

The effect of phase transformation behavior on mechanical and fatigue properties of three Nickel-Titanium rotary endodontic files

Mohaddeseh Sadat Naghibi¹, Hamed Shahmir^{2,*}, Sajjad Omidian³

1- Master's Student, Department of Materials Engineering, Faculty of Technology and Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran

2- Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Faculty of Technology and Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran

3- Associated Professor, Department of Biomaterials, Faculty of Biomedical Engineering (Center of Excellence), Amirkabir University of Technology (Tehran Polytechnic), Tehran, Iran

Article Info

Article type:
Research Article

Article History:
Received: 9 Jun 2024
Accepted: 18 Nov 2024
Published: 25 Nov 2024

Corresponding Author:
Hamed Shahmir

Department of Materials Engineering,
Faculty of Technology and
Engineering, Tarbiat Modares
University, Tehran, Iran

(Email: shahmir@modares.ac.ir)

Abstract

Background and Aims: The present investigation was conducted on the evaluation of the microstructure, phase transformation behavior, mechanical properties, and fatigue resistance of nickel-titanium rotary endodontic files. The main purpose of this investigation was to find the effect of microstructural parameters on the performance of these files.

Materials and Methods: Three rotary tools with brand names Denco, Edgeendo, and Eighteeth were studied. To evaluate the microstructure and transformation behavior of tools, metallography, X-ray diffraction, and differential scanning calorimetry methods were used. The bending test was used to check the behavior of superelasticity and memory and the microhardness test was used to evaluate the hardness of the samples. Also, cyclic fatigue behavior in a mold containing a simulated tooth canal was investigated and calculated by parametric statistical analysis. The fracture surface of the samples was also studied by scanning electron microscope.

Results: Analyses revealed the existence of a high volume fraction of R phase in the microstructure of the Edgeendo file. Rotary files with higher volume fraction of martensitic phase showed higher shape memory effect and fatigue resistance. Denco and Edgeendo rotary files with better surface quality and high volume fraction of martensitic phases in the microstructure showed better fatigue resistance compared with the Eighteeth file. In all the results, the P-value was less than 0.05.

Conclusion: Multiphase microstructure containing austenite and martensite together with appropriate phase transformation and hardness of the alloy have key roles on functional properties of rotary files. This study provides dentists with a deeper understanding of the fatigue behavior and mechanical properties of these files, enabling them to make more informed decisions in choosing the appropriate instruments for endodontic treatment.

Keywords: Nitinol, Phase transformation, Microstructure engineering, Fatigue resistance, Endodontics, Dental instruments

Cite this article as: Naghibi MS, Shahmir H, Omidian S. The effect of phase transformation behavior on mechanical and fatigue properties of three Nickel-Titanium rotary endodontic files. J Dent Med-TUMS. 2024;37:19.



ارتباط رفتار استحاله فازی با خواص مکانیکی و خستگی سه ابزار چرخشی اندودنیک نیکل-تیتانیوم

محمد سادات نقیبی^۱، حامد شاهمیر^{۲*}، سجاد امیدیان^۳

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه آموزشی مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه تربیت مدرس، تهران، ایران

۲- استادیار گروه آموزشی مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه تربیت مدرس، تهران، ایران

۳- دانشیار گروه آموزشی بیومتریال، دانشکده مهندسی پزشکی (قطب علمی)، دانشگاه صنعتی امیرکبیر (پلی‌تکنیک تهران)، تهران، ایران

اطلاعات مقاله

چکیده

زمینه و هدف: در این پژوهش ریزاساختار، رفتار استحاله فازی، خواص مکانیکی و مقاومت به خستگی سه ابزار چرخشی نیکل-تیتانیومی مورد بررسی قرار گرفت. هدف اصلی این پژوهش یافتن اثر مؤلفه ریزاساختاری بر عملکرد این ابزارها بود.

روش پژوهشی: سه ابزار چرخشی با نام‌های تجاری Denco و Edgeendo و Eighteeth مورد مطالعه قرار گرفت. به منظور ارزیابی ریزاساختار و رفتار استحاله ابزارها از روش‌های متالوگرافی، پراش پرتو ایکس و کالریمتري رویشی افتراقی استفاده شد. از آزمون خمی برای بررسی رفتار سوبرالاستیسیته و حافظه داری و از ریزاسختی سنتجی جهت ارزیابی سختی نمونه‌ها بهره گرفته شد. همچنین رفتار خستگی چرخه‌ای در یک قالب حاوی کاتال شیبه سازی شده دندان مورد بررسی و توسط آنالیز آماری پارامتریک محاسبه شد. سطح شکست نمونه‌ها نیز توسط یکریوسکوپ الکترونی رویشی مطالعه شد.

یافته‌ها: آنالیز کالریمتري رویشی افتراقی به همراه نتایج پراش پرتو ایکس گواه حضور درصد بالای فاز R در ابزار Edgeendo است. ابزارهای با کسر حجمی بالاتر فاز مارتزیت سختی کمتر اما میزان حافظه داری و مقاومت به خستگی بهتری از خود نشان دادند. دو ابزار Denco و Edgeendo با کیفیت سطحی مطلوب‌تر و کسر حجمی بالاتر از فاز مارتزیت در ریزاساختار، مقاومت به خستگی چرخه‌ای بهتری نسبت به ابزار Eighteeth داشتند. در تمامی نتایج مقادیر P-value کمتر از ۰/۰۵ بود.

نتیجه گیری: ریزاساختاری حاوی فازهای مارتزیت و آستنیت به همراه دماهای استحاله و سختی مناسب آلیاژ نقش مهمی بر عملکرد ابزارهای چرخشی دارد. این تحقیق به انتخاب بهینه این ابزارها در درمان ریشه دندان کمک خواهد کرد و امکان دستیابی به نتایج بهتری در درمان را فراهم می‌آورد.

نویسنده مسؤول:
حامد شاهمیر

(Email: shahmir@modares.ac.ir)

کلید واژه‌ها: نایتینول، استحاله مارتزیتی، مهندسی ریزاساختار، مقاومت به خستگی، ریشه دندان، ابزار دندانپزشکی

مقدمه

شناخته می شود نکته حائز اهمیت در مورد فاز آستنتیت، قابلیت بازیابی تغییر شکل های قابل توجهی است که می تواند تا ۶ درصد کرنش مهندسی تحت کشش تک محوره باشد. این خاصیت که به "اثر سوپرالاستیسیته" معروف است، به ابزارهای نیکل-تیتانیومی با ریزساختار آستنتی اجازه می دهد تا مقادیر بالایی از گشتاور را در هنگام شکست از خود نشان دهند. همچنین، این ابزارها به دلیل سختی بالای خود، از برندگی بالایی برخوردارند (۱۰، ۱۱). در نتیجه این ابزارها برای هستند. فاز مارتزیت^{۱۹} دارای ساختار بلوری مونوکلینیک است که به عنوان فاز دما پایین شناخته می شود. این فاز نرم و انعطاف پذیر است و ضریب کشسانی پایینی نسب به بسیاری از آلیاژهای مهندسی از خود نشان می دهد. نکته مهم در مورد این فاز، ایجاد امکان قابلیت بازیابی تغییر شکل های قابل توجه (تا ۶ درصد کرنش مهندسی تحت کشش تکمحوره) با حرارت دهی تا دمای پایداری فاز آستنتیت است که این خاصیت تحت عنوان اثر حافظه داری شناخته می شود (۱۱). ابزارهای مارتزیتی انعطاف پذیرتر هستند و مقاومت در برابر خستگی چرخه ای بیشتری دارند (۱۲). شکست ناشی از خستگی چرخه ای به احتمال زیاد در کانال های ریشه با احتیاج شدید رخ می دهد. به همین دلیل از ابزارهای با ریزساختار مارتزیتی برای درمان کانال های ریشه منحنی شکل استفاده می شود (۱۳). فاز مارتزیت R با ساختار بلوری تریکوئنال یک فاز میانی بین آستنتیت و مارتزیت^{۱۹} شناخته می شود که تحت شرایط خاصی شامل عملیات ترمومکانیکی می تواند در آلیاژ همچنین، گزارش شده است که فرآیندهای مختلف تولید، روش های طراحی و ویژگی های فیزیکی آلیاژ بر عملکرد بالینی ابزارهای چرخشی مورد استفاده در درمان ریشه تأثیر می گذارد (۴). بنابراین، تمرکز به سمت استفاده از روش های مختلف عملیات ترمومکانیکی آلیاژ شده است.

از نظر متالورژیکی، درصد عناصر نیکل و تیتانیوم در آلیاژ نقش اساسی در پایداری هر یک از فازهای یادشده و متعاقباً بروز پدیده سوپرالاستیسیته و حافظه داری ایفا می کند. هرچند تاریخچه فرآوری آلیاژ شامل عملیات حرارتی یا عملیات ترمومکانیکی نیز نقش مهمی دارد (۱۰، ۱۴، ۱۵). عملیات ترمومکانیکی یک فرآیند متالورژیکی است که شامل ترکیب روش های مکانیکی شامل نورد یا کشش و عملیات حرارتی بعدی است (۱۶-۱۸). عملیات ترمومکانیکی را می توان در طول فرآیند تولید آلیاژ و ابزارها اعمال کرد. عملیات حرارتی آلیاژ یک رویکرد مدرن برای مهندسی ریزساختار، تنظیم خواص سوپرالاستیسیته و حافظه داری و

در اوایل دهه ۱۹۹۰ نوآوری های متعددی در ابزارهای درمان کanal ریشه دندان معرفی شد. به ویژه، توسعه ابزارهای چرخشی انعطاف پذیر با استفاده از آلیاژ نیکل-تیتانیوم به جای فولاد زنگ نزن، که مدت ها استفاده می شد، مورد توجه قرار گرفت. معرفی آلیاژ حافظه دار نیکل-تیتانیوم یکی از بزرگترین تغییرات تکاملی در درمان ریشه است، زیرا در کنار بهبود مؤثر کیفیت تمیز کردن و شکل دهی کانال دندان، عوارض و خطاهای جین کار را به طور قابل توجهی کاهش داده است (۱۲). Civjan و همکاران (۳) اولین کسانی بودند که استفاده از آلیاژهای نیکل-تیتانیوم که به نایتول معروف است را برای تولید ابزارهای درمان کanal ریشه دندان در سال ۱۹۷۵ پیشنهاد کردند. اولین ابزارهای چرخشی نیکل-تیتانیوم معرفی شده در سال ۱۹۹۲ توسط مک اسپادن طراحی شد (۱). امروزه این آلیاژها به طور گسترده ای در ابزارهای درمان کanal ریشه مورد استفاده قرار می گیرد و از زمان معرفی تاکنون، تغییرات قابل توجهی را تجربه کرده است. در ابتدا، تمرکز صنعت دندانپزشکی بر گسترش فایل ها معطوف به افزایش کارایی برش آن ها بود. اما با گذشت زمان و به دلیل وقوع تغییر شکل و شکستگی های ناگهانی در حین استفاده، توجه ویژه ای به اصلاح و تبدیل آلیاژهای پایه نیکل-تیتانیوم برای تولید ابزارهای چرخشی جلب شد (۴، ۵). در واقع، دو ویژگی سوپرالاستیسیته و حافظه داری که در نتیجه استحالة فازی در آلیاژ نیکل-تیتانیوم رخ می دهد سبب توجه چشمگیر به این آلیاژ شده است. همچنین، گزارش شده است که فرآیندهای مختلف تولید، روش های طراحی و ویژگی های فیزیکی آلیاژ بر عملکرد بالینی ابزارهای چرخشی مورد استفاده در درمان ریشه تأثیر می گذارد (۴). بنابراین، تمرکز به سمت استفاده از روش های مختلف عملیات ترمومکانیکی آلیاژ نیکل-تیتانیوم به منظور مهندسی ریزساختار، بهبود خواص و در نتیجه افزایش انعطاف پذیری ابزارهای چرخشی مورد استفاده در دندانپزشکی معطوف گردید (۶، ۷). گزارش شده است که استفاده از عملیات حرارتی مناسب با حفظ ساختار بلوری آلیاژ می تواند منتج به انعطاف پذیری بیشتر و متعاقباً مقاومت بیشتر در برابر شکست شود (۸، ۹).

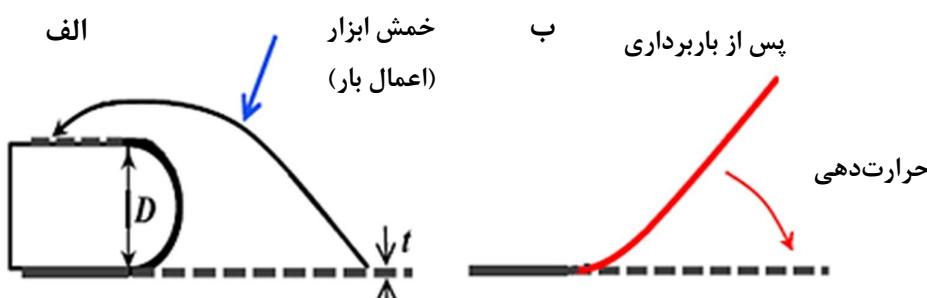
ریزساختار ابزارهای چرخشی نیکل-تیتانیوم می تواند مشکل از سه فاز آستنتیت B2، فاز مارتزیت R و فاز مارتزیت^{۱۹} باشد. فاز آستنتیت با ساختار بلوری مکعبی، به عنوان فاز دما بالا در آلیاژهای نیکل-تیتانیوم

روش بررسی

پژوهش حاضر کار تحقیقاتی دانشگاه تربیت مدرس با همکاری شرکت صنایع پزشکی هامرز است. در این پژوهش ابزارهای چرخشی با نام‌های تجاری Denco (چین)، Edgeendo (آمریکا) و Eighteeth (چین) به تعداد ۱۰ نمونه از هر نشان تجاری برای هر یک از آزمون‌های خمش و خستگی مورد استفاده قرار گرفت. جهت بررسی ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری (OM)، نمونه‌ها پس از سنباده زنی با ذرات SiC از مش ۴۰۰ تا ۲۵۰۰ و پولیش مکانیکی به کمک سوسپانسیون آلمینیا با ابعاد $3\text{ }\mu\text{m}$ ، توسط محلول آب مقطر-هیدروفلوریک اسید-اسید نیتریک (به نسبت ۱/۵-۳/۱) حکای شیمیابی شدند. برای آنالیز حرارتی کالریمتری روشی افتراقی (DSC)، نمونه‌هایی با وزن ۵۰ mg از این ابزارها تهیه شد. برای این آزمون نمونه‌ها با دو سیکل سرمایش و گرمایش در محدوده دمایی ۱۰۰-۱۰ درجه سانتی گراد با نرخ حرارتی ۱۰ درجه سانتی گراد بر دقيقه تحت گاز خنثی مورد بررسی قرار گرفت. شناسایی فازی نمونه‌ها توسط دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD) (مدل Philips MPD X'Pert MPD) ساخت کشور هلند) دارای تیوب مس با طول موج ۱۵۴ nm و اندازه ۴۰mA گام $0^{\circ}/0^{\circ} ۲۰$ در محدوده $۳۵-۵۵^{\circ}$ با ولتاژ 40 kV و جریان 40 mA انجام شد.

همچنین درصد فازهای موجود در نمونه‌ها با توجه به نسبت شدت پیک‌های شناسایی شده برای هر فاز محاسبه شد (۲۲). به منظور ارزیابی رفتار خمشی ابزارهای قالب خاصی طراحی گردید که دارای قوسی به شعاع ۲۴ میلی متر بود که فایل روی این قوس خوابانده شد تا با توجه به ابعاد سطح مقطع ابزارهای مورد بررسی، کرنش خمشی $\frac{1}{3}\%$ را اعمال نماید (۲۳). طرح واره این آزمون در شکل ۱ ارائه شده است.

همچنین بهبود مقاومت در برابر خستگی چرخهای ابزارها است. این فرآیند شامل حرارت دهنی تا دمای معین، نگهداری در این دما طی زمان مشخص و سرمایش کنترل شده است (۱۹، ۷). فرآیندهای مدرن مبنی بر توسعه ابزارهای چرخشی مبتنی بر این دانش است. خواص مکانیکی آلیاژ هم اتمی نیکل-تیتانیوم به رفتار استحاله فازی این آلیاژ تحت بار اعمالی بستگی دارد و می‌توان آن را با اعمال تعییرات ریزساختاری طی عملیات ترمومکانیکی کنترل کرد. همچنین تأیید شده است که پدیده‌های متالورژیکی شامل تعییر ترکیب شیمیابی زمینه آلیاژ، رسوب گذاری، بازیابی و تبلور مجدد ریزساختاری حين عملیات حرارتی می‌تواند بر رفتار استحاله و خواص مکانیکی آلیاژهای نیکل-تیتانیوم و متعاقباً عملکرد ابزاری چرخشی ساخته شده از این آلیاژها اثرگذار باشد (۲۱، ۶، ۲۰). هدف این پژوهش بررسی رفتار خستگی و دیگر ویژگی‌های مکانیکی (سختی، رفتار خمشی، الاستیسیته) سه ابزار چرخشی نیکل-تیتانیوم و ارتباط مؤلفه‌های ریزساختاری و فازی آن‌ها با رفتار بیان شده است. بررسی خواص مکانیکی و ریزساختاری ابزارهای چرخشی نیکل-تیتانیومی اهمیت زیادی دارد، زیرا انتخاب مناسب این ابزارها می‌تواند تأثیر قابل توجهی بر نتایج درمان دندانپزشکی داشته باشد. یافته‌های این مطالعه به دندانپزشکان کمک می‌کند تا با شناخت دقیق تر ویژگی‌های مختلف ابزارها، از جمله مقاومت به خستگی و رفتار سوپرالاستیسیته، انتخاب بهتری در مورد ابزارهای مورد استفاده خود داشته باشند. این انتخاب مناسب می‌تواند به کاهش عوارض جانبی، افزایش کیفیت و تسهیل فرآیند درمان کمک کند. به علاوه، با توجه به اینکه ابزارهای چرخشی نیکل-تیتانیومی به طور گستردگی در دندانپزشکی استفاده می‌شوند، نتایج این تحقیق می‌تواند راهنمایی مفیدی برای دندانپزشکان در انتخاب ابزار مناسب در شرایط بالینی ارائه دهد.



شکل ۱- طرح واره آزمون خمن برای سنجش میزان اثر سوپرالاستیسیته و حافظه داری ابزارهای چرخشی مورد مطالعه. الف- اعمال نیرو و خمن فایل به دور قالب و ب- اعمال حرارت و بازیابی فایل به شکل اولیه

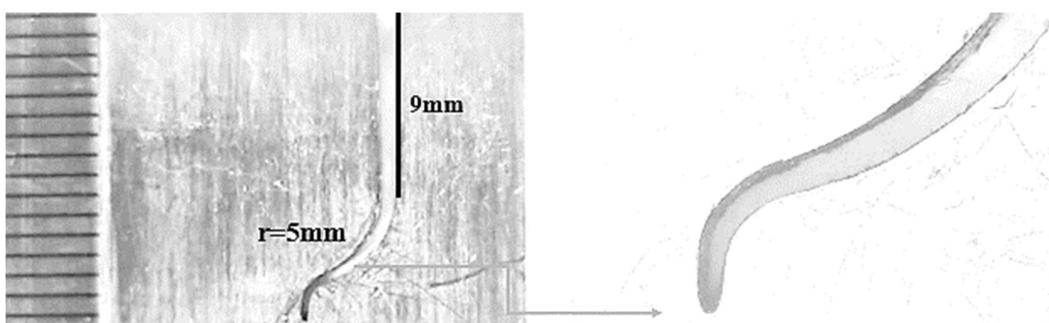
آزمایش به دست آید. هر ابزار آزادانه در داخل کanal می‌چرخید تا زمانی که شکست رخ دهد و زمان بین فعل شدن ابزار و بروز شکست با استفاده از یک کرنومتر دیجیتال با حساسیت ۰/۰۱ ثانیه ثبت شد و سپس تعداد چرخه‌های منتهی به شکست (NCF) محاسبه شد (۲۵). شایان ذکر است که آزمایش فوق برای هر یک از ابزارها از هر نشان تجاری به تعداد ۱۰ بار تکرار شد. تعداد چرخه‌های منتهی به شکست ابزارها به همراه مقادیر میانگین و انحراف معیار هر گروه توسط آنالیز آماری پارامتریک محاسبه شد. بررسی سطوح شکست توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FE-SEM) TESCAN مدل MIRA3 انجام گرفت.

یافته‌ها

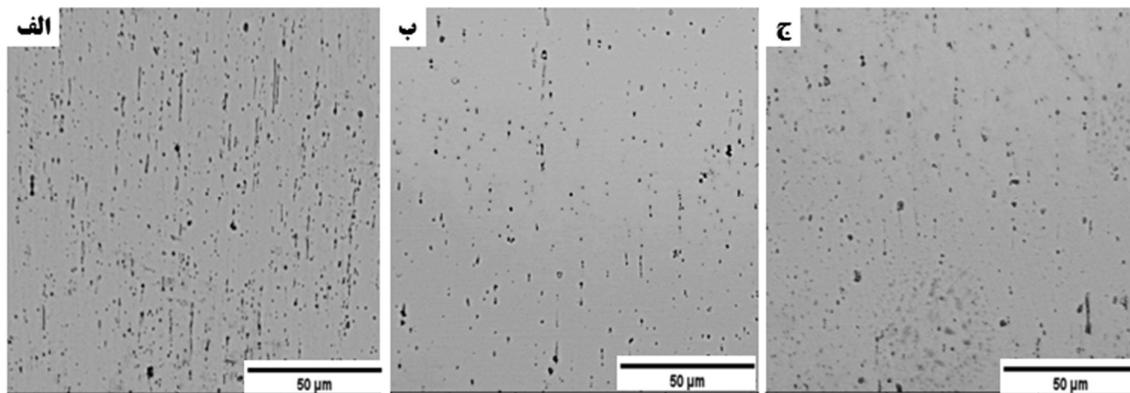
تصاویر میکروسکوپ نوری برای نمونه‌های Edgeendo و Eighteeth در شکل ۳ نشان داده شده است. در این تصاویر ذرات پراکنده فاز ثانویه در زمینه مشاهده می‌شود. بررسی آنالیز ذرات توسط EDS نشان می‌دهد که این ذرات اکسیدهای پیچیده‌ای حاوی نیکل و تیتانیوم هستند. بررسی ریزاساختار گواه آن است که اندازه میانگین ذرات برای سه نمونه Edgeendo، Denco و Eighteeth به ترتیب $2/8$ ، $1/8$ و $1/4$ میکرون و کسر حجمی رسوبات به ترتیب $1/7$ ، $2/1$ و $1/2$ درصد اندازه‌گیری شد. لازم به ذکر است این اندازه‌گیری‌ها توسط نرم افزار ImageJ روی تصاویر به دست آمده از نواحی مختلف انجام گرفت.

در این آزمون، پس از تثبیت ابزار در قالب با اعمال نیرو، ابزار روی قوس خوابانده شد و به این صورت کرنش خمی اعمال گردید. پس از باربرداری، بازیابی شکلی توسط ابزار مؤید میزان کرنش الاستیک و سوبرالاستیک آن است. با قراردهی ابزار به همراه قالب روی صفحه‌ای با حرارت ۷۰ درجه سانتی گراد، بازیابی شکل تحت حرارت که مؤید رفتار حافظه داری است، سنجیده شد.

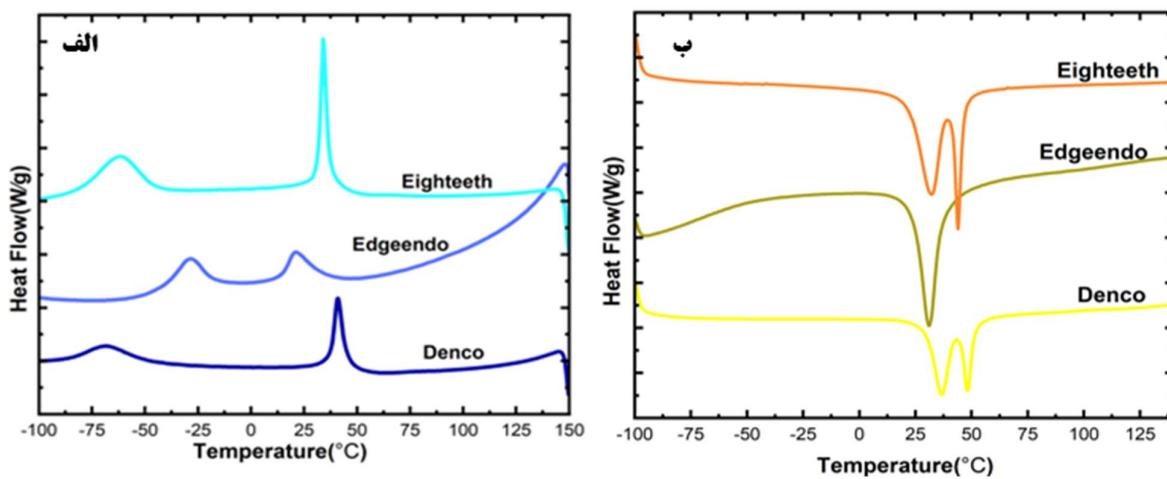
ریزسختی سنجی (Microhardness Measurement) ابزارها توسط دستگاه ریزسختی سنجی ویکرز تحت بارگذاری ۱۰۰ گرم نیرو به مدت ۱۰ ثانیه با میانگین گیری از حداقل ۳ نقطه اثر، انجام شد. بررسی توپوگرافی سطحی و سطح مقطع ابزارها، توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FE-SEM) TESCAN مدل MIRA3 مجهز به طیف‌سنج پرتو ایکس پراکنده انرژی (EDS) ساخته کشور چک استفاده شد. رفتار مکانیکی ابزارها تحت بارگذاری خمی متنابع در یک کanal دندانی شبیه سازی و ساخته شده از فولاد زنگ نزن شامل کanal مخروطی ۹ میلی متری با شعاع انحنای ۵ میلی متر انجام شد (۲۶). قالب ساخته شده برای این آزمون در شکل ۲ نشان داده شده است. آزمون فوق با سرعت چرخش ابزار ۳۰۰ دور در دقیقه توسط یک اندوموتور (مدل E-Connect ساخت شرکت Eighteeth چین)، که امکان ثبت لحظه‌ای (۰/۰ ثانیه) گشتاور با حساسیت ۰/۰۵ N.cm را فراهم می‌کند، انجام شد. لازم به ذکر است نوک تمام ابزارها در انتهای کanal و در یک نقطه در فاصله ۵ میلی متری از انتهای بلوك قرار گرفتند تا تکرار پذیری



شکل ۲- کanal دندانی شبیه سازی شده مورد استفاده در آزمون خستگی



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های (الف) Denco، (ب) Edgeendo و (ج) Eighteenth



شکل ۴- نمودارهای DSC برای نمونه‌های Denco، Edgeendo و Eighteenth، (ب) گرمایش، (ب) گواه بروز استحاله گرمگیر هستند

جدول ۱- دماهای استحاله فازی آستنیت- R- مارتنتزیت برای نمونه‌های Denco، Edgeendo و Eighteenth

ابزار	سطح شکست نهایی (%)	اندازه دیمپل (μm)	فاصله میان خطوط خستگی در مرحله رشد (μm)	تعداد چرخه تا شکست (NCF)
Denco	۶۱	۲/۷±۱/۳	۲/۴	۵۲۸±۰/۲۵
Edgeendo	۶۴	۲/۶±۱/۲	۱/۹	۵۱۳±۰/۱۵
Eighteenth	۵۷	۳/۴±۱/۷	۱/۰	۲۹۷±۰/۱۵

قله استحاله رفت و برگشت را نشان می‌دهد. در سیکل سرمایش سه نمونه، استحاله مارتنتزیتی دو مرحله‌ای مشاهده می‌شود. در سیکل گرمایش، در دو ابزار Edgeendo و Eighteenth، استحاله فازی دو مرحله‌ای آستنیت به مارتنتزیت و استحاله برگشتی در نمونه‌ها است. دماهای استحاله در جدول ۱ آورده شده است. دماهای شروع، قله و پایان استحاله به ترتیب با زیروندهای s , p و f نشان داده شده است و Δ اختلاف دمای

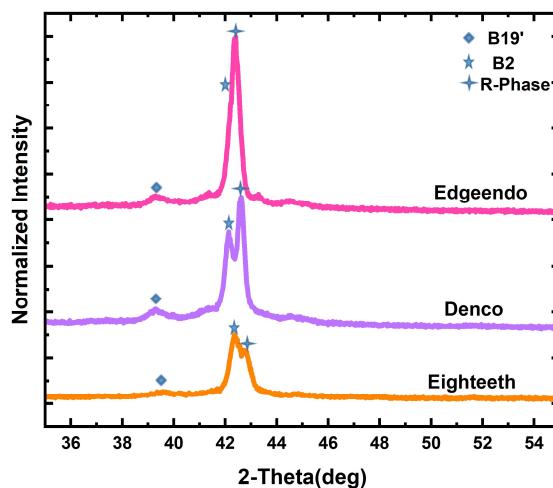
شکل ۴ الف و ب نتایج آزمون کالریمتری روبشی افتراقی به ترتیب طی سرمایش و گرمایش را نشان می‌دهد. ظهور قله‌های گرمایش در سیکل سرمایش و گرمگیر در سیکل گرمایش به ترتیب مؤید بروز استحاله آستنیت به مارتنتزیت و استحاله برگشتی در نمونه‌ها است. دماهای استحاله در جدول ۱ آورده شده است. دماهای شروع، قله و پایان استحاله به ترتیب با زیروندهای s , p و f نشان داده شده است و Δ اختلاف دمای

مقادیر کرنش خمشی بازیابی شده با باربرداری و حرارت دهی که به ترتیب مؤید بروز اثر سوپرالاستیسیته و حافظه داری است در جدول ۳ آورده شده است. لازم به ذکر است که تمامی نمونه‌ها کرنش اعمالی را کامل بازیابی کردند و تغییر شکل دائمی در هیچ یک از نمونه‌ها مشاهده نگردید. لازم به ذکر است که هر یک از نتایج مندرج در جدول برای هر نمونه حاصل از سنجش سه ابزار و سه بار تکرار برای هر ابزار است. نتایج گواه آن است ابزار Edgeendo بالاترین میزان حافظه داری و ابزار Denco آن است ابزار Edgeendo بالاترین میزان سوپرالاستیسیته را در میان ابزارهای مورد مطالعه نشان می‌دهد. نتایج آزمون ANOVA نشان داد که تفاوت معنی داری بین گروههای مختلف ابزارهای دندانی در مورد کرنش بازیابی شده با حرارت و باربرداری وجود دارد که طی آن P -value کمتر از 0.05 به دست آمد. این نتیجه نشان می‌دهد که ابزارهای Denco و Edgeendo و Eighteeth از نظر آماری تفاوت قابل توجهی در رفتار حافظه داری و سوپرالاستیسیته دارند. این تفاوت‌ها نمی‌توانند به طور تصادفی اتفاق افتاده باشند. بنابراین، انتخاب ابزار بر اساس این ویژگی‌ها ممکن است تأثیر بسزایی در عملکرد بالینی داشته باشد.

ریزساختی‌سنگی ابزارهای Denco، Edgeendo و Eighteeth به Edgeendo و Eighteeth ترتیب اعداد 7 ± 2 ، 263 ± 6 و 268 ± 6 ویکرزا نشان می‌دهد. این نتایج مؤید سختی بالاتر ابزار Eighteeth در مقایسه با سایر ابزارهای مورد ارزیابی است.

(M_s) و کمتر از دمای شروع استحالة آستینتی (A_f) است.

الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های مختلف مورد بررسی در شکل ۵ آمده است و درصد فازهای محاسبه شده نیز در جدول ۲ آورده شده است. بررسی‌ها گواه آن است که ریزساختار هر سه ابزار حاوی فازهای B19' و R است. بررسی دقیق تر این نتایج نشان می‌دهد Edgeendo که شدت پیک‌های مشخصه فاز مارتنزیتی R در ابزارهای Denco و Edgeendo بیشتر است. این در حالی است که در مورد ابزار Eighteeth پیک غالب مربوط به فاز آستینت است.



شکل ۵- نتایج پراش پرتو ایکس برای نمونه‌های Edgeendo، Denco و Eighteeth

جدول ۲- درصد عناصر برای نمونه‌های Edgeendo، Denco و Eighteeth

میزان فازهای موجود (%)			ابزارها
فاز مارتنزیتی 'B19'	فاز مارتنزیتی R	فاز آستینتی B2	
۹	۵۰	۴۱	Denco
۶	۶۴	۳۰	Edgeendo
۱۰	۳۲	۵۸	Eighteeth

جدول ۳- مقادیر کرنش خمشی اندازه گیری شده برای ابزارهای مورد مطالعه ($P<0.05$)

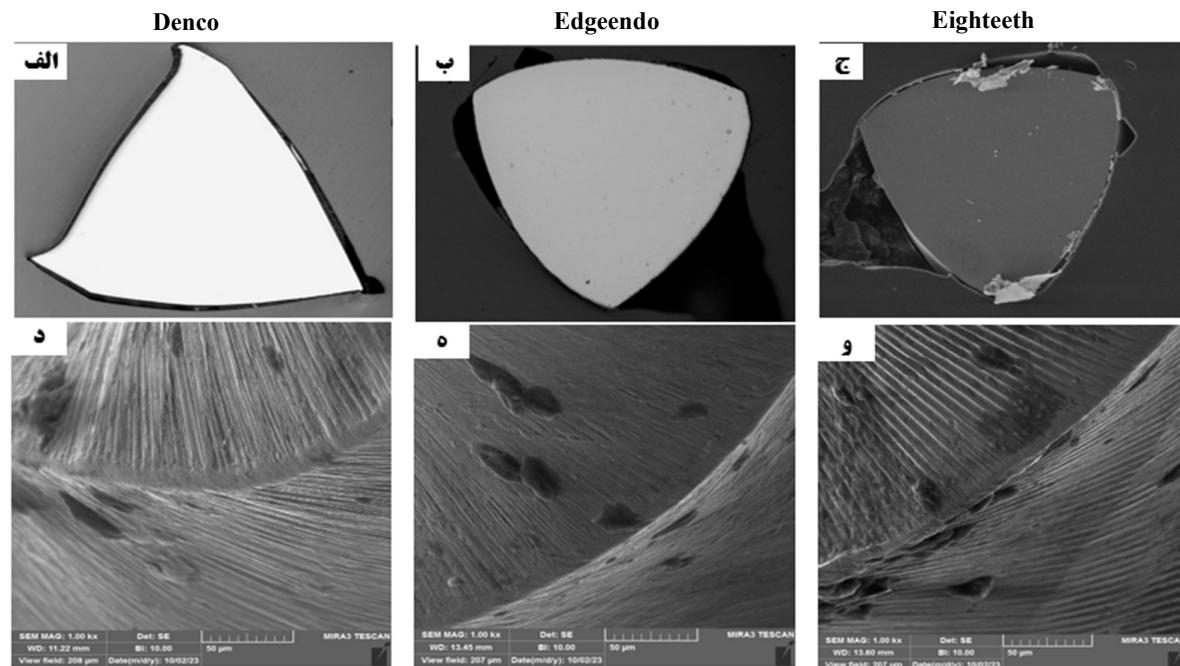
ابزارها	کرنش بازیابی شده با حرارت (%)	کرنش بازیابی شده با باربرداری (%)
Denco	$1/38 \pm 0.05$	$1/62 \pm 0.05$
Edgeendo	$1/41 \pm 0.05$	$1/59 \pm 0.05$
Eighteeth	$1/0.9 \pm 0.05$	$1/91 \pm 0.05$

داده‌های مربوط به نتایج آزمون خستگی به همراه مؤلفه‌های به دست آمده از شکست نگاری ابزارها در جدول ۴ آورده شده است. شکل ۷ نیز تصاویر سطوح شکست هر سه ابزار آزمایش شده را نشان می‌دهد. لازم به ذکر است تعداد چرخه شکست پایین ابزارها، نشان دهنده بروز شکست خستگی کم چرخه در ابزارها تحت شرایط آزمون بوده است. نتایج گواه آن است که ابزارهای Denco و Edgeendo و Eighteeth به ترتیب تعداد چرخه شکست ۵۲۸، ۵۱۳ و ۲۹۷ را تحمل کرده‌اند که در این میان دو ابزار اول نسبت به ابزار Eighteeth مقاومت بیش از ۱/۷ برابر را نشان می‌دهند. در تحلیل آماری انجام شده، ابتدا با استفاده از آزمون ANOVA، تفاوت معنی دار بین سه گروه ابزارهای Edgeendo و Denco و Eighteeth مشاهده شد ($P=0.0016$).

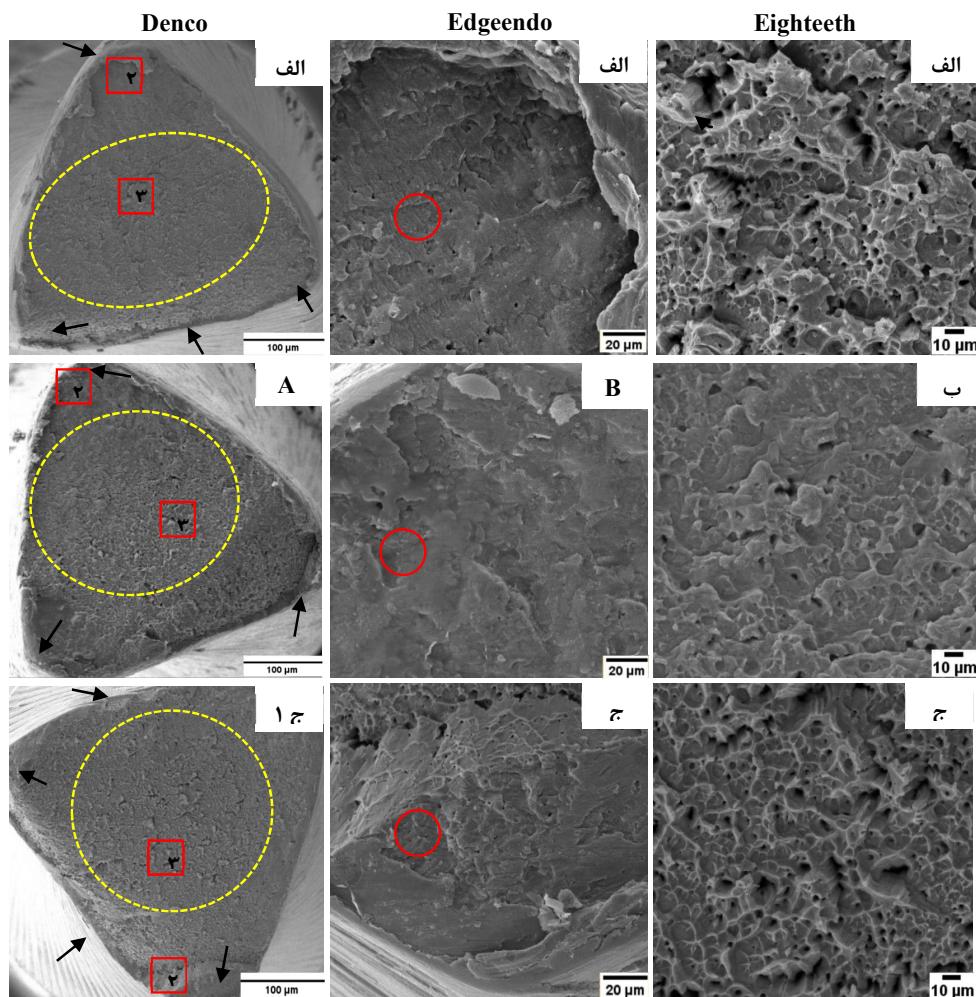
تصاویر سطح مقطع فایل‌ها به همراه توبوگرافی لبه برش سه ابزار Denco و Edgeendo و Eighteeth در شکل ۶ نشان داده شده است. نتایج گواه تفاوت عمدۀ طراحی ابزار Denco نسبت به دو ابزار دیگر است. فاصله بین خطوط ماشین کاری برای ابزارهای Edgeendo و Eighteeth به ترتیب برابر است با ۲/۷ و ۲/۰ میکرومتر، که در این میان بیشترین فاصله بین خطوط متعلق به ابزار Eighteeth است. این اعداد می‌توانند معیاری از کیفیت ماشین کاری سطحی باشد به گونه‌ای که ابزارهای Edgeendo و Eighteeth به ترتیب بهترین و بدترین سطح ماشین کاری را دارند. لازم به ذکر است که طراحی ابزار و کیفیت سطح ماشین کاری می‌توانند نقش به سزاگی بر مقاومت به خستگی ابزارهای یاد شده داشته باشد.

جدول ۴- نتایج آزمون خستگی خمسی- چرخشی و مؤلفه‌های به دست آمده از شکست نگاری ابزارهای مورد مطالعه

ابزار										
دماهای استحاله (درجه سانتی گراد)										
TR	ΔT	A _f	A _p	A _s	M _f	M _p	M _s	R _f	R _p	R _s
۴۷	۱۰۴	۴۳	۳۶	۲۹	-۸۶	-۶۸	-۴۹	۳۷	۴۰	۴۵
۳۸	۵۹	۳۷	۳۱	۲۳	-۴۲	-۲۸	-۱۶	۱۴	۲۱	۳۴
۳۶	۱۰۴	۴۶	۴۳	۴۱	-۸۱	-۶۱	-۴۴	۳۱	۳۴	۳۷



شکل ۶- تصاویر به ترتیب سطح مقطع و لبه‌های برش ابزارهای (الف و د) Denco، (ب و ۵) Edgeendo و (ج و ۶) Eighteeth



شکل ۷- تصاویر SEM از سطوح شکست ابزارهای (الف) Denco، (ب) Edgeendo و (ج) Eighteeth؛ مناطق مشخص شده با شماره‌های ۲ و ۳ با بزرگ نمایی بیشتر در کنار تصاویر نشان داده شده‌اند. پیکان‌های مشکی‌رنگ محل‌های شروع ترک، خط‌چین‌های زردرنگ حدود نواحی شکست نهایی و دوایر قرمزرنگ نواحی خطوط خستگی در مرحله دوم رشد ترک خستگی را نشان می‌دهند.

بحث و نتیجه گیری

پیش‌تر، اهمیت انعطاف پذیری بالا و مقاومت به خستگی مناسب برای ابزارهای درمان ریشه مطرح شد. این نیازمندی‌ها عمدتاً از طریق مهندسی ریزاساختار و عملیات کارسرد و آنلیل بهبود می‌یابند. حضور فارهای مختلف آستنیت B2، مارتنتزیت' B19' و فاز میانی مارتنتزیتی R در ریزاساختار به همراه مؤلفه‌های متالورژیکی نظیر میزان عیوب ریزاساختاری موجود، اندازه دانه و حضور رسوبات نانومتری Ni_4Ti_3 نقش تعیین‌کننده‌ای بر رفتار حافظه داری و سوپرالاستیسیته این ابزارها و مقاومت به خستگی آن‌ها ایفا می‌کند (۲۶). طراحی و شرایط سطحی

این تفاوت‌ها نمی‌توانند به طور تصادفی اتفاق افتاده باشند و بنابراین ویژگی‌های مربوط به هر گروه تأثیر مشخصی بر تعداد چرخه‌های منتهی به شکست دارند. در ادامه نتایج آزمون t-test نشان داد که تفاوت آماری معنی داری بین Eighteeth و Denco ($P=0.0026$) و همچنین بین Edgeendo و Eighteeth ($P=0.0013$) وجود دارد، اما بین Denco و Edgeendo تفاوت معنی داری مشاهده نشد ($P=0.8282$). این نتایج نشان می‌دهند که ابزارهای Eighteeth از لحاظ تعداد چرخه‌های منتهی به شکست به طور معنی داری با دو ابزار دیگر متفاوت است، در حالی که Edgeendo و Denco عملکرد نسبتاً مشابهی دارند.

نظر می‌رسد ریزساختار در دمای اتاق پس از عملیات حرارتی حاوی فاز R و آستینیت باشد. آنالیز ریزساختاری به کمک پراش پرتو ایکس مؤید این مطلب است. نتایج آزمون‌های DSC و XRD تأیید می‌کند که ابزارها دارای ساختارهای چند فازی هستند. بهویژه، ابزار Edgeendo بالاترین دمای پایان استحاله R را در سیکل سرمایش نشان می‌دهد که نشان‌دهنده درصد بالای فاز R در این ابزار است. دمای اتاق برای ابزارهای دیگر در سیکل سرمایش به گونه‌ای است که مقادیری فاز آستینیت نیز وجود خواهد داشت. با توجه به کارکرد ابزار در دهان و با دمای حدودی ۳۷ درجه سانتی‌گراد، می‌توان فاز غالب در ابزارها را با دنبال کردن سیکل گرمایش پیش‌بینی کرد. توجه به این نکته ضروری است که این نتایج تحت شرایط کنترل شده با نرخ سرمایش و گرمایش ثابت ۱۰ درجه سانتی گراد بر دفیقه به دست آمده است. بنابراین، انتظار می‌رود با توجه به تاریخچه فرآوری ابزارها، اندکی انحراف از دماهای مندرج در جدول ۱ وجود داشته باشد. بررسی پسماند حرارتی (Hysteresis) از نتایج نشان می‌دهد که ابزار Edgeendo هیسترزیس کمتری دارد. به طور کلی، در ابزارهای چرخشی، هیسترزیس‌های کوچک‌تر به عنوان ویژگی مطلوب شناخته می‌شوند، زیرا این ویژگی نشان‌دهنده ثبات و دقت بالاتر در عملکرد ابزار است (۱۴). شناسایی فازها در نمونه‌ها با استفاده از پراش اشعه ایکس نشان‌دهنده وجود دو فاز اصلی، شامل آستینیت با دمای بالا و مارتنتزیت با دمای پایین، به همراه یک فاز میانی R است (شکل ۵ و جدول ۲). همچنین، عملیات حرارتی می‌تواند پایداری این فازها را در دمای محیط حفظ کند (۲۸). نتایج آزمون‌های DSC و XRD نشان‌دهنده حضور ساختارهای پیچیده چندفازی در هر سه فایل بود و همپوشانی خوبی بین آن‌ها مشاهده شد.

شکل ۵ و جدول ۳ نتایج آزمون حافظه داری برای نمونه‌های Edgeendo، Denco و Eighteeth در شرایط مشابه آزمون را نشان می‌دهد. با درنظرگرفتن نتایج DSC می‌توان انتظار داشت که در دمای انتخابی برای آزمون حافظه داری (۷۰ درجه سانتی گراد)، استحاله کامل فاز آستینیت حاصل شود و بازیابی کرنشی به صورت کامل به دست آید. لازم به ذکر است که میزان بازیابی با برابرداری معیاری از میزان حضور فاز آستینیت و میزان بازیابی با حرارت معیاری از میزان حضور فازهای مارتنتزیتی¹⁹ و R است. همچنین، بروز تغییر شکل دائمی گواه بروز لغش و استحکام پایین آلیاژ است. اساساً از اهداف اصلی عملیات

ابزار بر رفتار خستگی این ابزارها تأثیر می‌گذارد. ابزارهای چرخان داخل کanal دندانی تحت نیروهای مختلفی مانند برش، پیچش، خم شدن، کشش و فشار آپیکال قرار می‌گیرند. این نیروها منجر به تشکیل ریزترک‌هایی در سطح تیغه‌های سطحی ابزار می‌شود که می‌تواند جوانه زنی ترک (تشکیل ترک اولیه) خستگی را به همراه داشته باشد. تمرکز تنش در عیوب نیز می‌تواند باعث انتشار ترک به ناحیه مجاور و در نهایت منجر به شکستگی شود. بنابراین، عیوب سطحی می‌تواند تشکیل ترک خستگی را تغییب نماید.

با توجه به آن که عیوب ریزساختاری نظیر حضور آخال‌ها (ناخالصی‌ها یا ذرات ناخواسته) می‌تواند عمر خستگی را بکاهند. در بررسی ریزساختاری ابزارهای مورد مطالعه (شکل ۳) در کنار آنالیز عصری توسط EDS، ریزساختار شامل ذرات فاز ثانویه کروی در زمینه است. این رسوبات می‌تواند اکسیدهای پیچیده نیکل- تیتانیوم (Ti_xNi_yO) باشد. منشأ این رسوبات اکسیدی، اکسیژنی است که در ماده اولیه وجود داشته و یا حین فرآیند وارد ماده می‌شود. به طور کلی، کسر حجمی کمتر و اندازه رسوبات اکسیدی ریزتر مؤید بروز خواص مکانیکی بهتر و نشانی از کیفیت آلیاژ نیکل- تیتانیوم مورداستفاده است (۲۷). اساساً اعمال بارهای خمشی و پیچشی حین عملکرد این ابزارها در کanal ریشه شرایط کاری دشواری را سبب می‌شود که به بروز خستگی کم چرخه و شکست این ابزارها می‌انجامد. توجه به این نکته ضروری است که در خستگی کم چرخه، عامل کنترل کننده، رشد ترک خستگی و نه جوانه زنی ترک است. در بحث رشد ترک خستگی نیز شرایط ریزساختاری عامل کلیدی در کنترل عمر خستگی است. انتظار می‌رود ساختارهای چندفازی به دلیل استحکام بالاتر و درصد بالای مارتنتزیت به دلیل تأمین انعطاف پذیری بیشتر مقاومت به خستگی بهتری داشته باشند. بنابراین، از جمله نیازمندی‌های اساسی این ابزارها، انعطاف پذیری بالا به همراه مقاومت به خستگی مناسب است.

نتایج آزمون‌های DSC و XRD نشان‌دهنده ساختارهای پیچیده چند فازی است. لازم به ذکر است، حین عملیات حرارتی و سرمایش بعدی، آلیاژ در سیکل سرمایش آزمون DSC قرار می‌گیرد و بعد تا دمای اتاق می‌تواند بر اساس سیکل گرمایش عمل کند. دمای اتاق برای تمام ابزارهای مورد مطالعه بیش از دمای شروع استحکام مارتنتزیتی (M_s) و کمتر از دمای شروع انتقاله آستینیتی (A_f) است. با توجه به نتایج به

مرحله نهایی شکست مشاهده شدند (۲۵). با توجه به نوع بارگذاری حین آزمون خستگی که از نوع خمشی و با مرکز تنش و سطوح تنش بالا است، وجود چندین نقطه برای جوانه زنی ترک و ناحیه شکست نهایی در مرکز دور از انتظار نیست. رگهایی در سطح شکست که محل برخورد ترکهای پیش رونده است و از نقاط مختلفی شروع شدند، نیز در سطوح شکست قابل روئیت است. ریز حفره‌های کشیده در مقاطع ابزار نشان می‌دهد که نیروهای پارگی و برشی مسئول شکست در مرحله نهایی است. نتایج حاصل از آزمون حافظه داری و سختی‌سنجی نیز هم راستا با نتایج آزمون مقاومت به خستگی ابزارها است. به این صورت که دو ابزار Edgeendo و Denco حافظه داری مطلوب‌تر و سختی کمتری نسبت به ابزار Eighteeth از خود نشان داده‌اند. به نظر می‌رسد ابزار Eighteeth با درصد فاز آستینیت بیشتر و سختی بالاتر، رشد ترک سریع‌تری را نیز به همراه داشته است. شکست نگاری ابزارها گواه آن است که مکانیزم شکست ابزارها یکسان است. با این حال، تفاوت در محل و تعداد شروع ترک خستگی و رشد آن مسئول بروز رفتار متفاوت در میان ابزارهای موجود است.

جدول ۵ مقایسه‌ای را از مقادیر به دست آمده از تعداد چرخه‌های منتهی به شکست (NCF) نمونه‌های مورد مطالعه در پژوهش حاضر با نتایج به دست آمده از سایر مطالعات را نشان می‌دهد (۳۲،۳۳). توجه به این نکته ضروری است که طراحی فایل و شرایط آزمون اثر قابل توجهی بر رفتار خستگی دارند. لذا امکان مقایسه دقیق تحت شرایط آزمون یا طراحی متفاوت دشوار است.

هدف این مطالعه بررسی ارتباط بین استحالة فازی و خواص مکانیکی به ویژه خستگی بوده است. نتایج نشان می‌دهد که درصد بالای فاز R با افزایش سختی و مقاومت به خستگی مرتبط است. به ویژه، ابزار Edgeendo با درصد بالاتر فاز R و مشخصات سطحی و متالورژیکی بهبود یافته، عملکرد بهتری در آزمون‌های خستگی و دیگر خواص از خود نشان داد. در نتیجه، بر اساس نتایج تحلیلی، ابزار Edgeendo برتر از بقیه ابزارها است، زیرا دارای مقاومت به خستگی بالاتر و سختی کمتر (اما در محدوده قابل قبول) است. در فاصله خیلی کم فایل Denco قرار می‌گیرد که خواص مشابه Edgeendo ارائه داد. بررسی‌ها حاکی از آن است که فایل Eighteeth در مقایسه با Edgeendo و Edgeendo دارای مقاومت به خستگی و کیفیت سطحی کمتری بود.

ترمومکانیکی در آلیاژهای نیکل-تیتانیوم افزایش استحکام جهت اجتناب از بروز لغزش به عنوان یک تعییر شکل برگشت ناپذیر است تا بتوان از مزیت‌های حافظه داری و سوپرالاستیسیته آلیاژ بهره برد (۲۹،۳۰). با توجه به نتایج XRD و DSC در تمام ابزارها، فاز پایدار فاز R به همراه آستینیت و مقادیر اندکی فاز مارتینیت است، بنابراین، انتظار می‌رود ترکیبی از خواص حافظه داری و سوپرالاستیسیته در ابزارها مشاهده شود که نتایج به دست آمده از آزمون خمش این ادعا را تأیید می‌کند. تفاوت در رفتار مکانیکی این سه ابزار می‌تواند نشأت‌گرفته از ترکیب شیمیایی متفاوت، تفاوت در تاریخچه عملیات ترمومکانیکی و همچنین تفاوت در هندسه آن‌ها باشد. نتایج آزمون‌های مختلف صورت‌گرفته در این پژوهش، به خوبی این تفاوت‌ها را نشان می‌دهد. نتایج گواه آن است که ابزار Edgeendo بهترین عملکرد را از منظر حافظه داری از خود نشان می‌دهد. درصد بالاتر فاز مارتینیت و R در این آلیاژ می‌تواند علت این امر باشد. در الگوهای XRD درصد فاز R در دو ابزار Edgeendo و Denco بیشتر از Eighteeth است. یکی از ویژگی‌های وجود فاز R، مقاومت به خستگی بیشتر است. درصد بالاتر فاز مارتینیتی در آلیاژ نیکل-تیتانیوم نیز باعث افزایش شکل پذیری و متعاقباً مقاومت بیشتر در برابر خستگی کم چرخه خواهد شد. علاوه بر این، استحالة فازی مارتینیتی می‌تواند به اتلاف متفاوت انرژی مورد نیاز برای تشکیل ترک و یا انتشار در طول آزمون خستگی چرخه‌ای کمک کند (۳۱). نتایج ریزسختی سنجی گواه آن است که سختی ابزارها نزدیک به یکدیگر است. لازم به ذکر است سختی فاز آستینیت بیش از فاز مارتینیت و R است (۱۱). بنابراین، انتظار می‌رود ابزار با سختی کمتر حاوی فاز آستینیت کمتری باشد. البته توجه به این نکته ضروری است که تاریخچه عملیات ترمومکانیکی نیز نقش مهمی در میزان سختی این آلیاژها ایفا می‌کند. مطابق نتایج شکست نگاری، سطوح شکست ابزارها بهوضوح دارای ویژگی‌های شکست خستگی شامل مناطق جوانه زنی ترک (تشکیل ترک اولیه)، رشد ترک (دارای مؤلفه‌های شکست ترد) و نهایتاً ناحیه شکست نهایی (دارای مؤلفه‌های شکست نرم) است. خطوط خستگی (Striation marks) که مشخصه مرحله دوم رشد ترک خستگی است، در سطح شکست نمونه‌های مورد بررسی مشاهده می‌شود. ریز حفره‌ها (Dimples) در سطح مقطع‌های شکسته شده همه ابزارهای ارزیابی شده مشاهده شد. ریز حفره‌ها در قسمت‌های مرکزی ابزار و در

جدول ۵- تعداد چرخه تا شکست تعدادی از ابزار چرخشی ساخته شده از آلیاژ نیکل- تیتانیوم

ابزار چرخشی	تعداد چرخه تا شکست	زاویه کanal	سرعت چرخش (rpm)	مرجع
AF Rotary	۶۰۵	۹۰°	۵۰۰	(۳۴)
WaveOne MT	۵۵۰	۴۵°	۳۰۰	(۳۵)
ER	۸۶۱	۹۰°	۵۰۰	(۳۶)
Reciproc Convén	۸۴۴	۶۰°	۳۰۰	(۳۷)
Protaper Gold	۷۳۹	۶۰°	۳۰۰	(۳۷)
TRUshape	۷۶۸	۶۰°	۳۰۰	(۳۷)
Mani silk	۶۲۶	۴۵°	۵۰۰	(۳۸)
R25(Group A4)	۸۰۶	۶۰°	۳۰۰	(۳۹)
i3G-f	۳۷۹	۶۰°	۳۵۰	(۳۲)
MiniScope	۴۵۴	۶۰°	۳۵۰	(۴۰)
Neoendo Flex	۴۹۰	۶۰°	۴۰۰	(۴۱)
Denco	۵۲۸	۴۵°	۳۰۰	
Edgeendo	۵۱۳	۴۵°	۳۰۰	پژوهش حاضر
Eighteeth	۲۹۷	۴۵°	۳۰۰	

در ابزار چرخشی Edgeendo دارد. حضور کسر حجمی بالای فازهای مارتزیتی در این ابزار چرخشی، سختی پایین‌تر را سبب شده است.
- همه ابزارهای چرخشی مورد مطالعه خواص حافظه داری و سوپرالاستیسیته را نشان می‌دهند، اما Edgeendo دارای بالاترین میزان حافظه داری است. رفتار خستگی نشان‌دهنده بروز خستگی کم‌چرخه است که به دلیل کسر حجمی پایین رسوبات ثانویه و درصد بالای حافظه داری در Edgeendo و Denco است.
- ابزار Edgeendo بدليل ویژگی‌های متالورژیکی بهبود یافته، بهویژه درصد بالای فاز R، به عنوان ابزاری با عملکرد برتر در انتخاب ابزارهای بالینی توصیه می‌شود.

که به فازهای موجود در این ابزار در نتیجه عملیات حرارتی برمی‌گردد و می‌تواند بر روی کارایی آن در شرایط بالینی تأثیرگذار باشد. این یافته‌ها به دندانپزشکان کمک می‌کند تا انتخاب بهتری در ابزارهای مورد استفاده خود داشته باشند و در نتیجه کارایی و ایمنی درمان‌های ریشه دندان را افزایش دهند.

در این پژوهش ریزاساختار، رفتار استحالة، خواص مکانیکی و رفتار خستگی ابزارهای چرخشی با نام‌های تجاری Edgeendo، Denco و Edgeendo مورد مطالعه قرار گرفت. دستاوردهای این پژوهش به صورت خلاصه در ادامه آورده شده است:

- با ارزیابی توبوگرافی سطح، ابزار Edgeendo به خاطر کیفیت سطحی بالاتر و سطح صاف‌تر، از مقاومت به خستگی بهتری نسبت به ابزارهای دیگر برخوردار است. در مقابل، ابزار Eighteeth با کیفیت سطحی پایین‌تر و خطوط ماشین کاری واضح، عمر خستگی کمتری دارد.
- نتایج متالوگرافی نشان داد که اندازه و کسر حجمی فاز ثانویه اکسیدی در هر سه ابزار کمتر از ۵ درصد و مشابه است. آنالیز کالریمتري روشی افتراقی به همراه پراش پرتو ایکس دلالت بر میزان بالای فاز R

تشکر و قدردانی

این مقاله حاصل پایان نامه دانشجویی دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه تربیت مدرس به شماره ۲۳۰۸۷۰۰۷ می‌باشد.
همچنین این پژوهش با همکاری و حمایت شرکت صنایع پزشکی هامرز به انجام رسیده است.

References:

- 1- Gavini G, Santos Md, Caldeira CL, Machado MEdL, Freire LG, Iglesias EF, et al. Nickel–titanium instruments in endodontics: a concise review of the state of the art. *Brazilian Oral Research.* 2018;32:e67.
- 2- Jovanović-Medojević M, Zdravković A, Medojević M, Stratimirović Đ. Evaluation of surface characteristics of new rotary nickel-titanium instruments-SEM-EDS analysis. *Stomatoloski glasnik Srbije.* 2021;68(1):19-30.
- 3- Civjan S, Huget EF, DeSimon LB. Potential applications of certain nickel-titanium (nitinol) alloys. *J Dent Res.* 1975;54(1):89-96.
- 4- Haapasalo M, Shen Y. Evolution of nickel–titanium instruments: from past to future. *Endodontic topics.* 2013;29(1):3-17.
- 5- Thompson S. An overview of nickel–titanium alloys used in dentistry. *I Int End J.* 2000;33(4):297-310.
- 6- Hamdy TM, Galal M, Ismail AG, Abdelraouf RM. Evaluation of flexibility, microstructure and elemental analysis of some contemporary nickel-titanium rotary instruments. *Open Access Maced J Med Sci.* 2019;7(21):3647.
- 7- Srivastava S, Alghadouni M, Alotheem H. Current strategies in metallurgical advances of rotary NiTi instruments: A review. *J Dent Health Oral Disord Ther.* 2018;9(1):00333.
- 8- Tabassum S, Zafar K, Umer F. Nickel-titanium rotary file systems: What's new? *Eur Endod J.* 2019;4(3):111.
- 9- Gambarini G, Cicconetti A, Di Nardo D, Miccoli G, Zanza A, Testarelli L, et al. Influence of different heat treatments on torsional and cyclic fatigue resistance of nickel–titanium rotary files: a comparative study. *Applied Sciences.* 2020;10(16):5604.
- 10- Keerthi M, Sridevi E, Sankar AS, Nagesh B, Pranitha K, Sankar KS. Evaluation of the stress generated during biomechanical preparation with nickel–titanium rotary endodontic file using finite element analysis. *Saudi Endod J.* 2024;14(1):63-8.
- 11- Zhou H, Peng B, Zheng YF. An overview of the mechanical properties of nickel–titanium endodontic instruments. *Endodontic topics.* 2013;29(1):42-54.
- 12- Zhang J, Wang S, Hu P, Zhang Y, Ding H, Huang Y. A novel strategy for fabricating phase transforming NiTi shape memory alloy via multiple processes of severe plastic deformation. *Materials Letters.* 2024;355:135439.
- 13- Bellizzi R, Cruse WP. A historic review of endodontics, 1689-1963, part 3. *J Endodo.* 1980;6(5):576-80.
- 14- Živković S, Nešković J, Popović Bajić M, Jovanović-Medojević M. Nickel-titanium files in endodontics: development, improvement, and modifications of nickel-titanium alloy. *Vojnosanitetski pregled.* 2022;80(00):57-57.
- 15- Shim K-S, Oh S, Kum K, Kim Y-C, Jee K-K, Chang SW. Mechanical and metallurgical properties of various nickel-titanium rotary instruments. *Biomed Res Int.* 2017;2017:4528601.
- 16- Jovanović-Medojević M, Dragičević A, Milanović I, Matija L, Živković S. Opto-magnetic imaging spectroscopy in analyzing rotary NiTi endodontic instruments. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2023;141:105789.
- 17- Ounsi HF, Nassif W, Grandini S, Salameh Z, Neelakantan P, Anil S. Evolution of Nickel-titanium Alloys in Endodontics. *J Contemp Dent Pract.* 2017;18(11):1090-6.
- 18- Lin JH-H, Karabucak B, Lee S-M. Effect of sodium hypochlorite on conventional and heat-treated nickel-titanium endodontic rotary instruments—an in vitro study. *J Dent Sci.* 2021;16(2):738-43.
- 19- Palekar A, Vajpayee A, Biradar B. Recent advances in metallurgy and design of rotary endodontic instruments: a review. *Int J Dent Mater.* 2020;2(2):52-9.
- 20- Shen Y, Zhou H-m, Zheng Y-f, Campbell L, Peng B, Haapasalo M. Metallurgical characterization of controlled memory wire nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2011;37(11):1566-71.
- 21- Chen X, Ophus C, Song C, Ciston J, Das S, Song Y, et al. Origins of the transformability of Nickel-Titanium shape memory alloys. *Physical Review Materials.* 2020;4(10):103611.
- 22- Cullity BD, Smoluchowski R. Elements of X-ray Diffraction. *Physics Today.* 1957;10(3):50.
- 23- Yang Q, Wang S, Chen J, Zhou T, Peng H, Wen Y. Strong heating rate-dependent deterioration of shape memory effect in up/step quenched Cu-based alloys: A ductile CuAlMn alloy as an example. *Acta Materialia.* 2016;111:348-56.
- 24- Almohareb RA, Barakat RM, Algahtani FN, Alkadi MF. Cyclic fatigue resistance of EdgeTaper Platinum, Protaper Gold, and TruNatomy Prime rotary files before and after autoclave sterilization. *Peer J.* 2023;11:e14656.
- 25- Zanza A, Russo P, Di Matteo P, Reda R, Di Nardo D, Gambarini G, et al. Mechanical properties and metallurgical features of two similar endodontic rotary instruments with different heat treatments (FireWire™ and Gold). *Science progress.* 2022;105(2):00368504221103763.
- 26- Samal S, Zeman J, Kopeček J, Šittner P. Thermal plasma spraying of NiTi powder for thick coating of shape memory alloy. *J Alloys and Compounds.* 2024;984:173962.
- 27- Liu Y, Blanc M, Tan G, Kim J, Miyazaki S. Effect of ageing on the transformation behaviour of Ti-49.5 at.% Ni. *Materials Science and Engineering: A.* 2006;438:617-21.
- 28- Uchil J, Fernandes FB, Mahesh K. X-ray diffraction study of the phase transformations in NiTi shape memory alloy. *Materials characterization.* 2007;58(3):243-8.
- 29- Mukunda S. Influence of Heat-Treatment on Structure and Properties of Nickel Titanium Alloy: National

- Institute of Technology Karnataka, Surathkal; 2021.
- 30-** Atli KC, Karaman I, Noebe RD, Gaydosh D. The effect of training on two-way shape memory effect of binary NiTi and NiTi based ternary high temperature shape memory alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 2013;560:653-66.
- 31-** Alcalde M, Duarte MAH, Silva PAA, Calefi PHS, Silva E, Duque J, et al. Mechanical properties of ProTaper gold, EdgeTaper platinum, flex gold and pro-T rotary systems. *European Endodontic J*. 2020;5(3):205.
- 32-** Sandino-Lacayo KL, Vega-González M, Soza-Bolaños AI, Herrera-Alaniz LC, Al Omari T, Domínguez-Pérez RA. Cyclic fatigue resistance of two pediatric rotary files manufactured with different heat treatments: an in-vitro study. *J Clin Pediatr Dent*. 2024;48(5):102-9.
- 33-** Diaconu CT, Diaconu AE, Tuculina MJ, Mihailescu LL, Gheorghita M, Gheorghita LM, et al. Assessment of the Cyclic Fatigue Performance of the Novel Protaper Ultimate File System Used in Different Kinematics: An In Vitro Study. *J Func Biomat*. 2024;15(4):85.
- 34-** Seracchiani M, Donfrancesco O, Relucenti M, Reda R, Zanza A, Gambarini G, Testarelli. In vitro evaluation of a recently developed rotary file: AF rotary. *Brazilian Dent Sci*. 2021;24(4).
- 35-** Kim E, Ha J-H, Dorn SO, Shen Y, Kim H-C, Kwak SW. Effect of heat treatment on mechanical properties of nickel-titanium instruments. *J Endod*. 2024;50(2):213-9.
- 36-** Hong J, Kwak SW, Ha J-H, Sigurdsson A, Shen Y, Kim H-C. Effect of Different Heat Treatments and Surface Treatments on the Mechanical Properties of Nickel-Titanium Rotary Files. *Metals*. 2023;13(10):1769.
- 37-** Aranguren J, Oliveros-Porras F, Ramírez-Muñoz A, Pérez I, Salamanca-Ramos M, Aazzouzi-Raiss K, Pérez AR. Comparative Analysis of NiTi Instruments with Different Alloy Treatments. *Materials*. 2024;17(19):4817.
- 38-** Geeth D, Arunajatesan S, Mensudar R, Rajachandrasekaran Y, Vasantharajan J. Comparison of cyclic fatigue resistance of three different rotary NiTi systems—An in-vitro study. *SRM J Res in Dent Sci*. 2022;13(1):13-6.
- 39-** Elozairy AM, Mohamed DAA, Sharaan ME. Effect of different kinematics on the cyclic fatigue resistance of Reciproc Blue file in different canal curvatures. *Dent Sci Updates*. 2024;5(1):151-66.
- 40-** Surme K, Akman H, Özkan HB, Er K. Comparison of cyclic fatigue resistance of four pediatric rotary file systems at body temperature: an in vitro study. *BMC Oral Health*. 2024;24(1):992.
- 41-** Vashisht A, Dave N, Singh N. Comparative Analysis of Cyclic Fatigue Resistance of NeoEndo Flex Vs Protaper Gold Rotary Files: An In-Vitro Study. *SVOA Dentistry*. 2024;5:3,73-7.