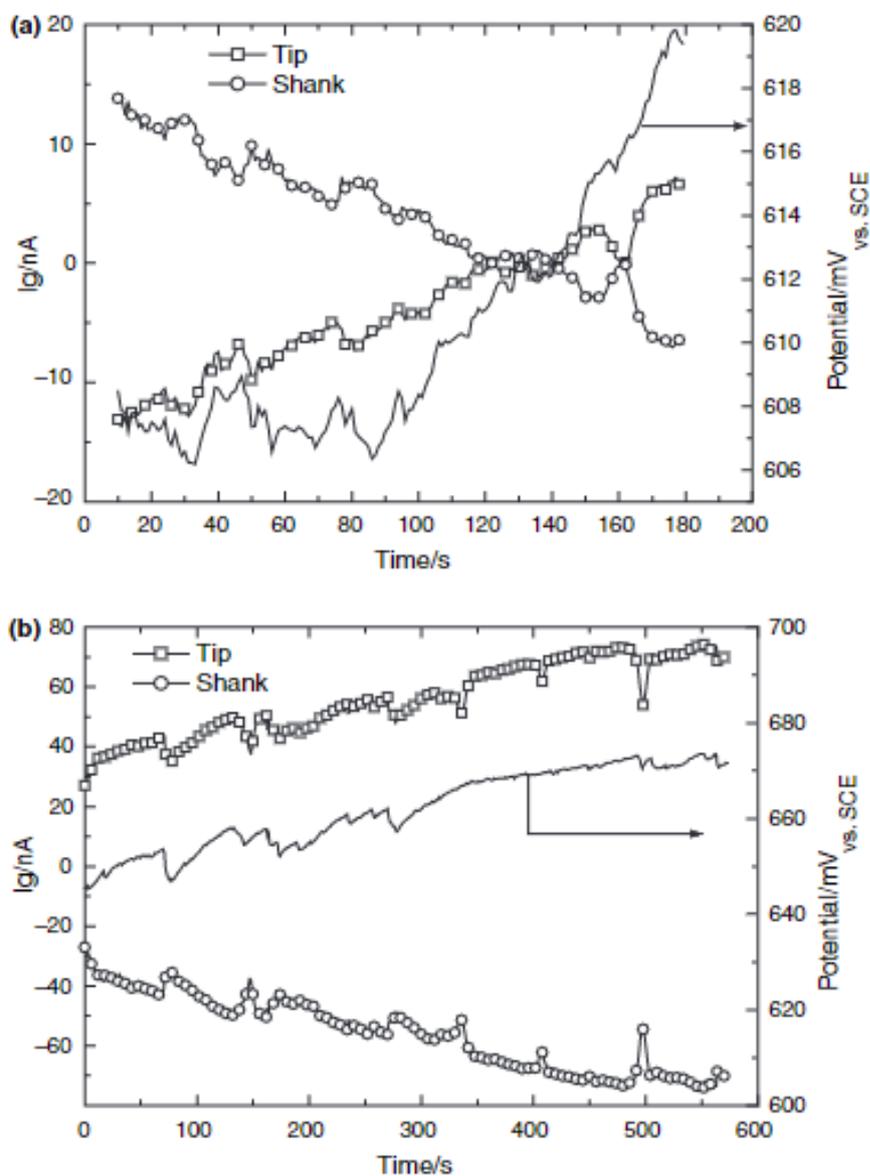


Figura 2.19: Correnti galvaniche e potenziale di corrosione per la coppia galvanica strumento rotante gambo. (a) Subito dopo la voltammetria ciclica. (b) 10 minuti dopo [52].

Nelle leghe Ni-Ti binarie quasi equiatomiche contenenti meno del 50.4 at.% di Ni, viene osservato un comportamento superelastico in quei campioni che sono stati formati a freddo e successivamente ricotti a temperature al di sotto della loro temperatura critica di ricristallizzazione. La temperatura di ricottura ottimale

per conseguire proprietà superelastiche è tipicamente compresa tra 400-500°C. Per le leghe NiTi "ricche in Nichel" (ad esempio leghe contenenti più del 50.6 at.% di Ni), il comportamento superelastico può essere ottenuto a seguito di un trattamento di invecchiamento (tra 350-450°C), dopo un opportuno trattamento di ricottura. L'invecchiamento della lega in questo range di temperature promuove la formazione di precipitati ricchi in Nichel come Ni_4Ti_3 e Ni_3Ti_2 . Per entrambi i tipi di lega, i processi termici portano ad un aumento della resistenza allo snervamento. In particolare, nelle leghe con un contenuto di Ni <50.4% che vengono trattate termicamente si ha un rafforzamento per incrudimento, mentre nel secondo tipo di leghe l'invecchiamento porta ad un indurimento per precipitazione di seconde fasi [83].

Negli ultimi anni, il crescente interesse nello studio dei fenomeni di invecchiamento per le leghe NiTi ha portato i ricercatori a concentrarsi sull'effetto che hanno la precipitazione di seconde fasi sulla microstruttura e sul comportamento meccanico della lega. Molti studi si incentrano sulla formazione e l'evoluzione della fase intermetallica Ni_4Ti_3 . E' stato osservato che per una lega con un contenuto di Ni <51 at.% tale fase precipita in maniera preferenziale a bordo grano, mentre per una lega con un contenuto di Nichel più elevato la distribuzione dei precipitati nella matrice risulta più omogenea. Tali precipitati, che presentano una forma lenticolare e dimensioni sub-micrometriche, tendenzialmente si accrescono all'aumentare della temperatura e dei tempi di invecchiamento [84].

Il processo di rafforzamento della lega per precipitazione si articola sostanzialmente in tre fasi [85]:

1. Ricottura (o solubilizzazione);
2. Tempra;
3. Invecchiamento.

Durante le prime fasi dell'invecchiamento della lega Ni-Ti, la nucleazione della fase Ni_4Ti_3 genera dei campi di stress localizzati attorno ai precipitati. La formazione dei precipitati e lo stato di tensione associato vanno ad ostacolare il moto delle dislocazioni, inducendo il rafforzamento della lega. Inoltre, la crescita di tali precipitati porta ad un impoverimento di Ni nelle zone circostanti; di conseguenza, la matrice si arricchisce di Titanio generando un aumento delle temperature di trasformazione: in questo modo, la fase martensitica e la fase R diventano stabili a temperature più elevate.

Nell'ambito dei trattamenti termici riservati alle leghe Ni-Ti, *Cadelli e Coda* [84] hanno portato avanti un lavoro sperimentale con l'obiettivo di valutare come i parametri di invecchiamento influiscono sulle proprietà di una lega Ni-Ti superelastica. E' stato trovato che per invecchiamenti a temperature elevate e tempi

brevi viene stabilizzata la fase martensitica a discapito della fase R. Trattamenti di lunga durata condotti a temperature più basse stabilizzano invece la fase R. La stabilizzazione della fase R indotta da un invecchiamento lungo a bassa temperatura causa una marcata riduzione del modulo di Young della lega: ciò permette di ridurre gli stress associati alle deformazioni comprese tra lo 0.5% e l'inizio della trasformazione SIM. Tuttavia, anche per trattamenti termici a temperature elevate e tempi brevi si ha una riduzione degli stress associati a basse deformazioni del materiale. L'aumento più evidente della resistenza a fatica si registra nel caso di trattamenti effettuati a bassa temperatura per lungo tempo, sebbene anche per altre tipologie di invecchiamento si possa osservare un miglioramento rispetto al materiale non invecchiato.

2.7 Tipologie di leghe

La fase martensitica, con la sua maggior duttilità, aiuta a ridurre il rischio di frattura degli strumenti in condizioni di stress elevato, poiché favorisce la deformazione plastica piuttosto che la rottura. Per questo motivo, sono stati dedicati molti sforzi all'introduzione nel mercato degli strumenti in Ni-Ti di leghe che contengono una quantità variabile di martensite come le leghe *M-Wire* e *CM-wire* nel mercato degli strumenti rotanti in NiTi. Diversi studi hanno analizzato le prestazioni degli strumenti Ni-Ti *M-Wire* e *CM-wire* e hanno riportato una maggiore flessibilità e resistenza alla fatica rispetto alla lega Ni-Ti convenzionale [43].

2.7.1 Leghe Ni-Ti austenitiche

Per sfruttare la superelasticità della lega, gli strumenti endodontici in Ni-Ti dovrebbero essere costituiti principalmente da austenite. Come già precedentemente sottolineato, la trasformazione di fase da austenite a martensite può essere indotta meccanicamente, sollecitando il materiale con uno sforzo (ad esempio, inserendo lo strumento in un canale radicolare curvo). Poiché la fase martensitica indotta dalle sollecitazioni non è stabile alle temperature operative, la cessazione dell'applicazione di uno sforzo sullo strumento endodontico (ad esempio, durante il ritiro dello strumento da un canale radicolare curvo) porta alla ritrasformazione alla fase austenitica e quindi genera l'effetto "*springback*" dello strumento endodontico alla sua forma originale.

Leghe Ni-Ti convenzionali

Le leghe Ni-Ti superelastiche convenzionali si presentano nella forma austenite a temperatura ambiente. Gli strumenti endodontici in lega Ni-Ti convenzionale contengono circa il 56% di nichel e il 44% di titanio. In modo tale da ottenere una

lega austenitica che presenti spiccate proprietà superelastiche, la sua temperatura finale dell'austenite (Af) risulta inferiore alla temperatura corporea. Solitamente, questi strumenti vengono creati tramite fresatura superficiale piuttosto che prodotti per torsione. Il processo di rettifica può portare a difetti sulla superficie degli strumenti in Ni-Ti, i quali si suppone abbiano effetti negativi sulla resistenza alla frattura, l'efficienza di taglio e la resistenza alla corrosione [47].

Lega *M-Wire*

Nel 2007 *Sportswire LLC (Langley, OK, USA)* ha sviluppato una nuova procedura di produzione, sfruttando vari trattamenti termomeccanici, con l'obiettivo di produrre una lega in Ni-Ti più flessibile e con una maggiore resistenza alla fatica ciclica. La lega Ni-Ti di nuova concezione è stata denominata *M-Wire*. Il materiale di partenza per il trattamento termico di *M-Wire* è una composizione di Nitinol costituita da 55,8 wt% di nichel, 44,2 wt% di titanio e tracce di altri elementi inferiori all'1% in peso. La temperatura finale dell'austenite (Af) dell'*M-Wire* è compresa in un range tra circa 43 e 50°C e di conseguenza ben al di sopra di Af della lega Ni-Ti convenzionale e della temperatura corporea. Ciò sta a significare che l'*M-Wire* non è completamente composto da austenite in condizioni cliniche [32]. In base a questo, varie tecniche di laboratorio (ad es. DSC, XRD e SEM) hanno rivelato che l'*M-Wire* contiene austenite, con quantità variabili di martensite e di fase R alla temperatura corporea [60]. Pertanto, l'*M-Wire* mantiene uno stato superelastico in condizioni operative.

E' stato dimostrato [61] che l'*M-Wire* presenta una maggiore flessibilità rispetto ai fili di Ni-Ti lavorati in modo convenzionale. È noto che i moduli elastici della martensite e della fase R sono inferiori a quelli dell'austenite, pertanto, la migliore flessibilità dell'*M-Wire* potrebbe essere attribuita alla presenza di queste due fasi. Inoltre, *Pereira* e coautori [62] hanno riscontrato che la curva sforzo-deformazione dell'*M-Wire* presenta un tratto distintivo di snervamento (figura 2.19), il che suggerisce la formazione di fase R indotta meccanicamente prima della trasformazione SIM. Di conseguenza, l'*M-Wire* possiede un modulo elastico iniziale più basso rispetto al Ni-Ti convenzionale, come si evince dalla minore inclinazione iniziale della curva di carico.

Inoltre, il diagramma sforzo-deformazione (figura 2.23) mostra che è necessaria una sollecitazione inferiore per indurre la trasformazione in martensite (SIM) nell'*M-Wire* rispetto al Ni-Ti convenzionale [62].

Pur mantenendo proprietà torsionali comparabili, la lega *M-Wire* risulta significativamente più resistente alla fatica ciclica rispetto alla lega Ni-Ti convenzionale. La migliore resistenza alla fatica potrebbe essere spiegata da una maggiore resistenza all'innescio di cricche a fatica, a causa della migliore capacità di riorientamento delle varianti martensitiche [32] o a causa della presenza di precipitati.

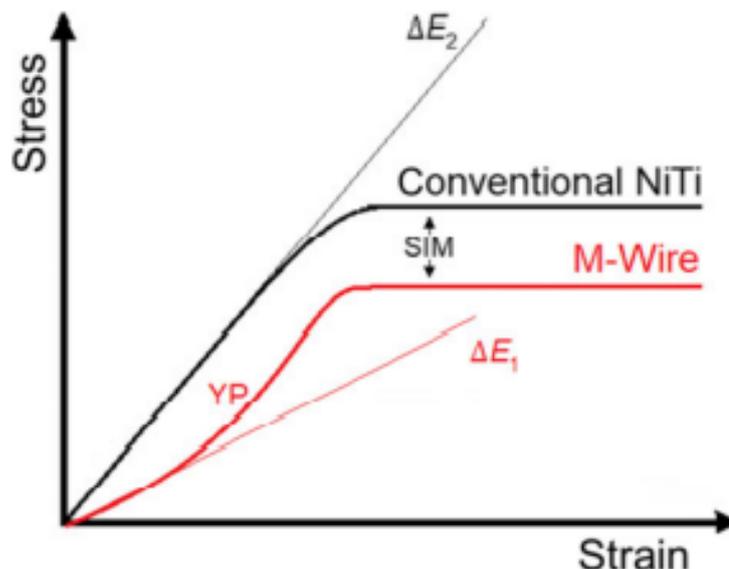


Figura 2.20: Curve sforzo-deformazione schematiche del Ni-Ti convenzionale (nero) e dell'*M-Wire* (rosso) che mostra il fenomeno dello snervamento (YP) con un modulo elastico iniziale più basso di *M-Wire* (ΔE_1) rispetto al Ni-Ti convenzionale (ΔE_2). Il plateau a sforzo costante si verifica a causa della trasformazione della martensite (SIM). [32].

Un esempio di strumenti rotanti costituiti da una lega Ni-Ti *M-wire* sono i *ProTaper Ultimate* prodotti dall'azienda *Dentsply Sirona*.

Tutti i dispositivi endocanalari rotanti funzionano alla stessa velocità del motore consigliata di 400 giri/min, e allo stesso intervallo di coppia di 4 – 5,2 Ncm [36].

Grazie alle nuove caratteristiche geometriche dello strumento protette da brevetto e all'applicazione di diversi trattamenti termici, i *ProTaper UltimateTM* mostrano una maggiore flessibilità e una maggiore resistenza alla fatica ciclica rispetto a *ProTaper GoldTM* e altri strumenti comparabili sul mercato.

Gli strumenti della serie *ProTaper UltimateTM*, secondo alcuni esperimenti condotti, mostrano una preparazione del canale radicolare più veloce rispetto ad altri strumenti attualmente in commercio [36], come si evince dalla figura 2.21.

Grazie ad alcuni test condotti [36], si può affermare che la resistenza a fatica degli strumenti *ProTaper UltimateTM*, testata utilizzando una configurazione in acciaio inossidabile temperato che simula un canale (angolo di 90°) e un raggio di curvatura di 3 mm, genera aspettative di vita dal 30 % al 550 % superiori rispetto ad altri strumenti comparabili sul mercato (Figura 2.22).

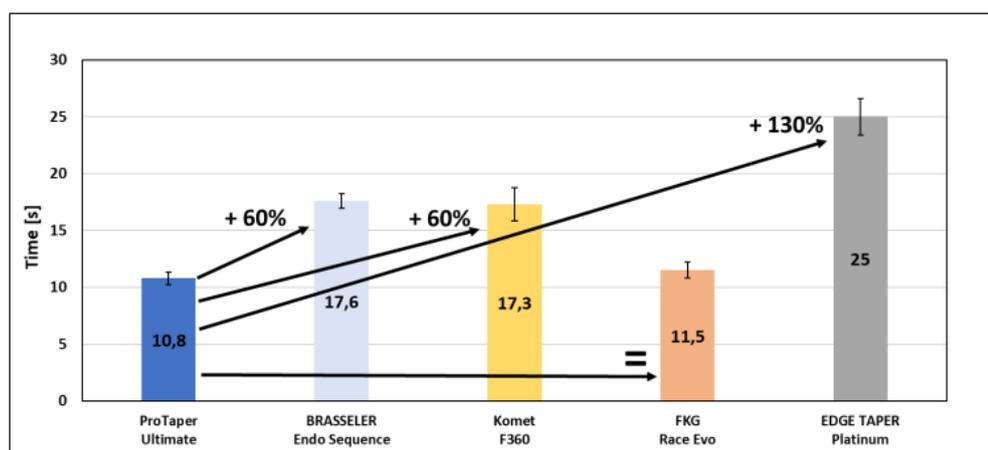


Figura 2.21: Tempo necessario per preparare un canale a forma di “S” con una dimensione dell’apice di 0,25 mm. *Brasseler EndoSequence CM Taper Files*, *Komet F360*, *FKG Race Evo*, *Edge Taper Platinum* non sono marchi registrati di *Dentsply Sirona* (n=5 per gruppo). [36].

Legna *R-Phase*

Poco dopo l’introduzione della lega *M-Wire*, nel 2008, la *SybronEndo* (Orange, CA, USA) ha sviluppato un altro processo produttivo per creare un nuovo sistema rotante in NiTi, denominato *Twisted File* (TF). La procedura di produzione TF comprende tre nuovi metodi: trattamento termico per favorire la comparsa di fase R, torsione del filo metallico e uno speciale condizionamento della superficie [63]. Il processo di torsione viene condotto ad una certa temperatura, con l’obiettivo finale di trasformare un filo di Ni-Ti grezzo allo stato austenitico in fase R.

La fase R possiede un modulo di taglio più basso rispetto alla martensite e la deformazione associata alla sua trasformazione risulta essere meno di un decimo di quella associata alla trasformazione in martensite [64]. Di conseguenza, sono necessarie meno sollecitazioni per provocare una deformazione plastica nella fase R, facilitandone il processo di torsione. Dopo la torsione, il sistema *Twisted File* viene riconvertito in austenite mediante ulteriori processi termici in modo tale da mantenere la sua nuova forma. Con il tempo, sono stati introdotti altri due sistemi Ni-Ti ottenuti mediante questo procedimento (*K3XF*, *TF Adaptive*; *SybronEndo*). A differenza dei sistemi *TF* e *TF Adaptive* (*TFA*), gli strumenti *K3XF* sono prodotti mediante un processo di rettifica tradizionale, insieme ad un trattamento termico di post-lavorazione in fase R. Gli strumenti *TFA* vengono utilizzati in una nuova tecnologia di movimento che consente un movimento rotatorio o reciprocante della lima a seconda delle forze torsionali intracanalari [32].

L’analisi DSC ha rivelato che la temperatura A_f degli strumenti in lega *R-Phase*

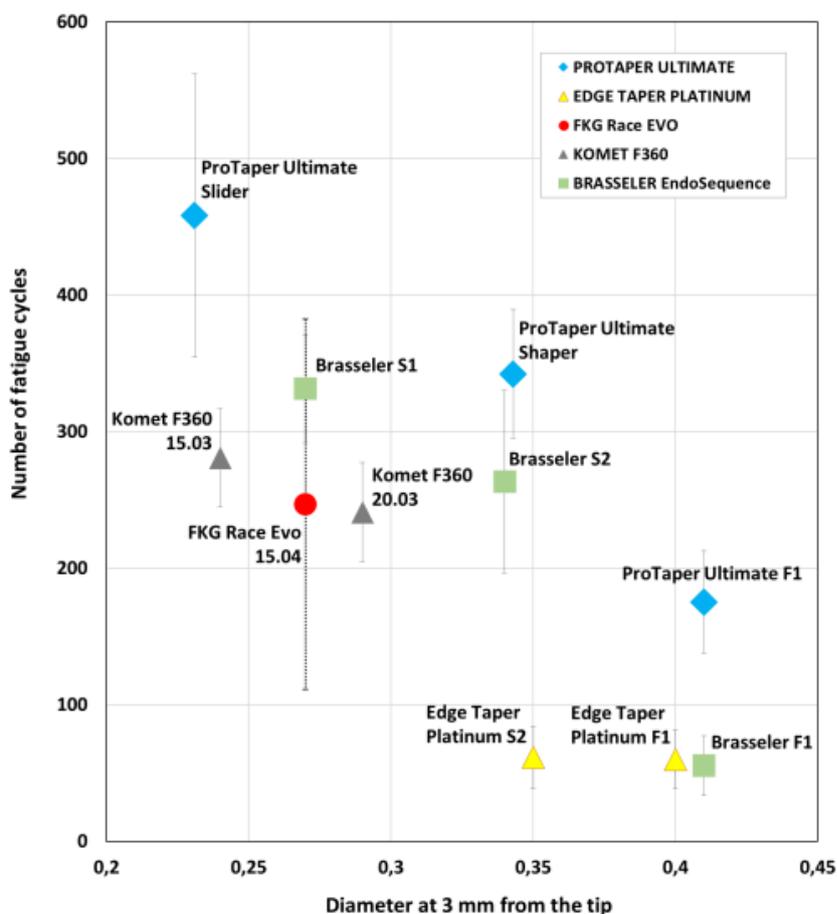


Figura 2.22: Resistenza a fatica dei *ProTaper Ultimate*TM e della concorrenza testata ad un angolo di 90° (raggio di 3 mm di curvatura). *Brasseler EndoSequence CM Taper Files*, *Komet F360*, *FKG Race Evo*, *Edge Taper Platinum* non sono marchi registrati di *Dentsply Sirona* [36].

si aggira intorno ai 18-25°C [65], il che indica che questi strumenti contengono principalmente austenite superelastica alla temperatura del cavo orale.

In diversi studi [63][66], gli strumenti in lega *R-Phase* hanno rivelato una resistenza alla fatica ciclica e una flessibilità superiore rispetto al NiTi convenzionale senza trattamento termico.

Come risultato della maggiore flessibilità, l'uso di strumenti in lega *R-Phase* permette una preparazione canale più centrata e con meno trasporto rispetto ai sistemi rotanti in Ni-Ti convenzionale [67].

Gli strumenti in lega *R-Phase* mostrano in generale una resistenza alla fatica ciclica simile a quella degli strumenti in *M-Wire*. Per quanto riguarda la frattura

torsionale, gli strumenti in lega *R-Phase* presentano un maggiore angolo di deflessione al momento della rottura, ma un torque massimo inferiore rispetto agli strumenti in *M-Wire* e a quelli in lega Ni-Ti convenzionale [32].

2.7.2 Leghe Ni-Ti martensitiche

Come osservato nelle precedenti sezioni, la fase martensitica risulta essere decisamente più duttile rispetto a quella austenitica, dunque la sua deformazione è più facilitata. Lo studio di *McKelvey* e *Ritchie* [68], ha evidenziato che le leghe Ni-Ti che contengono un maggiore quantitativo di fase martensitica presentano una resistenza alla fatica e alla propagazione di cricche superiore rispetto all'austenite.

Per produrre strumenti endodontici che contengono principalmente martensite, le temperature di trasformazione della lega Ni-Ti devono essere aumentate (ad esempio, mediante trattamento termomeccanico). E' noto che, a temperature superiori ad Af, gli strumenti endodontici in Ni-Ti sono costituiti da austenite. Al raffreddamento, si verifica una successiva trasformazione da austenite a martensite al di sotto della temperatura di inizio della martensite (Ms). Lo stress che si genera durante questa trasformazione, che deriva dal passaggio dal reticolo cubico B2 dell'austenite a una configurazione monoclinica B19' della martensite, viene dissipato con la geminazione della martensite (*twinned*), senza che si verifichino cambiamenti di forma macroscopici dello strumento. La martensite *twinned* può essere deformata plasticamente sotto sforzo, dando origine a una nuova struttura reticolare (martensite deformata). Il fenomeno che implica la trasformazione da martensite gemellata a martensite deformata prende il nome di riorientamento della martensite (MR). In modo analogo alla martensite che viene indotta attraverso uno sforzo meccanico (SIM), il fenomeno del riorientamento della martensite (MR) consente una deformazione fino all'8% senza che si verifichi un aumento significativo delle sollecitazioni. Successivamente, riscaldando lo strumento deformato oltre la temperatura di fine dell'austenite (Af), esso riacquisterà la sua forma originale tornando allo stato austenitico primario [32].

Leghe *CM-Wire*

La lega *CM-Wire* ("*Controlled Memory*"), introdotta nel 2010, è la prima lega di Ni-Ti trattata termomeccanicamente che non possiede proprietà superelastiche né a temperatura ambiente né alla temperatura corporea [69]. Siccome hanno subito una modifica della composizione di fase, gli strumenti in lega *CM-Wire* possono essere deformati a causa del riorientamento delle varianti della martensite. Per questo motivo, a differenza degli strumenti austenitici, i *CM-Wire* non tendono a raddrizzarsi completamente durante la preparazione di canali radicolari curvi (figura 2.23).

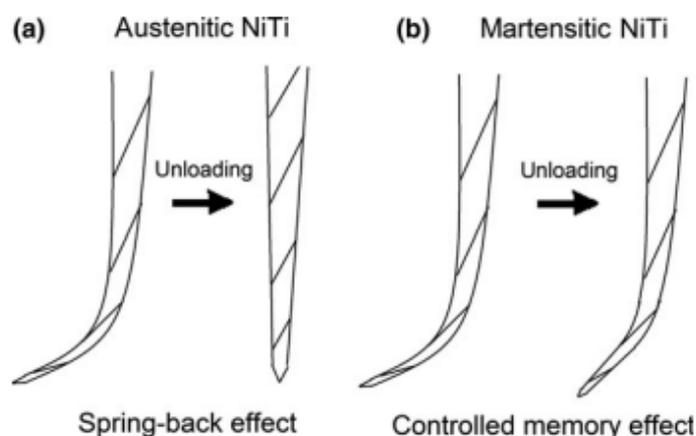


Figura 2.23: (a) Effetto di *springback* delle leghe Ni-Ti austenitiche. (b) Effetto di memoria controllata delle leghe Ni-Ti martensitiche. [32].

Secondo il produttore di *HyFlex CM*, questo effetto di memoria controllata dovrebbe ridurre il rischio di errori di preparazione come deviazioni canalari, spostamento o perforazione [70]. Tuttavia, in diversi studi, non è stata confermata una riduzione dei fenomeni di trasporto canalare per l'*HyFlex CM* rispetto agli strumenti superelastici in NiTi (NiTi convenzionale, *R-Phase*, *M-Wire*) [70][71]. Gli strumenti *HyFlex CM* in lega *CM-Wire* mostrano un raddrizzamento canalare significativamente inferiore solamente rispetto a *Revo-S* (*Micro-Mega*, *Besancon*, *Francia*), *ProTaper Next* (*Dentsply Sirona Endodontics*, *Ballaigues*, *Svizzera*) e *Reciproc* (*VDW*, *Monaco di Baviera*, *Germania*) [71].

Dalle analisi DSC si evince che la temperatura finale dell'austenite (A_f) degli strumenti *CM-Wire* è superiore alla temperatura intracanalare (circa 47-55°C). Le analisi XRD di *Hyflex CM* e *Typhoon CM* (*Clinician's Choice Dental Products*, *New Milford*, *CT*, *USA*) hanno evidenziato che gli strumenti in lega *CM-Wire* presentano una struttura mista di austenite e martensite, con piccole quantità di fase R a temperatura ambiente [72].

Gli strumenti in lega *CM-Wire* presentano una maggiore flessibilità rispetto a quelli realizzati in *M-Wire* e agli strumenti in Ni-Ti convenzionale [73]. L'incremento di flessibilità è da attribuire principalmente al fatto che lo sforzo critico necessario per indurre il riorientamento della martensite negli strumenti martensitici (da martensite gemellata a martensite deformata) risulta di gran lunga inferiore allo sforzo critico per la trasformazione SIM (da austenite a martensite deformata) negli strumenti austenitici [69]. Nonostante l'incremento della flessibilità, che si ritiene influisca negativamente sull'efficienza di taglio, gli strumenti *Hyflex CM* mostrano una maggiore efficienza di taglio in azione laterale rispetto agli strumenti

elettrolucidati e a quelli in lega Ni-Ti convenzionale [74].

Inoltre, gli strumenti in lega *CM-Wire* hanno una resistenza alla fatica ciclica notevolmente migliore rispetto agli strumenti in *M-Wire* e in lega Ni-Ti convenzionale, che potrebbe essere attribuita al loro stato martensitico [72]. A conferma di ciò, gli strumenti in lega *CM-Wire* mostrano un angolo di deflessione più elevato al momento del cedimento rispetto a *M-Wire* e al Ni-Ti convenzionale, indice gli strumenti *CM-Wire* si fratturano dopo aver subito una deformazione plastica più importante rispetto ad altri [75].

Leghe *Gold* e *Blue* trattate termicamente

Nel 2011, *Dentsply Tulsa Dental* ha introdotto *ProFile Vortex Blue*, il primo strumento endodontico con un caratteristico colore blu. Attualmente, sono disponibili in commercio due sistemi in lega *Gold* e due in lega *Blue*. Due di essi lavorano con movimento reciprocante (*ProFile Vortex Blue*; *ProTaper Gold*, *Dentsply Sirona Endodontics*), e due invece con movimento reciprocante (*Reciproc Blue*, *VDW*; *WaveOne Gold*, *Dentsply Sirona Endodontics*). La caratteristica che li contraddistingue rispetto agli altri strumenti è il loro effetto memoria controllato e la loro incredibile flessibilità [77].

La differenza principale tra gli strumenti *CM-Wire* e quelli *Gold* e *Blue* trattati termicamente, è che questi ultimi subiscono un trattamento di rettifica prima di essere sottoposti a un trattamento termico proprietario successivo alla lavorazione [78].

Gli strumenti *Vortex Blue* presentano uno strato visibile di ossido di titanio, responsabile del caratteristico colore blu che rimane sulla superficie come risultato del trattamento termico post-lavorazione. La temperatura A_f del *Vortex Blue* si aggira intorno alla temperatura corporea (38.5°C), mentre la temperatura M_s è di circa 31°C [79]. Come conseguenza della loro elevata flessibilità, gli strumenti *Blue* mostrano una durezza superficiale Vickers inferiore rispetto a quella degli strumenti *M-Wire* [80]. Considerando il loro effetto di memoria controllato, si può ipotizzare che, nonostante le temperature di trasformazione più basse, gli strumenti *Blue* contengano una maggiore quantità di martensite stabile rispetto all'*M-Wire*, che migliora la duttilità della lega. Al momento non ci sono studi che esaminino la composizione delle fasi mediante XRD, analisi metallografiche o SEM per confermare questa ipotesi. Per gli strumenti *Gold* trattati termicamente invece, si suppone che uno strato superficiale può essere responsabile del colore distintivo. L'analisi DSC di *ProTaper Gold* ha rivelato una temperatura A_f di circa 50°C : ciò attesta che questi strumenti contengono principalmente martensite o fase R in condizioni cliniche [81].

Tutti gli strumenti rotanti *Gold* e *Blue* trattati termicamente dimostrano dunque una flessibilità e una resistenza alla fatica migliore rispetto agli strumenti in Ni-Ti

convenzionale e *M-Wire*, il che potrebbe essere attribuito al loro stato martensitico [77][80][81].

2.7.3 Lega *MaxWire*

Nell'ambito degli strumenti endocanalari di ultima generazione, è opportuno sottolineare la recente comparsa sul mercato di un'altra lega proprietaria trattata termomeccanicamente, brevettata da *FKG Dentaire*, denominata *MaxWire* (Martensite-Austenite-lucidata elettroliticamente-flessibile), costituita da un materiale estremamente flessibile che reagisce alle diverse temperature presenti nel canale radicolare. Questa è la prima lega Ni-Ti per uso endodontico che combina sia l'effetto memoria di forma sia la superelasticità. Attualmente sono disponibili in commercio due strumenti in *MaxWire*: *XP-endo Shaper* e *XP-endo Finisher* (entrambi di *FKG Dentaire*). Nonostante gli strumenti in lega *MaxWire* siano relativamente dritti nella fase martensitica (fase M) a temperatura ambiente, essi assumono una forma ricurva quando sono esposti alla temperatura intracanalare, a causa di una trasformazione di fase nello stato austenitico (fase A). Pertanto, questi strumenti sfruttano l'effetto di memoria di forma quando vengono inseriti nel canale radicolare (trasformazione dalla fase M alla fase A) e possiedono dunque caratteristiche di superelasticità durante la preparazione [82].

Al momento, non sono disponibili studi che esaminano le temperature di trasformazione, la composizione delle fasi e la flessibilità degli strumenti in lega *MaxWire*.

Capitolo 3

Materiali e metodi

La procedura sperimentale che riguarda questo lavoro di tesi ha avuto luogo presso i laboratori del DISAT del Politecnico di Torino e ha previsto una serie di caratterizzazioni condotte su diversi prototipi di strumenti endocanalari, con diverse funzioni.

Per comodità, gli strumenti endocanalari a disposizione dell'analisi sono stati riuniti in 3 gruppi.

La parte sperimentale ha avuto inizio con la caratterizzazione di 5 strumenti endocanalari, utilizzabili in sequenza durante la terapia canalare, i quali rientrano nei prototipi del Gruppo 1. Sono compresi in questa serie uno *Slider*, uno *Shaper* e tre strumenti *Finishers* (F1, F2, F3). Lo *Slider* viene utilizzato per creare un percorso riproducibile verso il terminale apicale e apre la strada allo *Shaper*. Lo *Shaper* migliora l'efficienza di taglio e il trasporto di detriti nei due terzi coronali, fornendo un accesso facile e sicuro al terzo apicale da parte dei *Finishers*. A questo punto, i *Finishers* ultimano la sagomatura del canale radicolare. Durante il trattamento endodontico con tecnica *crown-down*, utilizzando ogni strumento di questa serie in sequenza è possibile effettuare una sagomatura completa ed efficace del canale radicolare.

In secondo luogo, sono stati presi in analisi 3 strumenti rotanti endocanalari precedentemente sottoposti a delle prove di fatica ciclica, che rientrano nei prototipi del Gruppo 2. Durante le prova a fatica, due di questi campioni hanno subito una frattura della punta (prototipi A e C), mentre uno ha subito solo una leggera deformazione plastica (prototipo B).

Infine, è stato preso in esame un'altro prototipo di strumento endocanalare, il quale rientra nel Gruppo 3 di analisi.

La composizione chimica e la microstruttura della lega sono state caratterizzate mediante fluorescenza a raggi X (XRF) ed osservazioni al microscopio metallografico.

In più, per ogni strumento, è stata effettuata un'osservazione al Microscopio

Elettronico a Scansione ad Emissione di Campo (FESEM), in modo tale da evidenziare la topografia e i particolari della loro superficie. E' stata inoltre effettuata un'analisi chimica elementare mediante sonda a dispersione di energia (EDS).

3.1 Tecniche di caratterizzazione

In questa sezione si descrivono sommariamente le tecniche di caratterizzazione utilizzate e si riportano i relativi parametri operativi.

3.1.1 Fluorescenza di raggi X

La fluorescenza di raggi X (XRF) è una tecnica di analisi non distruttiva che permette di conoscere la composizione elementare di un campione attraverso lo studio della radiazione di fluorescenza X. Tale radiazione è emessa dagli atomi del campione in seguito a eccitazione (che può dare anche effetto fotoelettrico), che si ottiene tipicamente irraggiando il campione con raggi X e gamma ad alta energia; effetti analoghi si hanno utilizzando fasci di ioni [40].

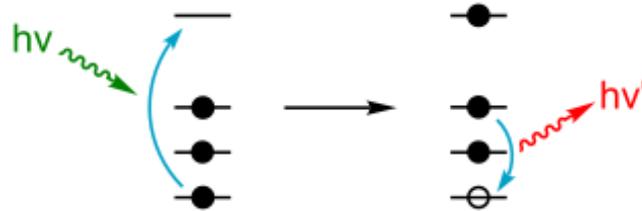


Figura 3.1: Fluorescenza X: il fotone incidente (verde) promuove un elettrone ad uno stato di energia maggiore. La lacuna viene colmata da un altro elettrone, che libera energia attraverso un fotone di fluorescenza (rosso) [40].

Nel momento in cui il campione da analizzare viene illuminato da un intenso fascio di raggi X (raggio incidente tipicamente prodotto da un target in Rodio, sebbene sia possibile utilizzare anche W, Mo, Cr e altri, a seconda dell'applicazione), parte dell'energia viene dispersa, ma parte viene anche assorbita all'interno del campione in base alla sua chimica. Infatti, c'è una probabilità non nulla che un elettrone più vicino al core (di energia E_1) venga espulso producendo una lacuna; questo fenomeno (effetto fotoelettrico) implica l'occupazione di quel livello energetico da parte di un elettrone degli strati più esterni (di energia $E_2 < E_1$) liberando un fotone di energia $E = E_2 - E_1$ (figura 3.1).

La radiazione di fluorescenza emessa da un elemento chimico presenta uno spettro caratteristico con righe ad energie note e tabulate, che dipendono dal suo

spettro di livelli energetici e che lo rendono riconoscibile da ogni altro elemento [40].

Parametri operativi



Figura 3.2: Spettrofotometro XRF "Bruker Tracer 5i" utilizzato per le analisi.

Per portare avanti questa caratterizzazione, è stato utilizzato lo spettrofotometro XRF "Bruker Tracer 5i" (figura 3.2) presso il laboratorio DISAT del Politecnico di Torino. Di seguito vengono riportate le condizioni sperimentali utilizzate durante l'analisi XRF (Tabella 3.1).

Tensione (kV)	30
Corrente (μm)	60
Tempo di acquisizione (s)	30
Range di energia (keV)	10
Anodo	Rh

Tabella 3.1: Parametri operativi utilizzati durante la fluorescenza di raggi X.

3.1.2 Microscopia elettronica ad emissione di campo

La microscopia elettronica a scansione è una tecnica di analisi non-distruttiva e molto versatile, la quale consente di effettuare la caratterizzazione morfologica dei

materiali. In questo lavoro di tesi è stato utilizzato un microscopio elettronico ad emissione di campo (FESEM). Nell'immagine 3.3 è raffigurato un Microscopio FESEM *ZEISS Supra 40*, lo stesso modello utilizzato per questo lavoro. Esso permette di ottenere immagini in bianco e nero da cui ricavare informazioni su:

- morfologia della superficie del campione;
- composizione chimico-fisica;
- contaminazione delle superfici;
- identificazione di difetti superficiali.



Figura 3.3: Microscopio FE-SEM *ZEISS Supra 40* [45].

Nel microscopio elettronico un fascio molto sottile di elettroni con energia fino a 15 keV viene focalizzato sulla superficie del campione, effettuandone una scansione in forma di successione di linee parallele. Prima di effettuare la scansione del campione, inizialmente viene sfruttato un sistema da vuoto, necessario affinché il fascio elettronico non venga rapidamente disperso per collisione con le molecole dell'aria (in genere si applica un vuoto tra a 10^{-3} e 10^{-6} torr).

Per generare il fascio elettronico primario che va ad impattare sulla superficie del campione, viene sfruttato un sistema costituito da un catodo e un anodo: nel momento in cui viene impostata e applicata una differenza di potenziale, il catodo genera il fascio di elettroni per effetto termoionico (o fotoelettrico).

In particolare, il FESEM, si serve di un catodo costituito da un singolo cristallo di tungsteno, il quale emette elettroni per effetto di campo. Il fascio di elettroni in questo caso viene emesso a seguito dell'applicazione di un forte potenziale elettrico, che permette di aumentare l'intensità del flusso di elettroni che incide sulla superficie. In questo modo, si riescono ad ottenere immagini più chiare e meno distorte e una risoluzione spaziale < 2 nm (da 3 a 6 volte superiore al SEM).

Il microscopio è dotato anche di un sistema di manipolazione del fascio elettronico, che consiste di una serie di lenti elettromagnetiche e spirali collocate nella colonna per controllare dimensione, forma e posizione del fascio sulla superficie del campione. Una volta che si ha l'interazione tra il fascio elettronico e il campione, si ha la riemissione sia di elettroni che di fotoni. Il segnale viene raccolto da una serie di detectors, ciascuno sensibile ad un particolare segnale emesso da campione; il segnale viene poi amplificato, elaborato e viene ottenuta la micrografia finale grazie ad un sistema di visualizzazione e registrazione dotato di tubi a raggi catodici.

In figura 3.4 è possibile osservare una rappresentazione schematica del funzionamento del FESEM.

In base al volume di interazione degli elettroni e al tipo di scattering, il campione emette:

- elettroni retrodiffusi (BSE), dovuti dall'interazione del fascio elettronico con gli strati del campione che si trovano tra le decine di nm ed i 100 nm di profondità dalla superficie, vengono utilizzati per effettuare analisi morfologiche;
- elettroni secondari (SED), emessi dai primi nm di spessore del campione, permettono di ottenere informazioni topografiche del campione;
- raggi X, emessi dagli strati più profondi del campione e impiegati per analisi composizionali.

Gli elettroni retrodiffusi derivano dallo scattering elastico degli elettroni primari con i nuclei degli atomi. Gli elettroni retrodiffusi hanno alta energia (> 50 eV) e quindi riescono a fuoriuscire dal campione da profondità superiori rispetto agli elettroni secondari. Questo comporta immagini a minore risoluzione (circa 1 μ m). Le immagini ottenute dagli BSE sono strettamente legate alla composizione del materiale: elementi con maggiore peso atomico hanno maggiori probabilità di generare un urto elastico (carica maggiore, maggiori dimensioni) e di generare elettroni retrodiffusi. Quindi le immagini di campioni ad alto peso atomico risultano più chiare rispetto a quelle con basso peso atomico.

L'urto anelastico (con perdita di energia dell'elettrone incidente) di un elettrone con un atomo del campione, può invece dare origine a due fenomeni associati:

1. emissione di un elettrone secondario (SE) scalzato dall'atomo;

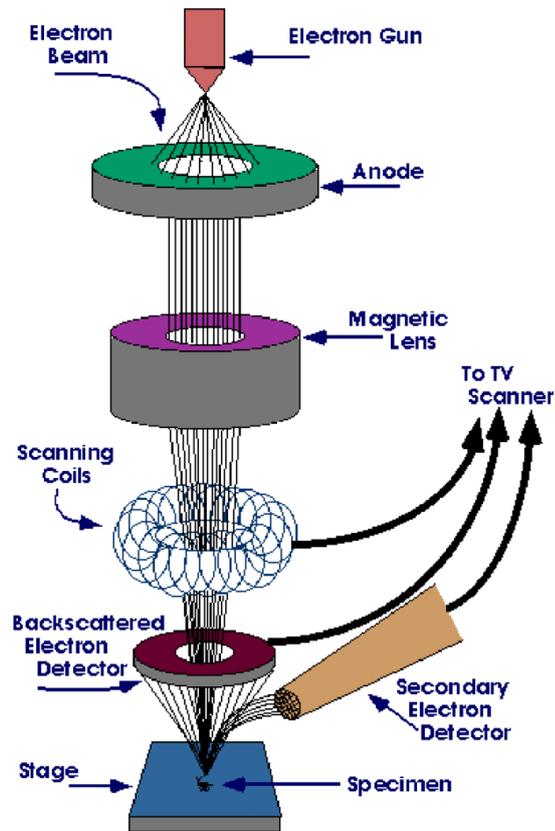


Figura 3.4: Diagramma schematico del microscopio elettronico a scansione [38].

2. emissione di raggi X caratteristici.

Nel primo caso, quando l'elettrone primario (PE) impatta sulla superficie del campione, esso cede parte della sua energia ad un altro elettrone di un atomo del campione, il quale viene scalzato dall'atomo: quest'ultimo prende il nome di elettrone secondario. Gli elettroni secondari hanno un'energia che dipende dal livello energetico nel quale si trovavano prima dell'urto. I SE vengono emessi solo dagli strati più superficiali del materiale e possiedono una bassa energia (< 50 eV, tipicamente tra 3 e 5 eV). Hanno un'energia che dipende dal livello energetico nel quale si trovavano prima dell'urto. Dato che hanno basse energie è necessario alto vuoto per poterli rivelare in modo efficiente.

A seguito dell'emissione dell'elettrone secondario, nell'atomo si genera una lacuna, che attrae un elettrone di un orbitale più esterno (livello energetico più alto). Quando un elettrone occupa la lacuna di un livello a minor energia, la differenza di energia della transazione può essere rilasciata sotto forma di raggi X.

I raggi X generati hanno un'energia rappresentata dalla differenza di energia tra questi due livelli, e dipendono inoltre dal numero atomico, che è una proprietà unica di ogni elemento. In sostanza, i raggi X rappresentano un “impronta digitale” di ogni elemento e possono essere utilizzati per identificare i diversi tipi di elementi contenuti in un campione. In figura 3.5 è illustrata una schematizzazione dei fenomeni emissivi che si generano nel SEM.

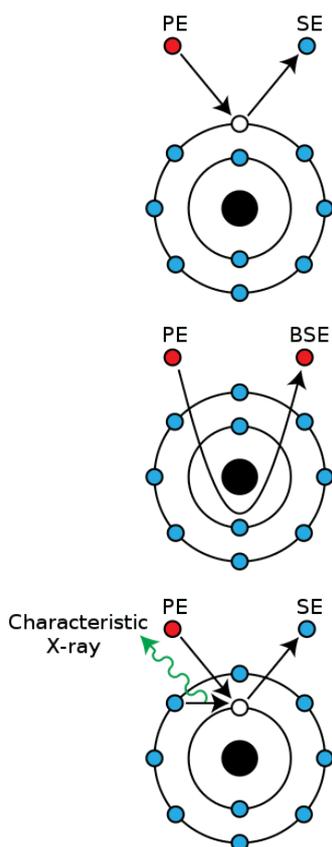


Figura 3.5: Emissioni che si verificano nel SEM a seguito dell'interazione tra elettroni del fascio primario (PE) ed elettroni del campione (dall'alto al basso: generazione di elettroni secondari, generazione di elettroni retrodiffusi, generazione di raggi X ed elettroni secondari) [39].

L'analisi EDS si serve proprio dei raggi X che si generano a seguito della emissione di elettroni secondari, e permette di ottenere informazioni sulla composizione chimica della superficie del campione. In particolare, i dati generati dall'analisi EDS sono costituiti da spettri con picchi corrispondenti a tutti gli elementi presenti nel campione. L'intensità dei raggi X caratteristici emessi da ogni elemento è proporzionale alla concentrazione dell'elemento stesso nel campione. L'analisi

può essere condotta sia sull'area che in quel momento viene ingrandita, oppure, fermando la scansione del fascio elettronico, su un punto di interesse sulla superficie del campione (microanalisi) o su una linea.

Parametri operativi

Come anticipato in precedenza, il microscopio elettronico a scansione ad emissione di campo utilizzato per questo lavoro di tesi è uno *ZEISS Supra 40 Field Emission Scanning Electron Microscopy* dotato di microsonda EDS.

L'analisi semi-quantitativa al FESEM è stata condotta su un'area contenente i vari strumenti, fissati al portacampione tramite nastro adesivo in grafite. In tabella 3.2 sono riportati i parametri operativi adottati durante tale analisi.

Segnale	Elettroni secondari
Tensione (kV)	5
Apertura (μm)	30

Tabella 3.2: Parametri operativi utilizzati durante l'analisi al FESEM.

L'analisi chimica elementare mediante microsonda a dispersione di energia (EDS) è stata condotta ad una distanza di lavoro pari a 8.5 mm su uno strumento per ogni gruppo, in tre diversi punti (all'inizio della parte attiva, al centro e nei pressi della punta). Successivamente, è stata eseguita una media aritmetica delle composizioni ottenute nei tre diversi punti per ottenere il rapporto atomico finale.

3.1.3 Analisi metallografiche

In modo tale da poter essere osservati al microscopio ottico, i prototipi del Gruppo 1 e 3 sono stati sottoposti alle operazioni di:

1. Inglobatura e taglio;
2. Lucidatura;
3. Attacco chimico.

Inglobatura e taglio

La prima fase della preparazione metallografica ha previsto l'inglobatura dei campioni in un cilindro di resina termoindurente. L'operazione è stata effettuata utilizzando una resina polimerizzante a freddo (Technovit 4071). Inglobare i campioni ne rende più semplice la manipolazione e la successiva fase di lucidatura. Tenendo in conto della piccola sezione dei campioni, infatti, senza l'inglobatura

risulta molto complicato ottenere con la lucidatura una superficie sufficientemente piana. Per poter ottenere un'inglobatura ottimale, ogni strumento è stato fissato dalla parte del manico sul fondo di un cilindro vuoto, all'interno del quale è stata in seguito effettuata la colata di resina a freddo.

Successivamente, per poter osservare come varia la microstruttura della lega Ni-Ti in diverse sezioni della parte lavorante, i campioni inglobati in resina sono stati opportunamente sezionati in diversi punti mediante l'utilizzo di una troncatrice "Remet TR 80 Evolution" (figura 3.6).

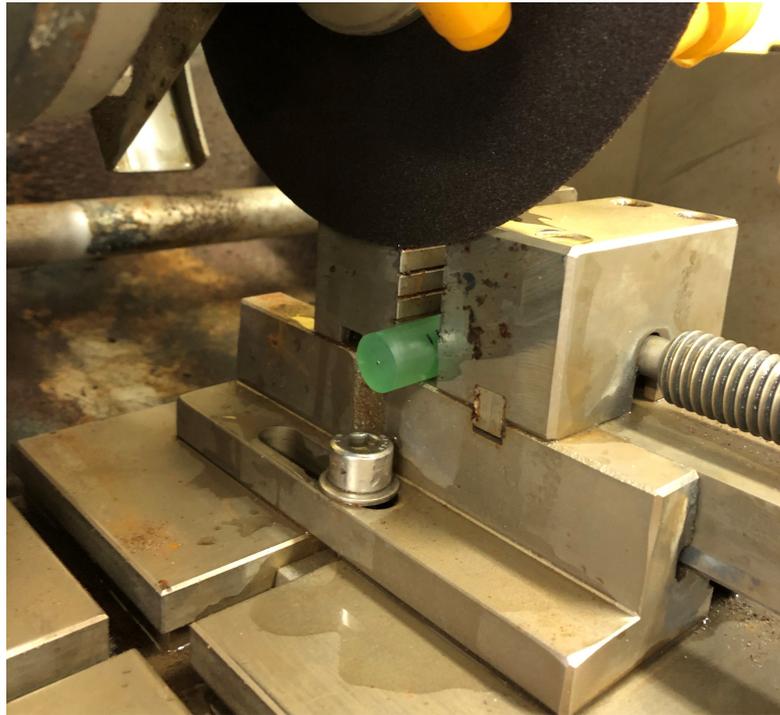


Figura 3.6: Lo strumento inglobato nella resina è bloccato e pronto per essere tagliato.

Lucidatura

L'osservazione al microscopio ottico prevede che la superficie da osservare sia quanto più possibile piana, liscia e lucidata a specchio. Per questo motivo, è necessario levigare la superficie dei provini, utilizzando prima una sequenza di carte abrasive con granulometrie via via più fini, e poi dei panni per lucidatura, i quali vengono inumiditi con un lubrificante.

È stata utilizzata una lucidatrice Remet LS2, riportata in figura 3.7: essa presenta un disco rotante, sul quale possono essere posizionati i diversi dischi abrasivi e panni.

Per ciascun provino, sono state utilizzate in sequenza quattro carte abrasive in SiC con granulometrie 600-1200-2400-4000 grids (secondo lo standard europeo, un numero maggiore indica una grana più fine).



Figura 3.7: Lucidatrice *Remet LS2*.

Le carte a grana più grossolana asportano materiale più velocemente, perciò la 600 grids è stata usata per rimuovere le righe più grossolane procurate dal taglio con la troncatrice. Ciascuna superficie di interesse è stata messa in contatto con il disco rotante applicando una leggera pressione: se si preme troppo, infatti, il rischio è quello di ottenere dei punti in cui la superficie non risulta perfettamente planare. Al fine di ottenere una superficie uniforme, inoltre, i provini sono stati ruotati periodicamente.

Durante la levigatura con carte abrasive è stato utilizzato un flusso d'acqua sul disco, maggiore per granulometrie più grossolane, che ha la funzione di diminuire

l'attrito che si genera, in modo da raffreddare la superficie del provino, e di allontanare il materiale asportato. Il flusso è stato regolato in maniera da tenere il disco umido e formare un sottile film in corrispondenza della regione dove è appoggiato il provino. Un flusso troppo abbondante provoca infatti uno scivolamento del provino sul disco senza effetto utile, mentre un flusso troppo scarso aumenta le probabilità di arresto dello scorrimento del provino sul disco, con la conseguenza che il campione possa venire trascinato dal disco, vanificando la lucidatura precedente.

Il passaggio da un disco abrasivo al successivo richiede che la superficie presenti dei segni uniformi: infatti, al termine di uno step di lucidatura, ogni campione veniva osservato al microscopio per avere una idea generale del risultato ottenuto. Se l'esito del trattamento non era soddisfacente, si continuava a lucidare il campione. Per ottenere un buon risultato, sono stati necessari diversi minuti di levigatura per ogni carta abrasiva.

Nell'istante in cui viene raggiunto un risultato soddisfacente con la carta abrasiva 4000 grids, si è passati all'utilizzo dei panni per lucidatura, che non richiedono invece un flusso d'acqua, bensì un lubrificante.

Sono stati utilizzati due panni, e rispettivamente, sono state applicate sulla superficie, in sequenza, due paste diamantate con particelle di 3 μm e 1 μm . Anche con i panni è stato necessario osservare i provini di tanto in tanto al microscopio e procedere con la lucidatura fino a ottenere una superficie dall'aspetto uniforme.



Figura 3.8: Campione dopo immersione per 1 secondo nella soluzione acida.

Attacco chimico

I provini lucidati sono infine stati sottoposti ad un attacco chimico, operazione necessaria per poter osservare la microstruttura del materiale.

Inizialmente i campioni lucidati sono stati sonicati in etanolo per una decina di minuti in modo tale da rimuovere eventuali contaminanti sulla superficie. Successivamente, è stato condotto l'attacco chimico esponendo la superficie lucidata dei provini ad una soluzione aggressiva di acido fluoridrico (HF), acido nitrico (HNO_3) e acido acetico (CH_3COOH) in rapporto 2:5:5 [41], per tempi compresi fra 1 e 3 secondi. Successivamente i campioni sono stati risciacquati con acqua distillata, sonicati nuovamente in etanolo per 10 minuti e poi accuratamente asciugati.

A causa dell'uso di acido fluoridrico (HF), la soluzione doveva essere fresca, in quanto l'applicazione di HF dopo solo un'ora non ha più lo stesso effetto aggressivo. Per questo motivo, la soluzione veniva preparata poco prima dell'esecuzione dell'attacco chimico (figura 3.8).

Capitolo 4

Risultati e discussioni

I risultati delle caratterizzazioni effettuate sono stati riportati in questa sezione.

4.1 Spettrofotometria XRF

La spettrofotometria all'XRF ha confermato che il materiale della parte attiva è una lega Ni-Ti. Lo spettro ottenuto è riportato in figura 4.1.

Oltre ai picchi relativi alle $K\alpha$ e $K\beta$ del Nichel e del Titanio, l'analisi ha evidenziato, in tutti e tre i gruppi, la presenza di impurezze di Al, Si e Fe. Dato che l'anodo è costituito da Rodio, nello spettro compaiono anche i picchi di tale elemento. La presenza di Argon nello spettro potrebbe derivare dal fatto che la misura è stata condotta in aria.

Considerando che l'XRF è un'analisi semi-quantitativa, non è possibile quantificare gli elementi in lega. Tuttavia, dagli spettri ottenuti, si può notare come le tre leghe differiscono tra loro dal punto di vista del rapporto atomico tra i vari elementi.

Applicando il metodo della deconvoluzione, è stato possibile rappresentare in un grafico a colonne le aree sottese ai picchi relativi alle $K\alpha$ e $K\beta$ degli elementi presenti in quantità maggiore, ovvero il Nichel e il Titanio (figura 4.2). In particolare, si osserva che nei prototipi di strumenti endocanalari del gruppo 1 e 2 il rapporto atomico tra gli atomi di Nichel e gli atomi di Titanio varia appena, a differenza del prototipo del gruppo 3 che possiede una differente composizione chimica. Tuttavia, le tre leghe presentano tutte una maggiore percentuale di Nichel rispetto al Titanio.

Per poter visualizzare meglio come varia la quantità relativa degli elementi presenti in tracce (Alluminio, Silicio e Ferro) è stato costruito un ulteriore grafico riportando solo le aree sottese ai picchi di questi elementi (figura 4.3).

Il Silicio e l'Alluminio sono presenti in bassissima percentuale in tutte e tre le leghe. Nei prototipi del gruppo 1 risulta esserci una maggiore quantità di Alluminio,

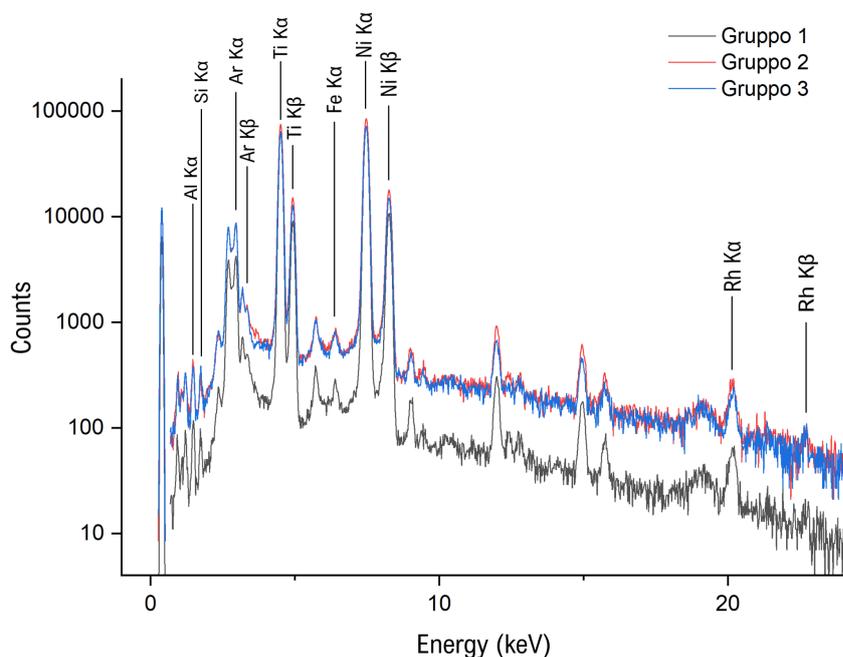


Figura 4.1: Spettri delle tre leghe che costituiscono la parte attiva dei prototipi di ogni gruppo oggetto di analisi (è stato preso in esame un solo strumento per ogni gruppo).

Silicio e Ferro rispetto al gruppo 2. Tra i vari gruppi, il prototipo del gruppo 3 è quello contenente più Silicio, ma relativamente meno Ferro.

4.2 Microscopia elettronica ad emissione di campo

Dalle micrografie ottenute al FESEM sono state ricavate molte informazioni utili riguardo alla topografia superficiale degli strumenti e al processo di lavorazione che hanno subito.

Inizialmente, sono state catturate per ogni strumento all'incirca 13 micrografie, dall'inizio delle lame fino alla punta, ad un ingrandimento 180x. Tali immagini sono state messe insieme e ricostruite grazie all'utilizzo di Photoshop, ed il risultato finale è riportato in Figura 4.4 e 4.5.

Dalla ricostruzione in Figura 4.4 è possibile notare che i vari strumenti possiedono un numero di spigoli taglienti differente. In particolare, si osserva che lo *Shaper* possiede più spigoli di taglio rispetto agli altri strumenti e anche una riduzione progressiva del passo fino alla punta: probabilmente per espletare al meglio la sua

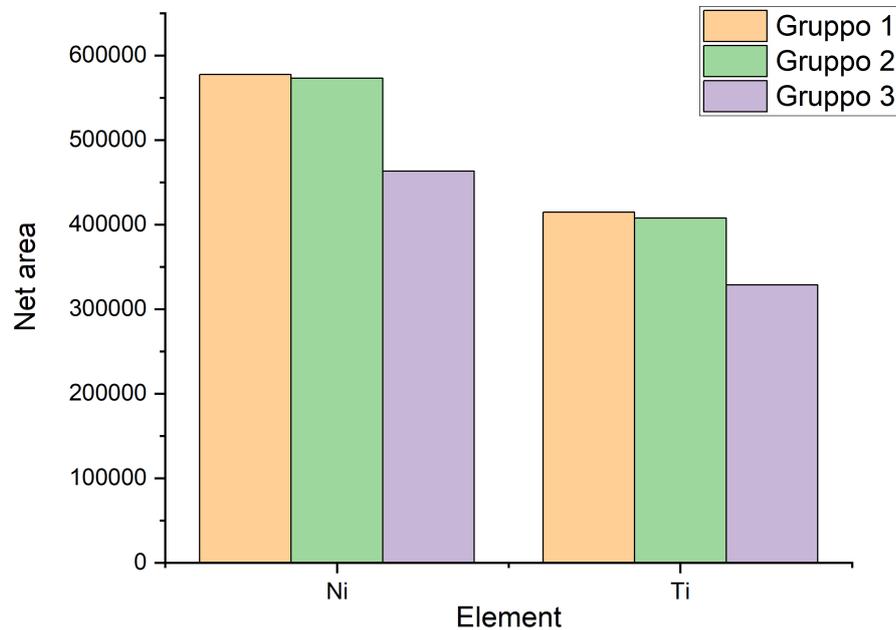


Figura 4.2: Grafico a colonne rappresentante le aree sottese ai picchi degli elementi presenti in maggiore quantità.

funzione è necessaria questa geometria, la quale fornisce una capacità di taglio superiore rispetto agli altri strumenti. A differenza dello *Slider* e dello *Shaper*, gli strumenti *Finishers* (F1,F2,F3) possiedono invece un numero di bordi taglienti inferiore.

Infatti, è opportuno considerare che, diversamente dal resto degli strumenti che dalla punta fino alla fine delle spirali hanno dimensioni della sezione trasversale crescenti, i *Finishers* da un certo punto in poi presentano un calo percentuale della conicità e un passo che rimane quasi costante. Questa caratteristica costruttiva aiuta molto la rimozione dei detriti organici, migliora notevolmente la flessibilità e riduce il rischio di *taper lock*, con un conseguente incremento della sicurezza durante le operazioni di sagomatura del canale. Ciò risulta essere ragionevole, dato che i *Finishers* sono gli ultimi strumenti che vengono utilizzati in sequenza, con l'obiettivo di ultimare la sagomatura del canale radicolare. Insieme al numero dei bordi taglienti, negli strumenti varia leggermente anche l'angolo di taglio. Nello specifico, all'aumentare del numero di lame, l'angolo di taglio diminuisce.

Inoltre, si nota perfettamente che le spirali che compongono la parte attiva degli strumenti non sono esattamente simmetriche in ogni punto. Ad esempio,

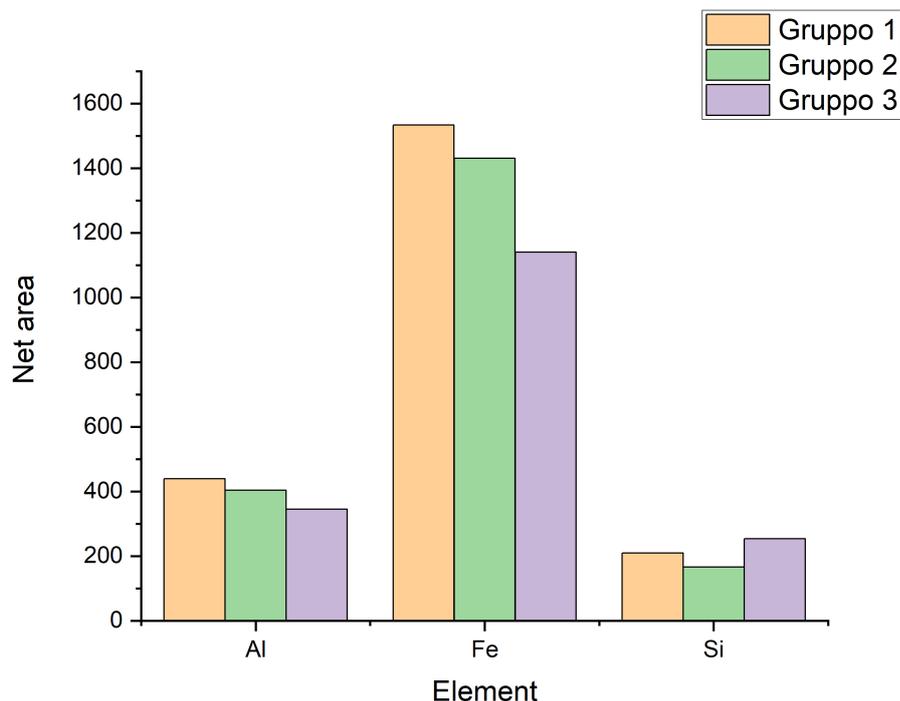


Figura 4.3: Grafico a colonne rappresentante le aree sottese ai picchi degli elementi presenti in tracce.

nella porzione coronale dello strumento F3 (lato sinistro) si osservano delle chiare distorsioni della spirale: non è stata garantita la classica 'bombatura', bensì lo spigolo tagliente risulta essere piuttosto rettilineo.

Per quanto riguarda invece gli strumenti del gruppo 2 (Figura 4.5), dalla loro ricostruzione si può osservare che il prototipo A ha subito la frattura in una porzione meno apicale rispetto al prototipo C. Il prototipo B non è giunto a rottura, ma ha subito una leggera strizione nei pressi della punta.

Il prototipo appartenente al gruppo 3 di analisi differisce dal resto degli strumenti in quanto possiede un numero di spigoli taglienti superiore, e dunque anche un passo inferiore, che si traduce in una maggiore efficienza di taglio.

Le micrografie al FESEM hanno permesso inoltre di esaminare anche il processo di lavorazione superficiale che hanno subito gli strumenti. Dato che sulla superficie è possibile osservare la direzione di striature metalliche che proseguono in senso trasverso rispetto all'asse di rotazione dello strumento, si deduce che gli strumenti in esame hanno subito un'operazione di molatura e rettifica superficiale con l'obiettivo di asportare il materiale in eccesso e ottenere la geometria voluta (Figura 4.6).

Questa lavorazione produce sullo strumento dei difetti non trascurabili, siccome

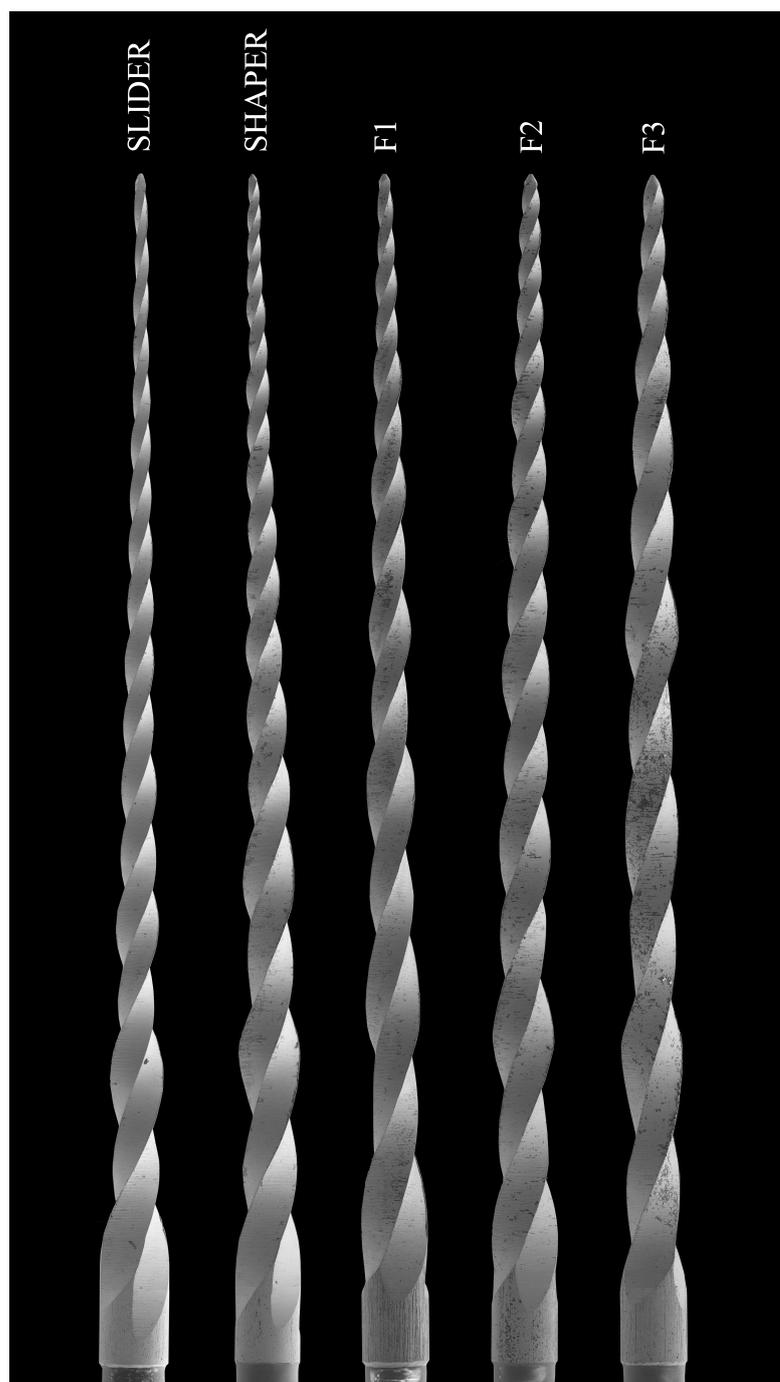


Figura 4.4: Ricostruzione delle immagini ottenute al FE-SEM (ingrandimento 180x) degli strumenti endocanalari del gruppo 1.

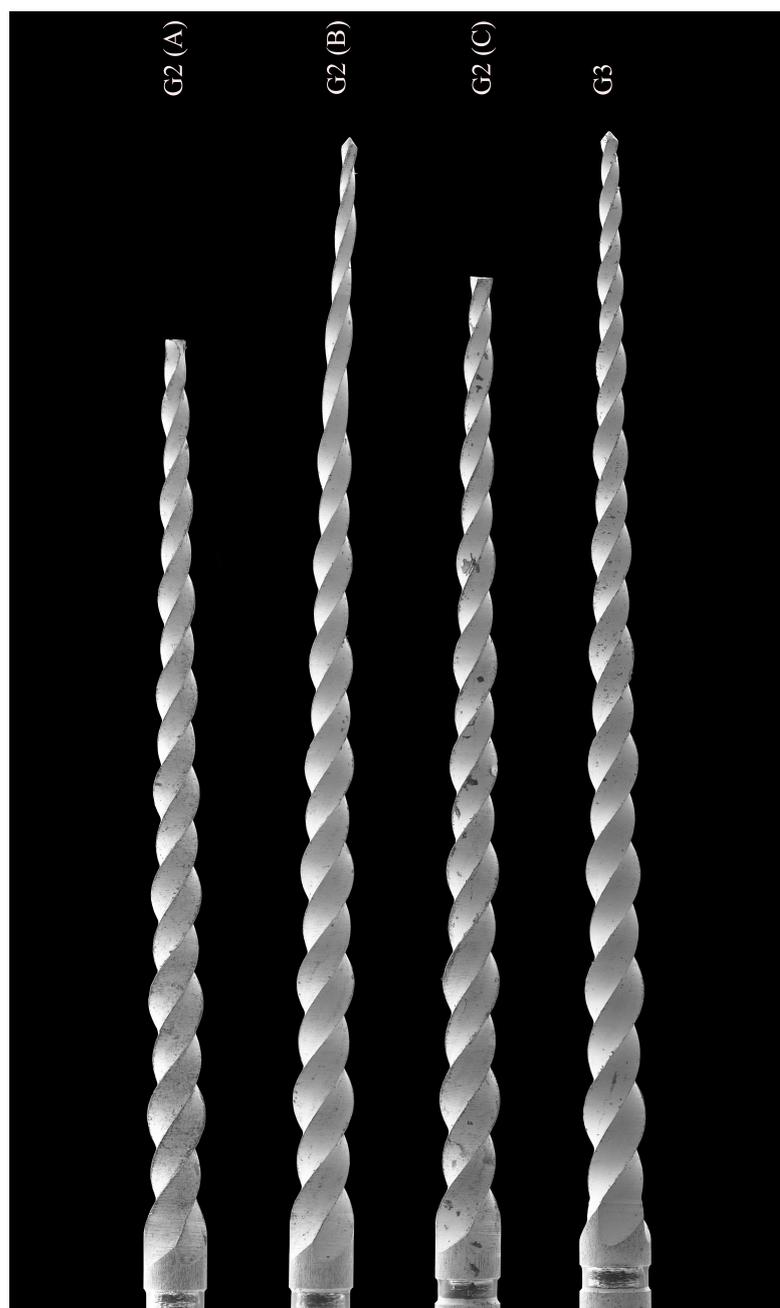


Figura 4.5: Ricostruzione delle immagini ottenute al FE-SEM (ingrandimento 180x) degli strumenti endocanalari del gruppo 2 (A, B e C) e il prototipo del gruppo 3.

nei pressi dei bordi di taglio si verifica la presenza di trucioli rimasti adesi sulla

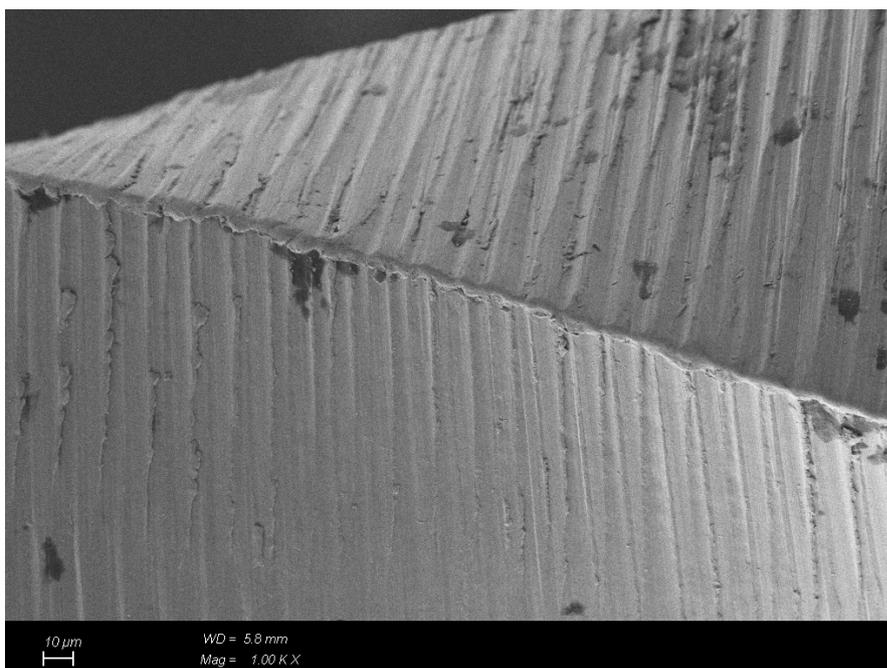


Figura 4.6: Micrografia al FE-SEM ad ingrandimento 1000x in cui si osservano i dettagli delle striature prodotte dalla molatura.

superficie (Figura 4.7). Il materiale in eccesso presente sugli spigoli può essere dannoso dal punto di vista della sicurezza e della resistenza a fatica dello strumento, poichè in quei punti è possibile che avvenga una intensificazione degli sforzi, con conseguente alterazione della distribuzione degli sforzi sulla superficie. Nelle zone di intensificazione degli sforzi è probabile che si verifichi conseguentemente l'innescio di cricche, le quali si propagano durante il trattamento clinico e possono provocare una frattura improvvisa dello strumento endocanalare.

Un'altro particolare che si è voluto mettere in risalto utilizzando il FESEM è la geometria delle punte (o guide di penetrazione) dei vari strumenti, le quali svolgono un ruolo fondamentale durante la fase di sagomatura in una terapia canalare. In figura 4.8 viene raffigurato un ingrandimento 500x delle micrografie delle punte degli strumenti rotanti del Gruppo 1.

Confrontando le diverse micrografie ottenute, si evince che la geometria delle punte non è la stessa per tutti gli strumenti. Tra gli strumenti del gruppo 1, lo *Slider* è l'unico strumento che presenta un raggio di curvatura della punta più piccolo. Questo è un requisito fondamentale per tale strumento, considerando che è il primo che viene utilizzato in sequenza, in quanto ha il ruolo di creare un *glide path* in modo sicuro.

D'altra parte, è utile indagare attentamente sui dettagli degli altri strumenti del

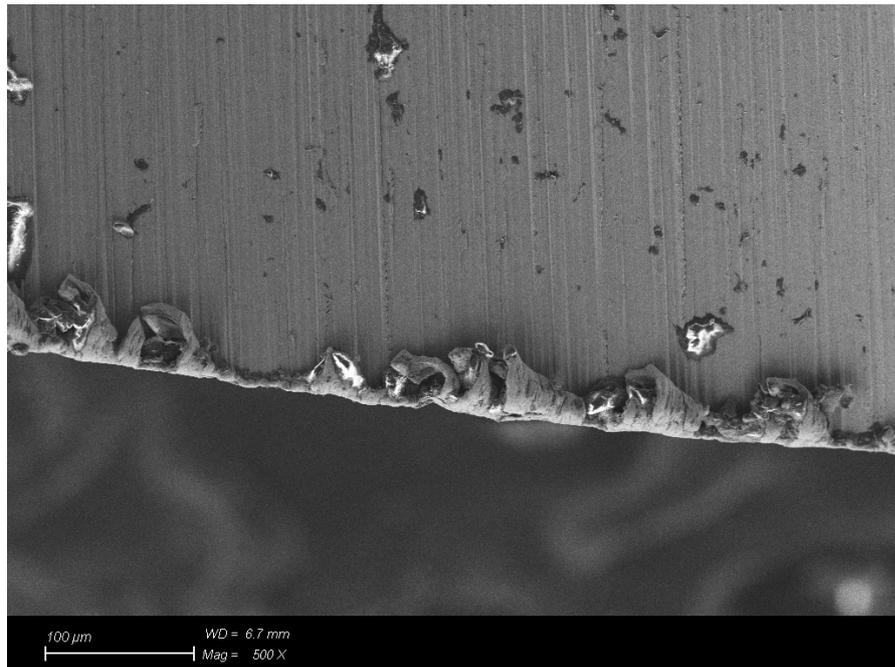


Figura 4.7: Micrografia al FE-SEM ad ingrandimento 500x in cui vengono messi in risalto i trucioli rimasti adesi allo strumento F3.

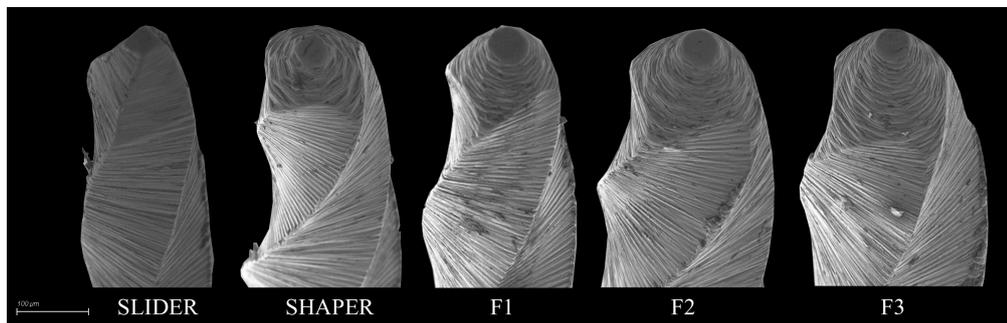


Figura 4.8: Ingrandimento 500x al FE-SEM delle punte di ciascun prototipo del Gruppo 1.

gruppo 1, i quali presentano una punta moderatamente tagliente, fondamentale al fine di ridurre il rischio che avvengano fenomeni di perforazione o allargamento del forame apicale. Come accennato nella sezione 1.3.2, questa caratteristica geometrica potrebbe generare alcune problematiche se lo strumento lavora all'interno di un canale che presenta una sezione trasversale più piccola rispetto alla sezione della punta. In questo caso, si avrebbe un incremento notevole delle sollecitazioni di torsione in superficie, che porterebbe a una probabile deformazione plastica dello

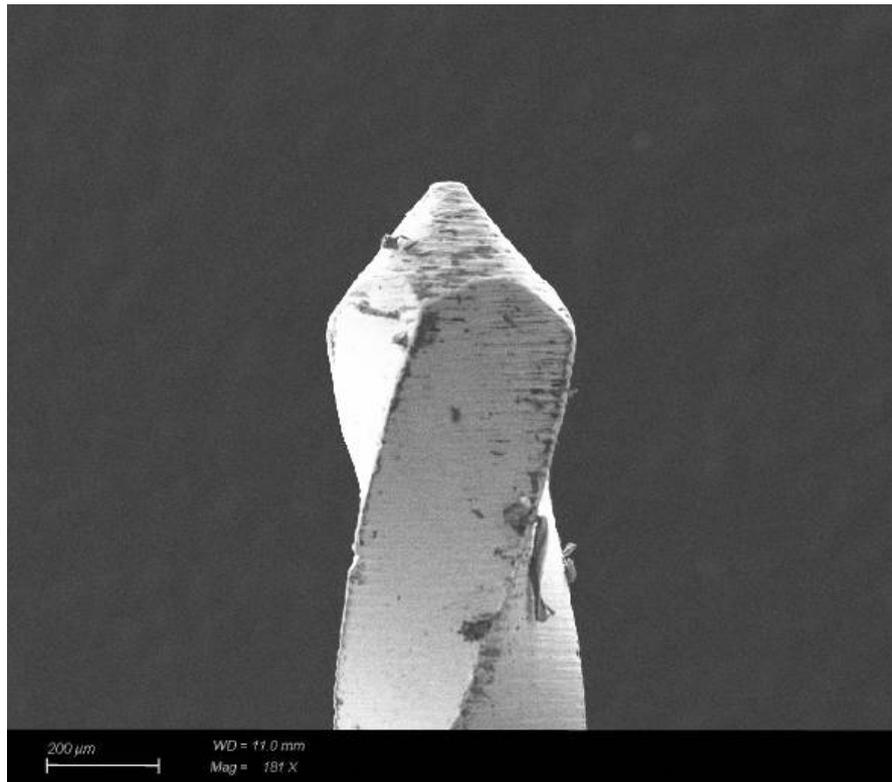


Figura 4.9: Ingrandimento 180x al FESEM della punta del prototipo appartenente al gruppo 3 di analisi.

strumento, e nel peggiore dei casi a rottura. Tuttavia, se la sagomatura del canale viene effettuata seguendo il criterio in sequenza di *Slider - Shaper - Finishers*, questo problema non si pone dato che viene già creato un *glide path* sicuro.

Dalla Figura 4.9 si può notare che il prototipo del Gruppo 3 presenta una punta attiva, dotata di un raggio di curvatura abbastanza piccolo. Questo particolare geometrico fornisce allo strumento una capacità di penetrazione nel canale radicolare e una efficienza di taglio molto elevata.

4.2.1 Analisi EDS

L'analisi chimica elementare mediante microsonda a dispersione di energia (EDS) ha permesso di stimare il rapporto atomico tra gli atomi di Nichel e Titanio. I risultati sono riportati nella tabella 4.1.

Strumenti	Ni (weight %)	Ti (weight %)
Gruppo 1	56.19	43.81
Gruppo 2	56.67	43.33
Gruppo 3	55.93	44.07

Tabella 4.1: Composizioni chimiche delle leghe che costituiscono la parte attiva degli strumenti del Gruppo 1, 2 e 3.

4.2.2 Superficie di frattura (Gruppo 2)

I prototipi A e B del Gruppo 2 che sono stati precedentemente sottoposti a delle prove a fatica e hanno subito frattura sono stati osservati al FESEM. La superficie di frattura del prototipo A e del prototipo B ha mostrato chiari segni di frattura duttile.

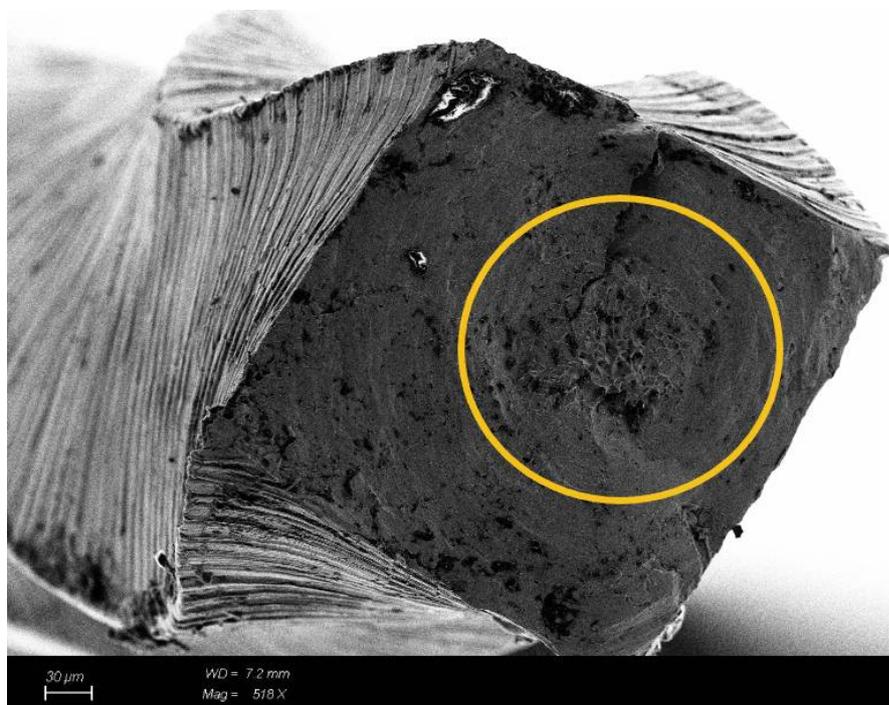


Figura 4.10: Superficie di frattura del prototipo A del Gruppo 2 (ingrandimento 518x).

Entrando nello specifico, la frattura di questi strumenti è di tipo torsionale. Il cedimento torsionale si verifica quando una parte apicale dello strumento endodontico, più frequentemente la punta, operando in rotazione continua o alternata, rimane bloccata nella parete dentinale mentre la sua porzione coronale continua

a ruotare, causandone la frattura [44]. In figura 4.10 si può osservare all'interno del cerchio giallo la presenza di segni di abrasione circolari concentrici e fossette fibrose in prossimità del centro di rotazione, caratteristiche tipiche di una superficie di frattura di uno strumento sottoposto a un carico torsionale durante una prova a fatica. Inoltre, ad ingrandimenti maggiori (figura 4.11) si nota la presenza dei cosiddetti *dimples*, ovvero delle microcavità le quali nucleano in corrispondenza di particelle di seconda fase a causa della decoesione o della rottura della particella. All'aumentare del carico a fatica o all'aumentare del tempo di applicazione di tale carico, queste microcavità si accrescono attorno alle particelle di seconda fase a causa della deformazione plastica della matrice, successivamente coalescono fino a che non si ha la frattura dello strumento.

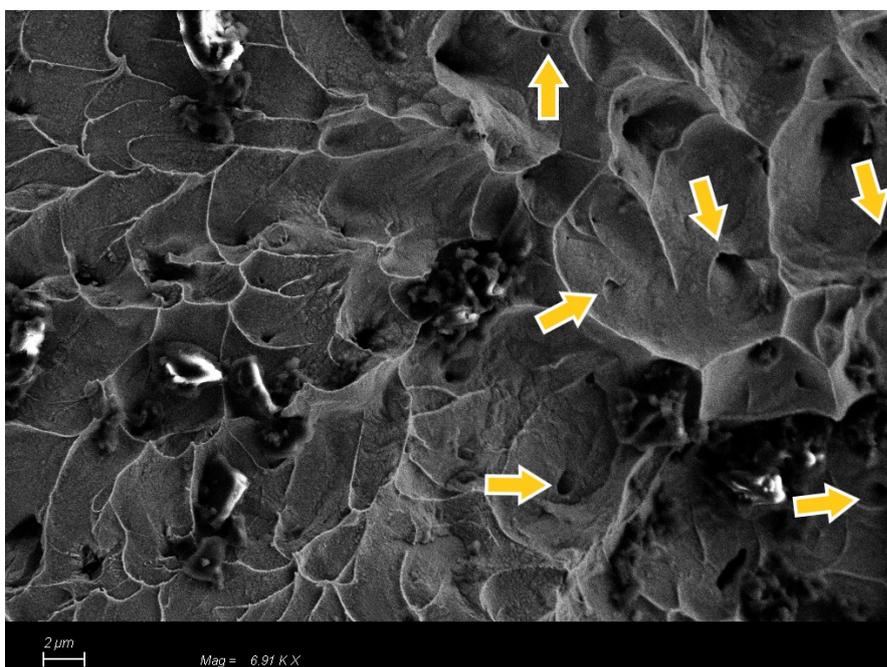


Figura 4.11: Ingrandimento 6910x del centro della superficie di frattura del prototipo A del Gruppo 2, che mette in risalto la presenza di microvuoti, indicati dalle frecce gialle.

La ricerca ha dimostrato che la rottura per fatica si verifica con la formazione di microcricche, di solito sulla superficie di uno strumento endocanalare, con la crescita di tale cricca che aumenta di piccoli incrementi durante ogni ciclo di carico [87]. Questo comportamento è comunemente osservato in qualsiasi materiale sottoposto a un carico di fatica. In condizioni cliniche, lo sforzo di trazione induce la nucleazione e la propagazione di una cricca dalle irregolarità superficiali degli strumenti, che presentano una regione dove lo stress è più concentrato. Nel nostro

caso, tutti gli strumenti di analisi presentano irregolarità sulla superficie.

4.3 Analisi metallografiche

Dopo aver effettuato una corretta lucidatura e aver attaccato chimicamente la superficie da analizzare, i campioni sono stati osservati al microscopio ottico, con lo scopo di ottenere informazioni riguardo la microstruttura delle fasi presenti all'interno della lega Ni-Ti.

L'osservazione al microscopio ottico degli strumenti ha evidenziato la presenza di un sistema solido bifasico costituito da austenite e martensite/fase R. Gli specifici trattamenti termici che hanno subito i diversi strumenti influenzano principalmente le proporzioni delle varie fasi e, in modo meno rilevante, la loro morfologia.

In modo tale da avere un metodo standard per ispezionare le varie regioni, sono state effettuate due micrografie per ogni strumento, una nei pressi della punta e l'altra a circa 18 mm dalla punta (all'inizio delle lame).

4.3.1 Sezione trasversale alla base dello strumento

Dalla micrografia (20x) della sezione più lontana dalla punta dello *Slider* (figura 4.12), si evince la predominanza della fase martensitica rispetto alla fase austenitica. La fase più chiara, piatta e non simmetrica rappresenta i grani grossolani austenitici (stella rossa), mentre la martensite (triangolo blu) risulta ben riconoscibile all'interno della microstruttura, in quanto assume una forma lenticolare nella matrice austenitica. La dimensione dei grani martensitici in questa sezione dello strumento è compresa tra 2-50 μm .

Si ipotizza che il materiale che costituisce la parte attiva dello *Slider* sia una lega *M-wire* (lega austenitica con quantità variabili di martensite). Tale strumento potrebbe aver subito un trattamento termico di invecchiamento, dato che si osserva una netta prevalenza della fase martensitica rispetto a quella austenitica. I grani martensitici presentano un differente orientamento spaziale, tuttavia risultano ben distribuiti all'interno della matrice austenitica.

Se si effettua un confronto con il lavoro portato avanti da *Losertová* e coautori, si evince che la microstruttura dello *Slider* ha molte somiglianze con la microstruttura di una lega NiTi quasi equiatomica che ha subito uno specifico trattamento termico (figura 3b) [86]. Conseguentemente, si può ipotizzare che le due leghe abbiano subito un trattamento termico simile, il quale consiste nel sottoporre la lega ad un trattamento di ricottura della durata di un'ora, seguito da un trattamento di tempra in acqua e poi da un processo di invecchiamento condotto a 350°C.

Oltre alla fase martensitica, che si distingue per la sua particolare forma lenticolare, e a quella austenitica, il trattamento termico subito dallo strumento potrebbe aver portato anche alla formazione di precipitati.

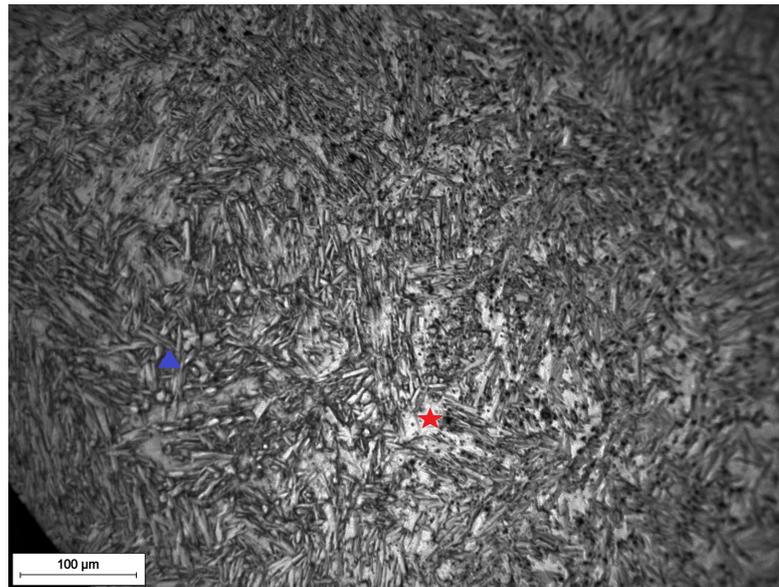


Figura 4.12: Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta dello *Slider*. La fase martensitica si presenta sottoforma di aghetti (triangolo blu), mentre la fase austenitica è più chiara (stella rossa).

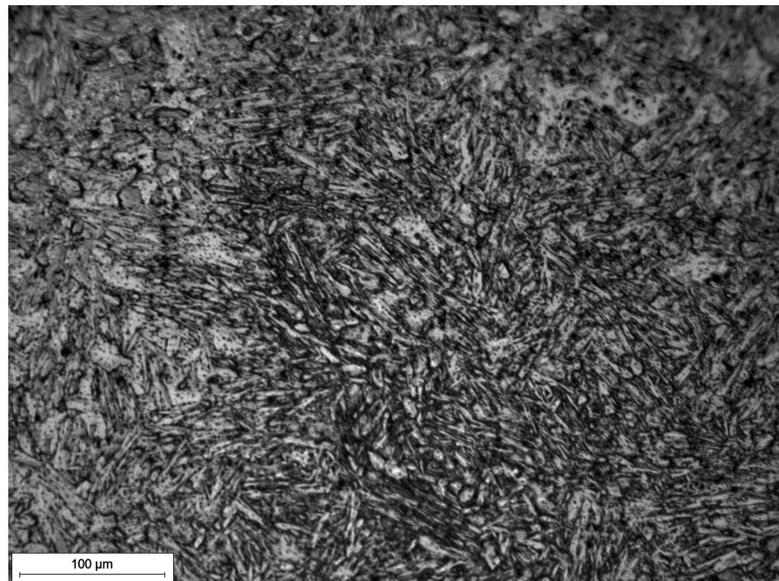


Figura 4.13: Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta dello *Shaper*.

Lo *Shaper* presenta, rispetto allo strumento analizzato in precedenza, una

quantità maggiore di fase martensitica, come si nota dalla figura 4.13. La principale differenza risiede nel fatto che i grani martensitici si presentano meno allungati e di dimensione inferiore (2-30 μm). La temperatura alla quale viene condotto il trattamento e la velocità di raffreddamento influenzano notevolmente sia la dimensione dei grani che l'abbondanza relativa delle due fasi. Una riduzione della dimensione dei grani martensitici determina nello strumento un incremento della resistenza allo snervamento, della resistenza a fatica e della duttilità, ma anche una diminuzione della tenacità a frattura, a causa del minore effetto di deviazione del percorso della cricca indotto dai grani.

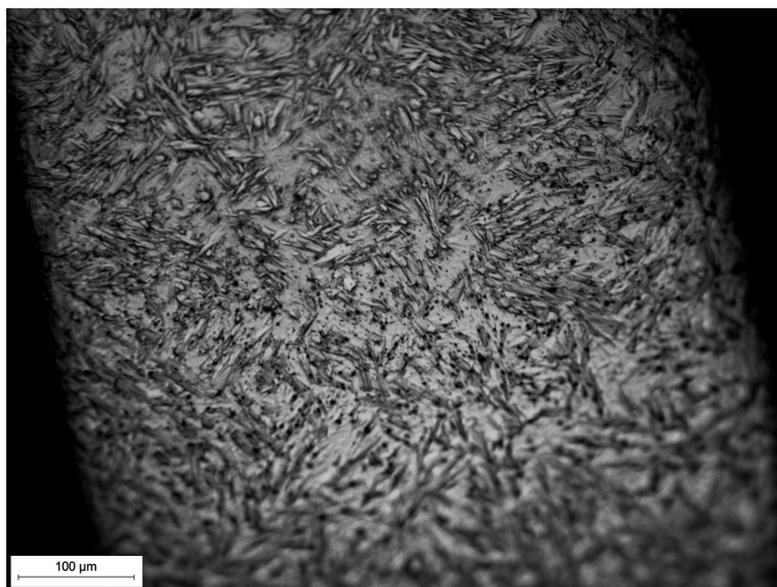


Figura 4.14: Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta del *Finisher 1*.

Come si evince dalla figura 4.14, la sezione del *Finisher 1* lontana dalla punta non differisce molto dalle microstrutture analizzate in precedenza, ad eccezione del fatto che la quantità di fase austenitica risulta maggiore. Ciò potrebbe essere dovuto sempre al tipo di trattamento che lo strumento ha subito.

I grani di martensite presentano comunque un'orientazione spaziale molto casuale e la loro dimensione media si aggira sui 20 μm .

Differentemente dal resto degli strumenti, l'osservazione del *Finisher 2* al microscopio ottico ha rivelato una microstruttura particolare. Innanzitutto, si osserva in figura 4.15 una netta predominanza di fase austenitica al centro dello strumento, mentre sui bordi c'è la presenza quasi esclusivamente di grani martensitici. Dato che la trasformazione di fase da austenite a martensite può essere indotta anche attraverso l'applicazione di uno sforzo (Stress Induced Martensite), si ipotizza che

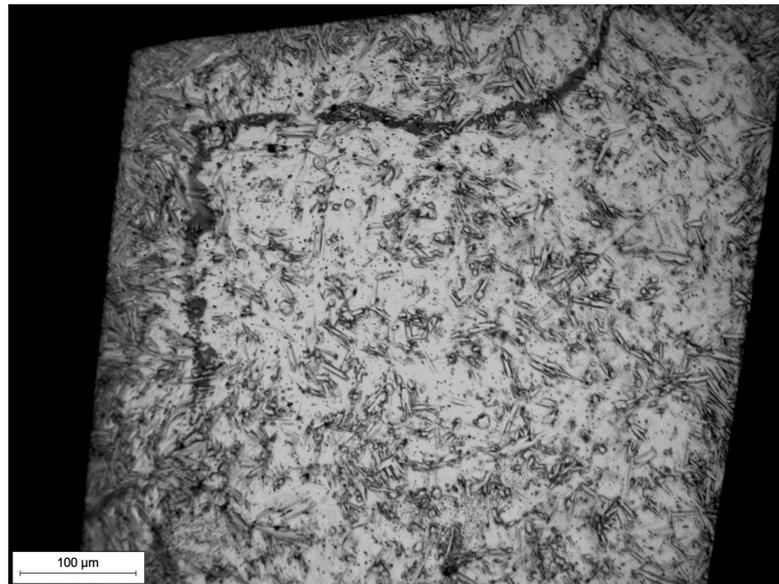


Figura 4.15: Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta del *Finisher 2*.

la martensite ai bordi si sia formata a seguito del processo di lavorazione che lo strumento ha subito in superficie.



Figura 4.16: Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta del *Finisher 3*.

In particolare, analizzando il lavoro portato avanti da Losertová e coautori, la microstruttura del *Finisher 2* ha molte somiglianze con la microstruttura di una lega Ni-Ti quasi equiatomica che ha subito un trattamento di ricottura e tempra in acqua, seguito da un invecchiamento a 290°C (figura 3a) [86]).

Stando al lavoro di Losertová e coautori [86], nella figura 3a) si osserva una matrice austenitica, in cui una fase minoritaria NiTi₂ si presenta sotto forma di ammassi di particelle spezzate e allungate in direzione dell'asse longitudinale del filo, cioè lungo la direzione di trafilatura.

La dimensione dei grani è compresa tra 2-30 µm. In alto a sinistra della figura 4.15 è anche osservabile un probabile residuo di soluzione acida che non è stato possibile eliminare.

La micrografia della sezione a 18 mm dalla punta del *Finisher 3* (figura 4.16) ricorda molto quella del *Finisher 1*, ma l'abbondanza relativa della fase martensitica è superiore rispetto a quella austenitica. La dimensione dei grani arriva fino a 50 µm.

Per quanto riguarda invece il prototipo del Gruppo 3, l'osservazione al microscopio della sezione trasversale a circa 18 mm dalla punta (figura 4.17) ha evidenziato la presenza di grani martensitici di dimensioni variabili tra i 2 e i 30 µm.

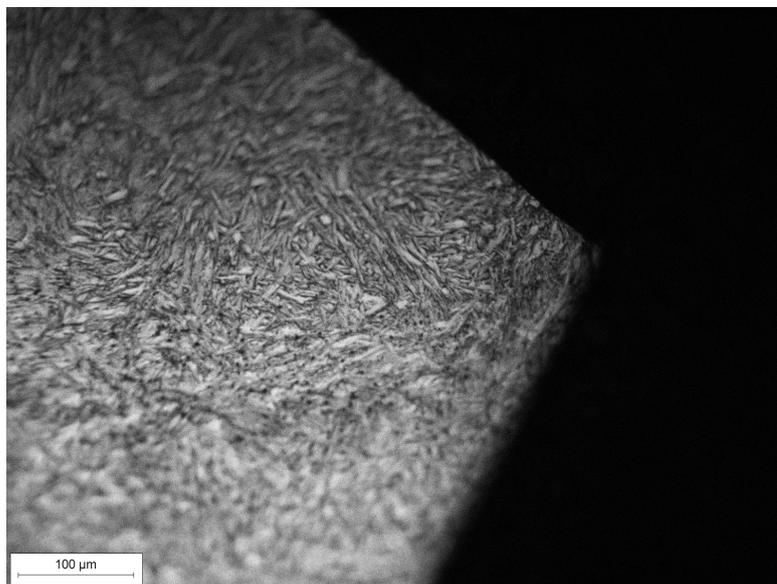


Figura 4.17: Micrografia ottica (20x) della sezione a 18 mm dalla punta del prototipo del Gruppo 3.

4.3.2 Sezione trasversale all'apice dello strumento

In figura 4.18 sono state messe insieme le immagini al microscopio ottico delle sezioni trasversali più vicine alla punta di ogni strumento del Gruppo 1 e 3.

Osservando l'immagine A in figura 4.18, si evince che la microstruttura dello *Slider* nei pressi della punta presenta un rapporto simile di fase austenitica e martensitica, il che sottolinea il fatto che si tratta di una lega *M-Wire*. Nell'immagine B, si nota come nella sezione prossima alla punta dello *Shaper* si ha una leggera variazione della microstruttura rispetto alla sezione trasversale lontana dalla punta: si osserva una chiara predominanza della fase martensitica, formata da grani di dimensioni molto variabili. Si possono notare aree limitate con grani martensitici geminati di dimensioni più piccole. La presenza di questi ultimi è fondamentale, considerando che la punta è la porzione di strumento più sollecitata meccanicamente e che necessita maggiormente di resistere a deformazioni più elevate.

Lo stesso discorso vale per il *Finisher 1*: dalla micrografia C in figura 4.15 emerge che la quantità di fase martensitica nei pressi della punta aumenta notevolmente rispetto alla sezione più lontana dalla punta e la dimensione dei grani diminuisce.

Nella regione più prossima alla punta del *Finisher 2* (immagine D) l'abbondanza relativa di fase martensitica aumenta considerevolmente. In più, si nota una sezione non perfettamente simmetrica dello strumento nei pressi della punta, che potrebbe portare ad alterazioni degli stress di torsione e flessione percepiti in superficie dallo strumento.

La micrografia della punta del *Finisher 3* (immagine E) non ha evidenziato sostanziali differenze rispetto alle punte del *Finisher 1* e del *Finisher 2*: nella regione predomina la presenza di grani martensitici con la loro classica struttura lenticolare.

La microstruttura nei pressi della punta del prototipo del Gruppo 3 ha evidenziato la predominanza di grani martensitici di dimensione inferiore rispetto agli altri strumenti del Gruppo 1.

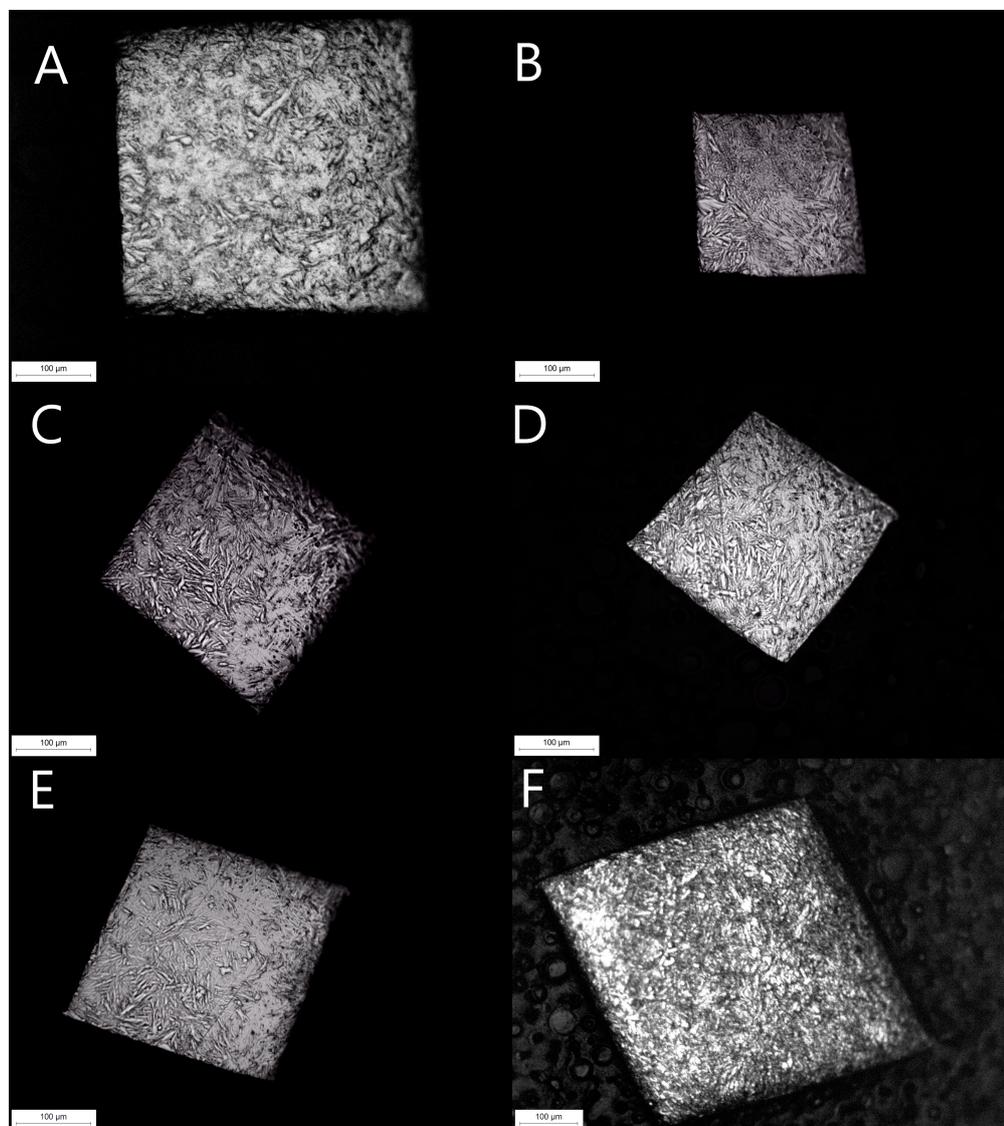


Figura 4.18: Micrografia ottica (20x) delle punte dei prototipi del Gruppo 1 e del Gruppo 3.

Capitolo 5

Conclusioni

Il lavoro di tesi si è incentrato sullo studio di vari prototipi di strumenti endocanalari rotanti, necessari alla preparazione del canale radicolare durante un trattamento endodontico. In particolare, lo scopo della tesi è stato quello di caratterizzare dal punto di vista morfologico e metallografico le caratteristiche macroscopiche e microscopiche di tali prototipi.

Nello specifico, il lavoro sperimentale si è concentrato sull'osservazione dei prototipi al microscopio elettronico a emissione di campo e al microscopio ottico (una volta che sono stati tagliati trasversalmente, lucidati e attaccati chimicamente). Prima di eseguire tutto ciò, è stata eseguita sugli strumenti una fluorescenza a raggi X e successivamente una analisi chimica elementare mediante microsonda a dispersione di energia (EDS) in modo tale da verificare il tipo di materiale che costituisce la loro parte attiva lavorante.

I prototipi di strumenti endocanalari oggetto di analisi sono stati divisi per comodità in 3 gruppi, considerando che in ogni gruppo gli strumenti sono costituiti dal medesimo tipo di lega: il Gruppo 1 è composto da 5 strumenti endocanalari (*Slider*, *Shaper*, *Finisher 1*, *Finisher 2*, *Finisher 3*); il Gruppo 2 è composto da 3 strumenti precedentemente sottoposti a una prova di fatica (il prototipo A e il prototipo C sono giunti a frattura, mentre il prototipo B ha subito solamente una deformazione plastica); il Gruppo 3 è composto da un solo strumento endocanalare.

Mediante l'analisi EDS è stato appurato che il materiale che costituisce tali strumenti è una lega Ni-Ti, con composizione chimica approssimativa del 56 wt% Ni e 44 wt% Ti. Grazie alla fluorescenza di raggi X (XRF), è stato inoltre possibile evidenziare la presenza di impurezze di Al, Si e Fe, probabilmente derivanti dal processo di fabbricazione dello strumento.

I prototipi sono stati osservati successivamente al FESEM, in modo tale da ottenere informazioni sulla topografia superficiale e sul processo di lavorazione. Nel Gruppo 1 si distingue lo *Shaper*, il quale possiede più spigoli di taglio rispetto agli altri strumenti: si ipotizza che questo tipo di geometria risulta essere fondamentale

per espletare al meglio la sua funzione considerando che maggiore è il numero di spigoli taglienti e più elevata sarà la capacità di taglio dello strumento.

Dal punto di vista macroscopico, lo *Slider*, insieme ai prototipi del Gruppo 2, presenta un colore in superficie differente rispetto al prototipo del Gruppo 3, allo *Shaper*, al *Finisher 1, 2 e 3*. Infatti, questi ultimi presentano un colore dorato in superficie, mentre lo strumento del Gruppo 3 e lo *Slider* in superficie risultano argentati, indice che hanno subito un trattamento termico differente. A conferma di ciò, lo *Slider* e gli strumenti del Gruppo 2, se viene applicato un carico di flessione, presentano il cosiddetto effetto di *springback*, ovvero se sollecitati a flessione essi si deformano, ma una volta che viene cessata l'applicazione del carico essi ritornano alla loro forma originale. Al contrario, il prototipo del Gruppo 3, lo *Shaper*, il *Finisher 1, 2 e 3* presentano l'effetto di memoria controllata, in quanto se sottoposti a un carico di flessione subiscono una deformazione non più elastica ma plastica. Si ipotizza dunque che la lega che costituisce la parte attiva di questi ultimi strumenti abbia subito un trattamento termico di invecchiamento differente rispetto al resto dei prototipi. Tali strumenti possiedono una maggiore flessibilità e durante la preparazione di canali radicolari non tendono a raddrizzarsi completamente.

Diversamente dal resto degli strumenti che dalla punta fino alla fine delle lame hanno dimensioni della sezione trasversale crescenti, i *Finishers* da un certo punto in poi presentano un calo percentuale della conicità e un passo che rimane quasi costante. Questa caratteristica costruttiva aiuta molto la rimozione dei detriti organici, migliora notevolmente la flessibilità e riduce il rischio di *taper lock*, con un conseguente incremento della sicurezza durante le operazioni di sagomatura del canale.

E' possibile dedurre che i prototipi A e C appartenenti al Gruppo 2 si sono fratturati in due punti diversi: il prototipo A ha subito la frattura in una porzione meno apicale rispetto al prototipo C. Il prototipo B non è giunto a rottura, ma ha subito una leggera strizione nei pressi della punta. Al FESEM sono state anche osservate le superfici di frattura di questi ultimi: tali strumenti sono ceduti a causa di un carico torsionale che ha superato lo sforzo massimo sopportabile dallo strumento. Infatti, la loro superficie di frattura mostra la presenza di segni di abrasione circolari concentrici e fossette fibrose in prossimità del centro di rotazione, chiaro indice di uno strumento che è giunto a rottura poichè gli sforzi torsionali percepiti in superficie hanno superato il massimo carico a torsione sopportabile.

La caratterizzazione metallografica ha fornito importanti informazioni riguardo alle fasi presenti. L'osservazione dei provini lucidati e attaccati chimicamente ha evidenziato in tutti gli strumenti la presenza di un sistema solido bifasico costituito da austenite e martensite. Per convenzione, sono state effettuate due osservazioni della sezione trasversale per ciascuno strumento del Gruppo 1 e 3, una nei pressi della punta e una a circa 18 mm dalla punta. La differenza sostanziale tra le microstrutture dei vari prototipi è la proporzione relativa delle varie fasi e la loro

morfologia, dovuto al fatto che hanno subito diversi trattamenti termici di ricottura, tempra e invecchiamento. In generale, è stato dimostrato che la dimensione dei grani martensitici e austenitici diminuiscono progressivamente dalla base fino alla punta dello strumento.

In conclusione, si ipotizza che il materiale che costituisce la parte attiva degli strumenti sia una lega *M-wire* (lega austenitica con quantità variabili di martensite). Se si effettua un confronto con il lavoro portato avanti da Losertová e coautori [86], si evince che le microstrutture osservate in questo lavoro di tesi hanno molte somiglianze con quelle di una lega Ni-Ti quasi equiatomica che ha subito specifici trattamenti termici. In particolare, si ipotizza che la lo *Slider* abbia subito un trattamento di ricottura della durata di un'ora, seguito da un trattamento di tempra in acqua e poi da un processo di invecchiamento condotto a 350°C, mentre il *Finisher 2* potrebbe aver subito un trattamento di ricottura e tempra in acqua, seguito da un invecchiamento a 350°C. I risultati ottenuti risultano in accordo con quanto ci si aspettava e con la letteratura, non solo perché confermano che le *performance* di strumenti endocanalari in lega Ni-Ti siano strettamente correlate con il tipo di trattamento termico che subiscono (influenzando il tipo e la dimensione delle fasi presenti), ma anche perché in base al processo di fabbricazione ogni strumento presenta alcuni dettagli geometrici che vanno ad incidere diversamente sulla loro efficienza e capacità di taglio.

Bibliografia

- [1] "Il trattamento endodontico".
<https://www.sorrisoesalute.it/il-trattamento-endodontico/>.
Consultato il 30/04/2022.
- [2] Mespoir Medical Treatment Services. "What is the Endodontic Treatment for a Root Canal?".
<https://www.quora.com/What-is-a-root-canal-treatment>.
Consultato il 01/05/2022.
- [3] M. Martignoni, M. Lendini. "Sagomatura".
<https://www.odontoline.it/libri/file/Sie-sagomatura.pdf>.
Consultato il 01/05/2022.
- [4] Gianluca Gambarini, Gianluca Plotino, Nicola M. Grande, Luca Testarelli. "Il nichel-titanio in endodonzia".
<https://www.endodonzia.it/wp-content/uploads/2011/07/FAD-01-10.pdf>.
Consultato il 01/05/2022.
- [5] Accademia italiana di endodonzia. "Preparazione meccanica del sistema canalare: finalità di sagomatura, tecniche e strumenti."
<https://www.accademiaitalianaendodonzia.it/Letteratura-scientifica/Letteratura-internazionale/argomento/?id=584>.
Consultato il 03/05/2022.
- [6] Accademia italiana di endodonzia. "Cause e conseguenze del trasporto canalare".
<https://www.accademiaitalianaendodonzia.it/Letteratura-scientifica/Letteratura-internazionale/argomento/?id=589>.
Consultato il 04/05/2022.
- [7] Beatrice Benedetti, Stefano Benedicenti. "Differenze tra movimento rotatorio continuo e movimento reciprocante".
<https://www.ildentistamoderno.com/differenze-tra-movimento-rotatorio-continuo-e-movimento-reciprocante/>
Consultato il 03/05/2022.
- [8] Berutti, E., Negro, A. R., Lendini, M., Pasqualini, D. (2004). Influence of manual preflaring and torque on the failure rate of ProTaper rotary instruments.

- Journal of Endodontics, 30(4), 228-230.
- [9] Liang, Y., Yue, L. (2022). Evolution and development: engine-driven endodontic rotary nickel-titanium instruments. *International Journal of Oral Science*, 14(1), 1-8.
- [10] Arnaldo Castellucci, Elio Berutti, Giuseppe Cantatore. "Endodontics, volume 2"
- [11] Pruett, J. P., Clement, D. J., Carnes Jr, D. L. (1997). Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. *Journal of endodontics*, 23(2), 77-85.
- [12] Glickman, G. N. (1997). Níquel titanio en endodoncia. *Revista de Operatoria Dental y Endodoncia*, 1(1).
- [13] Dietz, D. B., Di Fiore, P. M., Bahcall, J. K., Lautenschlager, E. P. (2000). Effect of rotational speed on the breakage of nickel-titanium rotary files. *Journal of Endodontics*, 26(2), 68-71.
- [14] Gabel, W. P., Hoen, M., Steiman, H. R., Pink, F. E., Dietz, R. (1999). Effect of rotational speed on nickel-titanium file distortion. *Journal of Endodontics*, 25(11), 752-754.
- [15] Yared, G. M., Dagher, F. B., Machtou, P. (1999). Cyclic fatigue of Profile rotary instruments after simulated clinical use. *International Endodontic Journal*, 32(2), 115-119.
- [16] Kellogg's Research Labs. "A Brief History of Nitinol".
<https://www.kelloggsresearchlabs.com/2018/01/10/brief-history-of-nitinol/>.
Consultato il 02/05/2022.
- [17] "Tutto ciò che devi sapere sulle lime endodontiche: (I) Lime Manuali".
<https://www.dentaltix.com/it/blog/tutto-cio-che-devi-sapere-sulle-lime-endodontiche-i-lime-manuali>.
Consultato il 07/05/2022.
- [18] Sattapan, B., Nervo, G. J., Palamara, J. E., Messer, H. H. (2000). Defects in rotary nickel-titanium files after clinical use. *Journal of endodontics*, 26(3), 161-165.
- [19] Blum, J. Y., Cohen, A., Machtou, P., Micallef, J. P. (1999). Analysis of forces developed during mechanical preparation of extracted teeth using Profile NiTi rotary instruments. *International Endodontic Journal*, 32(1), 24-31.
- [20] Sattapan, B., Palamara, J. E., Messer, H. H. (2000). Torque during canal instrumentation using rotary nickel-titanium files. *Journal of Endodontics*, 26(3), 156-160.
- [21] AbuMostafa, A., AlOmari, M., AlQashtini, I., AlAbdullah, S., AlJabr, N., Domia, R. (2015). Perfection of unused Ni-Ti endodontic files, myth or reality? A scanning electron microscope (SEM) study. *Journal of Dentistry and Oral Hygiene*, 7(2), 16-21.
- [22] Eoin Sharkey. "Shape-memory alloys".
<https://sites.google.com/site/me10001shapememoryalloys/nitinol>.

- Consultato il 09/05/2022.
- [23] Dobrzański, L. A., Dobrzański, L. B., Dobrzańska-Danikiewicz, A. D., Dobrzańska, J. (2022). Nitinol Type Alloys General Characteristics and Applications in Endodontics. *Processes*, 10(1), 101.
- [24] ASTM F2063-18. Standard Specification for Wrought Nickel-Titanium Shape Memory Alloys for Medical Devices and Surgical Implants; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2018.
- [25] ASTM 2063 Shape Memory Ni Ti Alloy Nitinol 55 Nitinol 60 Wire.
<https://www.nitinolcn.com/showroom/astm-2063-shape-memory-ni-ti-alloy-nitinol-55-nitinol-60-wire.html>.
Consultato il 12/05/2022.
- [26] 184. Andreasen, G.F.; Barrett, R.D. An evaluation of cobalt-substituted nitinol wire in orthodontics. *Am. J. Orthod.* 1973, 63, 462–470.
- [27] Launey, M.; Robertson, S.W.; Vien, L.; Senthilnathan, K.; Chintapalli, P.; Pelton, A.R. Influence of microstructural purity on the bending fatigue behavior of VAR-melted superelastic Nitinol. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 2014, 34, 181–186.
- [28] Rahim, M.; Frenzel, J.; Frotscher, M.; Pftzing-Micklich, J.; Steegmüller, R.; Wohlschlögel, M.; Mughrabi, H.; Eggeler, G. Impurity levels and fatigue lives of pseudoelastic NiTi shape memory alloys. *Acta Mater.* 2013, 61, 3667–3686.
- [29] Mehrpouya, M. (2017). Laser welding of NiTi shape memory sheets: experimental analysis and numerical modeling. Department of Mechanical and Aerospace Engineering, Sapienza University of Rome, vol., no, 134.
- [30] "Vacuum Arc Remelting".
https://en.wikipedia.org/wiki/Vacuum_arc_remelting.
Consultato il 14/05/2022.
- [31] Zadafiya, K.; Bandhu, D.; Kumari, S.; Chatterjee, S.; Abhishek, K. Recent trends in non-traditional machining of shape memory alloys (SMAs): A review. *CIRP J. Manuf. Sci. Technol.* 2021, 32, 217–227
- [32] Zupanc, J., Vahdat-Pajouh, N., Schäfer, E. (2018). New thermomechanically treated NiTi alloys—a review. *International endodontic journal*, 51(10), 1088–1103.
- [33] "Numerical modeling of the momentum, heat and mass transfer in the Vacuum Arc Remelting process".
<https://www.iob.rwth-aachen.de/en/research/high-temperature-flows/numerical-modeling-of-the-momentum-heat-and-mass-transfer-in-the-vacuum-arc-remelting-process/>.
Consultato il 15/05/2022.
- [34] Nayan, N., Saikrishna, C. N., Ramaiah, K. V., Bhaumik, S. K., Nair, K. S., Mittal, M. C. (2007). Vacuum induction melting of NiTi shape memory alloys in graphite crucible. *Materials Science and Engineering: A*, 465(1-2), 44-48.

- [35] "END-Sequence-Card-ProTaper-Ultimate-IT.pdf".
<https://www.dentsplysirona.com/it-it/esplora/endodonzia/strumenti-endodontici-protaper-ultimate.htmldownloads>.
Consultato il 02/06/2022.
- [36] "END-scientific-information-ProTaper-Ultimate-FactFile.pdf".
<https://www.dentsplysirona.com/it-it/esplora/endodonzia/strumenti-endodontici-protaper-ultimate.htmldownloads>.
Consultato il 02/06/2022.
- [37] "ProTaper_Ultimate_Brochure_IT.pdf".
<https://www.dentsplysirona.com/it-it/esplora/endodonzia/strumenti-endodontici-protaper-ultimate.htmldownloads>.
Consultato il 02/06/2022.
- [38] Areef Billah, A. H. M. (2016). Investigation of multiferroic and photocatalytic properties of Li doped BiFeO₃ nanoparticles prepared by ultrasonication.
- [39] "Microscopia elettronica a scansione - Teoria e strumentazione".
<https://www.ixrfsystems.com/it/microscopio-elettronico/>.
Consultato il 12/06/2022.
- [40] "Spettrofotometria XRF".
https://it.wikipedia.org/wiki/Spettrofotometria_XRF.
Consultato il 12/06/2022.
- [41] Lidija Zorko, Rebeka Rudolf (2009). Metallographic sample preparation of orthodontic Ni-Ti wire.
- [42] "Strumenti endodontici ProTaper Ultimate".
<https://www.dentsplysirona.com/it-it/esplora/endodonzia/strumenti-endodontici-protaper-ultimate.html>.
Consultato il 18/06/2022.
- [43] Kwak, S. W., Shen, Y., Liu, H., Wang, Z., Kim, H. C., Haapasalo, M. Heat treatment and surface treatment of nickel-titanium endodontic instruments. *Frontiers in Dental Medicine*, 78.
- [44] Zanza, A., D'Angelo, M., Reda, R., Gambarini, G., Testarelli, L., Di Nardo, D. (2021). An update on nickel-Titanium rotary instruments in endodontics: mechanical characteristics, testing and future perspective—an overview. *Bioengineering*, 8(12), 218.
- [45] Ashok, L., Krishnan, V., Nair, R. S., Angelo, M. C. (2019). An Overview of Thermomechanically Heat-treated Nickel-Titanium Alloy Used in Endodontics. *Conservative Dentistry and Endodontic Journal*, 4(2), 34-38.
- [46] <https://caeonline.com/buy/scanning-electron-microscopes/zeiss-supra-40/9142395>.
Consultato il 18/06/2022.
- [47] Thompson, S. A. (2000). An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. *International endodontic journal*, 33(4), 297-310.

- [48] Ludovica Rovatti. "Leghe a memoria di forma e principali applicazioni".
https://didattica-2000.archived.uniroma2.it/tbs_1_2/deposito/leghe_a_memoria_di_forma.pdf.
Consultato il 22/06/2022.
- [49] Al-Humairi, S. N. S. (2020). Cu-Based shape memory alloys: modified structures and their related properties. *Recent Advancements in the Metallurgical Engineering and Electrodeposition*, 25.
- [50] Cardone, D., Perrone, G., Sofia, S. (2011). Numerical Studies on the Seismic Retrofit of Bridges Using Shape Memory Alloys. *Journal of materials engineering and performance*, 20(4), 535-543.
- [51] Duerig, T., Pelton, A., Stöckel, D. J. M. S. (1999). An overview of nitinol medical applications. *Materials Science and Engineering: A*, 273, 149-160.
- [52] Nóvoa, X. R., Martín-Biedma, B., Varela-Patiño, P., Collazo, A., Macías-Luaces, A., Cantatore, G., ... Magán-Muñoz, F. (2007). The corrosion of nickel-titanium rotary endodontic instruments in sodium hypochlorite. *International Endodontic Journal*, 40(1), 36-44.
- [53] Naresh, C., Bose, P. S. C., Rao, C. S. P. (2016, September). Shape memory alloys: a state of art review. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (Vol. 149, No. 1, p. 012054). IOP Publishing.
- [54] Soboyejo, W. O., Srivatsan, T. S. (2006). *Advanced structural materials: properties, design optimization, and applications*. CRC press.
- [55] Feeney, A. (2014). *Nitinol cymbal transducers for tuneable ultrasonic devices* (Doctoral dissertation, University of Glasgow).
- [56] Mauro Venturi. "Le leghe in nichel-titanio (Ni-Ti)"
<http://www.endodonziamauroventuri.it/Le%20leghe%20in%20nichel-titanio.htm>.
Consultato il 03/06/2022.
- [57] Salvatore La Loggia. "Progettazione e sperimentazione di un dispositivo di sicurezza basato su attuatori in lega a memoria di forma".
https://www.politesi.polimi.it/bitstream/10589/2065/1/2010_07_LaLoggia.pdf.
Consultato il 04/06/2022.
- [58] Richard N. Fogoros. "The Developments in Stent Technologies".
<https://www.verywellhealth.com/new-kinds-of-stents-1745933>.
Consultato il 04/06/2022.
- [59] Tripi, T. R., Bonaccorso, A., Condorelli, G. G. (2006). Cyclic fatigue of different nickel-titanium endodontic rotary instruments. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*, 102(4), e106-e114.

- [60] Alapati, S. B., Brantley, W. A., Iijima, M., Clark, W. A., Kovarik, L., Buie, C., ... Johnson, W. B. (2009). Metallurgical characterization of a new nickel-titanium wire for rotary endodontic instruments. *Journal of endodontics*, 35(11), 1589-1593.
- [61] Montalvão, D., Alçada, F. S. (2011). Numeric comparison of the static mechanical behavior between ProFile GT and ProFile GT series X rotary nickel-titanium files. *Journal of Endodontics*, 37(8), 1158-1161.
- [62] Pereira, E. S. J., Peixoto, I. F. C., Viana, A. C. D., Oliveira, I. I., Gonzalez, B. M., Buono, V. T. L., Bahia, M. G. A. (2012). Physical and mechanical properties of a thermomechanically treated NiTi wire used in the manufacture of rotary endodontic instruments. *International endodontic journal*, 45(5), 469-474.
- [63] Larsen, C. M., Watanabe, I., Glickman, G. N., He, J. (2009). Cyclic fatigue analysis of a new generation of nickel titanium rotary instruments. *Journal of endodontics*, 35(3), 401-403.
- [64] Wayman, C. M., Ōtsuka, K. (Eds.). (1998). *Shape memory materials*. Cambridge University Press.
- [65] Braga, L. C., Magalhães, R. R. S., Nakagawa, R. K. L., Puente, C. G., Buono, V. T. L., Bahia, M. G. A. (2013). Physical and mechanical properties of twisted or ground nickel-titanium instruments. *International endodontic journal*, 46(5), 458-465.
- [66] Gambarini, G., Grande, N. M., Plotino, G., Somma, F., Garala, M., De Luca, M., Testarelli, L. (2008). Fatigue resistance of engine-driven rotary nickel-titanium instruments produced by new manufacturing methods. *Journal of endodontics*, 34(8), 1003-1005.
- [67] El Batouty, K. M., Elmallah, W. E. (2011). Comparison of canal transportation and changes in canal curvature of two nickel-titanium rotary instruments. *Journal of endodontics*, 37(9), 1290-1292.
- [68] McKelvey, A. L., Ritchie, R. O. (2001). Fatigue-crack growth behavior in the superelastic and shape-memory alloy Nitinol. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32(3), 731-743.
- [69] Zhou, H. M., Shen, Y., Zheng, W., Li, L., Zheng, Y. F., Haapasalo, M. (2012). Mechanical properties of controlled memory and superelastic nickel-titanium wires used in the manufacture of rotary endodontic instruments. *Journal of endodontics*, 38(11), 1535-1540.
- [70] "HyFlex™ CM file NiTi".
<https://lam.coltene.com/it/products/endodonzia/file-rotanti/file-rotanti-hyflex//hyflextm-cm-file-niti/>.
Consultato il 28/06/2022.
- [71] Marceliano-Alves, M. F. V., Sousa-Neto, M. D., Fidel, S. R., Steier, L., Robinson, J. P., Pécora, J. D., Versiani, M. A. (2015). Shaping ability of

- single-file reciprocating and heat-treated multifile rotary systems: a micro-CT study. *International Endodontic Journal*, 48(12), 1129-1136.
- [72] Rubio, J., Zarzosa, J. I., Pallarés, A. (2015). A comparative study of shaping ability of four rotary systems. *Acta Stomatologica Croatica*, 49(4), 285.
- [73] Shen, Y., Zhou, H. M., Zheng, Y. F., Campbell, L., Peng, B., Haapasalo, M. (2011). Metallurgical characterization of controlled memory wire nickel-titanium rotary instruments. *Journal of endodontics*, 37(11), 1566-1571.
- [74] Testarelli, L., Plotino, G., Al-Sudani, D., Vincenzi, V., Giansiracusa, A., Grande, N. M., Gambarini, G. (2011). Bending properties of a new nickel-titanium alloy with a lower percent by weight of nickel. *Journal of endodontics*, 37(9), 1293-1295.
- [75] Morgental, R. D., Vier-Pelisser, F. V., Kopper, P. M. P., De Figueiredo, J. A. P., Peters, O. A. (2013). Cutting efficiency of conventional and martensitic nickel-titanium instruments for coronal flaring. *Journal of Endodontics*, 39(12), 1634-1638.
- [76] Casper, R. B., Roberts, H. W., Roberts, M. D., Himel, V. T., Bergeron, B. E. (2011). Comparison of autoclaving effects on torsional deformation and fracture resistance of three innovative endodontic file systems. *Journal of Endodontics*, 37(11), 1572-1575.
- [77] Plotino, G., Testarelli, L., Al-Sudani, D., Pongione, G., Grande, N. M., Gambarini, G. (2014). Fatigue resistance of rotary instruments manufactured using different nickel-titanium alloys: a comparative study. *Odontology*, 102(1), 31-35.
- [78] Pereira, É. S. J., Viana, A. C. D., Buono, V. T. L., Peters, O. A., de Azevedo Bahia, M. G. (2015). Behavior of nickel-titanium instruments manufactured with different thermal treatments. *Journal of endodontics*, 41(1), 67-71.
- [79] Shen, Y., Zhou, H., Coil, J. M., Aljazaeri, B., Buttar, R., Wang, Z., ... Haapasalo, M. (2015). ProFile Vortex and Vortex Blue nickel-titanium rotary instruments after clinical use. *Journal of endodontics*, 41(6), 937-942.
- [80] Gao, Y., Gutmann, J. L., Wilkinson, K., Maxwell, R., Ammon, D. (2012). Evaluation of the impact of raw materials on the fatigue and mechanical properties of ProFile Vortex rotary instruments. *Journal of endodontics*, 38(3), 398-401.
- [81] Hieawy, A., Haapasalo, M., Zhou, H., Wang, Z. J., Shen, Y. (2015). Phase transformation behavior and resistance to bending and cyclic fatigue of ProTaper Gold and ProTaper Universal instruments. *Journal of endodontics*, 41(7), 1134-1138.
- [82] "XP-endo Finisher 3D Generation".
https://azienda.dentaltrey.it/wp-content/uploads/2020/01/fkg_xp-endo-finisher_brochure.pdf.
Consultato il 01/07/2022.

- [83] Štencek, M., Losertová, M., Matýsek, D., Drápala, J., Jordanovová, V. (2019). Effect of heat treatment on microstructure and properties of endodontic NiTi instruments. *Metal* 2019.
- [84] A. Cadelli, A. Coda. "I processi di aging e il loro impatto sulle proprietà del Nitinol superelastico".
"http://www.aimnet.it/allpdf/pdf_pubbli/feb15/cadelli.pdf."
Consultato il 11/07/2022.
- [85] "Indurimento per precipitazione".
"https://it.wikipedia.org/wiki/Indurimento_per_precipitazione".
Consultato il 11/07/2022.
- [86] Losertová, M., Štencek, M., Matýsek, D., Štefek, O., Drápala, J. (2017, November). Microstructure evolution of heat treated NiTi alloys. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (Vol. 266, No. 1, p. 012008). IOP Publishing.
- [87] De-Deus, G., Moreira, E. J. L., Lopes, H. P., Elias, C. N. (2010). Extended cyclic fatigue life of F2 ProTaper instruments used in reciprocating movement. *International endodontic journal*, 43(12), 1063-1068.