

Ernesto Rapisarda  
Teresa Roberta Tripi  
Antonio Bonaccorso

Università degli Studi di Catania  
Istituto di Clinica Odontoiatrica  
Cattedra di Odontoiatria Conservatrice  
Titolare: Prof. Ernesto Rapisarda

Corrispondenza:  
Prof. Ernesto Rapisarda  
95128 Catania - Via Fusco, 37  
Tel. e Fax 095/551667  
e-mail: abonacc@tin.it

# Ossidazione superficiale di strumenti in Ni-Ti dopo autoclavazione

## Superficial oxidization of Ni-Ti instruments after autoclave sterilization

### RIASSUNTO

Il successo della terapia canalare dipende da numerosi fattori, tra cui alcuni legati alla preparazione e all'abilità tecnica dell'operatore, e altri legati alla qualità e alle capacità degli strumenti e dei materiali utilizzati. È controverso se i metodi di disinfezione e sterilizzazione alterino le proprietà fisiche e la capacità di taglio degli strumenti endodontici. Scopo della ricerca è stato quello di studiare strumenti endodontici in nichel-titanio di differente conicità (ProFile .04 e .06) prima e dopo ripetuti cicli di sterilizzazione in autoclave o mediante sterilizzazione a palline di quarzo, al fine di evidenziare se i due tipi di sterilizzazione inducano, e in che maniera, alterazioni di superficie.

I ProFile mai utilizzati sono stati suddivisi in 6 gruppi di sei strumenti ciascuno: gli strumenti del primo gruppo sono stati sottoposti a 14 cicli di sterilizzazione in autoclave alla temperatura di 121 °C e alla pressione di 15 psi per tempi fissi di 30 minuti; i campioni del secondo gruppo sono stati sottoposti a 7 cicli di sterilizzazione in autoclave; i campioni del terzo gruppo hanno subito una sola autoclavazione di 30 minuti a 121 °C e alla pressione di 15 psi. I campioni del IV gruppo, nuovi e mai autoclavati, sono stati assunti quale riferimento. I campioni del V gruppo sono stati sottoposti a trattamento mediante sterilizzatrice a palline di quarzo per 14 volte, per tempi di 40 secondi. I campioni del VI gruppo sono stati sterilizzati con la stessa apparecchiatura del gruppo precedente, ma per soli 7 cicli di 40 secondi ciascuno. La distribuzione in profondità degli elementi che caratterizzano la struttura superficiale della lega costituente gli strumenti endodontici è stata determinata mediante spettroscopia Auger alternata a cicli di sputtering. Gli spettri Auger sono stati eseguiti con PHI ESCA/SAM 5600 Multy Technique System dotato di un cannone elettronico operante a 5 keV e 20 nA e di un analizzatore emisferico.

I campioni del V e del VI gruppo si sono comportati allo stesso modo dei campioni del gruppo IV, in altre parole dopo 14 tratta-

menti nella sterilizzatrice a palline di quarzo i profili di profondità appaiono del tutto sovrapponibili a quelli tipici dei ProFile nuovi. Pertanto le concentrazioni del nichel, del titanio e dell'ossigeno contenuti sugli strati più superficiali degli strumenti non subiscono sostanziali modifiche con tale metodica di sterilizzazione. La sterilizzazione in autoclave comporta invece alcune modifiche nella superficie della lega nitinol, con una alterazione del rapporto nichel-titanio e con una maggiore presenza di ossigeno sotto forma di ossido di titanio ( $TiO_2$ ).

**Parole chiave:** Endodonzia.  
Sterilizzazione. Strumenti.

### ABSTRACT

#### Introduction

The success of canal therapy depends on several factors, some of which are linked to the operator experience and his technical ability, others to quality, instruments capabilities and materials used.

In endodontics the nickel-titanium alloy has become soon the main element in the treatment of bent canals. It is a contradiction in terms if disinfection and sterilization methods change physical properties and cutting abilities of endodontic instruments. The purpose of the search is to study nickel-titanium instruments with different conicity (ProFile .04 and .06) early and after repeated cycles of sterilization in autoclave or into quartz balls sterilizer, in order to put into evidence if the two kinds of sterilization produce some alteration on the surface.

#### Materials and Methods

Unused ProFiles have been divided into six groups of six instrument each: the instruments of the first group have been put to 14 sterilization cycles, at 121 °C temperature and 15 psi pressure for 30 minutes into autoclave; the second group samples have been put to 7 sterilization cycles; the third group samples have undergone only one autoclave sterilization for 30 minutes at 121° C temperature and 15 psi pressure. The IV group samples, new and never sterilized, have been considered as reference.

The V group has been treated through sterilization quartz balls for 14 times and for 40 seconds. The VI group has been sterilized with the same equipment like the previous one but for only 7 cycles for 40 seconds each. The elements distribution in depth which make up the surface structure of the alloy, main elements of endodontic instruments, was established through Auger spectroscopy alternating to sputtering cycles. The Auger spectrum has been carried out with PHI ESCA/SAM 5600 Multi Technique System equipped with an electronic pipe operating to 5 keV and 20 nA and an hemispherical analyser.

#### Results

The samples of V and VI group have acted like the IV group sample. As it were, after 14 treatments into the quartz ball sterilizers the depth outlines appear superimposable to those typical of new ProFile. Therefore nickel, titanium and oxygen concentration contained on the upper layers of the instruments do not have essential alterations with such sterilization method. The sterilization into autoclave involve, on the contrary, some variations on the alloy nitinol surface, with an alteration of nickel-titanium connection and with a larger presence of oxygen in the titanium oxide ( $TiO_2$ ). In particular there is a reduction in the quantity of oxygen as we move towards the internal layers, while there is an increase of the percentage of two metals. It means that oxides contamination takes place only in the superficial layers. While in the new instrument the oxygen percentage immediately decrease under the surface with a monotonous course. In the sterilized instrument we can observe an area, under the surface, where the oxygen concentration is kept unchanged.

#### Conclusions

The behaviour of nickel-titanium instruments shows that the process of autoclave sterilization will cause a change in layers which are more close to the surface. Particularly, this kind of process brings about a further instrument oxidation, and an increase of Ni and Ti oxides.

**Key words:** Endodontics. Sterilization. Instruments.

Rapisarda E, Tripi TR, Bonaccorso A. Ossidazione superficiale di strumenti in Ni-Ti dopo autoclavazione. *Gli Endo* 1998; 3: 144-149

## INTRODUZIONE

Il successo della terapia canale dipende da numerosi fattori, alcuni legati alla preparazione, all'intuito operativo e all'abilità tecnica dell'operatore, altri dipendenti dalla qualità e dalle capacità degli strumenti e dei materiali utilizzati. Quindi gli strumenti adoperati, oltre che di ottima fattura, devono essere il meno utilizzati e quindi il meno usurati possibile. Spesso l'Odontoiatra dimentica che tutti gli strumenti hanno un limite di utilizzo, determinato dalle caratteristiche intrinseche del materiale di cui sono composti, ma anche dalla applicazione più o meno corretta che se ne è fatta o dalle resistenze opposte da canali radicolari stretti e curvi.

È noto a tutti coloro che si occupano di endodonzia che l'accurata strumentazione dello spazio endodontico rappresenta un momento fondamentale della terapia. La sagomatura canale va condotta con strumenti che siano sufficientemente flessibili, in modo da penetrare nei canali curvi, rispettandone l'anatomia. Le lime endodontiche devono risultare efficaci e devono mantenere a lungo la morfologia iniziale e non devono fratturarsi all'interno dello spazio endodontico (1).

L'utilizzo clinico di strumenti meccanici in nichel-titanio ha apportato sicuri vantaggi a coloro che affrontano le problematiche endodontiche (2,3). L'utilizzo in endodonzia della lega nichel-titanio ha trovato ben presto indicazione elettiva nel trattamento dei canali curvi (4,5,6). Le peculiari proprietà di questa lega sono la superelasticità, la memoria di lavoro, la grande flessibilità, caratteristiche dipendenti dalla capacità del nitanol di cristallizzare allo stato solido in tre fasi in funzione dei trattamenti fisici e meccanici cui viene sottoposto: fase austenitica, intermedia e martensitica. Gli strumenti endodontici vanno utilizzati in rotazione continua, in modo da meglio sfruttare le caratteristiche proprie della lega (7).

Con l'uso clinico e con la sterilizzazione tutti i materiali subiscono dei processi di deterioramento. Questo può essere dovuto a un cambiamento delle proprietà meccaniche e ad una perdita delle caratteristiche di taglio degli strumenti.

È controverso se i metodi di disinfezione e sterilizzazione alterino le proprietà fisiche e la capacità di taglio degli strumenti endodontici (8).

Alcuni Autori hanno evidenziato come dopo la sterilizzazione in autoclave si ha una leggera caduta delle proprietà di taglio degli strumenti testati (9). Gli stessi Autori sostengono che questa caduta delle qualità è proporzionalmente più evidente con l'aumentare dei cicli di sterilizzazione.

Queste modificazioni possono presentarsi marcate negli strumenti endodontici composti da leghe quali, ad esempio, quella in nichel-titanio, che al variare della temperatura, subiscono dei cambiamenti della loro fase cristallina (10,11).

Shabalovskaya e Anderegg (12) hanno studiato mediante analisi spettroscopica la superficie della lega Ni-Ti sottoposta a diverse procedure di sterilizzazione. Il processo di autoclavazione alla temperatura di 120 °C alla pressione di 21 psi determinava a carico della superficie della lega una modificazione della distribuzione superficiale di nichel, titanio, ossigeno e carbonio in proporzione alla durata del trattamento (30 minuti, 1 ora, 2 ore). In particolare si osservava una riduzione significativa della concentrazione superficiale del nichel passando da 1 a 2 ore di autoclavazione.

Il presente lavoro nasce come prosecuzione di nostri precedenti studi (13,14) sull'utilizzo nella pratica clinica del ProFile, strumenti ideati da Ben Johnson e costituiti per il 55% in massa dal nichel e per il 45% dal titanio. Scopo dello studio è stato quello di testare strumenti endodontici in nichel-titanio, i ProFile, sottoposti a ripetuti cicli di sterilizzazione, al fine di evidenziarne possibili modificazioni di superficie.

## MATERIALI E METODI

L'uso dell'autoclave, ossia la sterilizzazione con vapore sotto pressione, è il metodo più efficiente, affidabile e diffuso per la sterilizzazione dello strumentario odontoiatrico. Infatti un ciclo che includa l'esposizione



Fig. 1 - Autoclave utilizzata nello studio.



Fig. 2 - Sterilizzatrice a palline di quarzo utilizzata nello studio.

diretta a vapori saturi per 10-15 minuti alla temperatura di 121 °C e alla pressione di 15 psi (103.5 kPa o 1.15 bar), oppure a 134 °C alla pressione di 30 psi (207 kPa o 2.1 bar) per 3-7 minuti, consente la distruzione di tutti gli organismi viventi. Il ruolo della pressione è quello di ridurre la durata complessiva del trattamento poiché l'azione di sterilizzazione è dovuta al calore umido. Il liquido utilizzato per l'autoclave è l'acqua deionizzata o distillata, il cui uso previene o riduce al minimo la formazione di depositi nella camera termica. L'autoclave utilizzata in questo studio è stata la Euroclave (Euronda spa) selezionando il programma a 121 °C alla pressione di 15 psi per 30 minuti, di cui gli ultimi 5 necessari per l'asciugatura (Fig. 1).

Quale metodo di sterilizzazione alternativo all'autoclave si è utilizzata la sterilizzatrice a palline di quarzo Quartz (Novaxa), che permette di mantenere costante la temperatura di lavoro a 240 °C mediante termostato di precisione (Fig. 2). La sterilizzatrice a palline di quarzo è usata in ambito odontoiatrico



per la sterilizzazione veloce di piccoli strumenti endodontici e non. È dotata generalmente di un termostato che mantiene la temperatura a 240 °C, per il tempo necessario affinché si ottenga la sterilizzazione di quel determinato strumento.

Sono stati analizzati 36 ProFile tutti con diametro numero 25 in D1: 18 con conicità .04 e 18 con conicità .06, prodotti dalla Maillefer, e costituiti tutti da una lega Ni-Ti (Fig. 3).

Gli strumenti sono stati suddivisi in 6 gruppi:  
**I Gruppo:** composto da 6 ProFile, di cui 3 con conicità .04 e 3 con conicità .06. I campioni di questo gruppo sono stati sottoposti a 14 cicli di sterilizzazione in autoclave di 30 minuti ciascuno, alternati ad altrettanti cicli di raffreddamento della stessa durata.

**II Gruppo:** costituito da 6 ProFile, di cui 3 a conicità .04 e 3 conicità .06. I campioni di questo gruppo sono stati sottoposti a 7 cicli

di sterilizzazione in autoclave alternati ad altrettanti periodi di raffreddamento della stessa durata.

**III Gruppo:** costituito da 6 ProFile, di cui 3.04 e 3.06. I campioni di questo gruppo sono stati sottoposti ad 1 solo ciclo di sterilizzazione in autoclave.

**IV Gruppo:** costituito da 6 ProFile, 3.04 e 3.06 utilizzati come controlli, sui quali non è stata effettuata alcuna procedura di sterilizzazione.

**V Gruppo:** costituito da 6 ProFile, 3 di conicità .04 e 3 di conicità .06, sottoposti a 14 trattamenti termici mediante sterilizzatrice a palline di quarzo; i trattamenti termici hanno avuto la durata di 40 secondi ciascuno e sono stati alternati con dei periodi di raffreddamento di quattro minuti.

**VI Gruppo:** costituito da 6 ProFile, 3 di conicità .04 e tre con conicità .06, sottoposti a 7 cicli termici con la stessa metodologia del gruppo V.

La distribuzione in profondità degli elementi che caratterizzano la struttura superficiale della lega costituente gli strumenti endodontici è stata determinata mediante spettroscopia Auger alternata a cicli di sputtering (erosione della superficie

mediante fasci di ioni). Gli spettri Auger sono stati eseguiti con un PHI ESCA/SAM 5600 Multy Technique System dotato di un cannone elettronico operante a 5 keV e 20 nA e di un analizzatore emisferico (Fig. 4). I cicli di sputtering sono stati eseguiti mediante un cannone a ioni Ar+ posto a 45 gradi rispetto la normale della superficie del campione ed operante a 4 keV. Per garantire una certa omogeneità del processo di erosione lo sputtering è stato eseguito su un'area di dimensioni di 1 mm x 1 mm. Le analisi sono state effettuate sempre al centro del cratere di sputtering su un'area di 50 µm.

## RISULTATI

I risultati ottenuti con questo studio possono essere così sintetizzati:

□ Gli strumenti che hanno subito il numero maggiore d'autoclavazioni presentano dei profili differenti rispetto a quelli nuovi, mai sterilizzati. Nelle figure 5a e 5b sono riportati profili di profondità Auger eseguiti su uno strumento nuovo e su uno autocla-

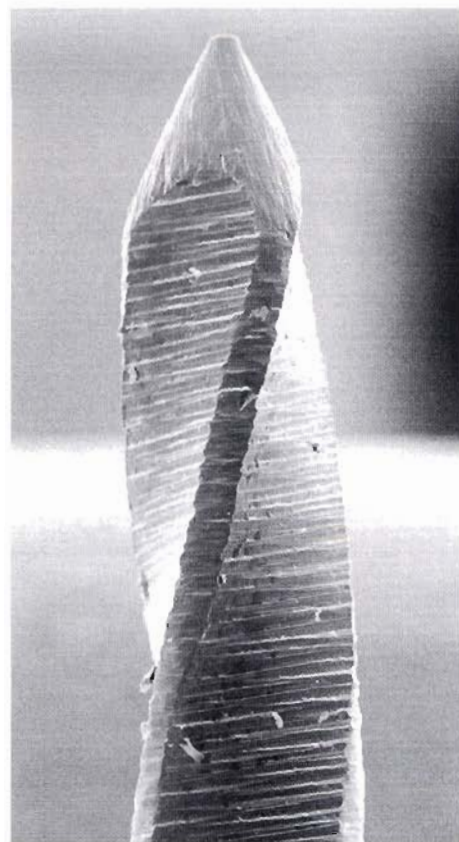


Fig. 3 - Esempio di ProFile testato nello studio (particolare al SEM).

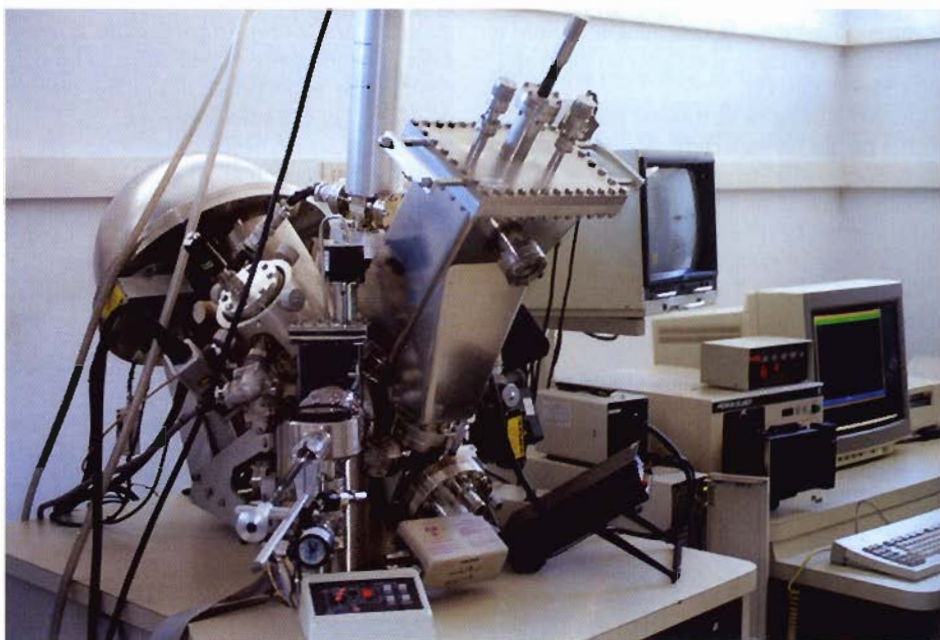


Fig. 4 - PHI ESCA/SAM 5600 della Multy Technique System utilizzato per valutare la composizione superficiale dei ProFile.

vato 14 volte. In entrambi i casi la superficie dello strumento, oltre a mostrare la normale contaminazione da carbonio, è costituita da ossidi di Ni e Ti. La quantità di ossigeno decresce verso gli strati più interni del film, mentre la percentuale dei due metalli cresce, e ciò indica chiaramente come le fasi di ossidi siano presenti come contaminazione solo negli strati superficiali ed in quelli immediatamente sotto la superficie. Si deve notare, tuttavia, come la concentrazione di ossigeno e la sua distribuzione in profondità sia diversa nei due strumenti. Nello strumento nuovo la percentuale atomica di ossigeno decresce immediatamente al di sotto della superficie con andamento di tipo monotono verso gli strati più interni (Fig. 5a). Nello strumento autoclavato, invece, si osserva immediatamente sotto la superficie una zona in cui la concentrazione di ossigeno si mantiene pressoché costante. Solo dopo 15 minuti di sputtering è possibile osservare un ulteriore significativo decremento della percentuale atomica (Fig. 5b).

□ I campioni del III gruppo, sottoposti ad un solo ciclo di autoclavazione, presentano dei profili di profondità sovrapponibili a quelli del gruppo controllo (IV gruppo).

□ Confrontando le percentuali di nichel, titanio e ossigeno prima e dopo 14 autoclavazioni nei campioni sottoposti a sputtering (Fig. 6) si evidenzia come vi sia un aumento di un fattore due dell'ossigeno che passa da percentuali dell'ordine del 7,6% a percentuali del 5,5%; entrambe le percentuali del nichel e del titanio subiscono una diminuzione dopo sterilizzazione in autoclave.

□ I campioni del V e del VI gruppo presentano un comportamento e dei profili dopo sputtering simili ai campioni del gruppo IV, cioè ai campioni nuovi.

Le concentrazioni superficiali del nichel, del titanio e dell'ossigeno non subiscono sostanziali modifiche con tali metodiche di sterilizzazione (Fig. 7).

■ I profili di tutti i gruppi testati, prima di effettuare lo sputtering, hanno mostrato la presenza sulla superficie dei ProFile di altri elementi, oltre a ossigeno, nichel e titanio. In particolare, la percentuale di elementi impuri presenti sulla superficie è riportata

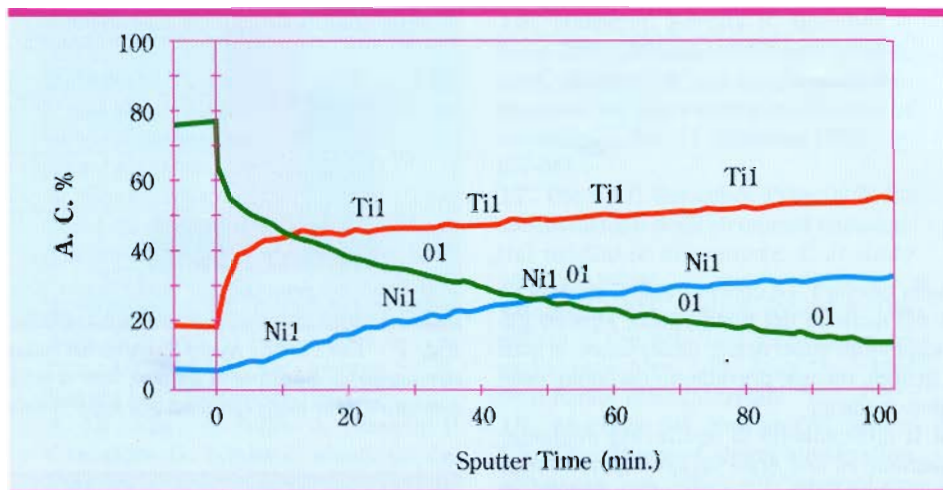


Fig. 5a - Profilo di uno strumento nuovo: la percentuale atomica di ossigeno decresce immediatamente al di sotto la superficie, con andamento di tipo monotono.

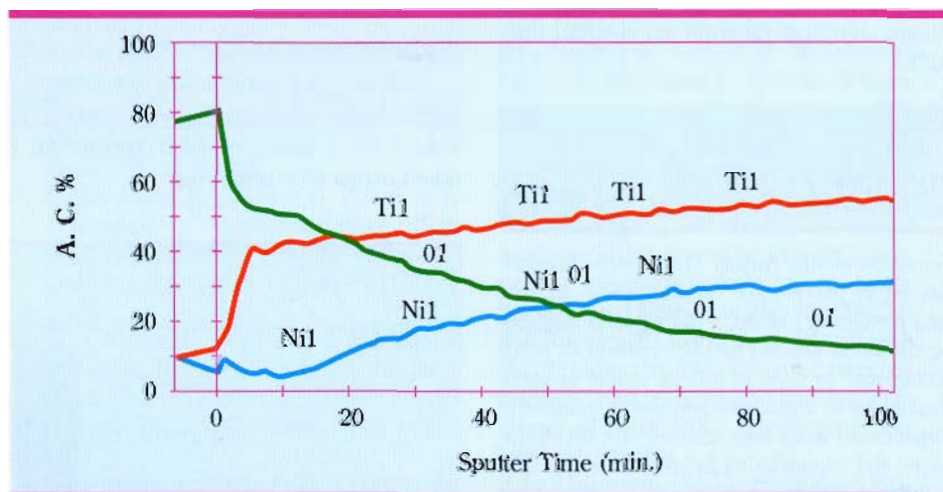


Fig. 5b - Nello strumento autoclavato 14 volte la percentuale di ossigeno decresce più lentamente, mantenendosi per i primi 15 minuti di sputtering a valori maggiori.

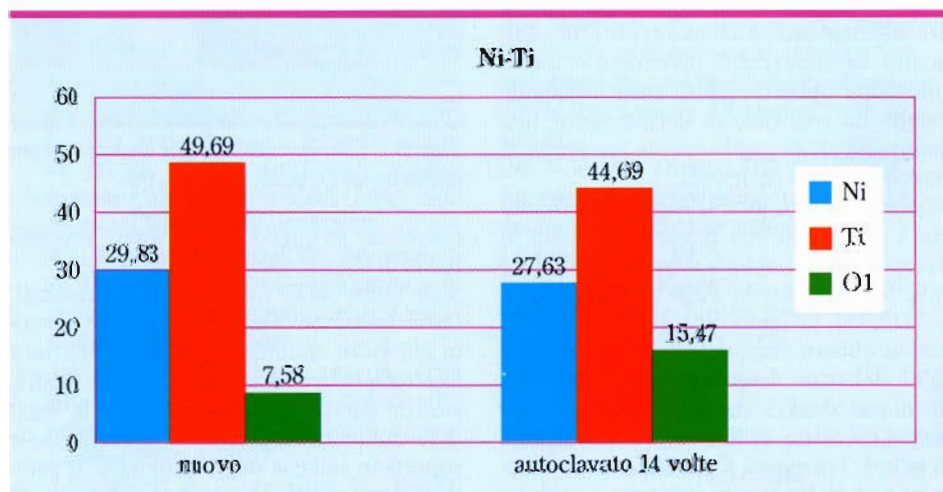


Fig. 6 - Differente concentrazione superficiale di nichel, titanio e ossigeno prima e dopo 14 cicli di autoclavazione.



nella tabella 1. Le concentrazioni superficiali del nichel e del titanio sono, almeno nei primi strati superficiali, molto basse in tutti i gruppi, mentre prevalgono carbonio, ossigeno e silicio.

□ Il meccanismo di sputtering mediante cannone ad ioni Argo sui ProFile determina delle modifiche della superficie di tutti gli strumenti testati. Nella figura 8 vengono indicate le concentrazioni degli elementi prima e dopo sputtering in uno strumento nuovo.

□ La differente conicità dei ProFile non incide significativamente sui risultati ottenuti.

DISCUSSIONE E  
CONCLUSIONI

Secondo alcuni Autori (15) l'autoclavazione, ed in particolare quella rapida, induce una perdita di elasticità del metallo maggiore di quella indotta da altri sistemi di sterilizzazione. In base al nostro studio la sterilizzazione in autoclave comporta modifiche superficiali nella lega nitinol, con un'alterazione del rapporto nichel-titanio e con una maggiore presenza d'ossigeno sotto forma d'ossido di titanio (TiO<sub>2</sub>). Questa maggiore quantità di ossigeno è chiaramente dovuta al meccanismo di sterilizzazione tipico dell'autoclave, che crea un ambiente all'interno del sistema saturo di ossigeno (16). Tali modifiche superficiali diventano evidenti solo dopo ripetuti cicli di autoclavazione, mentre un solo ciclo di sterilizzazione non determina alcun cambiamento sui profili di profondità degli strumenti.

Nonostante ciò, alcuni Autori affermano che i sistemi di sterilizzazione rapida in autoclave influiscono solo parzialmente sulle proprietà fisiche degli strumenti canalari (17, 18). Le metodiche di sterilizzazione non sarebbero dunque le principali responsabili del reale deterioramento degli strumenti endodontici, che sembrerebbe invece essere correlato ad una serie concomitante di fattori. Tra questi, il più importante è l'atto clinico della strumentazione canalare. L'affaticamento meccanico, dovuto all'uso clinico protratto, è senza dubbio largamente

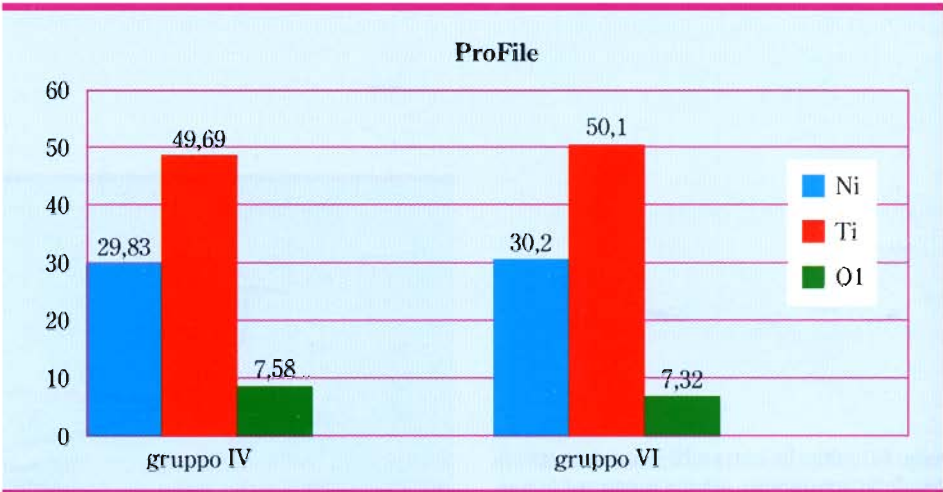


Fig. 7 - Tra ProFile nuovi e strumenti sottoposti a 7 o 14 veloci trattamenti, mediante sterilizzatrice a palline di quarzo, non si evidenziano significative differenze nella concentrazione degli elementi più superficiali.

ProFile	Ni	Ti	O	Si	Ca	C
Ni-Ti new	1,76	4,89	20,99	20,81	6,76	50,79
Ni-Ti autocl. 7	1,21	5,29	17,96	15,9	0,87	58,77
Ni-Ti autocl. 14	1,11	1,44	11,67	10,62	3,17	72,11
Ni-Ti Quartz 7	1,32	4,72	16,93	11,34	4,27	61,12
Ni-Ti Quartz 14	1,26	3,21	15,10	15,72	5,22	61,2

Tab. 1 - Concentrazione degli elementi Ni, Ti, O, Si, Ca e C sulla superficie dei ProFile testati prima dello sputtering.

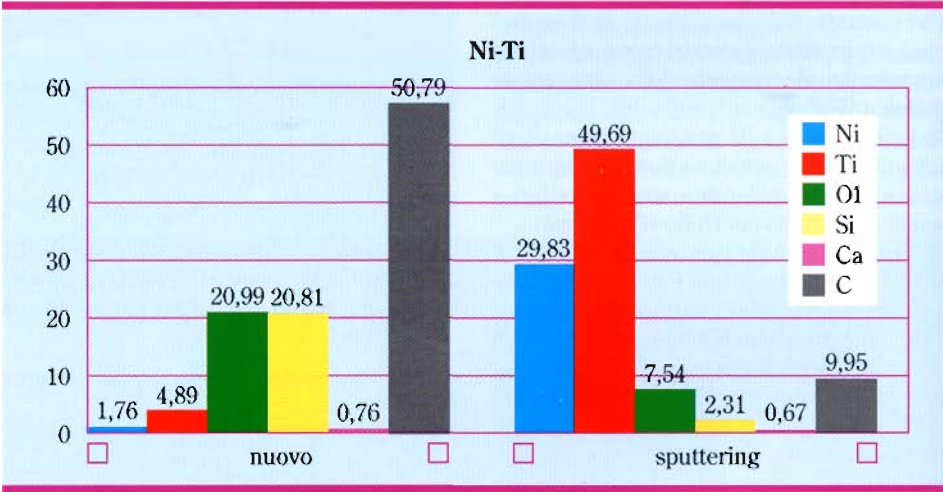


Fig. 8 - Concentrazioni degli elementi prima e dopo sputtering in uno strumento nuovo, diametro in D, n. 25, conicità .06.

prevalente su quello dovuto ai vari procedimenti di sterilizzazione (19, 20).

Sulle leghe Ni-Ti, in base ai nostri risultati, l'autoclavazione determina, specie se ripetuta più volte, modificazioni della struttura intermolecolare superficiale. Queste modificazioni sembrano tali da alterare la lega, determinando cambiamenti a livello della superficie esterna degli strumenti. Il comportamento osservato con i profili di profondità Auger indica che il processo di autoclavazione induce una modifica degli

strati vicini alla superficie. In particolare, tale procedimento causa una ulteriore ossidazione dello strumento, con incremento della quantità di ossidi di titanio e di nichel, oltre a quelli già presenti sulla superficie di una lega Ni-Ti nuova. La dimostrata maggiore quantità di ossigeno sulla superficie dei ProFile più volte autoclavati potrebbe ridurre la capacità di taglio di tali strumenti, come anche ne potrebbe modificare la superelasticità, causando a parità di strumentazione un maggiore rischio di frattura

## BIBLIOGRAFIA

(21,22). Questa valutazione sulle capacità di taglio degli strumenti endodontici sottoposti a sterilizzazione è confermata anche dagli studi di Cooley e collaboratori (23), che dimostrano una riduzione statisticamente significativa nell'efficienza di taglio di tali strumenti dopo diversi cicli di autoclavazione. D'altra parte altri Autori (24, 25) ribadiscono il concetto che la capacità di taglio degli strumenti endodontici è maggiormente influenzata dal lavoro ripetuto, che gli stessi effettuano all'interno di canali radicolari stretti e curvi, più che dalla sterilizzazione.

I risultati ottenuti mediante spettroscopia Auger dimostrano inoltre che il trattamento per tempi inferiori al minuto con la sterilizzatrice a pallini di quarzo non modifica in nessun modo la superficie degli strumenti in nichel-titanio. Pertanto con tale metodica non si alterano le caratteristiche superficiali degli strumenti in nichel-titanio e quindi non si determinano peggioramenti nelle proprietà di taglio. Questo è in accordo con quanto emerso da altri studi, che privilegiano i metodi di sterilizzazione con calore secco, per non alterare le caratteristiche superficiali degli strumenti endodontici (26). D'altra parte, però, le altre metodiche non assicurano la necessaria sterilizzazione degli strumenti endodontici che invece è garantita dall'autoclavazione che rappresenta, secondo molti Autori, l'unico sicuro metodo di sterilizzazione (27). Pertanto l'Odontoiatra nella pratica clinica si trova a dover mediare tra l'esigenza irrinunciabile di adoperare strumenti sempre completamente sterili e il rischio di perdere l'affidabilità dei "suoi" strumenti endodontici dopo ogni successivo ciclo di sterilizzazione in autoclave.

Infine va notato che, se non si effettua nessuna particolare procedura di "pulizia", la superficie dei ProFile nuovi, come quella di altri strumenti endodontici in nichel-titanio, mostra percentuali variabili di elementi estranei alla lega (C, Si, Ca), segno di contaminazione superficiale.

1. Malagnino VA, Passariello P, Cantatore G. Caratteristiche delle leghe nichel-titanio in relazione al loro possibile impiego endodontico. *G It Endo* 1994; 1: 10-15
2. Walia H, Brentley W, Gerstein H. An initial investigation of the bending and torsional properties of Nitinol root canal files. *J Endodon* 1988; 14: 346-350
3. Nardi E, Gambarini G, Tosti D: Recenti applicazioni di leghe Ni-ti in Endodonzia. *Odontostomatologia* 1993; 6: 1128-1132
4. Malagnino VA. Indicazioni e limiti degli strumenti Ni-Ti a conicità aumentata. Atti del 18° Congresso S.I.E. Verona 14-15 Novembre 1997
5. Di Chiara A, Pellini A, Giannini P, Cantatore G. Limiti di elasticità dei ProFile a conicità aumentata. Atti del 18° Congresso Nazionale S.I.E., Verona 14-15 Novembre 1997
6. Buehler WJ, Wiley RC. The properties of Ni-Ti and associated phases. US Naval Ordinance Lab. Tech. Report. 1961: 61-75
7. Gerosa R, Vitali M. Confronto sperimentale della preparazione canalare *in vitro* di due strumenti endodontici: ProFile .04 Taper e Lightspeed. *G It Endo* 1997; 4: 178-183
8. De Fazio P, Cavalleri G, Petrecca S, D'arcangelo C. Valutazione degli effetti della sterilizzazione a vapori di paraformaldeide sui K-files. *G It Endo* 1990; 2: 31-33
9. Cavalleri G, De Fazio P, Menegazzi G, Gerosa R, Faccioni F. Effetti della sterilizzazione sugli strumenti endodontici (nota II- Taglio). *G It Endo* 1992; 4: 185-187
10. Andreasen GF, Hilleman TB. An evaluation of 55 cobalt substituted Nitinol wire for use in orthodontics. *J Am Dent Ass* 1971; 82: 1373-1375
11. Airolti G, Riva G. Innovative materials: the Ni-Ti alloys in orthodontics. *Bio-Medical Materials and Engineering* 1996; 6: 299-305
12. Shabalovskaya SA, Anderegg JW. Surface spectroscopic characterization of Ni-Ti nearly equitamic shape memory alloys for implant. *J Vac Scie Technol* 1995; 13(5): 2624-2632
13. Rapisarda E, Tripi TR, Bonaccorso A, Torrisi L, Gentile G. Valutazione *in vitro* delle lime endodontiche. *Dental Cadmos* 1998; 11: 37-45
14. Rapisarda E, Bonaccorso A, Tripi TR, Bartoloni G. Cementi endodontici nelle otturazioni con Thermafil. *Dental Cadmos* 1998; 3: 29-37
15. Butti A, Ferraroni M, Re D. Influenza delle tecniche di sterilizzazione rapida sulle proprietà meccaniche degli strumenti endodontici. *G It Endo* 1995; 4: 144-150
16. Haikel Y, Serfaty R, Bleicher P, Lwin TTC, Alleman C. Effects of cleaning, disinfection and sterilization procedures on the cutting efficiency of endodontic files. *J Endodon* 1996; 22: 657-661
17. Perrini P, Corsini A, Francini E. La sterilizzazione degli strumenti endodontici mediante microonde. *G It Endo* 1991; 4: 139-141
18. Bruce FM., Gart A, Russel A. The effects of the autoclave sterilization on endodontic files. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 1983; 2: 204-207
19. Morrison SW, Newton CW, Brown CE. The effects of steam sterilization and usage and cutting efficiency of endodontic instruments. *J Endodon* 1989; 15: 427-430
20. Mitchell BF, James GA, Nelson RC. The effect of autoclave sterilization on endodontic files. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 1983; 55: 204-207
21. Haikel Y, Serfaty R, Bleicher P, Lwin TT, Allemann C. Effects of cleaning, chemical disinfection, and sterilization procedures on the mechanical properties of endodontic instruments. *J Endodon* 1997; 23: 15-18
22. Silvaggio J, Hicks ML. Effect of heat sterilization on the torsional properties of rotary nickel-titanium endodontic files. *J Endodon* 1997; 23: 731-734
23. Cooley RL, Marshall TD, Young JM, Huddleston AM. Effect of sterilization on the strength and cutting efficiency of twist drills. *Quintessence Int* 1990; 21: 919-923
24. Johnson MA, Primack PD, Loushine RJ, Craft DW. Cleaning of endodontic files, Part I: the effect of bio-burden on the sterilization of endodontic files. *J Endodon* 1997; 23: 32-34
25. Morrison SW, Newton CW, Brown CE Jr. The effects of steam sterilization and usage on cutting efficiency of endodontic instruments. *J Endodon* 1989; 15: 427-43
26. Velez AE, Thomas DD, Del Rio CE. An evaluation of sterilization of endodontic instruments in artificial sponges. *J Endodon* 1998; 24: 51-53
27. Hurtt CA, Rossman LE. The sterilization of endodontic hand files. *J Endodon* 1996; 22: 321-322