

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**  
**FACULTAD DE ODONTOLOGÍA**  
Departamento de Odontología Conservadora y Prótesis  
Bucofacial



**TESIS DOCTORAL**  
**Efecto de los procesos termomecánicos en la resistencia a fatiga**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

**Alba Cintia Bermejo Sánchez**

Directores

**José Carlos de la Macorra García**  
**Ana M<sup>a</sup> Arias Paniagua**

**Madrid, 2019**

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**

**FACULTAD DE ODONTOLOGÍA**

**DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGÍA CONSERVADORA  
Y PRÓTESIS BUCOFACIAL**



*“EFECTO DE LOS PROCESOS TERMOMECAÑICOS EN LA RESISTENCIA A FATIGA  
CÍCLICA DE LOS INSTRUMENTOS ENDODÓNTICOS DE NÍQUEL-TITANIO”*

**Tesis doctoral**

Presentada por **Alba Cintia Bermejo Sánchez** para optar al grado de  
Doctor

**Directores:**

**Prof. Dr. José Carlos de la Macorra García**

Profesor Titular del Departamento de Odontología Conservadora y Prótesis  
Bucofacial

**Prof. Dra. Ana María Arias Paniagua**

Profesora Ayudante Doctor del Departamento de Odontología  
Conservadora y Prótesis Bucofacial

MADRID, 2018



## ***Agradecimientos***

Me gustaría dedicar unas palabras a todas aquellas personas sin las que no habría podido recorrer este largo y arduo camino que es el desarrollo de una Tesis Doctoral.

En primer lugar, mi más sincero agradecimiento a mis directores de tesis, el Dr. José Carlos de la Macorra, por confiar en mí y permitirme formar parte de su reputado equipo de investigación y la Dra. Ana Arias, por fijarse en mí una tarde de Congreso y adentrarme en el mundo de la investigación con una ilusión que solo aquel al que le apasiona sabe transmitir. Gracias también Ana, por tus consejos, motivaciones y apoyo en los momentos que los necesitaba, sin ellos seguramente no habría conseguido esto. Gracias a los dos por haber estado siempre, por ser exigentes y por vuestro compromiso. Ha sido un honor ser vuestra pupila.

A los Dres. Ove A. Peters y S. Govindjee, por su colaboración en las últimas fases de la investigación de esta Tesis Doctoral. Es un orgullo haber podido investigar con ellos.

También quería agradecer a mis profesores Patricia Barasona y Eugenio Grano de Oro por haber hecho que el mundo de la endodoncia me apasionara tanto como a ellos. Estoy muy orgullosa de haber aprendido de los mejores y espero seguir sumando de todos vosotros.

A mi querido Juanjo Hidalgo, por ser el primero que confió en mí para dar una clase teórica y estar siempre presente en todas. Gracias por seguir guiándome, por ser mi amigo. A Juanjo Pérez-Higueras por estar al teléfono siempre que lo he necesitado, de ti también he aprendido.

A mi familia y amigos, por entender que los sueños no son fáciles de cumplir y que a veces, aunque nos quiten tiempo de disfrute, merecen la pena perseguirlos.

Y a ti, David, mi compañero de vida, por aguantar mis ausencias, mis cambios de humor, mis horas de fines y fines de semana en el estudio mientras tú te encargabas de todo, de Kenzo. Gracias por saber lo importante que era para mí y a pesar de todo, seguir estando. Sin ti tampoco lo habría conseguido.



## **DEDICATORIA**

*A mi marido y mi perro, por todos los momentos que no hemos podido compartir.*



# ÍNDICE

1. RESUMEN .....	7
2. ABSTRACT .....	15
3. INTRODUCCIÓN:	
3.1 La aleación de NiTiNOL (NiTi) .....	25
3.2 Microestructura de la aleación de NiTi .....	27
3.3 Propiedades mecánicas de la aleación de NiTi .....	29
3.4 Factores que afectan a las temperaturas de transición .....	33
3.5 Inconveniente de los instrumentos de NiTi: Fractura de lima ....	35
3.6 Fatiga cíclica .....	36
4. JUSTIFICACIÓN .....	55
5. HIPÓTESIS DE TRABAJO .....	59
6. OBJETIVOS .....	63
7. MATERIAL Y MÉTODOS:	
7.1 Análisis de resistencia a la fatiga cíclica .....	69
7.1.1 Metodología utilizada en los dos estudios .....	69
7.1.2 Metodología específica de cada estudio .....	73
8. RESULTADOS .....	81
9. DISCUSIÓN:	
9.1 Discusión del método .....	99
9.2 Discusión de los resultados .....	106

10. CONCLUSIONES .....	121
11. BIBLIOGRAFÍA .....	125

## ***1. RESUMEN***

---



Título: Efecto de los procesos termomecánicos en la resistencia a fatiga cíclica de los instrumentos endodónticos de Níquel-Titanio.

### **INTRODUCCIÓN-JUSTIFICACIÓN**

Las limas rotatorias de NiTi son actualmente la herramienta de elección para conformar los conductos radiculares; sin embargo, pueden fracturarse de forma inesperada por fatiga cíclica (FC). El desarrollo de nuevas aleaciones y procesos termomecánicos permite fabricar limas más flexibles y resistentes a FC.

La resistencia a FC de instrumentos de diferentes aleaciones ha sido estudiada anteriormente pero no hemos encontrado ningún estudio que aisle específicamente el efecto de la aleación en FC, es decir, que compare un mismo instrumento de igual diseño, sección transversal y proceso de fabricación y que difiera únicamente en la aleación empleada para su fabricación. Por otra parte, se ha sugerido que el calor adicional al que están sometidos los instrumentos de NiTi durante la esterilización en autoclave podría variar su resistencia a la FC; en esta tesis doctoral también se analiza cómo afecta a la resistencia a la FC el calor extra aportado durante la esterilización a una aleación ya tratada termomecánicamente durante su fabricación.

### **OBJETIVOS**

Objetivo general:

Estudio 1:

- Aislar el efecto de los tratamientos termomecánicos de la aleación de NiTi comparando la resistencia a FC de limas rotatorias prototipo *TRUShape Orifice Modifiers* fabricadas con el mismo diseño, sección transversal y proceso de fabricación pero usando cuatro aleaciones diferentes (SE-Wire, M-Wire, Blue Wire y Gold).

Estudio 2:

- Aislar el efecto de los ciclos de esterilización en la resistencia a FC de unas limas tratadas termomecánicamente durante su fabricación, las limas *Hyflex CM*.

Objetivos específicos:

- Comparar la resistencia a FC de las nuevas aleaciones tratadas termomecánicamente frente a la aleación de NiTi convencional.
- Analizar la relación entre las temperaturas de transformación de fase de las diferentes aleaciones y el comportamiento mecánico de los instrumentos rotatorios de NiTi durante el uso clínico.
- Correlacionar los resultados de resistencia a FC con las temperaturas de transformación de fase de las diferentes aleaciones.
- Analizar la superficie de fractura de las limas confeccionadas con diferentes aleaciones mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) tras ser sometidas a FC.
- Comparar la resistencia a FC de las limas *Hyflex CM* nuevas y esterilizadas, a nivel apical y coronal.
- Evaluar si las limas *Hyflex CM* mantienen y/o recuperan sus propiedades en cuanto a FC tras los ciclos de autoclave.

## **METODOLOGÍA**

Estudio 1:

Se utilizaron 80 limas divididas en 4 grupos (n=20), con una sección transversal de triángulo convexo, un diámetro de 20 en la punta y una conicidad de 0.08. Han sido confeccionadas con el mismo diseño y proceso de fabricación pero sometidas a diferentes tratamientos termomecánicos, dando lugar a 4 aleaciones diferentes.

Todas fueron testadas a 5 mm de la punta, en rotación horaria continua (300 rpm). El dispositivo utilizado consiste en 11 conductos semiabiertos de acero inoxidable, que van de 0.4 a 1.4 mm de grosor y presentan una curvatura de 60°C y un radio de 3 mm.

Se registraron los tiempos hasta la fractura y se compararon mediante el análisis de Weibull. También se calcularon los parámetros de vida media, beta, pendiente o parámetro de forma y eta o parámetro de escala para cada grupo.

Se realizó también un análisis de calorimetría diferencial (DSC) para determinar las temperaturas de transformación de fase y una evaluación de las características de superficie de las limas mediante microscopia electrónica de barrido (SEM).

#### Estudio 2:

Se utilizó una muestra de 180 limas *HyFlex CM* divididas en seis grupos (n=30): dos de limas nuevas, dos de limas esterilizadas una vez y dos de limas esterilizadas dos veces. Todas tenían el mismo diámetro en la punta (30) y conicidad fija (0.06) y se fatigaron a 5 y 11 mm de la punta.

La resistencia a FC se evaluó en el dispositivo previamente descrito, haciendo rotar las limas a 500 rpm. Los datos se compararon mediante el análisis de Weibull y se calcularon los parámetros de vida media, beta y eta para cada grupo.

## **RESULTADOS**

#### Estudio 1:

Las limas Gold fueron significativamente más resistentes a FC que las limas M-Wire, Blue y SE-Wire (probabilidad del 93%, 94% y 97% respectivamente). No hubo diferencias estadísticamente significativas entre limas Blue y M-Wire pero ambas fueron estadísticamente más resistentes a FC que SE-Wire (probabilidad del 74% y

73%, respectivamente). Los instrumentos confeccionados con la aleación SE-Wire fueron significativamente los menos resistentes a FC.

Según la DSC, las limas de aleación SE-Wire y Blue se encuentran en fase austenítica a temperatura corporal, por lo que el material tendrá comportamiento superelástico durante el uso clínico; las limas de aleación M-Wire y Gold presentan una estructura completamente martensítica a dicha temperatura, lo que indica que durante el uso clínico tendrán memoria de forma.

Estudio 2:

Las limas *Hyflex CM* nuevas fueron significativamente más resistentes a FC que las esterilizadas una o dos veces, con una probabilidad de 72% y 61% a 5 mm de la punta y de un 75% y 72% a 11 mm de la punta, respectivamente. No hubo diferencias estadísticamente significativas entre la vida media de las limas esterilizadas una o dos veces a 11 mm de la punta, sin embargo las limas esterilizadas dos veces fueron significativamente más resistentes a 5 mm de la punta, con una probabilidad de 63%. En todos los grupos, las limas fueron significativamente más resistentes a nivel apical que coronal con una probabilidad superior al 99%.

## **CONCLUSIONES**

- Los instrumentos endodónticos fabricados con los nuevos procesos termomecánicos mostraron una mayor resistencia a FC que el mismo instrumento confeccionado con aleación de NiTi convencional.
- Según las DSC, las aleaciones M-Wire y Gold presentarán características de memoria de forma durante el uso clínico mientras que, las aleaciones SE-Wire y Blue mostrarán características de superelasticidad.

- Según SEM, todas las muestras presentaron defectos e imperfecciones típicos de fractura dúctil en la superficie de fractura, confirmando que fueron fracturadas por FC.
- La resistencia a FC de limas *Hyflex CM* es mayor en limas nuevas que en limas esterilizadas, tanto a nivel apical como coronal.
- La resistencia a FC de limas *Hyflex CM* es significativamente mayor en apical que en coronal en todas las limas analizadas.



## ***2. ABSTRACT***

---



Title: Effect of thermomechanical processes on cyclic fatigue resistance of Nickel-Titanium endodontic rotary instruments.

### **INTRODUCTION-JUSTIFICATION**

Although NiTi rotary files are the tool of choice for root canals shaping, they tend to fracture unexpectedly due to cyclic fatigue (CF). The most recent advances have focused on creating new alloys and improving the thermomechanical processes to which they are submitted to with the aim of manufacturing more flexible and CF resistant files.

Resistance to CF of instruments manufactured with different alloys has been studied before but to our knowledge no study isolates specifically the effect of the alloy by comparing instruments with the exact same design, cross section and manufacturing process and that only differ in the alloy used during its manufacture. On the other hand, it has been suggested that the additional heat to which the NiTi instruments are subjected to during autoclave sterilization could affect CF resistance of instruments; therefore, the effect of the additional heat of autoclaving to an alloy already treated thermomechanically was also analyzed in this thesis.

### **OBJECTIVES**

General objective:

Study 1:

- To isolate the effect of thermomechanical processes of NiTi alloy in cyclic fatigue (CF) resistance by comparing times to failure of rotary instruments (size #20;taper 0.08; prototype *TRUShape Orifice Modifiers*, Dentsply Tulsa Dental Specialties) manufactured with the same design, cross-section and manufacturing process but using four different alloys (SE-Wire, M-Wire, Blue Wire and Gold).

Study 2:

- To isolate the effect of sterilization cycles on CF resistance of *HyFlex CM* files, manufactured with thermomechanically treated NiTi alloy.

Specifics objectives:

- Compare CF resistance of new alloys thermo-mechanically treated to conventional NiTi alloy.
- Analyze the relationship between transformation temperatures of different alloys and the mechanical behavior of NiTi rotary instruments during clinical use.
- Correlate CF resistance results with the phase transformation temperatures of different alloys.
- Analyze the fracture surface of files made with different alloys by Scanning Electron Microscopy (SEM) after been submitted to CF.
- Compare the CF resistance of new and sterilized *Hyflex CM* files at the apical and coronal levels.
- Evaluate whether *Hyflex CM* files maintain or recover their properties regarding CF after autoclave cycles.

**METHODOLOGY**

Study 1:

A total of 80 equally designed rotary instruments (triangular convex cross section, size 20 tip diameter, .08 continuous taper) were divided into four groups (n = 20) according to the type of alloy (SE-Wire, M-Wire, Blue and Gold groups).

All files were tested at a distance of 5 mm from their tips and rotated at 300 rpm until fracture. The device used consists of 11 semi-open stainless steel canals, ranging from 0.4 to 1.4 mm in thickness and have a curvature of 60 °C and a radius of 3 mm.

Time to failure was registered. Mean half-life, beta and eta parameters were calculated for each group and compared with Weibull analysis.

A differential calorimetry (DSC) analysis was also carried out to determine phase transformation temperatures. Scanning electron microscopy (SEM) was used for the evaluation of surface characteristics.

#### Study 2:

180 *HyFlex CM* files were divided in six groups (n=30): two of new files, two autoclaved once and two autoclaved twice. All files had the same diameter at the tip (30) and fixed taper (0.06). CF resistance was tested at 5 mm and at 11 mm from the tip.

The resistance to CF was evaluated in the previously described device. Following manufacturer direction of use, instruments were rotated at 500 rpm. Time to failure was registered and compared with Weibull analysis. Mean life, beta, and eta parameters were also calculated for all groups.

## **RESULTS**

#### Study 1:

Gold files lasted significantly longer than M-Wire, Blue and SE-Wire files with a probability of 93%, 94% and 97% respectively. There were no significant differences between the mean life of Blue and M-Wire files, but both were significantly more resistant to CF than SE-Wire (74% for Blue and 73% for M-Wire). SE-Wire instruments were significantly the least resistant to CF.

According to the DSC, conventional nickel-titanium instruments (SE-Wire) and Blue alloy files are in austenitic phase at body temperature; therefore, the material will display superelastic characteristics during clinical use; M-Wire and Gold alloy files are

in martensitic phase at that temperatura; and hence, displaying shape memory characteristics during clinical use.

#### Study 2:

New files will last significantly longer than files that were sterilized once or twice, with a probability of 72% and 61% at 5 mm from the tip and 75% and 72% at 11 mm from the tip, respectively. There was no statistically significant difference between the mean life of the files sterilized once or twice at 11 mm from the tip, but at 5 mm from the tip, files sterilized twice lasted significantly longer than those sterilized once, with a probability of 63%. Files will last significantly longer at 5 mm than 11 mm from the tip with a probability higher than 99%.

#### **CONCLUSIONS**

- Endodontic instruments manufactured with novel thermo-mechanical processes showed higher CF resistance than the same instrument made of conventional NiTi.
- According to the DSC, M-Wire and Gold alloys will exhibit shape memory characteristics during clinical use, while SE-Wire and Blue alloys will show superelastic characteristics.
- According to SEM, all samples showed typical defects and imperfections characteristic of a ductile fracture in the fracture surface, which confirmed that they were fractured by CF.
- The CF resistance of *Hyflex CM* new files was greater than sterilized ones, both at apical and coronal levels.

- The CF resistance of *Hyflex CM* files was significantly higher at the apical than the coronal levels, in all analyzed files.



### ***3. INTRODUCCIÓN***

---



### 3.1 LA ALEACIÓN DE NITINOL (NiTi)

Para que un tratamiento de conductos sea exitoso son necesarios un diagnóstico correcto, una limpieza y conformación adecuadas del sistema de conductos radiculares (que garanticen una desinfección eficaz), así como una adecuada obturación tridimensional que sea capaz de evitar una reinfección bacteriana (1). El hipoclorito de sodio es el irrigante empleado comúnmente para la limpieza del sistema de conductos, debido a sus excelentes propiedades antimicrobianas y su eficacia en la disolución de tejido orgánico (2). Asimismo, la conformación de los conductos permite crear espacio para que actúe el irrigante y debe ser llevada a cabo por instrumentos que ayuden a eliminar las bacterias adheridas a la superficie de los conductos a la vez que disminuyan el riesgo de transporte apical. Para ello se emplean las limas de endodoncia.

Las limas de acero inoxidable han sido las más utilizadas durante años hasta que en la década de los 60, Buehler y colaboradores (cols.) descubrieran la aleación de Níquel-Titanio (NiTi) durante una investigación sobre metalurgia en el laboratorio de artillería naval estadounidense (*Naval Ordnance Laboratory*) mientras buscaban una aleación no magnética, resistente al agua y a la sal para uso naval (3). Mientras experimentaban con aleaciones de dos metales buscando un material resistente al calor y al impacto, observaron que la aleación de NiTi presentaba diferentes propiedades, entre ellas la de superelasticidad, que permitía curvar y enderezar el material sin llegar a romperse tantas veces como fuera necesario.

Del mismo modo, observaron que cuando se le aplicaba calor a un alambre de NiTi doblado, este se desplegaba y volvía a su forma original descubriéndose así la propiedad de memoria de forma del metal (4). Esta aleación fue llamada NiTiNOL por los elementos que la componían: *Ni* por Níquel, *Ti* por Titanio y *NOL* por las siglas en

inglés del nombre del laboratorio (Naval Ordnance Laboratory), dando lugar a una familia de aleaciones que tienen propiedades únicas de Superelasticidad (SE) y Memoria de forma (SM), las *aleaciones de NiTiNOL* o más conocidas como NiTi (4).

Sin embargo, no es hasta 1988 cuando Walia y cols. describen por primera vez su uso en endodoncia. Realizaron un estudio basado en comparar la resistencia a la flexión y a la fractura por torsión de limas K manuales del número 15, con la misma sección transversal (triangular), de acero inoxidable y de NiTiNOL. Los resultados mostraron que estas últimas tenían 2-3 veces mayor elasticidad a la flexión y a la torsión que las de acero inoxidable así como mayor resistencia a la fractura por torsión (5). Defendían que esto era debido al bajo módulo de elasticidad y a la buena ductilidad que presentaba la aleación de NiTiNOL respecto al acero inoxidable (5).

A partir de este momento, los instrumentos que se utilizarían para conformar los conductos radiculares y principalmente los conductos curvos, se fabricarían con NiTiNOL ya que, gracias a sus propiedades de superelasticidad y memoria de forma, proporcionarían importantes ventajas frente a los instrumentos de acero inoxidable tales como:

- Limitar el transporte apical y preservar más estructura dentaria debidos a una conformación de conductos más centrada, manteniendo el foramen en su posición original, ya que las limas no se deformarían de forma permanente con tanta facilidad como ocurría con las limas de acero inoxidable (4, 6-10).
- No requerir un curvado previo a la instrumentación, como ocurría con las limas de acero inoxidable (5, 11).
- Mayor flexibilidad, gracias a su menor módulo de elasticidad respecto al del acero inoxidable (5).

Con la aparición del movimiento accionado mecánicamente, las limas rotatorias de NiTi permitirían además acortar los tiempos del procedimiento endodóntico gracias a su mayor capacidad de corte, ya que eliminarían más cantidad de dentina en menos tiempo conformando un conducto en forma de embudo, lo que facilitaría la obturación tridimensional (5, 12).

De esta forma, las aleaciones de NiTi proporcionarían instrumentos más flexibles y con una mayor resistencia a la fractura que los existentes hasta entonces de acero inoxidable (13). Y es por ello que, décadas después, las limas rotatorias de NiTi siguen siendo los instrumentos de elección para conformar los conductos radiculares durante el tratamiento endodóntico (14).

### 3.2 MICROESTRUCTURA DE LA ALEACIÓN DE NiTi

La aleación de NiTi convencional, constituida en un 56% de Níquel y en un 44% de Titanio (en peso), se corresponde con la aleación SE-Wire o NiTiNOL-55, también llamada NiTiNOL SE508 (NiTiNOL Devices & Components Inc, Fremont, CA) (4, 6, 15, 16). La relación de estos dos metales es equiatómica (relación 1:1) pudiéndose disponer los átomos de Ni y de Ti de diferentes formas espaciales. Estas disposiciones son las conocidas como fases microestructurales o fases cristalográficas de la aleación, cuyas características y proporciones relativas determinarán el comportamiento mecánico del metal (6, 15, 17, 18).

Principalmente existen dos fases llamadas *Austenita* y *Martensita*, aunque se describe una tercera fase denominada por diferentes autores *fase R*, *premartensítica* o *de transformación martensítica*, que aparece en determinadas aleaciones durante la fase de transición de una estructura a otra, cuando la aleación es sometida a cambios de temperatura (6, 19, 20).

- La estructura Austenítica (Figura (Fig.) 1a) es la fase cristalina estable, fase madre o de alta temperatura, que muestra una estructura cúbica centrada en el cuerpo B2 (4, 6, 20). Cuando la aleación se encuentra en esta fase, se obtiene un material bastante fuerte y duro (21) pero con comportamiento elástico, esto es, tendrá la capacidad de recuperar su disposición inicial una vez eliminada la carga que le genera una deformación (4).
- La estructura Martensítica (Fig. 1b) es la fase hija o de baja temperatura, con una estructura monoclinica B19, más compleja e inestable que la estructura austenítica (4, 6). Cuando la aleación se encuentra en esta fase, el material que se obtiene es suave, dúctil y se caracteriza por tener un comportamiento plástico, es decir, tras el cese de la carga que provoca la deformación, el metal mantendrá dicha deformación (6, 21).
- La estructura R-fase o premartensítica (Fig. 1c) es una fase intermedia cuya forma cristalográfica es romboidal. Precede a la transformación martensítica bajo ciertas condiciones (22) apareciendo en un rango muy estrecho de temperaturas entre austenita y martensita (23). Es termoelástica, esto es, puede volver a la estructura austenítica original si se le aplica calor y se presenta en aleaciones que presentan un exceso de Ni, entre otras (6, 24).

La capacidad de la aleación de pasar de una fase microestructural a otra cuando es sometida a estrés mecánico o a un cambio de temperatura es la que le confiere sus dos propiedades características: Superelasticidad y Memoria de forma (4, 17, 25).

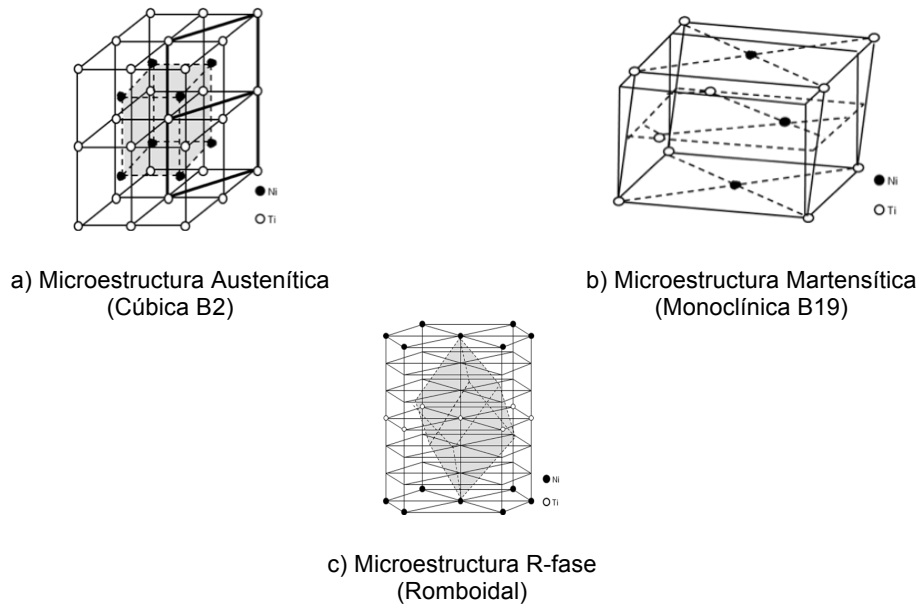


Fig. 1. a) Microestructuras del NiTiNOL. a) Austenítica, b) Martensítica, c) R-fase.

### 3.3 PROPIEDADES MECÁNICAS DE LA ALEACIÓN DE NiTi

#### 1) Memoria de Forma. Transformación martensítica termoinducida.

A una temperatura relativamente alta, por ejemplo 100°C, la estructura cristalina de la aleación de NiTi es estable, presentándose en estado austenítico. Cuando se enfría, su estructura cúbica empieza a transformarse en monoclinica mediante un cambio gradual en la disposición de sus átomos. La temperatura a la cual este fenómeno comienza se denomina temperatura de inicio de transformación martensítica ( $M_s$ ) y la temperatura a la cual termina es la temperatura final de transformación martensítica ( $M_f$ ). En este momento todos los átomos estarán conformando una estructura monoclinica en estado martensítico (4, 6). La transformación revierte cuando el NiTi en estado martensítico o fase de baja temperatura, se calienta y sus átomos empiezan a cambiar gradualmente su disposición de estructura monoclinica inestable a una cúbica más estable, siendo la temperatura a la cual este fenómeno comienza, la temperatura de inicio de transformación austenítica ( $A_s$ ) y la temperatura a la cual termina, la temperatura final

de transformación austenítica (Af) (4, 6). La transformación en ambos sentidos se acompaña de una histéresis térmica (Fig. 2), ya que, según se ha descrito, las temperaturas de comienzo y finalización de dichas transformaciones en ambos sentidos no suelen coincidir (26).

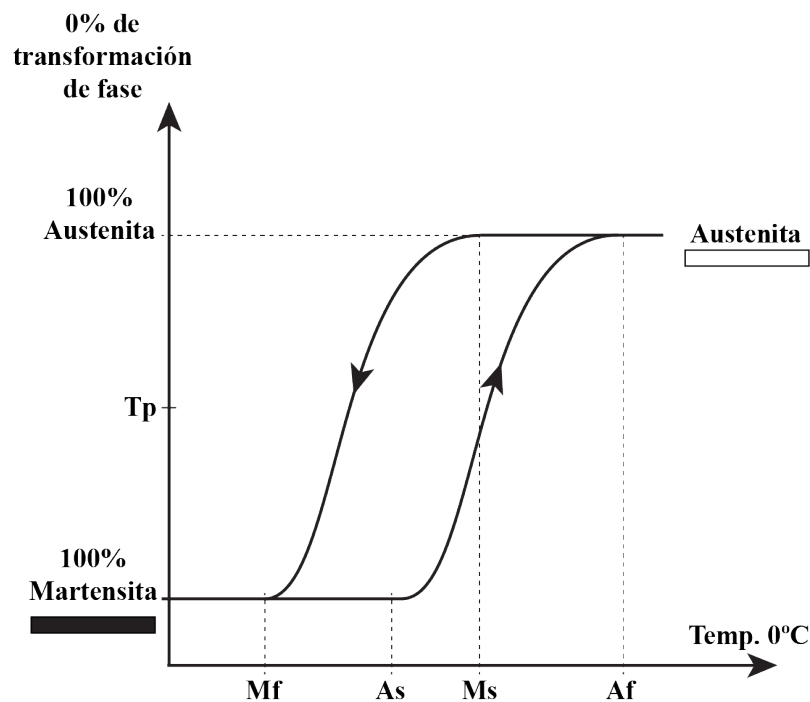


Fig. 2. Termograma de las temperaturas de transformación martensíticas.

El reordenamiento de las fases cristalinas del NiTi se produce en un rango de temperaturas durante las cuales la aleación se va transformando, coexistiendo ambas fases hasta que se produce la transformación completa de una de ellas (26). Durante esta transformación no se observan cambios macroscópicos salvo que, a la aleación en fase martensítica le apliquemos una fuerza externa; su forma hexagonal será fácilmente deformada a través de un proceso conocido como *detwined martensite* o *martensita reordenada o deparejada* (4).

Así, la transformación martensítica por cambio de temperatura, confiere a la aleación su característica de **Memoria de forma** (SM) (20), esto es, la capacidad de

eliminar cualquier deformación sufrida cuando es calentada por encima de un rango de temperaturas (27), que según Thompson y cols. se situaría por encima de los 125°C (4).

El rango de temperaturas por el que pasan ambas fases microestructurales se denomina *rango de temperaturas de transición* (RTT) o *rango de temperaturas de transición reverso* (RTTR), esto es, el rango de temperaturas en el cual la estructura cristalina cambia de austenita a martensita o viceversa (26, 28). En una franja muy estrecha de este rango de temperaturas de transición estaría situada la R-fase (26).

## 2) Superelasticidad. Transformación martensítica inducida por estrés.

Se define la **Superelasticidad** como la capacidad de una aleación para recuperar su forma original después de haber sido deformada (6). En una aleación de NiTi se produce cuando la temperatura a la que se encuentra es más alta que su temperatura de transformación, su estructura cristalográfica es completamente austenítica y es sometida a una carga (20, 22). La carga y la ausencia de esta pueden desencadenar una transformación martensítica inducida por estrés así como su transformación inversa exponiendo la característica de Superelasticidad (22).

De esta forma, durante la aplicación de una carga, la austenita se transforma en martensita y vuelve a austenita cuando se elimina (20, 25). Veamos cómo se refleja en la siguiente gráfica (Fig. 3). Al comienzo de la tensión, la aleación es completamente austenítica (Punto a en Fig. 3) pero a un nivel de estrés determinado (por ejemplo,  $\sigma_p$ ) que depende de la temperatura, se observa la transformación martensítica (Trayectoria b en Fig. 3) dando lugar a una zona de estancamiento causada por las diferentes variaciones que puede sufrir la martensita en la dirección en que se produce la tensión (20).

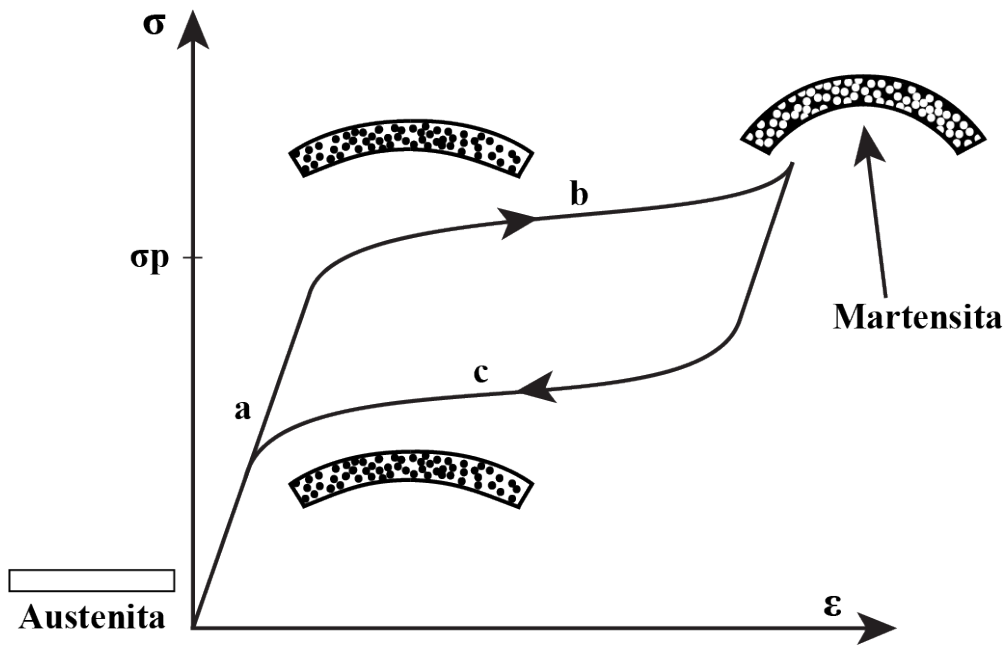


Fig. 3. Curva de tensión-deformación de Superelasticidad.  $\sigma$  = estrés o tensión;  $\sigma_p$  = estrés determinado;  $\epsilon$  = deformación.

Es importante destacar que la estructura martensítica es estable bajo estrés, como al que está sometido un instrumento endodóntico durante la preparación de los conductos radiculares (29). Por ello, en ausencia de tensión la martensita es inestable y vuelve a su forma original (austenita) una vez eliminada la carga (Trayectoria c en Fig. 3) (20).

Asimismo, el estrés externo transforma la estructura austenítica en martensítica almacenándose una gran cantidad de estrés sin aumentar la deformación, a diferencia de lo que ocurre con otros metales como el acero inoxidable (6). De esta forma, la Superelasticidad del NiTi permite que pueda deformarse hasta un 8% recuperando su forma original mientras que el acero inoxidable no llega al 1% de deformación (4, 6).

Por tanto, la transformación martensítica y su transformación inversa pueden darse mediante un cambio de temperatura, en la que la aleación mostrará su característica de Memoria de forma o bajo estrés mecánico, siempre que exista fase austenítica en la aleación sometida a estrés y haya cambios estructurales a ciertas

temperaturas, debido a la característica de Superelasticidad.

Así, las temperaturas de transformación de las fases microestructurales tienen una influencia crítica en las propiedades mecánicas y en el comportamiento de las aleaciones de NiTi y pueden ser modificadas por pequeños cambios en su composición, impurezas y tratamientos térmicos durante el proceso de fabricación (4, 6, 29-32).

### **3.4 FACTORES QUE AFECTAN A LAS TEMPERATURAS DE TRANSICIÓN**

#### **A) Cambios en la composición de la aleación de NiTi.**

La composición de la aleación de NiTiNOL utilizada para confeccionar los instrumentos endodónticos está formada de un 56% (en peso) de Ni y un 44% (en peso) de Ti, el ya mencionado NiTiNOL-55; sin embargo, es posible variar la composición para obtener alambres con dos características diferentes, bien sea para conseguir una aleación superelástica o que tenga memoria de forma (4, 28).

Las diferencias entre las aleaciones estarán en su contenido de níquel y en el rango de temperaturas de transición. Un grupo de aleaciones que contienen un mayor porcentaje de níquel, son las conocidas como NiTiNOL-60 por contener un 60% (en peso) de níquel en su composición. El efecto de memoria de forma de esta aleación es menor, aunque su capacidad para ser tratada térmicamente aumenta respecto a la aleación NiTiNOL-55. Ambas (NiTiNOL-55 y 60) son más resilientes, resistentes y tienen un menor módulo de elasticidad que otras aleaciones como las de Cromo-Cobalto (Cr-Co), Cr-Ni o el propio acero inoxidable (4). Asimismo, se puede conseguir una disminución en las temperaturas de transformación con un incremento en el contenido de Ni o sustituyendo en la aleación un pequeño porcentaje (menor del 2% en peso) de Ni por Co (4).

## **B) Impurezas.**

Cuando la aleación de NiTi es sometida a una deformación o estrés durante su fabricación, una gran cantidad de dislocaciones en la red cristalina pueden aparecer influyendo de forma negativa en los movimientos de reorientación martensítica que proporcionan Superelasticidad (20). Asimismo el fresado y el trabajo de endurecimiento de los instrumentos de NiTi introducen muchos defectos que pueden alterar sus fases de transformación (20).

## **C) Tratamientos térmicos durante la fabricación de las limas endodónticas.**

Las limas de NiTi convencional, fabricadas a partir de procesos de recocido o fresado del metal, tienen una temperatura  $A_f$  inferior o igual a la temperatura ambiente (unos  $20^\circ\text{C}$ ), por lo que durante el uso clínico tendrán un comportamiento superelástico, propio de su microestructura austenítica (33).

En los casos en que se realiza un tratamiento mecánico y/o térmico adicional, las temperaturas a las que se someten las limas serán de entre  $450^\circ\text{C}$  y  $550^\circ\text{C}$ . Los tratamientos se llevan a cabo en hornos de aire o con atmósfera inerte para obtener propiedades superelásticas o de memoria de forma y lograr el equilibrio adecuado de las propiedades mecánicas durante su uso posterior (32). Las temperaturas  $A_f$  de limas tratadas térmicamente varían desde los  $27^\circ\text{C}$  (en aleaciones M-Wire) hasta los  $50^\circ\text{C}$  (en aleaciones Gold) (34, 35), por lo que aquellas aleaciones que tengan su  $A_f$  por encima de la temperatura corporal ( $37^\circ\text{C}$ ) estarán principalmente en fase martensítica o una mezcla de R-fase premartensítica y austenita durante su uso clínico y mostrarán propiedades de Memoria de forma (6).

Un aumento en las temperaturas de transición puede conseguirse si se aumentan las temperaturas de recocido del metal durante su fabricación (4). Alapati y

cols. (36) encontraron que si se aumentaban las temperaturas de los tratamientos térmicos en la fabricación de las limas a 400°C, 500°C y 600°C, se incrementaba la temperatura Af en limas *ProFile* hasta los 45°C-50°C, pero si el tratamiento térmico alcanzaba los 850°C, se producía la pérdida del comportamiento superelástico y de la recristalización de la microestructura creada. Estos resultados fueron confirmados por otros estudios (32, 37). Zhou y cols. (38) mostraron que alambres de aleación CM Wire presentaban un contenido de Ni ligeramente inferior y una temperatura Af mayor que la de la aleación de NiTi convencional, como confirmaron después otros estudios (34).

### **3.5 INCONVENIENTE DE LOS INSTRUMENTOS DE NITI: FRACTURA DE LA LIMA**

A pesar de las numerosas ventajas que proporciona la aleación de NiTi frente al acero inoxidable en la confección de los instrumentos endodónticos, la fractura inesperada de la lima durante el tratamiento de conductos sigue ocurriendo (28, 34, 39).

Esta fractura puede ocurrir principalmente por dos razones (7, 8, 29, 40-43):

#### **1. Fractura por torsión.**

Según Sattapan y cols. (41) ocurre cuando una parte del instrumento, generalmente la punta, queda trabado en el conducto mientras el mango continúa rotando. En este tipo de fallo se produce una deformación elástica inicial y una deformación plástica cuando se excede el límite elástico del metal. Si el esfuerzo de torsión continúa y la parte trabada no se libera, se producirá la fractura (39, 41).

#### **2. Fractura por Fatiga Cíclica (FC).**

Ocurre como resultado de la alternancia de los ciclos de tensión-compresión a los

que están sometidos los instrumentos rotatorios cuando se flexionan en la zona de máxima curvatura del conducto, mientras rotan (41). Estos ciclos de tensión-compresión generan estrés al instrumento, siendo la parte externa la que sufre tensión y la interna compresión (Fig. 4) (44). Este tipo de fractura se produce de forma inesperada sin signos de deformación plástica previa, existiendo una fatiga del metal (41, 43).

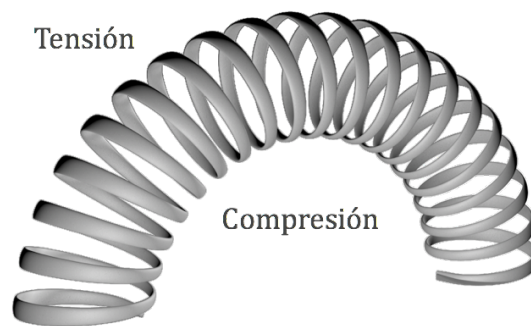


Fig. 4. Representación gráfica de las zonas donde un instrumento rotatorio sufre tensión y compresión dentro de un conducto curvo.

### 3.6 FATIGA CÍCLICA

De los dos mecanismos de fractura citados anteriormente, nos centraremos en la FC, tema objeto de esta tesis doctoral.

Para entender mejor el mecanismo de la fractura por FC se establecen 3 etapas producidas por el acúmulo de fatiga en el instrumento: Primero, se forman **microcracks** en la superficie o en el interior del instrumento. Después, existe una **propagación del crack**, esto es, el crack inicial se extiende a lo largo de los planos cristalográficos o de las fronteras de los granos. Y finalmente, cuando el crack alcanza el punto donde el material restante está sobreestresado, se provoca una **fractura dúctil** con cierta deformación plástica (45, 46).

En este sentido, cada rotación dentro de un conducto curvo hace que el instrumento se someta a un ciclo completo de tensión-compresión incrementando su FC con el tiempo, lo que da lugar a una acumulación de cambios microestructurales que pueden ser un factor importante en la fractura inesperada del instrumento (39, 47). Clínicamente, la FC parece ser más prevalente en conductos curvos mientras que el fallo por torsión puede ocurrir también en conductos rectos (48).

La incidencia de la separación de instrumentos de acero inoxidable manuales varía entre un 2% y un 6% mientras que la incidencia de fracturas de instrumentos de NiTi se sitúa entre un 1,67% y un 5%, según autores (39, 49, 50).

Según Parashos y cols., el 70% de ellas se debe a FC y el 30% restante a un fallo torsional (39). Peng y cols. (51) clasificaron la mayor parte de instrumentos fracturados analizados como un fallo por FC insinuando que la fatiga es la causa principal de fallo del material. En un estudio relacionado, Cheung y cols. (45) publicaron también que la mayoría (93%) de instrumentos analizados parecía haber fallado por FC. Por su parte, un estudio de Sattapan y cols. (41) reveló que la fractura por FC ocurría en un 44,3% de instrumentos fracturados mientras que el 55,7% lo hacía por torsión. Estos resultados indican que el fallo por torsión, debido al empleo de demasiada fuerza apical durante la instrumentación o a otros factores como el tamaño preexistente del conducto, ocurre mucho más frecuentemente que el fallo por fatiga, asociado principalmente a conductos curvos (41).

### **1) Factores que influyen en la resistencia a FC.**

Numerosos factores han sido implicados en la separación indeseable de los instrumentos rotatorios de NiTi. Entre ellos están la capacidad del operador (52, 53), el método de uso (54), la velocidad de rotación (55, 56), la configuración anatómica de los conductos (56, 57), el diseño del instrumento (17), el tipo de aleación (28, 40), los

tratamientos termomecánicos a que son sometidas las limas durante su fabricación (58, 59) o las soluciones irrigantes y los ciclos de esterilización en autoclave (60, 61).

En este trabajo nos centraremos en aquellos factores relacionados con nuestro objeto de estudio, como son el diseño del instrumento, el radio y ángulo de curvatura del conducto simulado en los test de FC, el tipo de aleación, los tratamientos termomecánicos a que son sometidas las limas durante su fabricación y el efecto de los tratamientos térmicos adicionales, en este caso, los ciclos de esterilización en autoclave.

### **3.6.1.1 Diseño del instrumento.**

La geometría de la sección transversal de un instrumento condiciona el diámetro y masa de metal del mismo, aspectos importantes que influyen en su resistencia a FC.

El **diámetro** del instrumento en el punto de máxima curvatura del conducto, el cual viene determinado por el tamaño de la punta y la conicidad del instrumento, ha sido identificado como el factor más importante en el control de la resistencia a FC de las limas endodónticas (43, 62, 63).

Ya en 1997, Pruett y cols. (43) observaron que los instrumentos rotatorios con grandes diámetros sucumbían antes a la FC que aquellos de menor diámetro. Posteriormente, Gambarini y cols. (64) concluyeron que en conductos curvos existe mayor riesgo de fractura por FC cuanto mayor es la conicidad de los instrumentos utilizados y que la resistencia a FC disminuye a medida que aumenta la conicidad de la lima en el punto de máxima curvatura. Esto se debe a que las limas de gran conicidad acumulan mayor cantidad de estrés interno durante los ciclos de tensión-compresión cuando se flexionan para adaptarse a la curvatura del conducto (64, 65). No obstante, un incremento en el diámetro del instrumento puede contribuir a

augmentar la resistencia a la fractura torsional (39).

Respecto al diseño de la **sección transversal**, numerosos estudios avalan su influencia en la resistencia a la FC, ya que determina directamente las propiedades mecánicas de las limas (17, 66). Así, en un estudio de Grande y cols. (67) en el que comparan la resistencia a la FC de instrumentos *ProTaper* y *Mtwo* del mismo tamaño y conicidad, observaron que, a mayor masa del instrumento en el punto de máxima curvatura, menor era la resistencia a la FC, esto es, menor número de ciclos soportaban antes de romperse.

Del mismo modo, Berutti y cols. (17) consideran que cuanto mayor sea el área de la sección transversal que tenga una lima, más masa tendrá y por tanto menos elástica y menos resistente a FC será (Fig. 5). De esta forma, una lima que presente una sección transversal con un diseño de triángulo convexo, como es el caso de las limas *ProTaper Universal* o *Vortex Blue*, tendrá una mayor masa y mayor superficie de contacto con las paredes del conducto que una lima con sección transversal en “S” itálica como es el caso de las limas *Mtwo*, que presentan menos masa y menor superficie de contacto con las paredes del conducto (67).

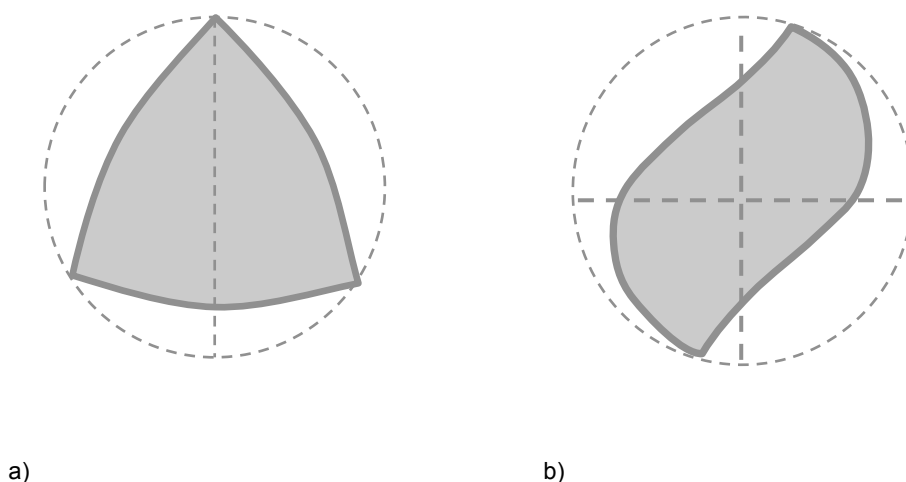


Fig. 5. Sección transversal de 2 tipos de limas: a) Sección transversal con diseño de triángulo convexo. b) Sección transversal con diseño de “S” itálica.

### 3.6.1.2 Radio y ángulo de curvatura del conducto simulado en los test de FC.

La resistencia a FC de los instrumentos rotatorios se ve afectada durante los test de laboratorio por el ángulo y el radio de curvatura del conducto simulado (68). Pruett y cols. (43), después de testar limas en conductos simulados de diferentes ángulos (30°, 45°, 60° y 90°) y radios de curvatura (2, 5 y 10 mm) concluyeron que cuanto mayor es el ángulo y menor el radio de curvatura, más severa es la curva del conducto. Cuánto más abrupta es la curva del conducto, mayor es el estrés a que se somete el instrumento mientras rota y por tanto, su resistencia a FC será menor (43). Estudios posteriores confirmaron que cuanto menor es el radio de curvatura, menor es la vida útil del instrumento mientras rota (67, 69).

Respecto a la influencia de estos factores en la resistencia a FC de las limas podemos resumir que:

A mayor:

Área de sección transversal de la lima

Masa de metal

Conicidad de la lima

Ángulo de curvatura del conducto

A menor:

Radio de curvatura del conducto



Menor resistencia a FC

### 3.6.1.3 Tipo de aleación y proceso termomecánico de fabricación.

La introducción del NiTiNOL ha sido una de las mayores innovaciones en el campo de la endodoncia. Desde la aleación convencional **SE-Wire** hasta las últimas aleaciones CM-Wire, Blue o Gold se han conseguido grandes mejoras en las propiedades mecánicas de los instrumentos de NiTi con modificaciones sutiles en la proporción de los dos elementos y/o mediante tratamientos térmicos (6).

Convencionalmente, la aleación en bruto de NiTi se sometía a una fundición en vacío, un forjado en caliente y un proceso en frío de laminado y estirado para confeccionar el alambre. Posteriormente se llevaba a cabo una serie de tratamientos térmicos, entre ellos el de recocido (*annealing*) para aumentar el tamaño de los granos, hasta conseguir el diámetro correcto de la sección transversal y un proceso de fresado (*grinding*) con el que se obtenía la forma deseada del instrumento (4).

Limas que se han confeccionado mediante este proceso son las *Lightspeed*, *ProFile GT* (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland), *ProTaper Universal* (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suiza), *K3* (SybronEndo, Orange, CA, EEUU), *EndoSequence*, *RaCe* (FKG Dentaire), *Mtwo* (Sweden-Martina, Padova, Italia) y *Flexmaster* entre otras (todas de aleación convencional o SE-Wire) (4, 70, 71).

Estos procedimientos generaban irregularidades en la superficie del instrumento y tensión residual en la estructura interna del metal, lo que favorecía la formación de cracks y el enrollamiento de las espiras (5, 20, 41), considerados puntos de inicio de fractura del instrumento. Estrategias como la implantación iónica y el electropulido se instauraron para eliminar dichas irregularidades y mejorar la resistencia a la fractura (72).

Sin embargo, pasarían unos cuantos años hasta que un enfoque diferente invadiera el campo de los procesos de fabricación de las limas de NiTi; consistía en desarrollar tratamientos termomecánicos para ajustar las temperaturas de transición de las aleaciones, controlando así las características de sus fases microestructurales e influir en su comportamiento mecánico, alejándose poco a poco de tecnologías para reducir los defectos de superficie (6, 7, 73).

En este sentido y con el objetivo de mejorar las propiedades de la aleación existente hasta entonces, en 2007 se introduce una nueva aleación: M-Wire

(Sportswire LLC, Langley, OK, EEUU).

**M-Wire** se desarrolla a partir de NiTiNOL SE508 (NiTiNOL Devices & Components, Inc, Fremont, CA) sometido a un tratamiento termomecánico patentado que consiste en estirar el alambre puro a diferentes temperaturas y tensiones, dando como resultado un material que incluye, además de fase austenítica, cierta cantidad de fase martensítica y fase R-premartensítica manteniendo la superelasticidad de la aleación (7, 70, 72, 74).

Así, los instrumentos fabricados con M-Wire se espera que tengan mayor resistencia a la fractura que instrumentos similares fabricados con NiTi convencional gracias a su microestructura martensítica única (73). En este sentido, un estudio de Arias y cols. (75) concluye que las limas GTX (M-Wire) son más resistentes a FC que sus homólogas limas GT, fabricadas con la aleación SE-Wire. En otro estudio de Pérez-Higueras y cols. (59) en el que comparan limas *ProTaper Universal* (SE-Wire) y *Protaper Next* (M-Wire) también concluyen que las limas confeccionadas con M-Wire son más resistentes a FC que su predecesora de aleación convencional, tanto a nivel apical como coronal. Por su parte, Johnson y cols. (70) publicaron el primer estudio que aísla la aleación, comparando instrumentos rotatorios fabricados con el mismo diseño (*ProFile 25.04*) pero con diferentes aleaciones. Los resultados mostraron que las limas confeccionadas con aleación M-Wire tenían un 390% más de resistencia a FC que las limas fabricadas con el mismo diseño pero con aleación NiTiNOL SE508 (70).

Sin embargo, varios estudios (11, 76, 77) concluyen que no existen diferencias significativas en la resistencia a FC entre limas confeccionadas con M-Wire y con SE-Wire. Esto puede deberse a la existencia de factores de confusión como el diseño o las dimensiones del instrumento (ya que la mayoría de estudios comparan diferentes

marcas de limas entre sí) y/o a la heterogeneidad de las metodologías, que dificultan cuantificar el efecto de una única variable en la resistencia a FC (6).

Limas confeccionadas con esta aleación son *ProFile GT Series X*, *ProFile Vortex* (*Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suiza*), *ProTaper Next* (*Dentsply Tulsa Dental Specialties, Tulsa, OK*) entre otras.

Poco después, en 2008, SybronEndo (Orange, CA, EEUU) desarrolla una nueva aleación con un método de fabricación completamente diferente, la aleación **R-phase**, cuyo máximo exponente van a ser las limas rotatorias *Twisted File (TF)*.

Según el fabricante, en estos instrumentos se lleva a cabo el proceso de *twisting* (enrollado o trenzado) de un alambre puro previamente fresado (*grinding*) junto a tratamientos térmicos para mejorar la superelasticidad y la resistencia a FC, así como un tratamiento de electropulido para reducir las irregularidades de superficie (78).

Más concretamente, estas limas se crean mediante la transformación de fase de un alambre de NiTi puro austenítico en estructura cristalina R-fase por un proceso térmico de calentamiento y enfriamiento patentado, que ocurre en un rango de temperaturas muy estrecho (6, 11, 79). Esto es, el alambre de NiTi austenítico es transformado en R-fase por un proceso térmico; una vez se obtiene la R-fase, este alambre sufre un proceso de *twisting*. Después de someterse a un proceso térmico adicional para mantener su nueva forma, el instrumento es convertido de nuevo a fase austenítica, el cual exhibirá sus características de Superelasticidad cuando sea estresado, como ocurre por ejemplo durante la instrumentación de un conducto curvo (6, 11, 16, 22).

Debido a que el módulo de elasticidad de R-fase es menor que el de austenita y el de martensita, un instrumento fabricado con aleación R-fase será más flexible que uno de NiTi convencional (22, 80). Además, según Cheung y cols. (80) la histéresis por estrés es menor para limas *TF* que para limas de NiTi convencional, esto significaría que la estructura R-fase requiere menos estrés para la transformación que la austenita y por tanto más cantidad de ésta puede ser transformada durante la transformación martensítica inducida por estrés; así pues no es sorprendente que limas *TF* sean más resistentes a FC que limas de NiTi convencional (6).

En este sentido, estudios como el de Kim y cols. (79) en el que comparan instrumentos de diferentes marcas y diferentes procesos de fabricación, concluyen que instrumentos *TF* presentan una resistencia a FC significativamente mayor que limas confeccionadas con procesos convencionales tipo *grinding*, como las limas *ProTaper*, *RaCe* o *Helix* (DiaDent, Chongju, Korea). Igualmente, Gambarini y cols. en un estudio que compara limas *TF* con limas fabricadas de M-Wire (*GTX*) y limas de NiTi convencional confeccionadas mediante *grinding* (*K3*), muestran que las limas *TF* son significativamente más resistentes a FC que las limas *K3* pero no existen diferencias estadísticamente significativas entre éstas y las limas *GTX* (11). Otros estudios, como el de Oh y cols. (58), Rodrigues y cols. (81) o el de Bhagabati y cols. (82) confirman la mayor resistencia a FC de las limas fabricadas mediante *twisting* (*TF*) respecto a instrumentos confeccionados con *grinding* (*K3*, *ProFile*, *RaCe* o *Mtwo*).

Con el objetivo de optimizar las propiedades mecánicas de las limas, en 2010 surge una nueva aleación, **CM-Wire**, desarrollada a partir de una innovadora tecnología que controla la memoria del material mediante un tratamiento complejo de calor y frío, la tecnología CM (DS Dental, Johnson City, TN, EEUU), haciendo limas extremadamente flexibles y con una gran resistencia a FC (40, 83, 84).

Su principal representante han sido las limas *Hyflex® CM™* (Coltène Whaledent, Cuyahoga Falls, OH, EEUU), las cuales presentan un porcentaje de Ni (52% en peso) inferior al de las aleaciones de NiTi convencional (54,5-57%) (13, 25, 28) y cuya Af está próxima a los 45°C, lo que permite que durante el uso clínico, la aleación muestre una microestructura martensítica estable (29).

Según su fabricante, estas limas son 300% más resistentes a FC que las limas existentes, pueden ser reutilizadas con la misma resistencia a FC y la misma forma de sus hojas de corte que la primera vez (ya que los ciclos de esterilización las restaurarían) y durante el uso clínico no recuperan su forma original, a diferencia de las limas de NiTi convencional (85). Esto les permite seguir la anatomía de los conductos muy de cerca y curvarse fácilmente incluso teniendo una gran conicidad, lo que disminuye el riesgo de transporte apical, escalones y/o perforaciones (40, 86).

Por otra parte, solo se sabe que están sometidas a un tratamiento térmico especial después del proceso de fresado, pues no se ha revelado información sobre la temperatura, el tiempo ni la modalidad de dicho tratamiento (28).

A pesar de que varios estudios (13, 28, 40, 86) muestran una mayor resistencia a FC de limas *Hyflex CM* respecto a limas confeccionadas con M-Wire y NiTi convencional, no es fácil determinar si la mejora en la flexibilidad se debe a su composición única, al tratamiento termomecánico específico o a ambas, ya que las limas a comparar no tienen el mismo porcentaje de Ni en su composición ni los procesos de fabricación de limas previas son similares (28). Sin embargo, Zinelis y cols. (25) revelaron que las alteraciones en la composición no parecen afectar tanto a las propiedades mecánicas de los instrumentos de NiTi y que la historia de procesamiento termomecánico tiene un efecto mucho más crucial en la resistencia mecánica final.

Se puede postular que el procesamiento térmico patentado juega un papel importante en el aumento de la flexibilidad de los instrumentos *Hyflex CM* cuando se comparan con otros producidos más tradicionalmente, sin tratamientos térmicos patentados y por tanto, diferente historia termomecánica (28). De hecho, a pesar de que los fabricantes no revelan adecuada información acerca de los procesos termomecánicos que desarrollan, se sabe que su objetivo es producir alambres de NiTi que contengan una considerable fase martensítica en condiciones clínicas (6) y eso es lo que parece conseguirse en la aleación CM Wire: un incremento en la proporción de estructura martensítica, lo que mejoraría sus propiedades mecánicas respecto a otras aleaciones y le dotaría de más deformación plástica antes de fracturarse (40).

En los últimos años han surgido dos nuevas aleaciones: Blue Wire, cuyos instrumentos de referencia son *Vortex Blue* (Dentsply Tulsa Dental Specialties, Tulsa, OK) y más recientemente *Reciproc Blue* (VDW, Munich, Alemania), y Gold Wire, siendo *ProTaper Gold* (Dentsply Tulsa Dental Specialties, Tulsa, OK) y *WaveOne Gold* (Dentsply-Maillefer, Baillagues, Suiza) sus únicos representantes hasta el momento.

La aleación de NiTi **Blue** Wire surge a partir de la aleación M-Wire sometida a un complejo proceso de fabricación patentado que incluye tratamientos de calentamiento y enfriamiento, dando como resultado una capa visible de óxido de titanio de color azul en la superficie del instrumento (87, 88). En este proceso se controlan las temperaturas de transición y la memoria de forma del material de forma similar a como lo harían anteriormente otros fabricantes con las limas CM-Wire (89). Además, parece otorgar a las limas de aleación Blue Wire propiedades mecánicas superiores a los instrumentos de NiTi existentes, aumentando su resistencia a FC y su flexibilidad gracias a la mayor presencia de estructura martensítica (6, 90).

Respecto a las limas *Vortex Blue*, el proceso se lleva a cabo para mejorar la eficacia de corte, la flexibilidad, la resistencia al desgaste y reducir la memoria de forma en relación con las limas de NiTi convencional, que tratan de volver a su forma recta original (89). Esta característica permitiría a las limas *Vortex Blue* mantener la forma que se les da, por ello, durante la instrumentación de conductos, podrían proporcionar una conformación más centrada (89).

Hasta la fecha, el proceso de fabricación y el tratamiento térmico de la aleación de estas limas no ha sido revelado por el fabricante (89) pero diferentes estudios muestran su mayor resistencia a FC respecto a otras limas fabricadas con aleaciones como M-Wire o SE-Wire (89-91). Así, Nguyen y cols. (91) en un estudio en el que comparan limas *Vortex Blue* con limas *ProTaper Universal* (SE-Wire) y *ProTaper Next* (M-Wire) concluyen que las primeras son las más resistentes a FC y que tanto *Vortex Blue* como *ProTaper Next* son más resistentes a FC que *ProTaper Universal*. En otro estudio de Plotino y cols. (89) en el que comparan limas *ProFile Vortex* (M-Wire) y *Vortex Blue* (de diseño idéntico aunque diferente método de fabricación y aleación), se concluye que las limas *Vortex Blue* mostraron una mayor resistencia a FC cuando se compararon con limas *ProFile Vortex* de la misma conicidad y mismo tamaño en la punta. También, Gao y cols. (90) en un estudio en el que comparan diferentes aleaciones (utilizan instrumentos *ProFile Vortex* confeccionados de acero inoxidable, NiTi SE Wire, M-Wire y Blue) obtienen resultados que concuerdan con los anteriores, pues de sus resultados se deduce que las limas *Vortex Blue* presentan la mayor resistencia a FC y la mayor flexibilidad de todas las limas comparadas y que tanto la aleación Blue como M-Wire fueron más resistentes a FC que SE-Wire.

Sin embargo, cuando se compara con aleaciones que controlan la memoria del material, como CM-Wire, la resistencia a FC de estas últimas es mayor. Así lo demuestra un estudio reciente de Vasconcelos y cols. (34) en el que comparan diferentes marcas de limas rotatorias a temperatura ambiente y corporal,

confeccionadas con diferentes aleaciones y sometidas a un análisis de Calorimetría Diferencial (DSC). En este estudio *in vitro* se observa que la resistencia a FC de todas las limas es mayor a temperatura ambiente que a temperatura corporal, siendo las más resistentes a FC las limas *Hyflex CM*. En este sentido, la Af de estas limas estaría sobre los 44°C, lo que sugiere que a temperatura corporal presentarán una microestructura mixta de R-fase y austenita, a diferencia de las limas *Vortex Blue* cuya Af está por debajo de la temperatura corporal y por tanto mostrarán una microestructura austenítica a dicha temperatura, lo que hace que presenten menor flexibilidad y resistencia a FC que éstas (34).

Las recientemente introducidas limas rotatorias *Reciproc Blue* (VDW, Munich, Alemania) son la nueva generación de los sistemas de lima única, una versión mejorada de las clásicas limas *Reciproc*, de aleación M-Wire (VDW, Munich, Alemania) (92). Se fabrican alterando la estructura molecular a través del tratamiento térmico patentado con el fin de aumentar al doble la resistencia a FC de las anteriores limas *Reciproc*, según el fabricante (93).

Así, en un estudio de De-Deus y cols. (88) que compara limas *Reciproc* y *Reciproc Blue* se observó que estas últimas eran más suaves y dúctiles que sus predecesoras de aleación M-Wire así como que presentaban una mayor flexibilidad y resistencia a FC, confirmando los resultados obtenidos en estudios previos que comparaban otros instrumentos (véase limas *Vortex*) producidos de ambas aleaciones (M-Wire y Blue) (90).

En 2015, se desarrolla la aleación **Gold**, siendo su principal representante las limas *ProTaper Gold*. Estas limas tienen un diseño que presenta una geometría idéntica al sistema de limas rotatorias más estudiado, las limas *ProTaper Universal*, pero se ha utilizado un proceso metalúrgico avanzado con tratamientos térmicos que, según su fabricante, les proporciona una mayor flexibilidad y mayor resistencia a FC

(35, 94).

En este sentido, numerosos estudios muestran una mayor resistencia a FC de limas *ProTaper Gold* respecto a *ProTaper Universal* (35, 94-97) pudiendo atribuirse a los diferentes procesos de fabricación a que son sometidas las limas, los cuales influyen en las temperaturas de transformación (95).

Asimismo, las curvas DSC revelaron que la aleación Gold presentaba altas temperaturas de transformación de la austenita (Af), similar a las de la aleación CM-Wire (16). Esto hace que las limas *ProTaper Gold* estén en fase martensítica durante el uso clínico proporcionando un material más suave, dúctil y deformable en comparación con las limas *ProTaper Universal* que van a estar en fase austenítica, dando lugar a un material más duro y fuerte (94).

Otro instrumento rotatorio fabricado con los tratamientos térmicos de la aleación Gold es el sistema de limas *WaveOne Gold*, el cual es una actualización de las predecesoras limas reciprocantes *WaveOne*. Sin embargo, solamente coinciden con estas en su movimiento, pues las dimensiones, la sección transversal y la geometría de las nuevas limas son diferentes y su diseño es más similar a las limas *ProTaper Next* (92). Según su fabricante, estas limas presentan una mayor resistencia a FC respecto a las *WaveOne* (98).

Algunos estudios así lo confirman (99); sin embargo, cuando se compara la resistencia a FC de estas limas con otras de diferente aleación y diseño, las limas *WaveOne Gold* no son las más resistentes a FC, viéndose superadas por *Reciproc Blue* (100) o por las últimas limas confeccionadas *Hyflex EDM* (92), que a continuación comentaremos.

Las limas *Hyflex EDM* (Coltene/Whaledent, Altstätten, Suiza) son una nueva generación de sistemas de lima única con movimiento continuo. Estas limas están

fabricadas con aleación CM-Wire pero usando una tecnología de mecanizado por descarga eléctrica (**EDM** por sus siglas en inglés *Electrical Discharge Machining*) (92).

EDM es un proceso de erosión térmica que se utiliza con materiales eléctricamente conductores. Se producen descargas eléctricas controladas de alta frecuencia entre un electrodo y la pieza de trabajo dentro de un fluido dieléctrico provocando la evaporación de pequeñas porciones de material que dan lugar a un acabado superficial crateriforme del instrumento (101).

Esta tecnología está bien documentada en ingeniería de materiales (102-104) y aunque ha sido utilizada en aleaciones de NiTi para aplicaciones quirúrgicas, las limas *Hyflex EDM* son los primeros instrumentos rotatorios confeccionados así aunque, según su fabricante, se elaboran de forma más controlada, obteniéndose mejores propiedades mecánicas. Asegura que puede superar hasta en un 700% la resistencia a FC de sus predecesoras *Hyflex CM* (105).

En este sentido, un estudio de Pirani y cols. (101) concluye que las limas *Hyflex EDM* son más resistentes a FC que las limas *Hyflex CM*, pudiendo llegar a ser 700% más resistente a FC cuando se comparan limas de la misma conicidad y tamaño. Kaval y cols. (97) en un estudio en el que comparan limas *Hyflex EDM* con limas *ProTaper Universal* y *ProTaper Gold* concluyen que las primeras son más resistentes a FC pero que las *ProTaper Gold* lo son más a la torsión, de ahí que recomienden utilizar cada sistema de instrumentación en un tipo específico de conductos radiculares. Cuando se comparan con las últimas generaciones de instrumentos rotatorios, como las limas *Reciproc Blue* o las *WaveOne Gold*, los resultados abogan por la mayor resistencia a FC de las limas *Hyflex EDM* (92). Se cree que la razón de estos resultados se debe al nuevo proceso de fabricación y los diferentes tratamientos térmicos aplicados a la aleación (92).

### **3.6.1.4 Tratamiento térmico adicional: ciclos de esterilización en autoclave.**

El éxito de una endodoncia se basa en conseguir una adecuada limpieza, conformación y sellado tridimensional del sistema de conductos radicular. Para ello, es primordial conseguir una asepsia del instrumental empleado y prevenir las infecciones cruzadas (106).

A pesar de que los fabricantes recomiendan el uso de las limas en un único paciente, por motivos económicos son normalmente reutilizadas, requiriéndose su estricta esterilización entre usos (19, 107, 108). Del mismo modo, en casos en que se manipulen limas, hayan sido o no previamente usadas, debe llevarse a cabo una esterilización adicional (107, 109).

Como ya se ha explicado anteriormente, las propiedades de Memoria de forma y Superelasticidad de la aleación de NiTi son fuertemente dependientes de la historia de procesamiento termomecánico a que es sometido el instrumento durante su fabricación (32). Debido a esto, se ha sugerido que el tratamiento térmico adicional durante la esterilización en autoclave altera tanto la flexibilidad de los instrumentos rotatorios de NiTi, como su resistencia a la FC (31, 110).

Sin embargo, en la literatura encontramos numerosos estudios con metodologías y resultados heterogéneos. Los primeros que comparaban limas nuevas y esterilizadas no obtuvieron diferencias estadísticamente significativas respecto a la resistencia a FC antes y después de los ciclos de esterilización (60, 111, 112). Estudios posteriores, como el de Hilfer y cols. (19) o el de Plotino y cols. (113) que comparaban limas nuevas y esterilizadas, de diferentes aleaciones (NiTi convencional, M-Wire y R-fase), solo observaron diferencias estadísticamente significativas entre limas nuevas y esterilizadas de aleación R-fase, pero obteniendo resultados contradictorios. Hilfer y cols. (19) hallaron una disminución en la resistencia a FC tras

los ciclos de esterilización mientras que Plotino y cols. (113) sugerían un aumento debido, probablemente, a la nueva tecnología utilizada durante su fabricación.

En un estudio posterior de Arias y cols. (75) que compara limas *GT* y *GTX* nuevas y esterilizadas, se concluye que la resistencia a FC tras los ciclos de esterilización es mayor en las primeras, sugiriendo que estos mejoran aquella aleación que no ha sido tratada previamente con calor (en este caso, la aleación convencional de las limas *GT*). Acorde a esto, en un estudio de Li y cols. (114) se concluye que los ciclos de esterilización podrían aumentar la resistencia a FC en limas confeccionadas de una aleación no tratada previamente con calor al observar, en 3 marcas diferentes de limas fabricadas de aleación convencional, que la resistencia a FC aumentaba tras la esterilización. Por su parte, Zhao y cols. (108) en un estudio en el que comparan 3 marcas de limas tratadas térmicamente durante su confección, concluyen que la resistencia a FC aumenta tras los ciclos de esterilización en 2 de ellas (*HyFlex CM* y *K3XF*), sin que existan diferencias significativas en una tercera (limas *TF*).

Como hemos comentado en líneas superiores, las fases cristalográficas de las aleaciones de NiTi son dependientes de la temperatura y en función de ésta tendrán un comportamiento mecánico u otro, siendo la temperatura final de transformación austenítica ( $A_f$ ) la que se tome como referencia para determinar dicho comportamiento. Debido a que las últimas investigaciones van encaminadas a analizar el efecto de la temperatura y de los procesos de fabricación de las aleaciones en la resistencia a FC, en este estudio hemos querido analizar el efecto de la aleación con que se confeccionan los instrumentos rotatorios de NiTi en la resistencia a FC utilizando para ello un prototipo de limas *TRUShape Orifice Modifiers* confeccionadas con el mismo diseño, sección transversal y proceso de fabricación pero usando 4 aleaciones diferentes, SE-Wire, M-Wire, Blue y Gold. Asimismo, hemos querido evaluar también el efecto del calor extra aportado por los ciclos de esterilización en la resistencia a FC de unas limas confeccionadas con una aleación tratada termo-

mecánicamente, las limas *Hyflex CM*, las cuales, según su fabricante, pueden recuperar la forma de las espiras y la resistencia a FC original durante los ciclos de autoclave.



#### ***4. JUSTIFICACIÓN***

---



A pesar de que las limas rotatorias de NiTi se han convertido en la herramienta estándar para instrumentar los conductos radiculares por su alta flexibilidad y capacidad de corte, tienden a romperse de forma inesperada.

Los avances más recientes se han centrado en mejorar los procesos termomecánicos a que son sometidas las aleaciones de los instrumentos rotatorios así como a crear nuevas aleaciones que permitan fabricar limas más flexibles y resistentes a FC.

La resistencia a FC de instrumentos de diferentes aleaciones ha sido ampliamente estudiada pero no hemos encontrado ningún estudio que aísle el efecto de la aleación en ella, es decir, que compare un instrumento confeccionado con el mismo diseño, sección transversal y proceso de fabricación y que difiera únicamente en la aleación empleada para su fabricación. Además, aún existe poco conocimiento de las aleaciones que han salido más recientemente al mercado como Blue Wire y Gold, hechos que justificarían la primera parte del estudio.

Por su parte, las limas rotatorias *Hyflex CM* han sido fabricadas usando un proceso termomecánico que controla la memoria de forma, haciéndolas extremadamente flexibles. A pesar de que en la literatura existen numerosos estudios que comparan la resistencia a FC entre limas nuevas y esterilizadas de diferentes marcas, no hemos encontrado ninguno que compare las limas *Hyflex CM* nuevas y esterilizadas, entre ellas y entre sí, y analice cómo afecta el calor extra aportado durante los ciclos de esterilización en autoclave a una aleación ya tratada termomecánicamente durante su confección. Además, el fabricante proclama que este instrumento es capaz de recuperar todas las características iniciales al ser sometida al calor de la esterilización (85), lo que justificaría la segunda parte del estudio.



## ***5. HIPÓTESIS DE TRABAJO***

---



Hipótesis nula 1.

No existen diferencias significativas en la resistencia a la FC de limas prototipo *TRUShape Orifice Modifiers* fabricadas con cuatro aleaciones diferentes (SE-Wire, M-Wire, Blue Wire y Gold).

Hipótesis nula 2.

No existen diferencias significativas en la resistencia a la FC entre limas *Hyflex CM* nuevas y esterilizadas, a nivel coronal y apical.



## **6. OBJETIVOS**

---



**Objetivo general:**

Estudio 1:

- Aislar el efecto de los tratamientos termomecánicos de la aleación de Níquel-Titanio comparando la resistencia a FC de limas rotatorias prototipo *TRUShape Orifice Modifiers* fabricadas con el mismo diseño, sección transversal y proceso de fabricación pero usando cuatro aleaciones diferentes (SE-Wire, M-Wire, Blue Wire y Gold).

Estudio 2:

- Aislar el efecto de los ciclos de esterilización en la resistencia a FC de unas limas tratadas termomecánicamente durante su fabricación, las limas *Hyflex CM*.

**Objetivos específicos:**

- Comparar la resistencia a FC de las nuevas aleaciones tratadas termomecánicamente frente a la aleación de NiTi convencional.
- Analizar la relación entre las temperaturas de transformación de fase de las diferentes aleaciones y el comportamiento mecánico de los instrumentos rotatorios de NiTi durante el uso clínico.
- Correlacionar los resultados de resistencia a FC con las temperaturas de transformación de fase de las diferentes aleaciones.
- Analizar la superficie de fractura de las limas confeccionadas con diferentes aleaciones mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) tras ser sometidas a FC.

- Comparar la resistencia a FC de las limas *Hyflex CM* nuevas y esterilizadas, a nivel apical y coronal.
- Evaluar si las limas *Hyflex CM* mantienen y/o recuperan sus propiedades en cuanto a FC tras los ciclos de autoclave.

## ***7. MATERIAL Y MÉTODOS***

---



## 7.1 ANÁLISIS DE RESISTENCIA A LA FC.

### 7.1.1 Metodología utilizada en los dos estudios:

- **Dispositivo de FC**

Para este estudio se ha utilizado un dispositivo específicamente diseñado por los profesores Ana Arias y José Carlos de la Macorra para testar la FC de los instrumentos rotatorios de endodoncia a diferentes niveles. Ha sido fabricado en los talleres de apoyo a la investigación de la Facultad de Física (<http://www.ucm.es/info/caipati/index.htm>).

El dispositivo consta de dos plataformas principales, diseñadas para ajustar las posiciones en los tres ejes del espacio. Fig. 6A.

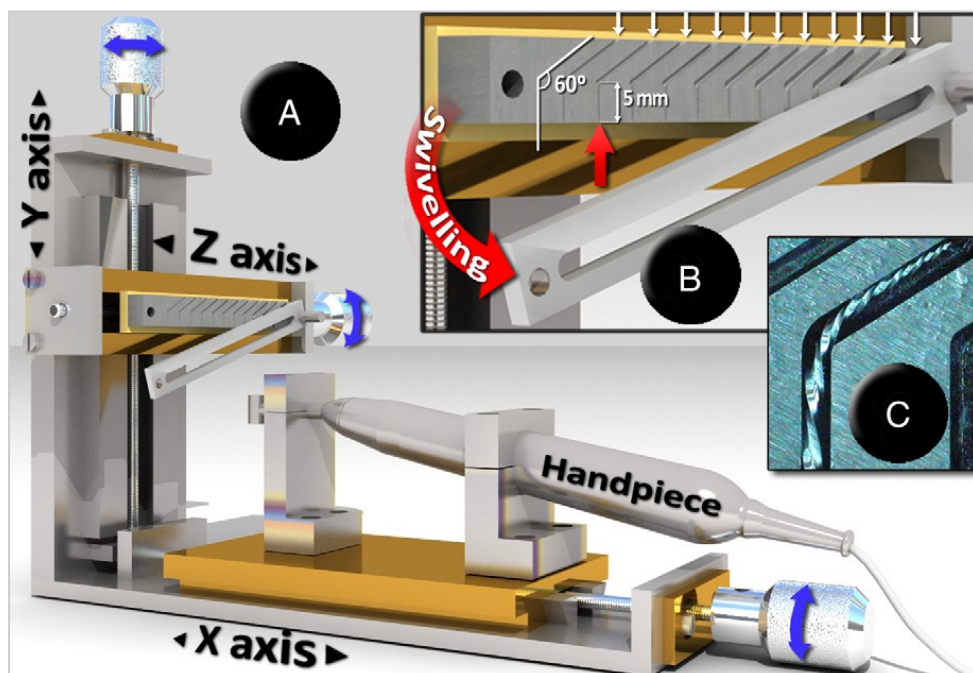


Fig. 6. Dispositivo de FC. A) Vista general en los tres ejes. B) Sistema de fijación de la lima, sobre la plataforma Z. C) Vista de un conducto donde se muestra el punto de fatiga. La flecha roja indica la entrada de la lima al conducto.

- Plataforma horizontal (eje X): soporta la pieza de mano de un motor de endodoncia mediante dos sujeciones que la rodean. Un tornillo accionado manualmente desliza esta plataforma hacia adelante y atrás, para acercar o alejar dicha pieza de mano a la plataforma vertical.
- Plataforma vertical (eje Y): consta de un tornillo manual que ajusta su altura permitiendo seleccionar el punto exacto de FC. A su vez soporta una tercera plataforma (eje z), una pieza maciza de acero templado en la que están labrados 11 conductos abiertos curvos y que también puede deslizarse horizontalmente permitiendo elegir el conducto en función del diámetro de la lima a testar. Sobre esta pieza existe otra a modo de “cubierta” protectora, de acero inoxidable (Fig.6B), que actúa como sistema de fijación de la lima tanto por la parte superior como inferior del punto de fatiga, dejando visible la zona de fatiga.

Respecto a los conductos, están también abiertos en su parte superior e inferior y su profundidad es 0.1 mm mayor que su anchura. Están distribuidos de menor a mayor diámetro (de 0.4 a 1.4 mm) con una diferencia de 0.1 mm entre ellos.

El punto exacto de FC se sitúa, en vertical, a 5 mm de la entrada del conducto (Fig. 6B y C), su ángulo de curvatura es de 60° y su radio de curvatura de 3 mm.

Todas las limas de este trabajo de investigación han sido fatigadas en este dispositivo y con la siguiente secuencia de trabajo:

1. **Inspección de la lima (20x)** para descartar cualquier signo de deformación visible.
2. **Colocación de la lima en el dispositivo.** Se coloca en la pieza de mano previamente fijada a la plataforma horizontal del dispositivo y se acerca al soporte vertical.
3. **Elección del conducto y ajuste de la lima en el punto de fatiga.** Como el punto de máxima flexión, donde se aplica la FC, se encuentra a 5 mm de la entrada del conducto, se elige el punto exacto donde se someterá a la lima a FC y el diámetro del instrumento en ese punto. Para determinar el diámetro adecuado del conducto en el que se someterá a la lima a FC, se suma 0.1 mm al diámetro de la lima en la zona de máxima flexión. Así se permite la rotación libre y sin fricción de la lima.
4. **Lubricación del conducto.** A pesar de que la lima puede rotar con libertad dentro del conducto, para reducir al máximo la posible fricción y el calor que ésta genere, se lubrica con un aceite sintético (Singer All-Purpose Oil; Singer Sewing Company, Barcelona, España).
5. **Ajuste de los parámetros en el motor de endodoncia** según las recomendaciones del fabricante.
6. **Cierre del sistema de fijación de la lima.** Evita el desplazamiento de la lima y permite su visualización a través de una pantalla protectora de acetato durante todo el procedimiento.
7. **Accionamiento del motor y registro del tiempo** (en segundos). Las limas rotan hasta que se produce la fractura, momento en el cual se para el cronómetro (1/100) manualmente y se anota el tiempo que tarda el instrumento en romperse.
8. **Registro de la temperatura.** Antes de accionar el motor y justo en el momento que se fractura la lima, la temperatura ambiente es registrada con un termómetro infrarrojo digital IR de láser de PDA, HUATEC HIR1150. La

temperatura durante el procedimiento varió ligeramente  $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ , con una temperatura media de  $27^{\circ}\text{C}$ .

9. **Análisis estadístico de los datos.** Los datos obtenidos son comparados mediante análisis de Weibull.

- **Análisis de los datos**

Los datos fueron analizados mediante el análisis estadístico de Weibull (Weibull ++ 7; ReliaSoft Corporation, Tucson AR, USA). Este es un test específico para el estudio de la supervivencia de materiales frágiles. Se apoya en una serie de principios que son la base para elegir este método estadístico en este tipo de estudios, frente a los test de estadística convencional ampliamente utilizados en estudios de FC:

- Los materiales se fracturan a partir de defectos (poros, microcracks, inclusiones, dislocaciones, etc.) que presentan previamente o por defectos que se generan durante el test de FC. La distribución de estos defectos en los materiales no es al azar, por lo que los patrones de fractura no siguen una distribución normal.
- La fatiga de los materiales es acumulativa y no deben considerarse iguales el punto de inicio y de fin. Debe tenerse en cuenta que cada unidad de tiempo que el material resiste, tiene un valor añadido respecto a la unidad de tiempo anterior, pues según transcurre el tiempo durante la prueba de fatiga, el material lo va resistiendo cada vez en condiciones de mayor fatiga. Esto es importante desde el punto de vista estadístico.

Por todo ello, los datos en este análisis no son estudiados según una distribución normal, sino la denominada *distribución de Weibull*, que permite expresar la probabilidad de fallo en función del tiempo. Además, con los datos obtenidos se

pueden crear gráficos sencillos para visualizar los resultados, siendo la desconfiabilidad o probabilidad de fallo expresada en el eje de ordenadas ( $y$ ) y el tiempo de observación en el de abscisas ( $x$ ) (26).

Para analizar los datos obtenidos en este estudio se utilizan los siguientes parámetros del análisis de Weibull:

- **Vida media (s).** El tiempo esperado o promedio de fracaso. Es decir, el tiempo medio que la lima está rotando hasta que se fractura.
- **Beta, pendiente o factor de forma (adimensional):** Indica la dispersión de los resultados, su variabilidad. Pendientes diferentes implican distintas formas de fracaso y están relacionados con la calidad del diseño y de la fabricación del material. Caracteriza la fragilidad de este.
- **Eta (s) o parámetro de escala:** tiempo en el que el 63.2% de los instrumentos ya se han fracturado.

#### 7.1.2 Metodología específica de cada estudio:

- **Tamaño muestral y protocolo de trabajo**

Este trabajo de investigación consta de dos estudios experimentales *in vitro*. El primero consiste en comparar limas del mismo diseño, fabricadas con diferentes aleaciones de NiTi, para aislar el efecto de estas en la resistencia a la FC. El segundo estudio trata de comparar limas *Hyflex CM* nuevas y esterilizadas, a 5 y 11 mm de la punta, para aislar el efecto de la esterilización en autoclave en la resistencia a la FC.

## ESTUDIO 1:

Un total de 80 instrumentos rotatorios prototipo de *TRUShape Orifice Modifiers* son divididos en 4 grupos de 20 limas cada uno (n=20), según la aleación con la que hayan sido fabricados (SE-Wire, M-Wire, Blue y Gold).

Todas las limas son fabricadas mediante un proceso de fresado o *grinding*, presentan un diámetro de 20 en la punta y una conicidad continua de .08 y tienen una sección transversal de triángulo convexo similar a las limas *ProTaper Universal*. Todas son fatigadas a 5 mm de la punta.

La **secuencia de trabajo** utilizada es la descrita anteriormente con las siguientes particularidades:

- **Elección del conducto y ajuste de la lima en el punto de fatiga.** Como el punto de máxima flexión, donde se aplica la FC, se encuentra a 5 mm de la entrada del conducto y queremos testar las limas a 5 mm de su punta, éstas deben entrar en el conducto 10 mm. Para determinar el diámetro adecuado del conducto donde fatigarlas, hay que sumar 0.1 mm al diámetro de la lima en la zona de máxima flexión, el cual es de 1 mm, por lo que el conducto donde deberían fatigarse las limas es el de 1.1 mm de diámetro.
- **Ajuste de los parámetros en el motor de endodoncia según las recomendaciones del fabricante.** Las limas son rotadas a una velocidad de 300 rpm (como especifica el fabricante) y sin torque en un motor X-smart Dentsply.

En este primer estudio además, como se explica a continuación:

- Se emplearon 2 limas más de cada aleación para el **estudio analítico** de las temperaturas de transformación mediante **Calorimetría Diferencial (DSC)**.
- Una muestra de cada instrumento de diferente aleación fue examinado para evaluar las características de la superficie en la zona de fractura mediante **Microscopía Electrónica de barrido** a 100x de aumentos.
  - **Escáner de Calorimetría Diferencial (DSC)**.

También denominada DSC por sus siglas en inglés, es una técnica analítica principalmente utilizada para identificar las temperaturas de transformación de las aleaciones de NiTi (16). Permite conocer qué fase cristalográfica estará presente a una temperatura dada (16, 30).

Dos instrumentos de cada aleación fueron sometidos a un análisis de DSC. El método que utilizamos es el descrito por Vasconcelos y cols. en un artículo reciente (34). Consiste en:

- Obtener las muestras. Para ello, se cortan de forma manual los instrumentos en múltiples secciones diagonales de 1-4 mm desde la punta.
- Conseguir una muestra de aproximadamente 10-20 mg de peso en total. Esto se consigue pesando las muestras antes de ser colocadas en una bandeja de aluminio *Tzero* que también es previamente pesada (TA Instruments, New Castle, DE) sin ser cerrada herméticamente.
- Colocar las muestras de forma adecuada para su análisis. Cada muestra se coloca en un instrumento Q2000 DSC (Instrumentos TA) junto con una bandeja de referencia de aluminio *Tzero* vacía.

- Depurar la muestra. El gas de purga utilizado es nitrógeno líquido a razón de 50 ml/min.
- Someter las muestras a ciclos térmicos. Primero se calientan a 60°C y luego se exponen a ciclos de calentamiento-enfriamiento (Fig. 7):
  - 1º: Ciclo de enfriamiento hasta -60°C a una velocidad de -10°C/min.
  - 2º: Ciclo de calentamiento a 10°C/min hasta los 60°C.
  - Estos ciclos se realizan 3 veces por muestra.

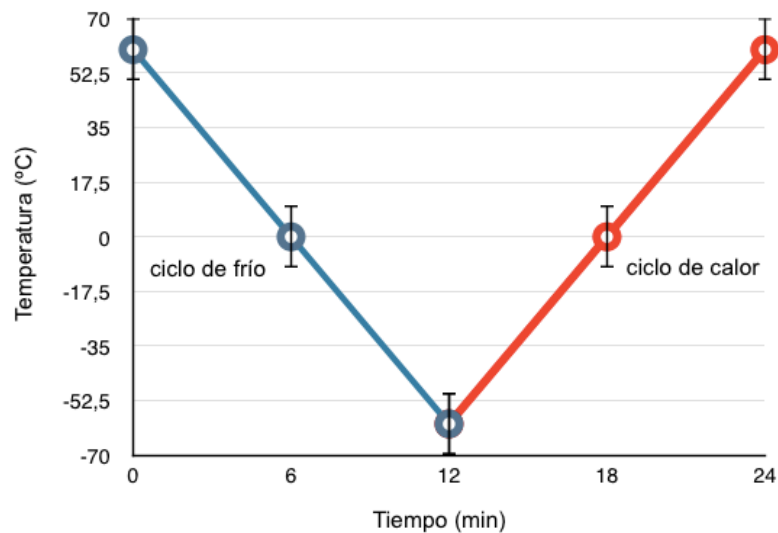


Fig. 7. Ciclos de calentamiento-enfriamiento a los que son sometidas las muestras para DSC.

Todos los datos de las muestras se analizaron utilizando el software de análisis universal de TA Instruments.

- **Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).**

Se seleccionó una muestra fracturada de cada aleación para, una vez revestida al vacío con una capa delgada de carbón conductor, examinarla bajo un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM; JSM-6700F, JEOL, Tokyo, Japón).

Se evaluaron las características de superficie en la zona de fractura de los instrumentos seccionados, a una magnificación de 100x aumentos.

Se tomaron fotografías para visualizar la morfología de las superficies fracturadas a través de un software de análisis de imagen *Image-Pro Plus* (Versión 4.5.1, Media Cybernetics, Inc., Silver Spring, MD, USA).

## **ESTUDIO 2:**

Se realiza un estudio experimental in vitro en el que un total de 180 limas *Hyflex CM* son divididas en 6 grupos de 30 cada uno (n=30).

Todas las limas son fabricadas mediante tecnología CM, presentan un diámetro de 30 en la punta y una conicidad continua de .06 y son fatigadas a 5 y 11 mm de la punta. Se distribuyen de la siguiente forma (ver también Tabla 1):

Grupo A5: 30 limas *Hyflex CM* nuevas, fatigadas a 5 mm de la punta.

Grupo A11: 30 limas *Hyflex CM* nuevas, fatigadas a 11 mm de la punta.

Grupo B5: 30 limas *Hyflex CM* se esterilizan una vez en autoclave y después son fatigadas a 5 mm de la punta.

Grupo B11: 30 limas *Hyflex CM* se esterilizan una vez en autoclave y después son fatigadas a 11 mm de la punta.

Grupo C5: 30 limas *Hyflex CM* se esterilizan dos veces en autoclave y después se fatigan a 5 mm de la punta.

Grupo C11: 30 limas *Hyflex CM* se esterilizan dos veces en autoclave y después se fatigan a 11 mm de la punta.

Tabla 1. Distribución de grupos, limas *Hyflex CM*.

Grupo	Lima	N	Números de ciclos de autoclave	Distancia de la punta (mm)
A5	<i>Hyflex CM</i> #30.06	30	0	5
A11				11
B5			1	5
B11				11
C5			2	5
C11				11

Las limas de los grupos B y C se embolsan y esterilizan en el autoclave Europa B xp (Tecno Gaz S.p.A., Parma, Italy), siguiendo las instrucciones de esterilización del fabricante. Se selecciona un programa de esterilización a 134°C, con un tiempo de exposición de 5 minutos y un tiempo de secado de 12. El tiempo de calentamiento y fraccionamiento de vacío puede variar entre 25 y 30 minutos. La calidad de la esterilización es monitorizada por métodos físicos, químicos y biológicos.

La **secuencia de trabajo** fue la misma que la utilizada para fatigar las limas *TRUShape Orifice Modifiers* a temperatura ambiente salvo en los siguientes puntos:

- **Elección del conducto y ajuste de la lima en el punto de fatiga:** Las limas *Hyflex CM* son fatigadas a 5 y 11 de la punta, por lo que deben entrar en el conducto una longitud de 10 y 16 mm respectivamente. Para seleccionar el conducto donde se van a fatigar hay que sumar 0.1 mm al diámetro de la lima en la zona de máxima flexión (así podrá rotar sin trabarse ni deformar las paredes), el cual es de 0.9 mm a D5 y de 1.26 mm a D11. Por tanto, el conducto donde las limas son fatigadas a D5 es el de 1 mm de diámetro y cuando son rotadas a D11 se insertan en el conducto de 1.3 mm de diámetro.

- **Ajuste de los parámetros en el motor de endodoncia:** estas limas son rotadas a una velocidad de 500 rpm, como recomienda el fabricante, en un motor de endodoncia X-smart Dentsply. Al igual que las limas *TRUShape*, se fatigan sin torque.



## **8. RESULTADOS**

---



## 8.1 RESISTENCIA A LA FC.

### ESTUDIO 1.

El análisis estadístico se realizó sobre 70 instrumentos rotatorios de NiTi en lugar de los 80 iniciales, pues hubo 10 casos perdidos (ver tabla 2). Estos instrumentos se movieron de su posición inicial durante el test y se fracturaron a un nivel más apical de la zona de fatiga, por lo que fueron descartados.

Grupo	Distancia	Válidos		Total general
		No (perdidos)	Sí	
SE-Wire	5	1	19	20
M-Wire		3	17	20
Blue		3	17	20
Gold		3	17	20
<b>Total general</b>		<b>10</b>	<b>70</b>	<b>80</b>

Tabla 2. Casos iniciales y finales de limas *TRUShape Orifice Modifiers*.

#### 8.1.1 Análisis de Weibull.

La distribución de desconfiabilidad (probabilidad de fallo) versus tiempo (s) por grupo se muestra en la Fig. 8. La tabla 3 muestra los resultados para los parámetros de vida media, Beta y Eta así como sus intervalos de confianza al 95%.

Tabla 3. Parámetros de Weibull y sus Intervalos de Confianza.

Grupo	Vida media (s) (IC 95%)	Beta (IC 95%)	Eta (s) (IC 95%)
GOLD	6.5 (5.9-7.1)	6.4 (4.5-9.2)	7 (6.4-7.5)
BLUE	4.3 (3.9-4.7)	6.8 (4.9-9.5)	4.6 (4.2-4.9)
M-Wire	4.3 (3.7-4.9)	5.6 (4-7.8)	4.6 (4.1-5.2)
SE-Wire	3.5 (2.4-4.7)	4.3 (1.6-5)	3.8 (2.9-5.4)

IC: Intervalo de Confianza (95% de probabilidad).

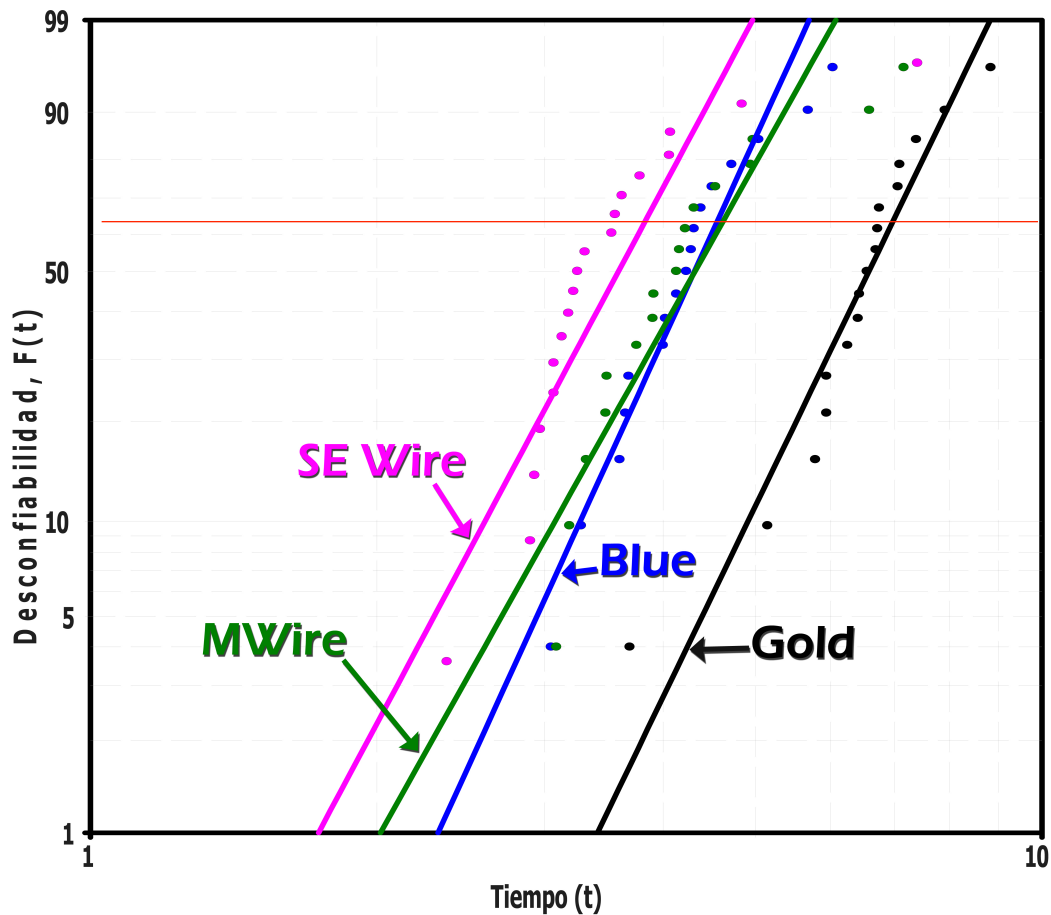


Fig. 8. Distribución de la desconfiabilidad de Weibull por grupos. Eje X: tiempo, Eje Y: Desconfiabilidad.

Cuando se compara la vida media entre limas de diferentes aleaciones, las limas Gold duran significativamente más que las limas M-Wire, Blue y SE-Wire con una probabilidad del 93%, 94% y 97% respectivamente. Asimismo, no existen diferencias estadísticamente significativas entre la vida media de limas Blue y M-Wire pero ambas son estadísticamente más resistentes a FC que SE-Wire, con una probabilidad del 74% para limas Blue y un 73% para limas M-Wire. Los instrumentos confeccionados de aleación SE-Wire son significativamente los menos resistentes a FC.

Los resultados respecto a Beta ( $\beta$ ) muestran que todos los grupos de este estudio tienen valores superiores a 4.3 revelando un comportamiento predecible de todas las limas. Sin embargo, las limas Blue presentan el valor  $\beta$  más alto (6.8 (4.9

9.5)), lo que las hace las más predecibles al fallo.

Esto también se traduce en la pendiente más pronunciada de la línea de las limas Blue en la Fig. 8. Cuanto mayor es la pendiente para un material, menor es la variación en el tiempo a fracasar y más predecibles son los resultados. Una teórica línea vertical en el gráfico de Weibull implicaría un diseño, un control de calidad y una producción perfectos, mientras que una línea teórica horizontal indicaría extrema variabilidad y que las limas podrían romperse con la misma probabilidad en cualquier momento (115).

En términos de Eta ( $\eta$ ), las limas Gold se fracturan más tarde que los otros grupos de limas (el 63.2% de las limas Gold se fracturaron más tarde que las otras limas de aleación Blue, M-Wire y SE-Wire). En la distribución de Weibull se representa como una línea roja horizontal. A un porcentaje de limas dado (63,2%) puede verse lo que tardan las limas en romperse, siendo las limas Gold las últimas que lo hacen.

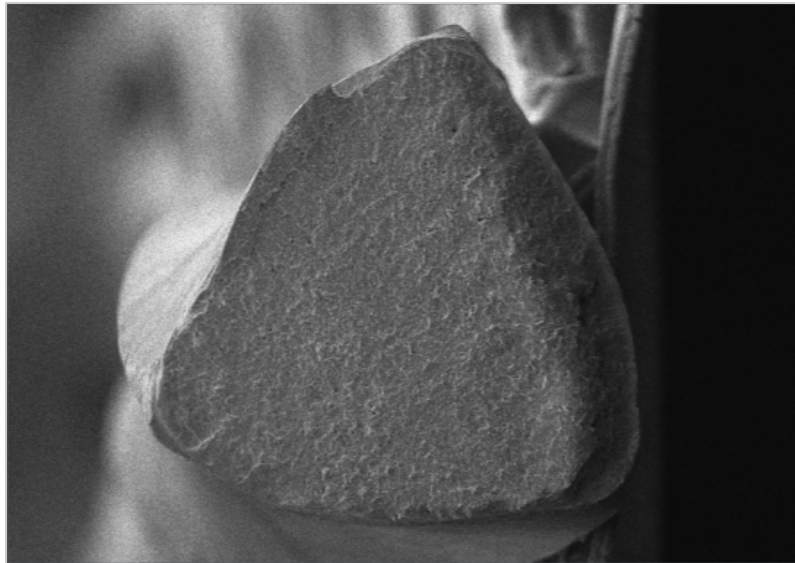
#### 8.1.2 Imágenes de Microscopía Electrónica de barrido.

Las imágenes de microscopía electrónica de barrido mostraron que existía algún inicio de crack en la superficie de fractura de todas las muestras (Figs. 9a, b, c y d). En concreto, la muestra de limas confeccionadas con aleación SE-Wire mostró una superficie muy rugosa con marcas de fresado (Fig. 9a) mientras que la muestra de limas confeccionadas con aleación M-Wire presentó una superficie de rugosidad moderada con inclusiones más marcadas (Fig. 9b).

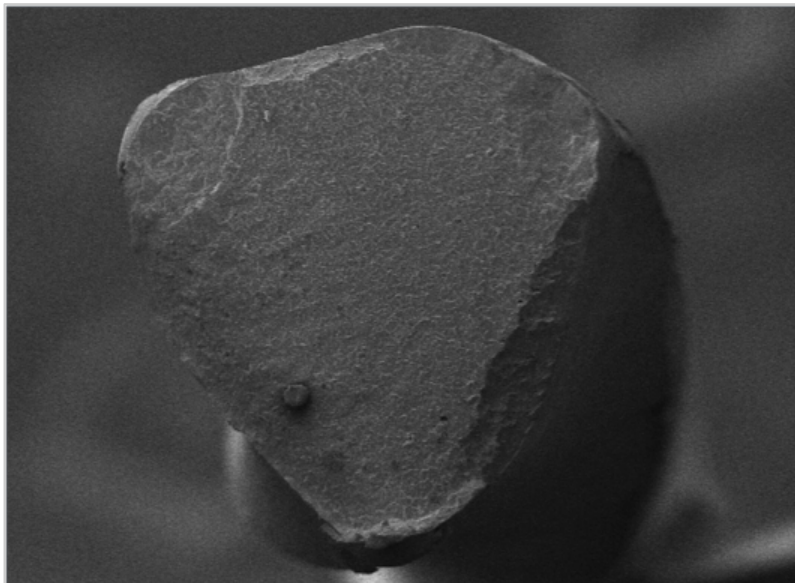
Las muestras de limas confeccionadas con aleación Blue y Gold mostraron una superficie con menor rugosidad respecto a las anteriores aleaciones (Figs. 9c y d). La superficie de aleación Blue se muestra prácticamente pulida, sin embargo, la muestra de limas Gold reveló un gran hoyuelo en superficie representando el área afectada por el crack, el cual pudo desencadenar el fracaso.

Las superficies de fractura de las muestras de limas fatigadas se caracterizaron por presentar en su borde una pequeña área lisa, asociada a la nucleación y propagación lenta de la grieta hacia un gran área central, típico de fractura dúctil. Se observaron estrías de fatiga y cracks secundarios en zonas lisas de la superficie de fractura confirmando que los instrumentos fracasaron debido a FC (62).

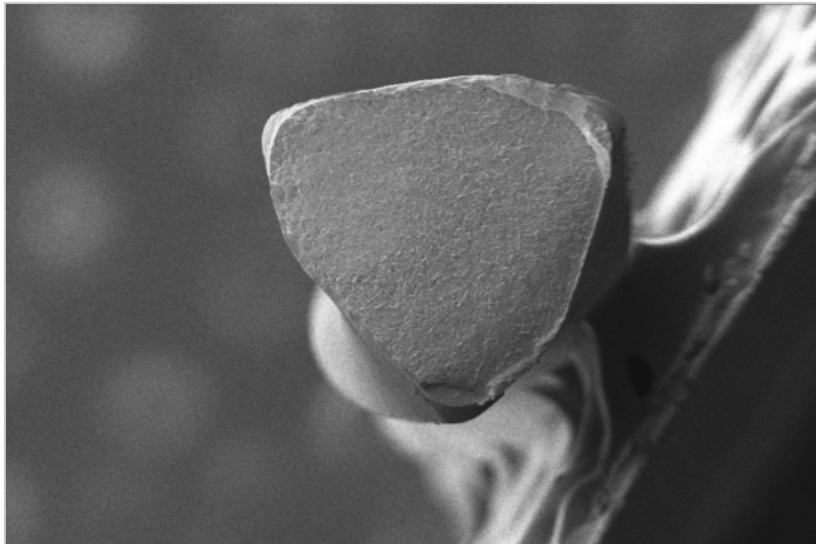
Fig. 9. Imágenes de Microscopía Electrónica (SEM). a, SE-Wire; b, M-Wire; c, Blue; d, Gold.



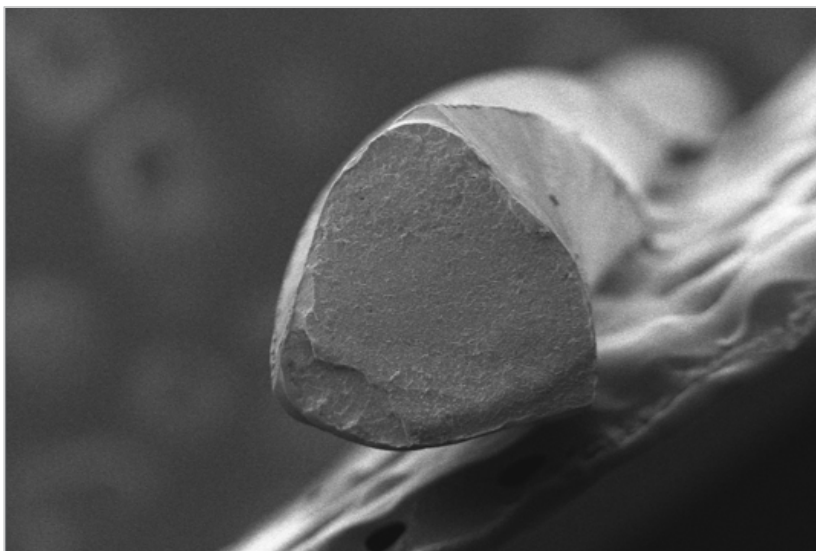
9a. Muestra de limas de aleación SE-Wire.



9b. Muestra de limas de aleación M-Wire.



9c. Muestra de limas de aleación Blue.



9d. Muestra de limas de aleación Gold.

### 8.1.3 Calorimetría Diferencial (Differential Scanning Calorimetry, DSC).

Las temperaturas de transformación determinadas por DSC se muestran en la Tabla 4. Las temperaturas  $M_s$  y  $M_f$  se corresponden a las temperaturas de inicio y final de la formación martensítica durante el enfriamiento, mientras que  $A_s$  y  $A_f$  representan las temperaturas correspondientes a la transformación inversa, durante el calentamiento.

Todos los instrumentos analizados tenían transformaciones térmicas homogéneas según las coordenadas axiales de la muestra y se observó que eran térmicamente estables a lo largo de varios ciclos. Sin embargo, mostraron una amplia gama de comportamientos con diferentes temperaturas de transformación. Todas las muestras presentaron la clásica transformación de austenita a martensita, presumiblemente de estructura cúbica a monoclinica y viceversa (Ver figura 10).

Tabla 4. Temperaturas de transformación (expresada en grados Celsius, °C) y energía asociada (expresada en Julios,  $J g^{-1}$ ) para instrumentos rotatorios de NiTi (Media y Desviación Estándar para dos muestras de cada aleación).

Aleación	Enfriamiento			Calentamiento		
	M <sub>s</sub> (DS)	M <sub>f</sub> (DS)	Q (DS)	A <sub>s</sub> (DS)	A <sub>f</sub> (DS)	Q (DS)
SE-Wire	15.9 (0.04)	-5.3 (0.6)	4.3 (0.08)	0.4 (0.1)	19.2 (0.2)	4.4 (0.18)
M-Wire	53.3 (1.2)	14.9 (0.7)	5.4 (0.6)	14.5 (3.1)	55.3 (0.9)	4.6 (0.3)
Blue	28.9 (0.4)	24.4 (0.06)	5.5 (0.1)	27.8 (0.1)	32.3 (0.7)	6.0 (0.4)
Gold	44.9 (0.09)	29.2 (0.4)	6.3 (0.19)	31.0 (0.02)	46.5 (0.3)	6.6 (0.1)

Fig. 10. Las Curvas DSC indican transferencia de energía como flujo de calor durante el enfriamiento y calentamiento de las muestras de NiTi. A) SE-Wire, B) M-Wire, C) Blue, D) Gold.

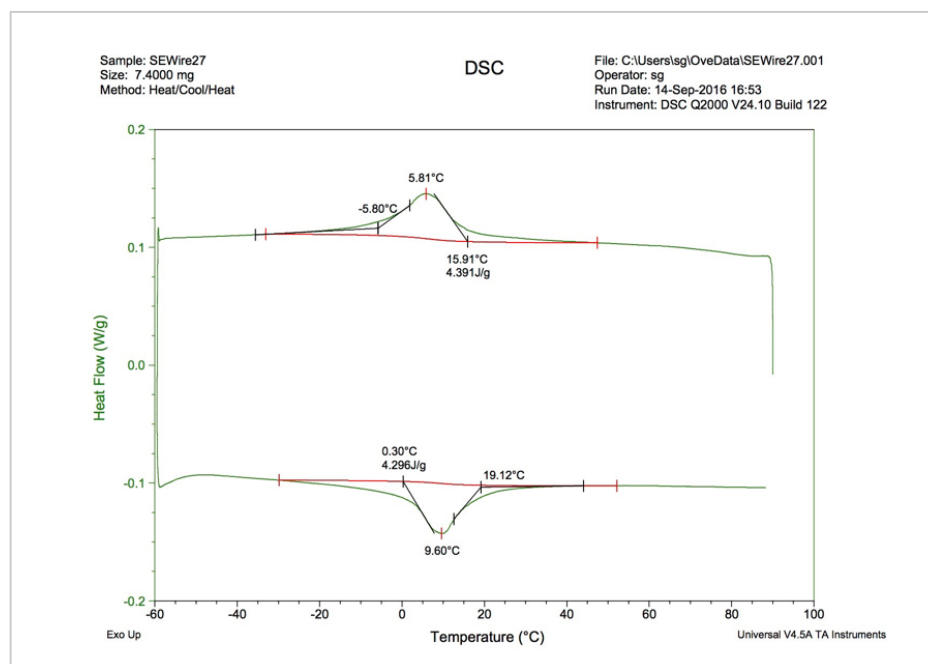


Fig. 10A. Limas confeccionadas con aleación SE-Wire.

Las limas SE-Wire mostraron una transformación de fase de austenita a martensita próxima a 5°C durante los ciclos de enfriamiento mientras que su Af fue inferior a 20°C durante el calentamiento (Fig. 10A). Esto sugiere que las limas confeccionadas con esta aleación se encuentran en fase austenítica a temperatura ambiente y corporal, pues ambas están por encima de los 20°C, lo que indicaría que el material muestra sus características de Superelasticidad durante el uso clínico.

Por su parte, los instrumentos confeccionados con aleación M-Wire (Fig. 10B) mostraron una transformación de austenita a martensita próxima a los 36°C, mientras que la transformación inversa ocurría por encima de los 39°C. Esto revela que a temperatura ambiente esta aleación mostrará una estructura mixta aunque principalmente martensítica, pues su Mf está próxima a los 15°C, mientras que, a temperatura corporal será completamente martensítica (Af ≈ 56°C), por lo que durante el uso clínico el material mostrará sus características de Memoria de forma.

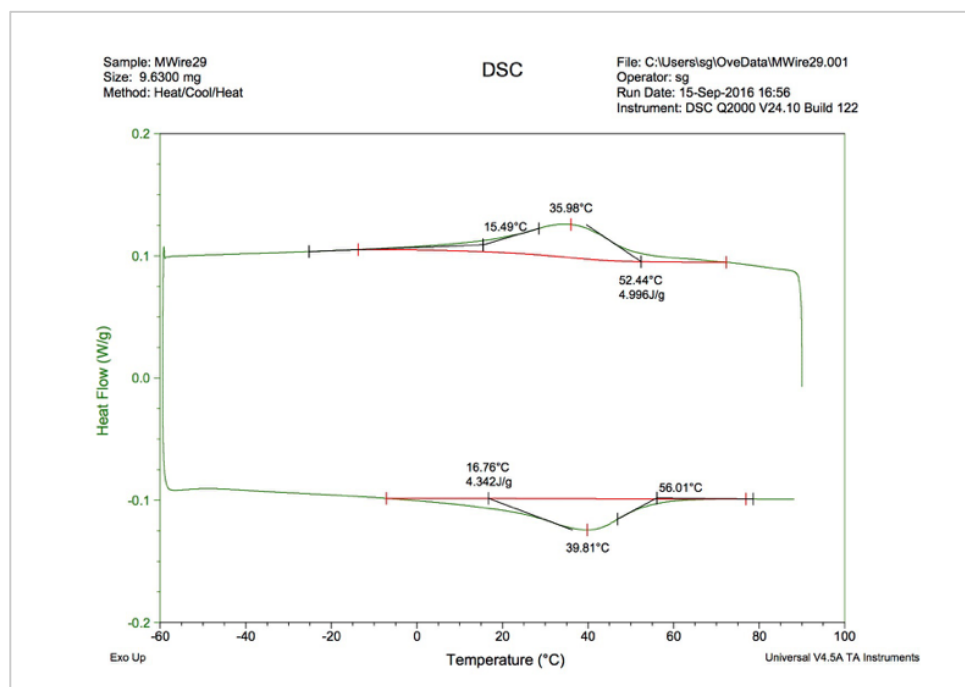


Fig. 10B. Limas confeccionadas con aleación M-Wire.

En cuanto a los instrumentos de aleación Blue (Fig. 10C), las curvas de calorimetría mostraron una transformación de fase austenita a martensita próxima a los 26°C, por lo que a temperatura ambiente esta aleación estará en estructura martensítica mientras que la Af estaba cerca de los 32°C. Esto revela que, a temperatura corporal, la aleación estará en estructura austenítica presentando un comportamiento Superelástico durante el uso clínico de estas limas.

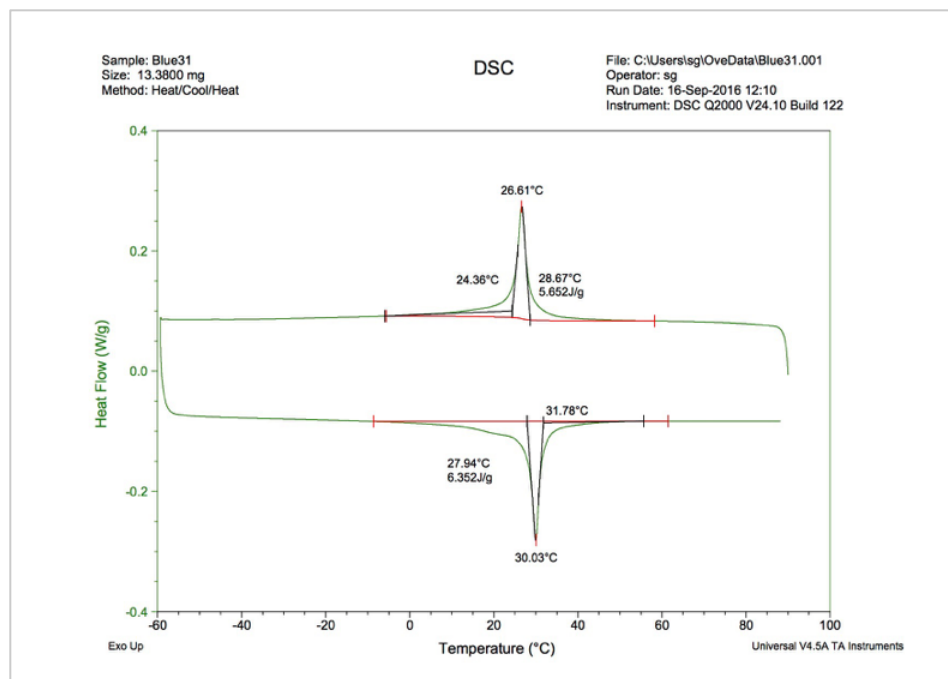


Fig. 10C. Limas confeccionadas con aleación Blue.

Por último, los ciclos de enfriamiento de limas confeccionadas con aleación Gold (Fig. 10D) revelaron una temperatura de transformación de austenita a martensita próxima a los 38°C, mientras que durante el calentamiento, su Af fue superior a los 46°C. Esto indica que, tanto a temperatura ambiente como corporal, estas limas mostrarán una estructura en fase martensítica, por lo que durante el uso clínico presentarán características de Memoria de forma.

Un dato a reseñar si observamos detenidamente las curvas de calorimetría de limas confeccionadas con aleación M-Wire y Gold es que, a pesar de que la

transformación de martensita a austenita se inicia antes en limas M-Wire, la  $A_f$  de éstas es superior a la de limas confeccionadas con Gold en aproximadamente unos 10°C. Esto indica que la transformación completa a austenita es más tardía en limas M-Wire que en limas Gold y que por tanto podrían mostrar durante más tiempo un comportamiento mixto a altas temperaturas.

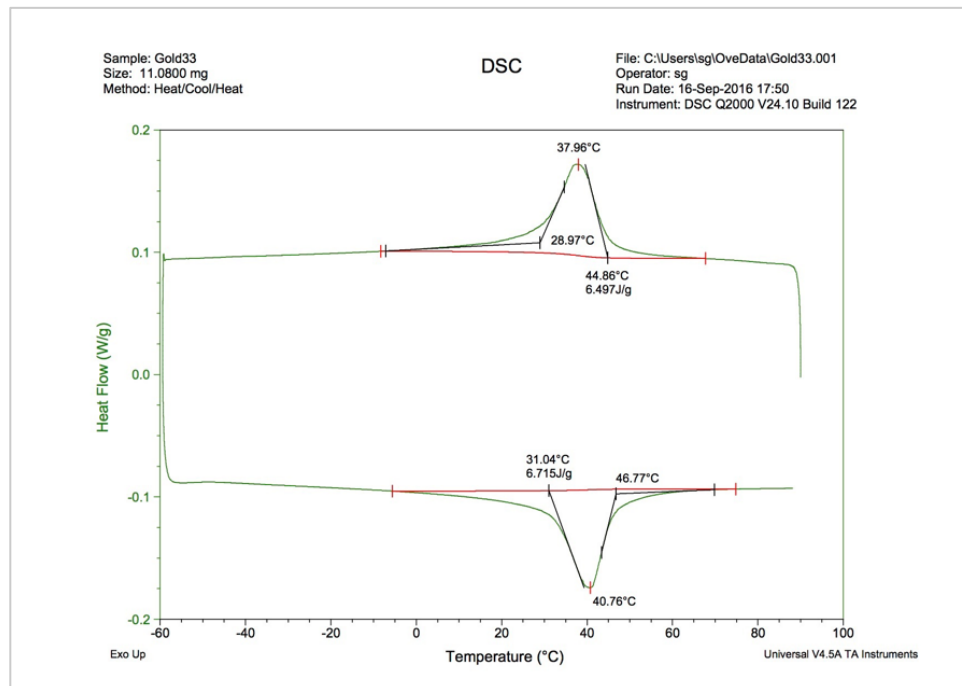


Fig. 10D. Limas confeccionadas con aleación Gold.

El valor de la temperatura  $A_f$  del material en relación con las temperaturas de ensayo o de uso clínico es importante para definir las fases presentes en esa condición (18). En este sentido, los resultados de resistencia a FC son totalmente extrapolables a las Curvas de Calorimetría.

Según el análisis de Weibull, las limas SE-Wire son las menos resistentes a FC. La DSC revela que tanto a temperatura ambiente como corporal, la aleación SE-Wire está en fase austenítica, pues su  $A_f$  es inferior a 20°C. Esto indica que durante el uso clínico, la aleación SE-Wire proporciona al instrumento características de Superelasticidad haciendo que sea un material sólido y rígido y por tanto, que pueda

fracturarse antes.

Respecto a las limas Gold, el análisis de Weibull reveló que son las más resistentes a FC. La DSC muestra una aleación en fase martensítica a temperatura ambiente y corporal, pues su  $A_f$  es superior a los  $46^\circ\text{C}$ . Esto indica que durante el uso clínico, estas limas muestran características de Memoria de forma, esto es, un material suave, dúctil y que puede curvarse fácilmente, lo que les permite rotar durante más tiempo sin fracturarse.

Los datos de las limas M-Wire y Blue en el análisis de Weibull revelan que no existen diferencias estadísticamente significativas en la resistencia a FC entre ellas pero que ambas son más resistentes que las limas de aleación SE-Wire. La DSC muestra que a temperatura corporal la aleación M-Wire está en fase martensítica ( $A_f \approx 56^\circ\text{C}$ ) y la aleación Blue en austenita ( $A_f \approx 32^\circ\text{C}$ ); Sin embargo, a temperatura ambiente, que es a la que se fatigan las limas en este estudio, ambas aleaciones están en fase martensítica habiéndose completado la transformación en las limas de aleación Blue a dicha temperatura, pues su  $M_f$  es próxima a  $24^\circ\text{C}$ . Esto refuerza el resultado de que ambas aleaciones son estadísticamente más resistentes a FC que las limas de aleación SE-Wire que, como se ha mencionado, está en fase austenítica a temperatura ambiente, pero que no lo son más que las limas de aleación Gold, la cual completa su transformación a martensita antes que Blue y M-Wire, haciendo que muestre sus características de memoria de forma durante más tiempo y por tanto, tarden más en fracturarse.

En todos los gráficos, la curva de enfriamiento se encuentra por encima de la curva de calentamiento y la transformación de fase en la primera es de derecha a izquierda y en la segunda, de izquierda a derecha.

**ESTUDIO 2.**

El análisis estadístico se realizó sobre 166 limas rotatorias *Hyflex CM* en lugar de las 180 iniciales, pues hubo 14 casos perdidos (ver tabla 5). Estos instrumentos se descartaron porque al empezar a rotar, el eje Z se movió en sentido horizontal, lo que provocó que el instrumento se moviera dentro del conducto, haciendo que entrara en contacto con una de las paredes del mismo y por tanto, que hubiera fricción.

Distancia	Grupo	Ciclos	Validos		Total general
			No (perdidos)	Si	
5	A5	0	4	26	30
	B5	1	1	29	30
	C5	2	1	29	30
11	A11	0	2	28	30
	B11	1	2	28	30
	C11	2	4	26	30
<b>Total general</b>			<b>14</b>	<b>166</b>	<b>180</b>

Tabla 5. Casos válidos y perdidos de limas *Hyflex CM*.

#### 8.1.4 Análisis de Weibull.

La distribución de desconfiabilidad versus tiempo (s) por grupo se muestra en la Fig. 11. La tabla 6 muestra los resultados para los parámetros de vida media, Beta y Eta así como sus intervalos de confianza al 95%.

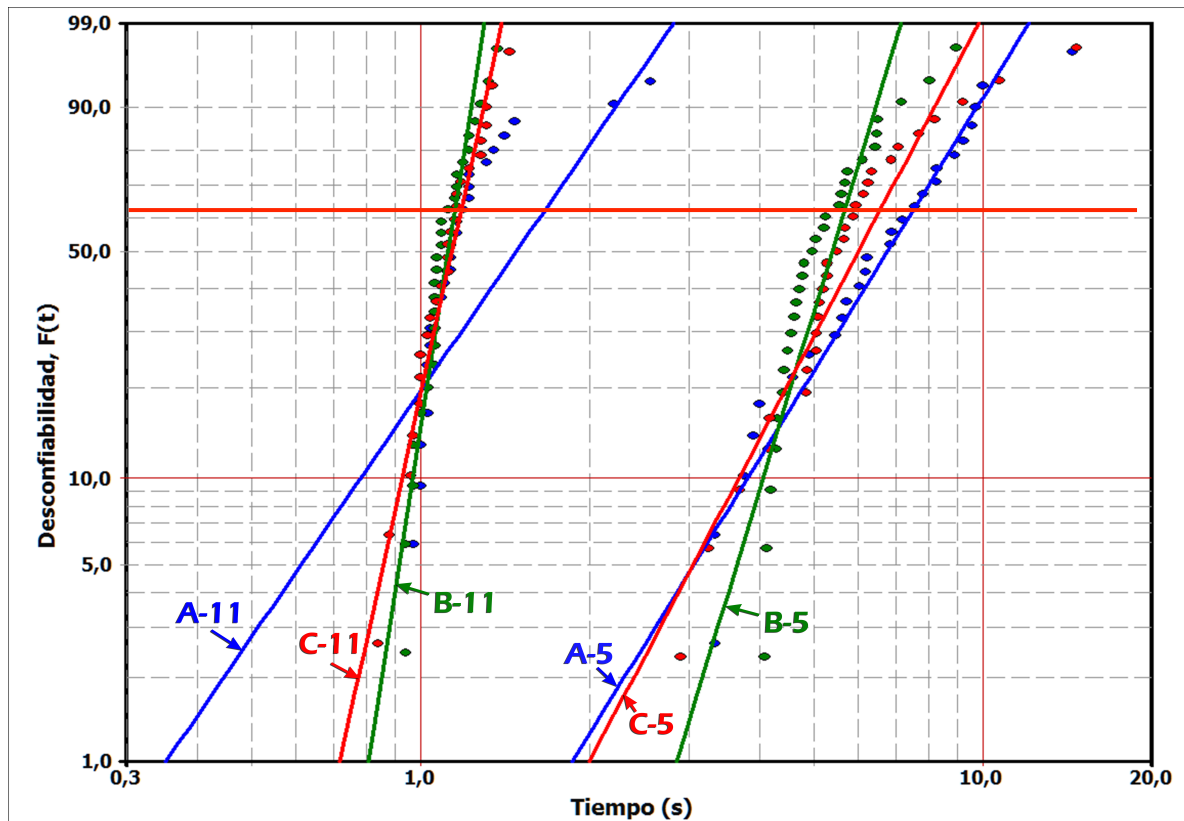


Fig. 11. Distribución de la desconfiabilidad de Weibull por grupos. Eje X: tiempo, Eje Y: Desconfiabilidad.

Tabla 6. Parámetros de Weibull y sus Intervalos de Confianza.

Grupos	Vida media (IC 95%)	Beta (IC 95%)	Eta (IC 95%)
A5	6.7 (5.8-7.8)	3.2 (2.5-4.2)	7.5 (6.6-8.6)
A11	1.4 (1.4-1.5)	2.95 (2.94-2.95)	1.67 (1.66-1.68)
B5	5.3 (4.7-5.9)	6.6 (5.0-8.7)	5.6 (5.1-6.2)
B11	1.1 (1.06-1.1)	12.9 (9.9-16.8)	1.15 (1.1-1.2)
C5	5.9 (5.1-6.9)	3.8 (3.1-4.7)	6.6 (5.8-7.4)
C11	1.1 (1.06-1.1)	9.2 (6.9-12.2)	1.18 (1.13-1.2)

IC: Intervalo de Confianza (95% de probabilidad).

Cuando se compara la vida media entre los diferentes grupos, la probabilidad de que las limas *Hyflex CM* nuevas duren más que las mismas limas con un ciclo de autoclave es del 72% a 5 mm de la punta y del 75% a 11 mm. Ambas diferencias son estadísticamente significativas. La probabilidad de que las limas nuevas duren más que las sometidas a 2 ciclos es del 61% a 5 mm y del 73% a 11 mm. Ambas

diferencias son estadísticamente significativas también. Las vidas medias de las limas fatigadas tras 1 y 2 ciclos de autoclave no mostraron diferencias estadísticamente significativas a 11 mm pero sí cuando se fatigaron a 5 mm de la punta. En este caso, la probabilidad de que las limas sometidas a 2 ciclos duren más que las de 1 es del 63%, diferencia también estadísticamente significativa.

Si comparamos la vida media a diferentes distancias de la punta dentro de un mismo grupo, la probabilidad de que las limas nuevas no esterilizadas duren más a 5 que a 11 mm es del 99% (estadísticamente significativo). Asimismo, la probabilidad de que las limas sometidas a 1 y 2 ciclos duren más a 5 que a 11 mm de la punta es del 100% (estadísticamente significativo).

Los resultados respecto a Beta ( $\beta$ ) muestran que todos los grupos de este estudio tienen valores superiores a 2.9, a ambas distancias de la punta, lo que indica un comportamiento predecible de todas las limas. Sin embargo, el grupo de limas con un ciclo de autoclave, medidas a 11 mm de la punta (grupo B11), presenta el valor  $\beta$  más alto (12.9 (9.9-16.8)), lo que las hace las más predecibles al fallo, es decir, en estas limas se puede predecir mejor el tiempo que tardarán en romperse. Además, como puede verse en la Fig. 11, las limas del grupo B11 son, junto a las limas del grupo C11, las que presentan una pendiente más pronunciada, casi completamente vertical. Esto implicaría un diseño, un control de calidad y una producción remarcables proporcionando una información muy fiable sobre el tiempo que va a tardar en darse la fractura.

Respecto a Eta ( $\eta$ ), las limas *Hyflex CM* nuevas medidas a 5 mm de la punta (grupo A5) se fracturan más tarde que los otros grupos de limas (el 63.2% de las limas del grupo A5 se fracturaron más tarde que las limas de los grupos A11, B5, B11, C5 y C11). Al igual que en la anterior gráfica de Weibull,  $\eta$  se representa como una línea

roja horizontal. A un porcentaje de limas dado (63,2%) puede verse lo que tardan las limas en romperse, siendo las limas del grupo A5 las últimas que lo hacen.

## ***9. DISCUSIÓN***

---



Para una mejor lectura y comprensión, dividiremos la sección de discusión en los siguientes apartados: discusión del método y discusión de los resultados.

## **9.1 DISCUSION DEL MÉTODO DE TRABAJO**

En este trabajo de investigación, los aspectos diferenciales a considerar respecto a trabajos publicados anteriormente son principalmente dos: el dispositivo de FC utilizado y el análisis estadístico de los datos obtenidos.

### **9.1.1 Dispositivo de FC**

En 2002, el Instituto Nacional Americano de Estandarización junto con la Asociación Dental Americana (American National Standard Institute/American Dental Association ANSI/ADA) estandarizaron un protocolo para testar la resistencia a la torsión y la flexibilidad de limas manuales de acero inoxidable, descrito en su especificación número 28 (116). El mismo test se contempla en la norma ISO 3630/1 (117) diseñada para instrumentos que tienen una conicidad ISO del 2%.

Sin embargo, actualmente no hay una especificación o un estándar internacional para testar la resistencia a la FC de los instrumentos rotatorios de NiTi ni de aquellos con conicidades superiores al 2%. Se necesita, por tanto, una nueva regulación para evaluar las propiedades de los instrumentos de NiTi con el objetivo de conseguir instrumentos más eficientes y seguros en el uso clínico así como introducir dispositivos de fatiga aceptados universalmente que permitan homogeneizar los diseños experimentales de los estudios para poder comparar los resultados obtenidos (44, 118).

Hasta que exista tal normativa, se han diseñado numerosos dispositivos para evaluar la resistencia a FC de los instrumentos rotatorios. A grandes rasgos, la mayor

parte de los dispositivos consta de un alojamiento en forma de conducto, ranura o tubo (43, 60, 119-121) donde introducir el instrumento, que puede estar fijado mediante apoyos puntuales (80, 122). Así, el instrumento se hace rotar a una determinada velocidad en una curvatura con un ángulo y un radio de curvatura predeterminados (desde los 25° hasta los 90° con radios de 3 a 5 mm) hasta el momento de fractura (43, 44). Estos sistemas pueden ser estáticos, en los cuales la lima no varía su posición durante la rotación, por lo que la zona de fatiga es la misma durante todo el test o dinámicos, en los cuales la lima sí variará su posición durante el ensayo. En estos últimos, el punto de fatiga varía durante la rotación de la lima repartiéndose por una zona más amplia de la misma (122).

A pesar de las múltiples y diferentes metodologías utilizadas hoy en día, ninguna reproduce exactamente la situación clínica, en la cual la fractura del instrumento ocurre por varios factores que actúan simultáneamente, incluyendo frecuentemente la FC y la torsión (44). Intentar reproducir esto en estudios *in vitro* daría lugar a diversos factores de confusión que no podrían controlarse, por lo que la mayoría de estudios que simulan la fractura de instrumentos rotatorios de NiTi, representan los test de FC o de torsión de forma independiente (123) para minimizar esas variables confundidoras y trabajar en condiciones totalmente reproducibles en estudios posteriores. En este sentido, un modelo ideal, según Plotino y cols. (44) supondría la instrumentación de conductos en dientes naturales, ya que sería el método que más se aproximara a una situación clínica. Sin embargo, sería muy difícil conseguir unas condiciones estandarizadas y reproducibles, existiendo factores de confusión que afectarían a la validez de los resultados (108, 118) y obligando a realizar un gran número de casos para evitarlo. Un ejemplo claro de los mismos sería el cambio de forma de los conductos radiculares durante su instrumentación, haciendo imposible estandarizar las condiciones experimentales del estudio (44, 58).

Por todo ello, el dispositivo utilizado en este trabajo de investigación no intenta reproducir una situación clínica, sino establecer una metodología reproducible y controlable que excluya posibles factores de confusión como la dentina, los detritus y la torsión, entre otros, y cuyos resultados revelen específicamente las propiedades intrínsecas de los materiales y las consecuencias del diseño de los instrumentos evaluados (124).

La resistencia a FC ha sido ampliamente analizada *in vitro* utilizando diferentes dispositivos y metodologías. Sin embargo, la mayoría de los estudios coinciden en una característica importante a la hora de reproducir estos test: la falta de fijación del instrumento dentro del conducto. Según Plotino y cols. (44) la pérdida de ajuste de una lima respecto a las paredes del conducto hace que pueda “caminar” o vibrar en el espacio intraconducto dando lugar a cambios en la magnitud del estrés, lo que produciría variaciones en los resultados. Por ello recomiendan utilizar conductos artificiales diseñados específicamente para cada instrumento a fatigar, en términos de tamaño y conicidad, proporcionando así una trayectoria específica a lo largo de todo el conducto, pues si este no es idéntico en forma y tamaño al instrumento, su trayectoria no responderá a los parámetros establecidos puesto que, al no estar suficientemente confinado a las paredes del conducto, tenderá (por su propia elasticidad) a su forma recta original alineándose en una trayectoria de mayor radio y menor ángulo de curvatura de los establecidos (44). Los conductos artificiales del dispositivo de FC utilizado no fueron diseñados de forma específica según las dimensiones de las limas rotadas en este trabajo de investigación (que aseguraran una trayectoria adecuada) por lo que, como defienden Plotino y cols., el diseño de los conductos podría haber afectado a la resistencia a FC. Sin embargo, este dispositivo presenta otras ventajas:

- Al disponer de conductos semicirculares abiertos por ambos lados, el operador puede determinar el punto o la zona donde se aplica la fatiga

al instrumento. Hasta ahora, los dispositivos eran los que determinaban el punto de fatiga y no el operador.

- La presencia de once conductos con diferentes diámetros permite testar la lima (cuyo grosor es ascendente desde la punta hasta el mango), a distintos niveles manteniendo las mismas condiciones de adaptación. Así se puede fatigar de forma fiable toda la longitud del instrumento, desde 3 mm de la punta hasta el final de su parte activa, en las mismas condiciones. Los dispositivos anteriormente citados tienden a tener solamente uno o dos puntos donde se puede fatigar la lima (60, 63, 120). Además, aunque son conductos estándar, disponer de varios con un ancho de 0.1 mm de grosor entre ellos permite que cualquier lima pueda ser fatigada en condiciones similares de adaptación, independientemente de su grosor en la zona de fatiga.
- El mecanismo de sujeción diseñado en este dispositivo permite a la lima rotar libremente en el conducto durante todo el test sin variar su posición y su radio y ángulo de curvatura.

Como hemos comentado anteriormente, es recomendable que exista cierto contacto entre las paredes del conducto y la lima para que no se modifique la trayectoria de la misma durante el test de fatiga. En este sentido, en el dispositivo utilizado en este trabajo, las limas se fijan en el conducto de forma que solamente contactan en tres puntos a lo largo del mismo corroborando la estricta evaluación de la FC del material y no variables de confusión que pudieran estar presentes. Es importante recordar que la FC es un proceso en el que los defectos se acumulan por la aplicación alternante de cargas en el punto de flexión (125).

De esta forma, el método empleado en esta tesis doctoral representa un test mecánico puro mediante el cual se analiza la resistencia a FC de forma estática, pues, los ciclos de tensión-compresión que generan la fatiga del material se concentran en un área del instrumento al hacerlo girar repetidamente sobre la zona de máxima curvatura del conducto, creando estrés acumulativo e induciendo cambios microestructurales en la aleación de NiTi (126). Esto permite analizar de forma controlada la capacidad que tiene el material de NiTi de soportar estos ciclos a un determinado nivel, en este caso a 5 y 11 mm de la punta y por tanto su resistencia a FC.

Se ha demostrado que este tipo de método produce resultados más bajos en cuanto al número de ciclos hasta el fallo (NCF) que los test dinámicos debido a que los movimientos axiales de las limas dentro de los conductos distribuyen el estrés a lo largo del instrumento durante su rotación (58, 81, 118), lo que mejoraría su resistencia a FC. A pesar de que algunos autores (58, 69, 81, 118, 122) consideran más apropiados los test dinámicos para evaluar la resistencia a FC de los instrumentos rotatorios por aproximarse más a una situación clínica, este equipo de trabajo defiende, al igual que autores como Larsen y cols. (42) un modelo estático como método de evaluación por permitir analizar de forma controlada la capacidad del material de soportar la FC, lo que hace más reproducibles los resultados y posibilita realizar un estudio comparativo de diferentes instrumentos en un entorno estandarizado, a diferencia de los test dinámicos.

Por otra parte, los conductos del dispositivo empleado en este trabajo están labrados en acero inoxidable, pues como Plotino y cols. sugieren, este material permite fijar las limas y que sigan una determinada trayectoria mejor que en un tubo cilíndrico de cristal o plástico, en el que el instrumento no está suficientemente

bloqueado (el diámetro interno del conducto generalmente es bastante más grande que el de la lima) y la trayectoria que sigue no es predecible (44).

En cuanto al ángulo y radio de curvatura de estos conductos, en nuestro dispositivo se fabricaron según las pautas propuestas por Larsen y cols. (42) esto es, con las mismas características (ángulo de 60° y radio de 3 mm) pero con diferentes diámetros internos, existiendo un intervalo de 0.1 mm de grosor entre ellos (desde 0.4 mm a 1.4 mm).

La zona de máxima curvatura o zona de fatiga se situó a 5 mm de la entrada del conducto, pues a esa distancia es a la que se consigue una adecuada fijación de las limas y se evitan oscilaciones que pudieran afectar a los resultados.

Las limas fueron fatigadas a 5 y 11 mm de la punta. La localización a nivel apical se situó en 5 mm porque un alto porcentaje de fracturas se produce en los últimos milímetros del instrumento (127, 128) ya que es en el tercio apical de los conductos donde se concentra el mayor porcentaje de curvaturas radiculares. La evaluación a 11 mm de la punta se eligió como punto coronal que proporciona resultados fiables en nuestro estudio.

La no fijación del torque durante la rotación de la lima se debe a que, como algunos autores aseguran, su presencia puede alterar la fuerza de rotación de la misma o incluso frenarla, impidiendo revelar la verdadera resistencia del metal a la FC (129).

Normalmente, la resistencia a la FC de los instrumentos rotatorios es evaluada registrando el tiempo hasta la fractura y transformándolo a NCF debido a que las limas se han utilizado clásicamente en un movimiento rotatorio, en el sentido de las agujas del reloj (8, 44, 81, 118). En este trabajo, las limas fueron rotadas también en el

sentido de las agujas del reloj pero la variable tiempo no fue transformada a NCF, pues desde una perspectiva clínica, parece más útil conocer el tiempo de trabajo que la lima puede resistir dentro de un conducto (124) o el tiempo medio que puede rotar hasta que se fractura (como evalúa el análisis de Weibull mediante el parámetro de vida media) en lugar del número de ciclos al fallo, el cual puede generar una gran discrepancia dentro de un mismo estudio (130). Además, en cada estudio de este trabajo de investigación, los instrumentos fueron rotados a la misma velocidad por lo que esta no influye en el tiempo que tardan las limas en romperse, permitiendo que el tiempo registrado hasta la fractura sea equivalente a su resistencia a FC.

Asimismo, instrumentos de NiTi idénticamente conformados deberían, teóricamente, tener la misma vida útil; sin embargo, su proceso de fabricación es complejo y puede dar lugar a diferentes cantidades de estrés residual interno, resistencia a FC y defectos en toda su longitud (20, 51), lo que hace que la duración del instrumento mediante el número de ciclos al fallo sea difícil de determinar (130), siendo la probabilidad de supervivencia al estrés el parámetro más indicado.

#### 9.1.2 Análisis estadístico de los datos.

A menudo se utiliza un enfoque estadístico convencional en los estudios de resistencia a FC de los instrumentos rotatorios de NiTi. Sin embargo, tal metodología no considera un dato fundamental en el estudio de FC, esto es, que los materiales se fracturan como consecuencia del crecimiento de cracks o por defectos, ya se produzcan por el estrés o estén presentes previamente en la superficie o en la estructura interna del instrumento (131, 132). Además, la estadística descriptiva e inferencial convencional no considera los datos obtenidos de este tipo de estudios como datos de un proceso acumulativo, por lo que su uso en los estudios de FC puede generar conclusiones que no se ajusten totalmente a la situación real al no tener en cuenta estas limitaciones (133).

Una descripción estadística más precisa puede obtenerse a través de la distribución de Weibull, pues permite medir la FC acumulada cada segundo así como predecir los tiempos de fallo de productos (59).

El uso de la distribución de Weibull para el análisis de la fatiga está ampliamente aceptado para la evaluación de materiales y su estructura, siendo el método principal a nivel mundial para analizar datos de supervivencia (115). Sin embargo, a pesar de tener un valor excepcional en las aplicaciones dentales, el análisis estadístico de Weibull no se ha utilizado previamente para analizar la FC en los instrumentos de endodoncia, por lo que no hemos encontrado ningún estudio, aparte de los publicados por este equipo (59, 75, 124, 134), que lo utilice de forma exclusiva sin realizar previamente la estadística convencional (91, 135).

## **9.2 DISCUSIÓN DE RESULTADOS.**

Para discutir los resultados de una forma clara vamos a dividir esta sección en función de las variables estudiadas en este trabajo de investigación que pueden influir en la resistencia a FC; son la aleación y el calor extra aportado por los ciclos de esterilización, así como los resultados obtenidos mediante las técnicas de microscopía electrónica y la calorimetría diferencial en las muestras de limas *TRUShape Orifice Modifiers*.

### **9.2.1 Aleación.**

Una de las complicaciones más dramáticas durante la preparación de conductos radiculares es la fractura de los instrumentos rotatorios de NiTi (136). Aunque existen varios factores que influyen en ella, la causa principal sigue siendo la FC (39, 45, 51). Por ello, muchos estudios se han centrado en evaluar la resistencia a FC de los instrumentos rotatorios y los fabricantes en intentar mejorarla. Para ello, su objetivo durante años ha sido alterar la composición de la aleación, el diseño o el

movimiento de rotación de las limas; sin embargo, los últimos avances van encaminados a confeccionar nuevas aleaciones y aplicar tratamientos termomecánicos durante su fabricación.

A pesar de que existen numerosos artículos que comparan la resistencia a FC de las limas, no hay ningún estudio que compare limas confeccionadas con el mismo diseño, sección transversal y proceso de fabricación usando cuatro aleaciones diferentes, entre ellas las aleaciones Blue y Gold. Por esta razón, uno de los objetivos del presente estudio fue comparar un prototipo de limas *TRUShape Orifice Modifiers* confeccionadas con idéntico diseño y proceso de fabricación pero utilizando aleaciones SE-Wire, M-Wire, Blue y Gold.

De acuerdo a los resultados de este estudio *in vitro*, las limas de aleación Gold fueron más resistentes a FC que las limas confeccionadas de aleación Blue, M-Wire y SE-Wire, siendo esta diferencia estadísticamente significativa. Por esta razón la hipótesis nula del estudio 1 fue rechazada. Estos datos apoyan la creencia de que cuanto más martensítica sea una aleación de NiTi, más flexible y resistente a FC será el instrumento que se fabrica con ella (137).

Asimismo, los resultados revelaron que las limas de aleación Gold mostraron la mayor resistencia a FC de todas las aleaciones estudiadas. En este sentido, cuando se compara con la aleación de NiTi convencional, numerosos estudios que evalúan el efecto de la aleación en la resistencia a FC de limas que presentan el mismo diseño y sección transversal, como pueden ser los instrumentos de los sistemas *ProTaper Gold* y *ProTaper Universal* (35, 94-97), obtienen resultados similares a los de este estudio, mostrando una mayor resistencia a FC y flexibilidad en las limas fabricadas con aleaciones más novedosas. Esto puede atribuirse a la historia de procesamiento termomecánico a que es sometida la aleación Gold durante su fabricación, que dota a

la lima de una estructura martensítica durante el uso clínico, a diferencia de la fase austenítica que presenta la lima convencional de *ProTaper Universal* (94, 95).

Algo similar ocurre cuando se comparan limas de aleación Gold con limas de aleación M-Wire. Así, estudios como el de Ozyurek y cols. (99), Topcuoglu y cols. (138) o el de Keskin y cols. (100) en los que se comparan limas *WaveOne Gold* con sus predecesoras *WaveOne* y/o limas *Reciproc* (ambas de M-Wire), se obtiene una mayor resistencia a FC de las limas Gold. Los autores concluyen que puede ser debido al empleo de metalurgia avanzada y el tratamiento térmico recibido, que incrementarían la Af de la aleación Gold y la elasticidad del instrumento durante su uso clínico, dando lugar a una mayor resistencia a FC (99, 100, 138), lo que concuerda con los resultados obtenidos en este estudio. Sin embargo, otros factores como la sección transversal, el diseño o la geometría del instrumento, diferentes entre todas ellas, también pueden influir en los resultados obtenidos por estos autores en la resistencia a FC.

Sin embargo, cuando se comparan limas de aleación Gold con limas de aleación Blue, los estudios no revelan una mayor resistencia a FC de las primeras, a diferencia de nuestro estudio. Así, autores como Gündogar y cols. (92) o Keskin y cols. (100) que comparan instrumentos *Reciproc Blue* y *WaveOne Gold* entre otros, concluyen que las limas con aleación Blue presentan mayor resistencia a FC que las Gold debido a los diferentes tratamientos térmicos utilizados durante su fabricación así como a su sección transversal en forma de S. En este sentido estos estudios no pueden ser directamente comparables con el nuestro, pues no aíslan el efecto de la aleación al comparar diferentes tipos de limas que presentan además de diferente aleación y proceso de fabricación, diferente forma y geometría de su sección transversal, factor ampliamente respaldado por la literatura como un gran influyente en la resistencia a FC de las limas (17, 43, 66, 67, 123). De hecho, Arias y cols. (124) compararon, en un

estudio previo, los instrumentos precursores de ambas (*WaveOne* y *Reciproc*) y a pesar de que estaban fabricados con la misma aleación M-Wire, *Reciproc* fue significativamente más resistente a FC, lo que justificaría que las diferencias encontradas entre *Reciproc Blue* y *WaveOne Gold* también fueran debidas al diseño de los instrumentos más que a la aleación empleada en su fabricación.

En cualquier caso, los resultados de nuestro estudio muestran una mayor resistencia a FC de la aleación Gold respecto a Blue Wire, M-Wire y SE-Wire. Después de comparar estas aleaciones desde el punto de vista de la calorimetría y teniendo en cuenta que las patentes no desvelan el tratamiento térmico que reciben las nuevas aleaciones, podemos deducir que en ellos está probablemente la clave de que esta aleación sea la que presente mayor resistencia a FC pues, a pesar de que varios estudios (92, 99, 100) concluyen que la elevada Af de la aleación Gold podría estar relacionada con su mayor resistencia a FC, cuando en nuestro estudio aislamos el factor aleación y lo analizamos con las curvas de calorimetría vemos que no es la aleación que presenta mayor Af (y que por tanto podría presentarse durante más tiempo en estado martensítico durante el uso clínico -véanse resultados de calorimetría-), siendo la aleación M-Wire la que presente la Af mayor de las cuatro aleaciones estudiadas, de ahí que el tratamiento termomecánico de la aleación en sí pueda ser el que está proporcionando la mayor resistencia a FC de la aleación Gold. En este sentido, hoy en día los procesos de fabricación tienden a “martensificar” las aleaciones, esto es, producir alambres superelásticos que contengan una determinada cantidad de martensita estable en condiciones clínicas (6) generando un material cuyo comportamiento sea más superelástico y no tienda a su forma original dentro del conducto o incluso que desde el inicio de su fabricación la aleación se trabaje en estado microestructural martensítico para que no pueda transformarse en austenita ante cambios térmicos o por estrés y el material sea suave y deformable desde el inicio. En cualquier caso se consigue una mayor resistencia a FC durante el uso

clínico. A pesar de que se requieren más estudios que aislen el factor aleación para poder comparar estos resultados, podemos concluir que los tratamientos termomecánicos a los que se somete la aleación durante su fabricación son los responsables de que la aleación Gold sea la más resistente a FC.

Por otra parte, cuando comparamos el parámetro vida media entre aleaciones, los resultados revelan que no existen diferencias estadísticamente significativas entre limas Blue y M-Wire pero ambas tardan más en romperse que las limas de NiTi convencional. En este sentido, varios estudios concluyen que limas confeccionadas de aleación Blue o M-Wire son más resistentes a FC que limas de NiTi convencional (42, 59, 70, 73, 75, 90, 91, 139); sin embargo, también hay muchos estudios que revelan una mayor resistencia de limas Blue frente a limas de aleación M-Wire, a pesar de que ambas sigan siendo más resistentes a FC que SE-Wire (89-91). Esta discrepancia respecto a los resultados de nuestro estudio puede deberse a que en dichos estudios factores como el movimiento de rotación, el proceso de fabricación o la sección transversal de las limas comparadas no hayan sido eliminados y puedan influir en la resistencia a FC de las limas; del mismo modo, las metodologías entre los diferentes estudios difieren considerablemente, lo que también puede dar lugar a resultados heterogéneos.

Por último, los resultados de nuestro estudio también revelaron que la aleación de NiTi convencional es la menos resistente a FC de todas las aleaciones comparadas. Esto puede ser debido a que, como se comentara en líneas anteriores, su proceso de fabricación genera irregularidades de superficie y tensión residual interna favoreciéndose la formación de cracks, que unido a su microestructura principalmente austenítica, hace que esos cracks iniciales progresen hasta la fractura, a diferencia de lo que ocurre en aleaciones tratadas térmicamente (en nuestro estudio las otras tres aleaciones, M-Wire, Blue y Gold) que contienen fase austenita y

martensita, en las que la presencia de más interfases dificultaría dicha progresión (parte de la energía generada se disiparía en las zonas de interfase formándose más cracks secundarios que enlentecerían el progreso del crack inicial y retrasarían el proceso de fractura) (26, 140). De acuerdo a esto, numerosos estudios previos han revelado que las limas sometidas a tratamientos termomecánicos durante su fabricación tienen mayor resistencia a FC que las limas de NiTi convencional (6, 18, 22, 40, 59, 75, 90, 91, 95, 110).

### 9.2.2 Escáner de Calorimetría Diferencial (DSC).

Las curvas de calorimetría, que proporcionan una determinación microcalorimétrica del material de referencia y de la muestra, indican qué fase microestructural de la aleación está presente a una temperatura dada. Generalmente se utilizan para determinar el comportamiento de la fase de transformación así como la estructura cristalográfica de los instrumentos de NiTi (30, 33).

En este trabajo de investigación fueron utilizadas para analizar la fase microestructural en la que se encuentra la aleación de NiTi a una temperatura dada y relacionarla con su comportamiento clínico. Los picos relacionados con los ciclos de calentamiento y enfriamiento indican la transformación martensítica (enfriamiento) y austenítica (calentamiento) (4, 30, 87).

Más concretamente, encontramos temperaturas finales de la austenita ( $A_f$ ) entre los 55°C (aleación M-Wire) y los 19°C (aleación SE-Wire), con  $A_f$  de aleación Blue y Gold entre los 31°C y los 46°C respectivamente. Esto sugeriría que la aleación de NiTi convencional se encuentra en estado austenítico a temperatura ambiente y corporal (durante el uso clínico), mientras que las otras tres aleaciones se encontrarían en estado martensítico o en un alto grado de condición martensítica (como sería el caso de M-Wire) a temperatura ambiente. Sin embargo, a temperatura

corporal, las curvas de calorimetría muestran que las aleaciones Gold y M-Wire estarán en estado martensítico durante el uso clínico mientras que la aleación Blue, al igual que la aleación convencional, será austenítica. Estos datos coinciden con estudios previos que encontraron que la aleación de NiTi convencional presenta una estructura completamente austenítica a temperatura corporal (4, 30, 31, 33 34, 37, 107). Sin embargo, a pesar de que varios estudios revelaron que las aleaciones tratadas termomecánicamente estarían fundamentalmente en estructura martensítica a dicha temperatura (31, 72), cuando analizamos curvas de calorimetría de aleación Blue en instrumentos tipo *Vortex Blue* (34), se observa que su  $A_f$  está justo por debajo de la temperatura corporal, al igual que en nuestro estudio, y que por tanto, presentará un estado austenítico a dicha temperatura, a pesar de haber recibido un tratamiento termo-mecánico durante su fabricación. Hoy en día la información disponible sobre curvas de calorimetría en instrumentos confeccionados con aleación Blue es muy limitada y se requieren más estudios con DSC que permitan comparar estos resultados.

El tratamiento termomecánico de las aleaciones de NiTi tiene un fuerte impacto en su comportamiento de transformación de fase. En las aleaciones de NiTi equiatómicas, como las utilizadas en este trabajo de investigación, la transformación martensítica puede ocurrir en una única fase de transformación (austenita [A]-martensita [M]) o en dos fases (A-R-M) dependiendo de los tratamientos termomecánicos a que hayan sido sometidas (141).

Según diferentes autores, generalmente la transformación en una única fase A-M ocurre en aleaciones de NiTi ricas en Ni y una transformación en dos fases suele aparecer después de un tratamiento térmico adicional, el cual crea pequeños precipitados de  $Ni_4Ti_3$  dispersos en la matriz austenítica (141, 142).

El cambio de una a dos fases de transformación puede entenderse considerando que la R-fase es otra fase potencial de la martensita así como la preferencia relativa de aquella sobre ésta en presencia de partículas pequeñas. Esto es debido a que las partículas de  $Ni_4Ti_3$  resisten fuertemente a la formación de martensita, que está asociada con una gran deformación de la red cristalina; sin embargo, resisten mucho menos a la formación de R-fase, la cual está asociada con una deformación de la red cristalina significativamente menor. La presencia de partículas de  $Ni_4Ti_3$  favorece la formación de R-fase pero la aleación requiere un enfriamiento adicional para poder formar martensita (35).

De acuerdo con esto, en un estudio de Hieawy y cols. (35) en el que utilizan DSC para analizar las temperaturas de transformación de *ProTaper Universal* y *ProTaper Gold*, observan que las limas de NiTi convencional presentan una única fase de transformación mientras que las limas de aleación Gold muestran dos, pasando por la R-fase intermedia, pudiendo deberse principalmente a su alta temperatura  $A_f$ , similar a CM-Wire. No obstante, únicamente se expresa en la curva de calentamiento de la DSC (transformación inversa, de M-A). En este sentido, un estudio de Shen y cols. (87) en el que utilizan DSC con limas *ProFile Vortex* y *Vortex Blue*, también observan una transformación de M-A en dos fases durante la transformación inversa. Sin embargo, en nuestro estudio todas las aleaciones mostraron una única fase de transformación de austenita a martensita y viceversa, incluidas Blue y Gold. Hasta donde sabemos, no hay estudios sobre el análisis parcial de DSC en endodoncia para entender el comportamiento de transformación en dos etapas.

Los datos de las mediciones de DSC obtenidas en el presente trabajo de investigación sugirieron algunas explicaciones sobre la resistencia a FC durante el uso clínico de las aleaciones tratadas térmicamente. Las aleaciones M-Wire, Blue y Gold presentaron unas temperaturas de transformación muy por encima de SE-Wire, la cual

se consolidó como la aleación más sólida y rígida de todas y por tanto la menos resistente a FC de las cuatro estudiadas. Esto indica que limas de aleación SE-Wire mostrarán características de Superelasticidad durante el uso clínico. Asimismo, limas de aleación Blue también mostrarán Superelasticidad durante el uso clínico, a pesar de tener una  $A_f$  superior a la aleación de NiTi convencional, siendo más resistente a FC que SE-Wire pero menos que Gold. A pesar de las diferencias en las temperaturas de transformación de fase entre las aleaciones M-Wire y Blue, no existen diferencias estadísticamente significativas en lo que respecta a resistencia a FC. Sin embargo, según la  $A_f$  de M-Wire, durante el uso clínico sí mostrará características de Memoria de forma. Del mismo modo lo harán las limas de aleación Gold, que a pesar de no mostrar la mayor  $A_f$  de todas, resultó ser la más resistente a FC. Esto puede deberse al tratamiento termomecánico a que es sometida la aleación durante su fabricación.

### 9.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).

El microscopio electrónico fue elegido como método de evaluación de los defectos superficiales de los instrumentos de NiTi, como se ha descrito en otros estudios (143-145). Es un método ampliamente aceptado para una evaluación precisa de la deformación de los instrumentos (144).

El proceso de *grinding* (o fresado) durante la fabricación de los instrumentos rotatorios de NiTi causa muchos defectos de mecanizado, principalmente en sus hojas de corte (58, 107). Kuhn y cols. (20) observaron en un análisis microestructural que los instrumentos rotatorios sometidos a *grinding* tenían una gran densidad de defectos que podrían alterar la fase de transformación. Estos defectos en la superficie del instrumento incrementan las concentraciones de estrés durante la instrumentación (146) por lo que la resistencia a FC podría mejorar con una superficie lisa y libre de defectos (58).

A pesar de que durante años se han llevado a cabo tratamientos de superficie para eliminar estos defectos (72), hoy en día se busca conseguir una superficie lo más pulida y libre de imperfecciones mediante los tratamientos termomecánicos a los que se someten las limas durante su fabricación (6, 7).

Las inclusiones dentro de la matriz de NiTi son principalmente carbonitruros de titanio con algunos óxidos de NiTi, que se formarían durante la fundición de la aleación de NiTi, mientras que los huecos se originarían durante el proceso de conformación de los alambres. Por ello, la historia termo-mecánica de cada lima también puede ser responsable de las variaciones morfométricas entre los instrumentos del mismo lote (107).

En este estudio, los resultados de SEM mostraron que existía un inicio de crack en la superficie de fractura de todas las muestras. A pesar de que las limas de aleación Gold mostraron mayor resistencia a FC, su superficie de fractura no fue la más pulida de las cuatro aleaciones estudiadas; sin embargo, como Pereira y cols. (74) sugieren, la fase de transformación martensítica tiene características amortiguadoras, la cual hace que la propagación de cracks sea más difícil debido al gran número de interfases presentes en ella. Estas interfases hacen que se forme una compleja matriz de cracks secundarios disipando la energía requerida para la propagación del crack inicial, lo que aumentaría la resistencia a FC (74).

Asimismo, aunque la superficie de fractura de limas Blue mostrara menos defectos de fabricación que la de limas M-Wire, no hubo diferencias estadísticamente significativas entre ellas respecto a la resistencia a FC. Ambas aleaciones muestran una microestructura martensítica a temperatura ambiente y por tanto la capa de óxido que se aplica a las limas Blue durante su fabricación podría favorecer la presencia de una superficie de fractura con menos defectos.

En este sentido, la menor resistencia a FC de las limas de aleación convencional coincidiría con la presencia de una superficie de fractura muy rugosa que muestra las marcas de fresado del proceso de fabricación. Además, la microestructura austenítica de esta aleación favorecería la propagación del crack.

Por último, las áreas de fractura de los instrumentos de NiTi convencional fueron más grandes que las de limas de aleaciones tratadas termomecánicamente, como refieren estudios anteriores (6, 147), pues a un mismo nivel de estrés, la velocidad de propagación del crack en estructuras austeníticas es mucho mayor que en estructuras martensíticas, gracias a la capacidad amortiguadora de esta última (6).

#### 9.2.4 Ciclos de esterilización.

Los instrumentos rotatorios de NiTi convencional exhiben durante el uso clínico exhiben la característica de Superelasticidad, asociada a la presencia de austenita en aleaciones de NiTi equiatómicas. Cuando la lima se somete a una carga, la austenita se transforma en martensita. Esta fase es inestable a temperaturas superiores a  $A_f$  y por tanto vuelve a austenita mediante una transformación inversa cuando se elimina la carga y se recupera la deformación. Por eso, la temperatura durante el uso clínico de limas de NiTi convencional debe estar por encima de su  $A_f$ . Sin embargo estas características se alteran en algunas de las nuevas aleaciones tratadas térmicamente, entre ellas CM-Wire, que permiten obtener limas más flexibles y resistentes a FC (29).

Las limas de CM-Wire no recuperan su forma original una vez desaparecida la carga y según su fabricante, solamente se recupera después de la esterilización en autoclave (85). Esto se debería a la presencia de martensita estable, la cual exhibiría su característica de Memoria de forma durante el uso clínico, esto es, la capacidad de recuperar su forma original mediante la transformación inversa después de calentar la martensita deformada a temperaturas por encima de  $A_f$  (21, 141). Este hecho explica

la necesidad del autoclave después de usar las limas de CM-Wire y refuerza la importancia de las temperaturas de transformación en el comportamiento mecánico de los instrumentos de NiTi. Estas temperaturas están estrictamente relacionadas con el contenido de Níquel de la aleación y/o su historial termomecánico, que es desconocido para CM-Wire (29).

La resistencia a FC entre limas nuevas y esterilizadas ha sido ampliamente estudiada con diferentes sistemas rotatorios de NiTi, obteniéndose resultados heterogéneos (9, 19, 60, 62, 75, 108, 110, 111, 113, 121, 148). Sin embargo, no hemos encontrado ningún estudio que compare limas *HyFlex CM* nuevas y esterilizadas, entre ellas y entre sí, de ahí que el objetivo de la segunda parte de nuestro trabajo de investigación sea evaluar cómo afecta el calor extra aportado durante los ciclos de esterilización en autoclave a la resistencia a FC de una aleación ya tratada termomecánicamente durante su confección y a una lima de la que el fabricante proclama que recupera todas las características iniciales al ser sometida al calor de la esterilización.

Hasta la fecha, los estudios existentes sobre limas *Hyflex CM* las comparan con instrumentos rotatorios de NiTi de otras marcas o aleaciones, obteniéndose una mayor resistencia a FC de éstas cuando las equiparan tanto con limas de NiTi convencional (13, 28, 40, 86, 108) como con otras aleaciones tratadas térmicamente (M-Wire, R-fase o Blue Wire) (13, 34, 108). La historia de procesamiento termomecánico a que haya sido sometida la aleación durante la fabricación del instrumento y el menor contenido de Ni en la misma se postularían como las principales causas de la mayor resistencia a FC de CM-Wire (28), las cuales permitirán que su  $A_f$  sea superior a la temperatura de uso clínico (4). Esto hace que la aleación muestre una microestructura predominantemente martensítica durante el

tiempo de trabajo proporcionando un instrumento con mayor flexibilidad y resistencia a FC (29, 34, 137).

Ya en 2007, Hayashi y cols. (110) sugirieron que el tratamiento térmico adicional de los instrumentos de NiTi durante la esterilización en autoclave podría incrementar su flexibilidad. Sin embargo, cuando se revisa la literatura, los resultados son muy heterogéneos. A pesar de que existen numerosos estudios que muestran una mayor resistencia a FC de limas nuevas frente a esterilizadas (19, 62, 121, 148, 149), también se ha descrito una mayor resistencia a FC tras los ciclos de esterilización en aleaciones de NiTi convencional (75, 110, 111, 114) e incluso en aleaciones tratadas termomecánicamente, como M-Wire, R-Fase o CM-Wire (108, 113). Los resultados de nuestro estudio mostraron una mayor resistencia a FC de limas *Hyflex CM* nuevas que las sometidas a uno o dos ciclos de esterilización, por lo que la hipótesis nula del estudio 2 fue rechazada. A diferencia de los estudios de Plotino y cols. (113) y Zhao y cols. (108) donde se someten las limas a 10 ciclos de esterilización, en nuestro estudio las limas *Hyflex CM* fueron sometidas a uno y dos ciclos, pues, como Serene y cols. (150) y Melo y cols. (63) observaron, los ciclos consecutivos de esterilización dan lugar a efectos acumulativos, generando un aumento en la resistencia de los instrumentos rotatorios de NiTi después de la esterilización, independientemente de que, desde un punto de vista metalúrgico, las temperaturas utilizadas durante la esterilización puedan no ser suficientemente altas como para generar cambios en la microestructura de la aleación. Esto podría justificar la mayor resistencia a FC tras los ciclos de esterilización de aleaciones tratadas termomecánicamente durante su fabricación en los citados estudios.

Al comparar las limas esterilizadas entre sí, los resultados de nuestro estudio revelan que no existen diferencias estadísticamente significativas a 11 mm de la punta entre limas sometidas a 1 y 2 ciclos, pero a 5 mm la probabilidad de que las limas

sometidas a 2 ciclos duren más que las de 1 es del 63% (estadísticamente significativo). Según los autores anteriormente citados, la mayor resistencia a FC con dos ciclos de esterilización debería haber estado presente también a 11 mm de la punta, sin embargo, el hecho de que solo haya ocurrido a nivel apical, nos lleva a considerar la mayor flexibilidad de la lima en esa zona.

La resistencia a FC a diferentes distancias de la punta de una lima también ha sido ampliamente estudiada con diferentes sistemas rotatorios de NiTi, obteniéndose unanimidad al respecto. Así, Gambarini y cols. (149) en un estudio sobre limas *ProFile*, observaron que los instrumentos con conicidades pequeñas eran significativamente más resistentes a FC que aquellos de mayor conicidad. Por su parte, Schäfer y cols. (66) en un estudio en el que comparan cinco tipos diferentes de instrumentos rotatorios, sugirieron que aquellos con una conicidad mayor a 0.04 no debían ser usados para ensanchar el tercio apical de conductos curvos, pues son limas considerablemente más rígidas que aquellas de 0.02 o de 0.04. Del mismo modo, Pruett y cols. (43) mostraron que un aumento del diámetro del instrumento en el punto de máxima curvatura, reducía el tiempo a la fractura. Y así, numerosos autores (65, 67, 69, 151) observaron que la resistencia a FC disminuye a medida que aumenta la conicidad del instrumento en la zona de máxima curvatura.

En este sentido, los resultados de nuestro estudio revelaron una mayor resistencia a FC a nivel apical que coronal, en todas las limas evaluadas, de acuerdo con la literatura existente. Mostraron una mayor resistencia a FC a 5 que a 11 mm de la punta, siendo estadísticamente significativo, lo que indicaría que, a pesar de haberse conseguido mejorar la flexibilidad de las limas con la aleación CM-Wire, las diferencias de resistencia a FC según la conicidad en el punto de máxima curvatura siguen existiendo, lo que no elimina la probabilidad de fractura inesperada del instrumento, siendo mayor a medida que aumenta la conicidad de la lima. Esto podría

deberse a que instrumentos de gran conicidad generan un mayor estrés en su interior cuando se flexionan para conformar la curvatura del conducto (64).

Por todo ello, el mantenimiento de la resistencia a FC tras los ciclos de esterilización que aseguraba el fabricante no parece evidenciarse en este estudio, puesto que en los dos niveles a los que se miden las limas, la resistencia a FC es mayor en limas nuevas que esterilizadas. Sin embargo, debido a la heterogeneidad de resultados encontrados en la literatura, es recomendable un protocolo estandarizado para testar la FC de los instrumentos rotatorios que permita comparar estudios entre sí. Asimismo, se necesitan más estudios que evalúen el efecto de los ciclos de autoclave en limas fabricadas con la aleación CM-Wire para contrastar los resultados obtenidos en nuestro estudio.

## ***10. CONCLUSIONES***

---



Teniendo en cuenta las limitaciones de estos estudios, podemos concluir que:

### Estudio 1

- Los instrumentos endodónticos fabricados con los nuevos procesos termomecánicos mostraron una mayor resistencia a FC que el mismo instrumento confeccionado con aleación de NiTi convencional.
- Los instrumentos de aleación SE-Wire fueron los menos resistentes a FC. Su  $A_f$  inferior a  $20^{\circ}\text{C}$  hace que esté en fase austenítica a temperatura ambiente.
- Los instrumentos de aleación Gold fueron los más resistentes a FC. Su  $A_f$  superior a  $46^{\circ}\text{C}$  hace que esté en fase martensítica a temperatura ambiente.
- Los instrumentos de aleación M-Wire y Blue no mostraron diferencias estadísticamente significativas entre ellos pero ambas fueron más resistentes a FC que SE-Wire y menos que Gold. A temperatura ambiente ambas están en fase martensítica aunque a diferente grado de transformación respecto a la aleación Gold, de ahí que no alcancen su resistencia a FC.
- Según las DSC, las aleaciones M-Wire y Gold, cuyas  $A_f$  están por encima de  $45^{\circ}\text{C}$ , presentarán una microestructura martensítica a temperatura corporal, lo que hará que muestren características de Memoria de forma durante el uso clínico.
- Según las DSC, las aleaciones SE-Wire y Blue, cuyas  $A_f$  están por debajo de los  $33^{\circ}\text{C}$ , presentarán una microestructura austenítica a temperatura corporal, lo que hará que muestren características de Superelasticidad durante el uso clínico.

- Al observar la superficie de fractura al microscopio electrónico de barrido, todas las muestras presentaron defectos e imperfecciones típicos de fractura dúctil, confirmando que fueron fracturadas por FC.
- Microscópicamente, las áreas de fractura de los instrumentos de NiTi convencional fueron más grandes que las de limas de aleaciones tratadas termomecánicamente, debido principalmente a sus fases microestructurales.

## Estudio 2

- La resistencia a FC de las limas *Hyflex CM* nuevas es significativamente mayor que las limas sometidas a uno y dos ciclos de esterilización en autoclave. A 11 mm de la punta no existen diferencias significativas entre limas esterilizadas 1 o 2 veces pero a 5 mm la resistencia a FC de limas sometidas a dos ciclos es significativamente mayor que las esterilizadas una vez.
- La resistencia a FC es significativamente mayor en apical que en coronal en todas las limas analizadas.
- Las limas *Hyflex CM* no mantienen ni recuperan su resistencia original a FC tras los ciclos de esterilización, puesto que tanto a nivel apical como coronal, la resistencia a FC es mayor en limas nuevas que en limas esterilizadas.

## ***11. BIBLIOGRAFÍA***

---



1. Deplazes P, Peters O, Barbakow F. Comparing apical preparations of root canals shaped by nickel-titanium rotary instruments and nickel-titanium hand instruments. *J Endod.* 2001;27:196-202.
2. Siqueira Jr. JF, Rocas IN, Favieri A, Lima KC. Chemomechanical reduction of the bacterial population in the root canal after instrumentation and irrigation with 1%, 2.5%, and 5.25% sodium hypochlorite. *J Endod.* 2000;26:331-4.
3. Buehler WJ, Gilfrich JV, Wiley RC. Effect of low-temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. *J Appl Phys.* 1963;34:1475-77.
4. Thompson SA. An overview of nickel–titanium alloys used in dentistry. *Int Endod J.* 2000;33:297-310.
5. Walia H, Brantley WA, Gerstein H. An initial investigation of the bending and torsional properties of NiTiNOL root canal files. *J Endod* 1988;14:346-51.
6. Shen Y, Zhou HM, Zheng YF, Peng B, Haapasalo M. Current challenges and concepts of the thermomechanical treatment of nickel-titanium instruments. *J Endod.* 2013;39:163-72.
7. Gutmann JL, Gao Y. Alteration in the inherent metallic and surface properties of nickel-titanium root canal instruments to enhance performance, durability and safety: a focused review. *Int Endod J.* 2012;45:113-28.
8. Pirani C, Cirulli PP, Chersoni S, Micele L, Ruggeri O, Prati C. Cyclic fatigue testing and metallographic analysis of nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2011;37:1013-6.
9. Fife D, Gambarini G, Britto LR. Cyclic fatigue testing of ProTaper NiTi rotary instruments after clinical use. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2004;97:251-6.
10. Glosson CR, Haler R, Brent Dove S. A comparison of root canal preparations using Ni-Ti hand, Ni-Ti engine-driven, and K-Flex endodontic instruments. *J Endod.* 1995;21:146-51.

11. Gambarini G, Grande NM, Plotino G, Somma F, Garala M, De Luca M, et al. Fatigue resistance of engine-driven rotary nickel-titanium instruments produced by new manufacturing methods. *J Endod.* 2008;34:1003-5.
12. Peters OA, Morgental RD, Schulze KA, Paque F, Kopper PM, Vier-Pelisser FV. Determining cutting efficiency of nickel-titanium coronal flaring instruments used in lateral action. *Int Endod J.* 2014;47:505-13.
13. Pongione G, Pompa G, Milana V, Di Carlo S, Giansiracusa A, Nicolini E, et al. Flexibility and resistance to cyclic fatigue of endodontic instruments made with different nickel-titanium alloys: a comparative test. *Ann Stomatol.* 2012;III:119-22.
14. Bird DC, Chambers D, Peters OA. Usage parameters of nickel-titanium rotary instruments: a survey of endodontists in the United States. *J Endod.* 2009;35:1193-7.
15. Pereira ES, Viana AC, Buono VT, Peters OA, Bahia MG. Behavior of nickel-titanium instruments manufactured with different thermal treatments. *J Endod.* 2015;41:67-71.
16. Shen Y, Zhou HM, Zheng YF, Campbell L, Peng B, Haapasalo M. Metallurgical characterization of controlled memory wire nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2011;37:1566-71.
17. Berutti E, Chiandussi G, Gaviglio I, Ibba A. Comparative analysis of torsional and bending stresses in two mathematical models of nickel-titanium rotary instruments: ProTaper versus ProFile. *J Endod.* 2003;29:15-9.
18. Braga LC, Faria Silva AC, Buono VT, de Azevedo Bahia MG. Impact of heat treatments on the fatigue resistance of different rotary nickel-titanium instruments. *J Endod.* 2014;40:1494-7.
19. Hilfer PB, Bergeron BE, Mayerchak MJ, Roberts HW, Jeansonne BG. Multiple autoclave cycle effects on cyclic fatigue of nickel-titanium rotary files produced by new manufacturing methods. *J Endod.* 2011;37:72-4.
20. Kuhn G, Tavernier B, Jordan L. Influence of structure on nickel-titanium endodontic instruments failure. *J Endod.* 2001;27:516-20.

21. Otsuka K, Wayman C. Shape Memory Materials. 1 st ed. Cambridge. UK: Cambridge University Press;1998.
22. Hou X, Yahata Y, Hayashi Y, Ebihara A, Hanawa T, Suda H. Phase transformation behaviour and bending property of twisted nickel-titanium endodontic instruments. *Int Endod J.* 2011;44:253-8.
23. Choi J, Oh S, Kim YC, Jee KK, Kum K, Chang S. Fracture resistance of K3 nickel-titanium files made from different thermal treatments. *Bioinorg Chem Appl.* 2016;2016:1-6.
24. Saburi T. Ti-Ni Shape Memory Alloys. En: Otsuka K, Wayman C, eds. Shape Memory Materials. 1 st. ed Cambridge. UK: Cambridge University Press;1998:p.49-96.
25. Zinelis S, Eliades T, Eliades G. A metallurgical characterization of ten endodontic Ni-Ti instruments: assessing the clinical relevance of shape memory and superelastic properties of Ni-Ti endodontic instruments. *Int Endod J.* 2010;43:125-34.
26. Perez-Higueras JJ, Arias A, de la Macorra JC. Análisis de los factores que influyen en la resistencia de los instrumentos de níquel-titanio a la fatiga cíclica flexural (tesis doctoral). Universidad Complutense de Madrid, Madrid, España. 2016.
27. Takayuki Y, Hisashi D, Equo K, Hitoshi H. Super-elastic property of Ti-Ni alloy for use in dentistry. *Frontiers Med Biol Engng.* 2000;10:97-103.
28. Testarelli L, Plotino G, Al-Sudani D, Vincenzi V, Giansiracusa A, Grande NM, et al. Bending properties of a new nickel-titanium alloy with a lower percent by weight of nickel. *J Endod.* 2011;37:1293-5.
29. Leandro de Arruda Santos BE, de Azevedo Bahía MG, Barbosa de Las Casas E, Lopes Bueno VT. Comparison of the mechanical behaviour between controlled memory and superelastic nickel-titanium files via Finite Element Analysis. *J Endod.* 2013;39:1444-47.
30. Miyai K, Ebihara A, Hayashi Y, Doi H, Suda H, Yoneyama T. Influence of phase transformation on the torsional and bending properties of nickel–titanium rotary endodontic instruments. *Int Endod J.* 2006;39:119-26.

31. Yahata Y, Yoneyama T, Hayashi Y, Ebihara A, Doi H, Hanawa T, et al. Effect of heat treatment on transformation temperatures and bending properties of nickel-titanium endodontic instruments. *Int Endod J.* 2009;42:621-6.
32. Zinelis S, Darabara M, Takase T, Ogane K, Papadimitriou GD. The effect of thermal treatment on the resistance of nickel-titanium rotary files in cyclic fatigue. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2007;103:843-7.
33. Brantley WA, Svec TA, Iijima M, Powers JM, Grentzer TH. Differential scanning calorimetric studies of nickel titanium rotary endodontic instruments. *J Endod.* 2002;28:567-72.
34. De Vasconcelos RA, Murphy S, Carvalho CA, Govindjee RG, Govindjee S, Peters OA. Evidence for reduced fatigue resistance of contemporary rotary instruments exposed to body temperature. *J Endod.* 2016;42:782-7.
35. Hieawy A, Haapasalo M, Zhou H, Wang ZJ, Shen Y. Phase transformation behavior and resistance to bending and cyclic fatigue of ProTaper Gold and ProTaper Universal instruments. *J Endod.* 2015;41:1134-8.
36. Alapati SB, Brantley WA, Iijima M, Schricker SR, Nusstein JM, Li UM, et al. Micro-XRD and temperature-modulated DSC investigation of nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Dent Mater.* 2009;25:1221-9.
37. Kuhn G, Jordan L. Fatigue and mechanical properties of nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod.* 2002;28:716-20.
38. Zhou HM, Shen Y, Zheng W, Li L, Zheng YF, Haapasalo M. Mechanical properties of controlled memory and superelastic nickel-titanium wires used in the manufacture of rotary endodontic instruments. *J Endod.* 2012;38:1535-40.
39. Parashos P, Messer HH. Rotary NiTi instrument fracture and its consequences. *J Endod.* 2006;32:1031-43.
40. Plotino G, Testarelli L, Al-Sudani D, Pongione G, Grande NM, Gambarini G. Fatigue resistance of rotary instruments manufactured using different nickel-titanium alloys: a comparative study. *Odontology.* 2014;102:31-5.

41. Sattapan B, Nervo GJ, Palamara JE, Messer HH. Defects in rotary nickel-titanium files after clinical use. *J Endod.* 2000;26:161-5.
42. Larsen CM, Watanabe I, Glickman GN, He J. Cyclic fatigue analysis of a new generation of nickel titanium rotary instruments. *J Endod.* 2009;35:401-3.
43. Pruett JP, Clement DJ, Carnes Jr. DL. Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod.* 1997;23:77-85.
44. Plotino G, Grande NM, Cordaro M, Testarelli L, Gambarini G. A review of cyclic fatigue testing of nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2009;35:1469-76.
45. Cheung GPS, Peng B, Bian Z, Shen Y, Darvell BW. Defects in ProTaper S1 instruments after clinical use: fractographic examination. *Int Endod J.* 2005;38:802-9.
46. Hull D. *Fractography: Observing, Measuring and Interpreting Fracture Surface Topography.* Cambridge, UK: Cambridge University Press; 1999.
47. Peters OA. Current challenges and concepts in the preparation of root canal systems: a review. *J Endod.* 2004;30:559-67.
48. Kim JY, Cheung GS, Park SH, Ko DC, Kim JW, Kim HC. Effect from cyclic fatigue of nickel-titanium rotary files on torsional resistance. *J Endod.* 2012;38:527-30.
49. Iqbal MK, Kohli MR, Kim JS. A retrospective clinical study of incidence of root canal instrument separation in an endodontics graduate program: a PennEndo database study. *J Endod.* 2006;32:1048-52.
50. Spili P, Parashos P, Messer HH. The impact of instrument fracture on outcome of endodontic treatment. *J Endod.* 2005;31:845-50.
51. Peng B, Shen Y, Cheung GSP, Xia TJ. Defects in ProTaper S1 instruments after clinical use: longitudinal examination. *Int Endod J* 2005;38:550-7.
52. Yared GM, Kulkarni GK. Failure of ProFile NiTi instruments used by an inexperienced operator under access limitations. *Int Endod J.* 2002;35:536-41.

53. Sonntag D, Delschen S, Stachniss V. Root-canal shaping with manual and rotary Ni-Ti files performed by students. *Int Endod J.* 2003;36:715-23.
54. Blum JY, Cohen A, Machtou P, Micallef JP. Analysis of forces developed during mechanical preparation of extracted teeth using ProFile NiTi rotary instruments. *Int Endod J.* 1999;32:24-31.
55. Daugherty DW, Gound TG, Comer TL. Comparison of fracture rate, deformation rate, and efficiency between rotary endodontic instruments driven at 150 rpm and 350 rpm. *J Endod.* 2001;27:93-5.
56. Martín B, Zelada G, Varela P, Bahillo JG, Magán F, Ahn S, et al. Factors influencing the fracture of nickel-titanium rotary instruments. *Int Endod J.* 2003;36:262-6.
57. Peters OA, Peters CI, Schönenberger K, Barbakow F. ProTaper rotary root canal preparation: assessment of torque and force in relation to canal anatomy. *Int Endod J.* 2003;36:93-9.
58. Oh SR, Chang SW, Lee Y, Gu Y, Son WJ, Lee W, et al. A comparison of nickel-titanium rotary instruments manufactured using different methods and cross-sectional areas: ability to resist cyclic fatigue. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2010;109:622-8.
59. Perez-Higueras JJ, Arias A, de la Macorra JC, Peters OA. Differences in cyclic fatigue resistance between ProTaper Next and ProTaper Universal instruments at different levels. *J Endod.* 2014;40:1477-81.
60. Mize SB, Clement DJ, Pruett JP, Carnes Jr. DL. Effect of sterilization on cyclic fatigue of rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod.* 1998;24:843-7.
61. McSpadden JT. Mastering the technique. En: McSpadden J, ed. *Mastering Endodontic Instrumentation.* Chattanooga (TN): Cloudland Institute;2007:p.105-24.
62. Bahia MG, Buono VT. Decrease in the fatigue resistance of nickel-titanium rotary instruments after clinical use in curved root canals. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2005;100:249-55.

63. Craveiro de Melo MC, de Azevedo Bahia MG, Lopes Bueno VT. Fatigue resistance of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod.* 2002;28:765-9.
64. Gambarini G, Gerosa R, De Luca M, Garala M, Testarelli L. Mechanical properties of a new and improved nickel-titanium alloy for endodontic use: an evaluation of file flexibility. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2008;105:798-800.
65. Ullmann C, Peters O. Effect of cyclic fatigue on static fracture loads in ProTaper nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2005;31:183-6.
66. Schäfer E, Dzepina A, Danesh G. Bending properties of rotary nickel-titanium instruments. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2003;96:757-63.
67. Grande NM, Plotino G, Pecci R, Bedini R, Malagnino VA, Somma F. Cyclic fatigue resistance and three-dimensional analysis of instruments from two nickel-titanium rotary systems. *Int Endod J.* 2006;39:755-63.
68. Plotino G, Grande NM, Melo MC, Bahia MG, Testarelli L, Gambarini G. Cyclic fatigue of NiTi rotary instruments in a simulated apical abrupt curvature. *Int Endod J.* 2010;43:226-30.
69. Haikel Y, Serfaty R, Bateman G, Senger B, Allemann C. Dynamic and cyclic fatigue of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod.* 1999;25:434-40.
70. Johnson E, Lloyd A, Kuttler S, Namerow K. Comparison between a novel nickel-titanium alloy and 508 NiTiNOL on the cyclic fatigue life of ProFile 25/.04 rotary instruments. *J Endod.* 2008;34:1406-9.
71. Al-Hadlaq SMS, Aljarbou FA, AlThumairy RI. Evaluation of cyclic flexural fatigue of M-wire nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2010;36:305-7.
72. Alapati SB, Brantley WA, Iijima M, Clark WA, Kovarik L, Buie C, et al. Metallurgical characterization of a new nickel-titanium wire for rotary endodontic instruments. *J Endod.* 2009;35:1589-93.

73. Ye J, Gao Y. Metallurgical characterization of M-Wire nickel-titanium shape memory alloy used for endodontic rotary instruments during low-cycle fatigue. *J Endod.* 2012;38:105-7.
74. Pereira ES, Gomes RO, Leroy AM, Singh R, Peters OA, Bahia MG et al. Mechanical behavior of M-Wire and conventional NiTi wire used to manufacture rotary endodontic instruments. *Dent Mater.* 2013;29:e318-24.
75. Arias A, Perez-Higueras JJ, de la Macorra JC. Influence of clinical usage of GT and GTX files on cyclic fatigue resistance. *Int Endod J.* 2014;47:257-63.
76. Gao Y, Shotton V, Wilkinson K, Phillips G, Johnson WB. Effects of raw material and rotational speed on the cyclic fatigue of ProFile Vortex rotary instruments. *J Endod.* 2010;36:1205-9.
77. Kramkowski TR, Bahcall J. An in vitro comparison of torsional stress and cyclic fatigue resistance of Profile GT and Profile GT series X rotary nickel-titanium files. *J Endod.* 2009;35:404-7.
78. TF: The Twisted File brochure. Orange, CA: SybronEndo; 2008. Disponible en: [www.tfwithrphase.com/images/3987\\_TF\\_Brochure.pdf](http://www.tfwithrphase.com/images/3987_TF_Brochure.pdf).
79. Kim HC, Yum J, Hur B, Cheung GS. Cyclic fatigue and fracture characteristics of ground and twisted nickel-titanium rotary files. *J Endod.* 2010;36:147-52.
80. Cheung GSP, Shen Y, Darvell BW. Does electropolishing improve the low-cycle fatigue behavior of a nickel-titanium rotary instrument in hypochlorite? *J Endod.* 2007;33:1217-21.
81. Rodrigues RCV, Lopes HP, Elias CN, Amaral G, Vieira VTL, de Martin AS. Influence of different manufacturing methods on the cyclic fatigue of rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod.* 2011;37:1553-7.
82. Bhagabati N, Yadav S, Talwar S. An in vitro cyclic fatigue analysis of different endodontic nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2012;38:515-8.

83. Shen Y, Qian W, Abtin H, Gao Y, Haapasalo M. Fatigue testing of controlled memory wire nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2011;37:997-1001.
84. Zhao D, Shen Y, Peng B, Haapasalo M. Micro-computed tomography evaluation of the preparation of mesiobuccal root canals in maxillary first molars with Hyflex CM, Twisted Files, and K3 instruments. *J Endod.* 2013;39:385-8.
85. ColteneEndo.com. Hyflex CM Endo rotary files/Benefits. Cuyahoga Falls, OH;2013 Disponible en: <http://www.hyflexcm.com/features.html>.
86. Ninan E, Berzins DW. Torsion and bending properties of shape memory and superelastic nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2013;39:101-4.
87. Shen Y, Zhou H, Coil JM, Aljazaeri B, Buttar R, Wang Z et al. ProFile Vortex and Vortex Blue nickel-titanium rotary instruments after clinical use. *J Endod.* 2015;41:937-42.
88. De-Deus G, Silva EJ, Vieira VT, Belladonna FG, Elias CN, Plotino G, et al. Blue thermomechanical treatment optimizes fatigue resistance and flexibility of the Reciproc files. *J Endod.* 2017;43:462-6.
89. Plotino G, Grande NM, Cotti E, Testarelli L, Gambarini G. Blue treatment enhances cyclic fatigue resistance of vortex nickel-titanium rotary files. *J Endod.* 2014;40:1451-3.
90. Gao Y, Gutmann JL, Wilkinson K, Maxwell R, Ammon D. Evaluation of the impact of raw materials on the fatigue and mechanical properties of ProFile Vortex rotary instruments. *J Endod.* 2012;38:398-401.
91. Nguyen HH, Fong H, Paranjpe A, Flake NM, Johnson JD, Peters OA. Evaluation of the resistance to cyclic fatigue among ProTaper Next, ProTaper Universal, and Vortex Blue rotary instruments. *J Endod.* 2014;40:1190-3.
92. Gundogar M, Ozyurek T. Cyclic fatigue resistance of OneShape, HyFlex EDM, WaveOne Gold, and Reciproc Blue nickel-titanium instruments. *J Endod.* 2017;43:1192-6.

93. Reciproc Blue brochure. Munich, Alemania. VDW Dental; 2016. Disponible en: <https://www.vdw-dental.com/reciproc-blue/VDW-Dental-Reciprocblue-brochure-EN.pdf>.
94. Plotino G, Grande NM, Mercade Bellido M, Testarelli L, Gambarini G. Influence of temperature on cyclic fatigue resistance of ProTaper Gold and ProTaper Universal rotary files. *J Endod*. 2017;43:200-2.
95. Elnaghy AM, Elsaka SE. Mechanical properties of ProTaper Gold nickel-titanium rotary instruments. *Int Endod J*. 2016;49:1073-8.
96. Grande NM, Plotino G, Silla E, Pedullá E, De-Deus G, Gambarini G, et al. Environmental temperature drastically affects flexural fatigue resistance of nickel-titanium rotary files. *J Endod*. 2017;43:1157-60.
97. Kaval ME, Capar ID, Ertas H. Evaluation of the cyclic fatigue and torsional resistance of novel nickel-titanium rotary files with various alloy properties. *J Endod*. 2016;42:1840-3.
98. WaveOne Gold brochure. Dentsply Tulsa Dental Specialties. Tulsa, Oklahoma; 2017. Disponible en: [https://www.dentsply.com/content/dam/dentsply/pim/manufacture/Endodontics/Obturation/Gutta\\_Percha\\_Points/WaveOne\\_Gold\\_Gutta\\_Percha\\_Points/W1G\\_Brochure\\_EN.pdf](https://www.dentsply.com/content/dam/dentsply/pim/manufacture/Endodontics/Obturation/Gutta_Percha_Points/WaveOne_Gold_Gutta_Percha_Points/W1G_Brochure_EN.pdf).
99. Ozyurek T. Cyclic fatigue resistance of Reciproc, WaveOne, and WaveOne Gold nickel-titanium instruments. *J Endod*. 2016;42:1536-9.
100. Keskin C, Inan U, Demiral M, Keles A. Cyclic fatigue resistance of Reciproc Blue, Reciproc, and WaveOne Gold reciprocating instruments. *J Endod*. 2017. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2017.03.036>.
101. Pirani C, Iacono F, Generali L, Sassatelli P, Nucci C, Lusvarghi L, et al. HyFlex EDM: superficial features, metallurgical analysis and fatigue resistance of innovative electro discharge machined NiTi rotary instruments. *Int Endod J*. 2016;49:483-93.
102. Abbas NM, Solomon D, Bahari MF. A review on current research trends in electrical discharge machining (EDM). *Int J Mach Tools & Manuf*. 2007;47:1214-28.

103. Daneshmand S, Kahrizi EF, Abedi E, Abdolhosseini MM. Influence of machining parameters on electro discharge machining of NiTi shape memory alloys. *Int J Electroch Sci.* 2013;8:3095–104.
104. Guo Y, Klink A, Fu C, Snyder J. Machinability and surface integrity of NiTiNOL shape memory alloy. *Manuf Bus Tech.* 2013;62:83-6.
105. Hyflex EDM Brochure\_US. Coltene/Whaledent Inc. Cuyahoga Falls, OH;2015. Disponible en:  
[https://www.coltene.com/fileadmin/Data/EN/Products/Endodontics/Root\\_Canal\\_Shaping/HyFlex\\_EDM/31328A\\_HyFlexEDM\\_Brochure\\_US.pdf](https://www.coltene.com/fileadmin/Data/EN/Products/Endodontics/Root_Canal_Shaping/HyFlex_EDM/31328A_HyFlexEDM_Brochure_US.pdf).
106. Canalda-Sahli C, Brau-Aguadé E, Sentís-Vilalta J. The effect of sterilization on bending and torsional properties of K-files manufactured with different metallic alloys. *Int Endod J.* 1998;31:48-52.
107. Alexandrou GB, Chrissafis K, Vasiliadis LP, Pavlidou E, Polychroniadis EK. SEM observations and differential scanning calorimetric studies of new and sterilized nickel-titanium rotary endodontic instruments. *J Endod.* 2006;32:675-9.
108. Zhao D, Shen Y, Peng B, Haapasalo M. Effect of autoclave sterilization on the cyclic fatigue resistance of thermally treated nickel-titanium instruments. *Int Endod J.* 2015;49:990-5.
109. Casper RB, Roberts HW, Roberts MD, Himel VT, Bergeron BE. Comparison of autoclaving effects on torsional deformation and fracture resistance of three innovative endodontic file systems. *J Endod.* 2011;37:1572-5.
110. Hayashi Y, Yoneyama T, Yahata Y, Miyai K, Doi H, Hanawa T, et al. Phase transformation behaviour and bending properties of hybrid nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Int Endod J.* 2007;40:247-53.
111. Viana ACD, Gonzalez BM, Buono VTL, Bahia MGA. Influence of sterilization on mechanical properties and fatigue resistance of nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Int Endod J.* 2006;39:709-15.

112. Yared GM, Bou Dagher FE, Machtou P. Cyclic fatigue of Profile rotary instruments after simulated clinical use. *Int Endod J.* 1999;32:115-9.
113. Plotino G, Costanzo A, Grande NM, Petrovic R, Testarelli L, Gambarini G. Experimental evaluation on the influence of autoclave sterilization on the cyclic fatigue of new nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2012;38:222-5.
114. Li XF, Zheng P, Xu L, Su Q. The influence of autoclave sterilization on surface characteristics and cyclic fatigue resistance of 3 nickel-titanium rotary instruments. *Shanghai Kou Qiang Yi Xue.* 2015;24:690-5.
115. Abernethy RB. Reliability & Statistical Analysis for Predicting Life, Safety, Survivability, Risk, Cost and Warranty Claims. En: Abernethy RB, ed. *The New Weibull Handbook.* North Palm Beach, Florida;2000.
116. ANSI/ADA Specification N° 28-2002. Root canal files and reamers, type K for hand use. Chicago IL: American Dental Association; 2002.
117. ISO 3630-3631:2008. Dentistry - Root canal instruments - Part 1: General requirements and test methods.
118. Yao JH, Schwartz SA, Beeson TJ. Cyclic fatigue of three types of rotary nickel-titanium files in a dynamic model. *J Endod.* 2006;32:55-7.
119. Anderson ME, Price JW, Parashos P. Fracture resistance of electropolished rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod.* 2007;33:1212-6.
120. Barbosa FO, Gomes JA, de Araujo MC. Influence of electrochemical polishing on the mechanical properties of K3 nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2008;34:1533-6.
121. Plotino G, Grande NM, Sorci E, Malagnino VA, Somma F. A comparison of cyclic fatigue between used and new Mtwo Ni-Ti rotary instruments. *Int Endod J.* 2006;39:716-23.
122. Li UM, Lee BS, Shih CT, Lan WH, Lin CP. Cyclic fatigue of endodontic nickel titanium rotary instruments: static and dynamic tests. *J Endod.* 2002;28:448-51.

123. Kim HC, Kwak SW, Cheung GS, Ko DH, Chung SM, Lee W. Cyclic fatigue and torsional resistance of two new nickel-titanium instruments used in reciprocation motion: Reciproc versus WaveOne. *J Endod.* 2012;38:541-4.
124. Arias A, Perez-Higueras JJ, de la Macorra JC. Differences in cyclic fatigue resistance at apical and coronal levels of Reciproc and WaveOne new files. *J Endod.* 2012;38:1244-8.
125. Kaynak Y, Tobe H, Noebe R, Karacab H, Jawahirb I. The effects of machining on the microstructure and transformation behavior of NiTi. *Script Mater.* 2014;74:60-3.
126. Lopes HP, Britto IM, Elias CN, Machado de Oliveira JC, Neves MA, Moreira EJ, et al. Cyclic fatigue resistance of ProTaper Universal instruments when subjected to static and dynamic tests. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2010;110:401-4.
127. Tzanetakis GN, Kontakiotis EG, Maurikou DV, Marzelou MP. Prevalence and management of instrument fracture in the postgraduate endodontic program at the Dental School of Athens: a five-year retrospective clinical study. *J Endod.* 2008;34:675-8.
128. Ungerechts C, Bardsen A, Fristad I. Instrument fracture in root canals - where, why, when and what? A study from a student clinic. *Int Endod J.* 2014;47:183-90.
129. Peters OA, Gluskin AK, Weiss RA, Han JT. An in vitro assessment of the physical properties of novel Hyflex nickel-titanium rotary instruments. *Int Endod J.* 2012;45:1027-34.
130. Jamleh A, Kobayashi C, Yahata Y, Ebihara A, Suda H. Deflecting load of nickel titanium rotary instruments during cyclic fatigue. *Dent Mater J.* 2012;31:389-93.
131. Lambrighs K, Wevers M, Verlinden B, Verpoest I. A fracture mechanics approach to fatigue of heavily drawn steel wires. *Procedia Eng.* 2011;10:3259-66.
132. Ravi Chandran KS, Chang P, Cashman GT. Competing failure modes and complex S-N curves in fatigue of structural materials. *Int J Fatigue.* 2010;32:482-91.

133. Roylance D. Mechanical properties of materials. Massachusetts Institute of Technology; 2008.
134. Perez-Higueras JJ, Arias A, de la Macorra JC. Cyclic fatigue resistance of K3, K3XF, and twisted file nickel-titanium files under continuous rotation or reciprocating motion. *J Endod.* 2013;39:1585-8.
135. Elsaka SE, Elnaghy AM. Cyclic fatigue resistance of OneShape and WaveOne instruments using different angles of curvature. *Dent Mater J.* 2015;34:358-63.
136. Shahabinejad H, Ghassemi A, Pishbin L, Shahravan A. Success of ultrasonic technique in removing fractured rotary nickel-titanium endodontic instruments from root canals and its effect on the required force for root fracture. *J Endod.* 2013;39:824-8.
137. Santoro M, Nicolay OF, Cangialosi TJ. Pseudoelasticity and thermoelasticity of nickel-titanium alloys: a clinically oriented review. Part I: Temperature transitional ranges. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2001;119:587-93.
138. Topcuoglu HS, Duzgun S, Akti A, Topcuoglu G. Laboratory comparison of cyclic fatigue resistance of WaveOne Gold, Reciproc and WaveOne files in canals with a double curvature. *Int Endod J.* 2017;50:713-7.
139. Da Cunha Peixoto IF, Pereira ES, da Silva JG, Viana AC, Buono VT, Bahia MG. Flexural fatigue and torsional resistance of ProFile GT and ProFile GT series X instruments. *J Endod.* 2010;36:741-4.
140. Braga LC, Magalhaes RR, Nakagawa RK, Puente CG, Buono VT, Bahia MG. Physical and mechanical properties of twisted or ground nickel-titanium instruments. *Int Endod J.* 2013;46:458-65.
141. Otsuka K, Ren X. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Progress Mater Sci.* 2005;50:511-678.
142. Duering TW, Melton KN, Stockel D. An Introduction to Martensite and Shape Memory. En: Wayman CM, ed. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys.* London:Butterworth-Heinemann;1990:p. 3-35.

143. Tripi TR, Bonaccorso A, Tripi V, Guidocondorelli G, Rapisarda E. Defects in GT rotary instruments after use: an SEM study. *J Endod.* 2001;27:782-5.
144. Troian CH, So MV, Figueiredo JA, Oliveira EP. Deformation and fracture of RaCe and K3 endodontic instruments according to the number of uses. *Int Endod J.* 2006;39:616-25.
145. Luzi A, Forner L, Almenar A, Llana C. Microstructure alterations of rotary files after multiple simulated operative procedures. *Med Oral Patol Oral y Cir Bucal.* 2010:e658-e62.
146. Schijve J. *Fatigue of structures and materials.* Dordrecht, The Netherlands: Kluwer Academic; 2001.
147. Bennett J, Chung KH, Fong H, Johnson J, Paranjpe A. Analysis of surface characteristics of ProTaper Universal and ProTaper Next instruments by Scanning Electron Microscopy. *J Clin Exp Dent.* 2017;9:e879-e85.
148. Aydin C, Inan U, Tunca YM. Comparison of cyclic fatigue resistance of used and new RaCe instruments. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2010;109:e131-4.
149. Gambarini G. Cyclic fatigue of ProFile rotary instruments after prolonged clinical use. *Int Endod J.* 2001;34:386-9.
150. Serene T, Adams J, Saxena A. *Nickel Titanium Instruments Applications in Endodontics.* St Louis, MO: Ishiyaku EuroAmerica; 1995.
151. Ounsi HF, Salameh Z, Al-Shalan T, Ferrari M, Grandini S, Pashley DH et al. Effect of clinical use on the cyclic fatigue resistance of ProTaper nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2007;33:737-41.

