

Uniwersytet Medyczny w Łodzi  
Katedra Stomatologii Wieku Rozwojowego  
Zakład Ortodoncji

Olga Włodarczyk-Górniak

**Wpływ sposobu przygotowania powierzchni  
ceramiki skalenkowej na jej uszkodzenia podczas  
zdejmowania ortodontycznych zamków  
estetycznych różnymi metodami**

*Rozprawa na stopień doktora nauk medycznych*

*Promotor: Prof. dr hab. n. med. Elżbieta Pawłowska*

*Kierownik Katedry: Prof. dr hab. n.med. Joanna Szczepańska*

**Łódź 2018**

## STRESZCZENIE

Wraz ze wzrastającą liczbą dorosłych osób leczonych ortodontycznie pojawiała się potrzeba adhezyjnego mocowania zamków do uzupełnień ceramicznych. Powierzchnia porcelany dentystycznej nie poddaje się trawieniu kwasem ortofosforowym ( $H_3PO_4$ ) i wymaga odmiennego protokołu postępowania. Mocowanie zamków ortodontycznych do ceramicznego uzupełnienia protetycznego staje się dla lekarza podwójnym wyzwaniem. Z jednej strony należy przygotować powierzchnię tak, by uzyskać minimalną siłę połączenia wynoszącą 7 MPa, w celu umożliwienia przeprowadzenia leczenia ortodontycznego. Z drugiej strony powierzchnia porcelany dentystycznej, po zdjęciu zaczepu, powinna być funkcjonalnie i estetycznie niezmieniona. Wyróżnia się mechaniczne i chemiczne sposoby opracowania powierzchni ceramiki skaleniowej. Kolejnym aspektem złożoności problemu są estetyczne wymagania pacjentów dorosłych, którzy bardzo często decydują się na leczenie zamkami estetycznymi mono- lub polikrystalicznymi, przy których debondingu odnotowuje się wysoki stopień uszkodzeń koron.

### Cel pracy

- I. Ocena wpływu sposobu przygotowania powierzchni ceramiki skaleniowej na wytrzymałość połączenia z porcelanowymi zamkami ortodontycznymi.
- II. Analiza wpływu metody zdejmowania zaczepu ortodontycznego na stopień uszkodzeń powierzchni uzupełnienia ceramicznego.

Problem badawczy został zrealizowany w oparciu o następujące cele szczegółowe:

1. Ocena wytrzymałości połączenia między powierzchnią ceramiki, a podstawą estetycznego zamka ortodontycznego po zastosowaniu wybranych metod przygotowania powierzchni ceramiki.
2. Ocena wpływu chropowatości oraz zwilżalności opracowanych próbek na wytrzymałość połączenia po zastosowaniu wybranych metod przygotowania powierzchni ceramiki.
3. Ocena charakteru przełomu adhezyjno-kohezyjnego po wykonaniu testu ścinania.
4. Ocena ilości pozostałego kleju ortodontycznego na powierzchni próbek w wyniku przeprowadzenia testu ścinania.

5. Ocena wpływu termicznej metody zdejmowania zamków ortodontycznych na wytrzymałość wiązania, wskaźnik ARI oraz powstały charakter przełomu adhezyjno-kohezyjnego.

## **Materiał i metody**

Materiał do badań stanowiło 130 próbek ceramiki skaleniowej napalanej na metalowy walec o średnicy 8 mm i grubości 2 mm (Kuraray Noritake Dental, Japonia). Po przeanalizowaniu dotychczasowych doniesień i odrzuceniu metod niespełniających minimalnych sił wiązania zamków ortodontycznych z powierzchnią porcelany, materiał został podzielony na 10 grup badanych w zależności od sposobu przygotowania ceramiki:

**P, P\_L** – obejmujące próbki poddane obróbce strumieniowo-ściernej tlenkiem glinu o średnicy ziarna 50 $\mu$ m z odległości 10mm przez 10s pod ciśnieniem 2,5 bar;

**CJS, CJS\_L** – obróbka trybochemiczna preparatem CoJet Sand o średnicy ziarna 30  $\mu$ m z odległości 10mm przez 15s pod ciśnieniem 2,5 bar;

**HF, HF\_L** – trawienie chemiczne kwasem fluorowodorowym o stężeniu 9,5% przez 60s;

**MEP, MEP\_L** – przygotowywanie chemiczne preparatem Monobond Etch&Prime wcierając preparat przez 20s i pozostawiając do przereagowania przez kolejne 40s;

**K, K\_L** - kontrola, próbki pokryte glazurą.

Dodatkowo w badaniach wykorzystano 100 porcelanowych polikrystalicznych zamków ortodontycznych na siekacz żuchwy (Centric), klej ortodontyczny światłoutwardzalny Transbond XT (3M Unitek, USA), tlenek glinu o średnicy ziarna 50 $\mu$ m, silanizowany piasek CoJet Sand (3M ESPE, USA), 9,5% kwas fluorowodorowy (Cercamed, Polska), Monobond Etch&Prime (Ivoclar Vivadent, Lichtenstein) oraz Silan (3M ESPE, USA).

### **1. Badanie profilu chropowatości, zwilżalności oraz obrazowanie SEM**

W celu zebrania całej charakterystyki materiałowej 30 próbek po zastosowaniu wybranych metod opracowania powierzchni poddano obrazowaniu w elektronowym mikroskopie skaningowym (HITACHI S-3000N), w powiększeniu 100x oraz 1000x. Następnie próbki poddano badaniu chropowatości (odczytywano parametry  $R_a$ ,  $R_q$  oraz  $R_z$ ) w profilometrze SJ-410 (Mitutoyo) oraz badaniu zwilżalności metodą osadzanej kropli, z której obliczano swobodną energię powierzchniową (SEP).

## **2. Badanie wytrzymałości połączenia ceramiki skalenkowej z zamkiem ortodontycznym testem ścinania technicznego z uprzednim naświetlaniem laserem Er:YAG lub bez**

Próbki z grup P, P\_L, CJS, CJS\_L, HF oraz HF\_L zostały pokryte preparatem 3M ESPE Sil. Do zacementowania zamków użyto cementu światłoutwardzalnego Transbond XT, zgodnie z zaleceniami producenta, naświetlając lampą Elipar S10 3M ESPE o mocy 1200 mW/cm<sup>2</sup> przez 5s bezpośrednio przez zamek.

Po 24 godzinach od cementowania zamków próbki zostały zanurzone w wodzie w urządzeniu Thermocycler THE-1100 na dobę i poddane 1450 cyklom ogrzania i chłodzenia między 55°C a 5°C (20 sekund woda ciepła, 20 sekund woda zimna). Po procesie termocyklingu, osuszone próbki z zacementowanym polikrystalicznym zamkiem ortodontycznym poddano testowi ścinania technicznego. Badania wartości naprężenia stycznego przeprowadzono przy użyciu uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej Zwick Z2.5. Prędkość wstępna przesuwu głowicy wynosiła 2 mm/min przy sile ścinającej 0,2 N. Próbki z grup P\_L, CJS\_L, HF\_L, MEP\_L, K\_L bezpośrednio przed testem ścinania technicznego zostały naświetlone laserem Er:YAG (KaVo Key Laser 3+) o mocy 4W (200mJ, 10Hz) przez 9 sekund.

## **3. Ocena charakteru przełomu adhezyjno-kohezyjnego**

Charakter przełomu, powstały w wyniku próby ścinania zamków ortodontycznych z powierzchni ceramiki, oceniano zgodnie z następującymi kryteriami: A 1 – przełom adhezyjny na granicy zaczepu ortodontycznego i materiału łączącego; A 2 – przełom adhezyjny na granicy ceramiki dentystycznej i materiału łączącego; K 1 – przełom kohezyjny w warstwie materiału łączącego; K 2 – przełom kohezyjny w obrębie warstwy ceramiki dentystycznej; A/K 1 – przełom adhezyjno-kohezyjny, bez uszkodzenia ceramiki dentystycznej; A/K 2 – przełom adhezyjno-kohezyjny z uszkodzeniem powierzchni ceramiki.

## **4. Ocena wskaźnika ilości pozostawionego cementu**

Analizie poddano ilość cementu pozostałego na powierzchni korony. Oceny dokonywano przy pomocy wskaźnika ARI (*ang. Adhesive Remnant Index*), według następujących kryteriów: 0 – brak cementu na powierzchni próbki; 1 – mniej niż 50% cementu na powierzchni próbki; 2 - więcej niż 50% cementu na powierzchni próbki; 3 – cały cement na powierzchni próbki z wyraźnym odbiciem powierzchni podstawy zaczepu ortodontycznego.

Wyniki poddano analizie statystycznej w programie STATISTICA v. 10.

## **Wyniki**

I. Sposób przygotowania powierzchni ceramiki skaleniowej wpływa na siłę połączenia z polikrystalicznym zaczepem ortodontycznym.

II. Wszystkie badane sposoby opracowywania powierzchni ceramiki wykazały wytrzymałość wiązania powyżej 7 MPa, wystarczającą do przeprowadzenia leczenia ortodontycznego.

III. Najwyższą średnią wartość naprężenia stycznego uzyskano w grupie HF (12,85 MPa). W grupie kontrolnej zamek uległ samoistnemu debondingowi w procesie termocyklingu.

IV. Chropowatość i zwilżalność wpływa na wytrzymałość połączenia adhezyjnego. Najwyższe wartości parametrów profilu chropowatości odnotowano w grupie HF. Chropowatość opracowanych powierzchni wpływa na uszkodzenia i estetykę ceramiki po procesie debondingu.

V. Badanie SEM wykazało najmniejsze zmiany struktury w grupie MEP. W grupach P, CJS i HF zobrazowano silnie rozwiniętą retencyjnie powierzchnię.

VI. Sposób przygotowania powierzchni ceramiki koreluje ze stopniem uszkodzeń podczas zdejmowania zaczepu ortodontycznego. Przełom adhezyjno-kohezyjny z uszkodzeniem powierzchni ceramiki obserwowano istotnie statystycznie częściej przy zastosowaniu kwasu fluorowodorowego z następową silanizacją (grupa HF) niż w pozostałych grupach.

VII. W grupach P, CJS, MEP i K w większości otrzymano wynik wskaźnika ARI 0 lub 1. W przeciwieństwie w grupie HF klej pozostawał na powierzchni ceramiki po usunięciu zamka (ARI 1, 2 lub 3).

VIII. Najmniejszy wpływ na strukturę ceramiki wykazał preparat Monobond Etch&Prime. Powierzchnia tych próbek miała strukturę zbliżoną do powierzchni ceramiki pokrytej glazurą. Potwierdziły to badania SEM i badanie profilu chropowatości. W tej grupie najrzadziej dochodziło do uszkodzenia ceramiki w trakcie debondingu.

IX. Po zastosowaniu termicznej metody debondingu wykazano redukcję wartości naprężenia stycznego połączenia ceramiki skaleniowej z polikrystalicznym zamkiem ortodontycznym w grupie P\_L - o 21,6%, MEP\_L - o 15,4%, HF\_L - o 10%

i CJS\_L – o 5,2%. Każda z grup wykazała zmniejszenie uzyskanej wytrzymałości jednak nie była to różnica istotna statystycznie.

X. Debonding termiczny z użyciem lasera Er:YAG, w porównaniu do mechanicznej metody usuwania zamków powoduje zmniejszenie występowania przełomu adhezyjno-kohezyjnego z uszkodzeniem ceramiki w każdej z badanych grup, jednak nie jest to różnica istotna statystycznie.

## **Wnioski**

Na podstawie przeprowadzonych badań laboratoryjnych można sformułować następujące wnioski:

- I. Sposób przygotowania powierzchni ceramiki skaleniowej wpływa na wytrzymałość połączenia z polikrystalicznym zaczepem ortodontycznym.
- II. Termiczna metoda debondingu redukuje ryzyko uszkodzeń powierzchni ceramiki w stopniu nie istotnym statystycznie.

Wnioski szczegółowe:

1. Wszystkie badane sposoby opracowywania powierzchni ceramiki skaleniowej, wykazały wytrzymałość wiązania powyżej 7 MPa, wystarczającą do przeprowadzenia leczenia ortodontycznego. Najwyższe naprężenie styczne obserwowano w grupie HF.
2. Wzrost chropowatości oraz zwilżalności powierzchni opracowanych próbek wpływa na wzrost siły adhezji i wytrzymałość połączenia z zamkiem ortodontycznym.
3. Sposób przygotowania powierzchni ceramiki skaleniowej wpływa na powstały charakter przełomu adhezyjno-kohezyjnego po debondingu.
4. Sposób przygotowania powierzchni ceramiki skaleniowej wpływa na wskaźnik ilości pozostałego kleju ortodontycznego po debondingu.
5. Termiczna metoda debondingu nie wpływa na wytrzymałość połączenia, powstały charakter przełomu adhezyjno-kohezyjnego ani na wskaźnik ARI w stopniu istotnym statystycznie.

## **Abstract**

With an increase in the number of adults undergoing orthodontic treatment there is a demand for bonding orthodontic brackets to ceramic restorations. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> acid etching of the surface of dental porcelain is ineffective and the material requires an alternative procedure. Bonding brackets onto ceramic restorations poses a problem for clinicians. The process requires preparation of the surface to obtain a minimum force of 7 MPa, to enable orthodontic treatment. However, after debonding the ceramic surface should remain functionally and aesthetically intact. Another factor contributing to the complexity of the problem are the requirements of adult patients who often opt for the more aesthetic mono- and polycrystalline brackets. Debonding of ceramic brackets often results in significant damage to porcelain crowns.

## **Aim**

- I. Evaluation of the influence of the surface preparation method of feldspathic ceramic on the strength of the connection with porcelain orthodontic brackets.
- II. Analysis of the effect of the method of removing the orthodontic brackets on the degree of damage to the surface of the ceramic restoration.

The problem of research has been carried out based on the following specific objectives:

1. Assessment of the strength of the connection between the ceramic surface and the basis of the aesthetic orthodontic bracket following the application of selected methods of ceramic surface preparation.
2. Assessment of the impact of roughness and wettability of the developed samples on the shear bond strength after application of selected methods of ceramic surface preparation.
3. Assessment of the character of adhesive-cohesive fracture after the shear test.
4. Evaluation of the amount of remaining orthodontic adhesive on the sample surface as a result of the shear test.
5. Assessment of the influence of the thermal method of removing orthodontic brackets on the risk of damage to the ceramic surface.

## **Material and methods**

The material for the tests consisted of 130 samples of feldspathic ceramic burnt on a metal cylinder with a diameter of 8 mm and a thickness of 2 mm (Kuraray Noritake Dental, Japan). After analysing the current reports and rejecting methods that do not meet the minimum bonding forces of orthodontic brackets with the porcelain surface, the material was divided into 5 groups depending on the method of ceramic preparation. The groups were as follows:

P – with samples prepared by abrasive blasting with aluminum oxide with a grain diameter of 50µm from a distance of 10mm for 10s at a pressure of 2.5 bar;

CJS - a tribochemical treatment with a CoJet Sand preparation with a grain diameter of 30 µm from a distance of 10 mm for 15 seconds at a pressure of 2.5 bar;

HF - chemical etching with 9.5% hydrofluoric acid for 60s;

MEP - chemical preparation with Monobond Etch & Prime rubbed in for 20s and allowed to react for another 40s;

K - control, samples covered with glaze.

In addition, 100 porcelain polycrystalline orthodontic brackets for the mandibular incisor (Centric), orthodontic adhesive Transbond XT (3M Unitek, USA), aluminum oxide with a 50 µm grain diameter, silicate sand CoJet Sand (3M ESPE, USA), 9.5% hydrofluoric acid (Cercamed, Poland), Monobond Etch & Prime (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) and Silan (3M ESPE, USA) were used in the study.

### **1. Testing of roughness profile, wettability and SEM imaging**

In order to collect all the material characteristics, the test samples were imaged using a scanning electron microscope (HITACHI S-3000N), in magnification 100x and 1000x. Additionally roughness tests in the SJ-410 profilometr (Mitutoyo) were performed ( $R_a$ ,  $R_y$  and  $R_z$  parameters were read from the roughness profile obtained). Third factor – wettability - was tested with embedded drop method, to obtain Surface Free Energy (SFE).

### **2. Strength test of connection of feldspathic ceramics with an orthodontic bracket with a technical shear test with previous Er: YAG laser irradiation or without**

Samples from groups P, P\_L, CJS, CJS\_L, HF and HF\_L were coated with 3M ESPE Sil. Brackets were bonded with light-cured adhesive Transbond XT. First, a thin layer of the adhesive resin was applied with a clean brush and treated with air spray.



Next, the bonding material was applied perpendicularly with a syringe to enable the adhesive to fill all the uneven mechanical retention areas of the bracket. After applying pressure to the bracket excess adhesive was removed from the sample surface with a sharp instrument. The adhesive was light-cured with Elipar S10 lamp (3M ESPE, USA) at 1200mW/cm<sup>2</sup> for 5 seconds directly through the bracket according to the manufacturer's instructions.

24 hours after the cementing procedure, the samples were stored in water in a thermocycler THE-1100 for 24 hours where they underwent 1450 cycles between 55°C and 5°C (20 sec. warm water, 20 sec. cold water). After the thermocycling process, the samples were dried and subjected to a shear bond test with a Zwick Z2.5 universal testing device. The initial crosshead speed was 2 mm per minute at a shearing force of 0.2 N.

Immediately before the technical shear test the samples from group P\_L, CJS\_L, HF\_L, MEP\_L and K\_L were irradiated with Er: YAG laser (KaVo Key Laser 3+) with a power of 4W (200mJ, 10Hz) for 9 seconds. The slit of the bracket slot was illuminated with a glass tip which was 10 mm long 2 mm wide and 0.5 mm thick.

### **3. Assessment of the type of fracture plane of the adhesion fracture**

The type of fracture plane resulting from shearing forces was determined according to the following criteria: A1 – adhesive fracture at the interface between the bracket and the adhesive; A2 - adhesive fracture at the interface between the porcelain and the adhesive; K1 - cohesive fracture within the adhesive layer; K2 - cohesive fracture within the porcelain layer; A/K1 adhesive-cohesive fracture with no damage to the porcelain; A/K2 - adhesive-cohesive fracture with damage to the porcelain surface.

### **4. Assessment of the adhesive remnant index**

The amount of cement remaining on the surface of the crown was analyzed. The assessment was made using the ARI (Adhesive Remnant Index), according to the following criteria: 0 - no cement on the surface of the sample; 1 - less than 50% of cement on the surface of the sample; 2 - more than 50% of cement on the surface of the sample; 3 - all cement on the sample surface with a clear reflection of the base surface of the orthodontic bracket.

The results were subjected to statistical analysis in the STATISTICA v. 10 program.

## Results

I. Method of preparing the surface of feldspathic ceramic influences the strength of connection with the polycrystalline orthodontic bracket.

II. In the shear test, all the studied methods of ceramic surface preparation showed a value of the bonding strength of the orthodontic bracket with the ceramic above 7 MPa, which is sufficient to carry out orthodontic treatment.

III. The highest average shear bond strength value was obtained in the HF group (12.85 MPa). In the control group, the bracket was debonded in the process of thermocycling.

IV. Roughness and wettability influence the strength of the adhesive shear bond strength. The roughness of the developed surfaces increases the damage and affects the aesthetics of the ceramics after the debonding process.

V. The SEM study showed the smallest structural changes in the MEP group. In groups P, CJS and HF a strongly developed retention surface is documented.

VI. The method of ceramic surface preparation correlates with the degree of damage when removing the orthodontic bracket. The adhesive-cohesive fracture with ceramic surface damage was observed statistically significantly more often when using hydrofluoric acid with subsequent silanization (HF group).

VII. In the P, CJS, MEP and K group the predominant value of the ARI was 0 or 1, while in the HF group, the results were 1, 2 or 3.

VIII. The smallest effect on the structure of ceramics was observed after the use of Monobond Etch & Prime. The surface of these samples had a structure similar to the ceramic surface covered with glaze. This group was the least likely to damage ceramics. This was confirmed by SEM and roughness profile research.

IX. After applying the thermal method of debonding, it was shown that the tangential bonding of the feldspar and polycrystalline orthodontic brackets in the P\_L group was reduced by 21.6%, MEP\_L group - 15.4%, HF\_L - 10% and CJS\_L - 5.2% respectively. Each of the groups showed a reduction in strength which was not statistically significant.

X. In comparison to the mechanical method of removing brackets, thermal debonding using the Er: YAG laser reduces the occurrence of adhesive-cohesive fracture in each of the studied groups, though the difference is not statistically significant.

## **Conclusion**

The following conclusions can be made on the basis of the laboratory tests:

- I. The method of surface preparation of feldspar ceramic influences the strength of the connection with the polycrystalline orthodontic bracket.
- II. The thermal method of debonding reduces the risk of damage to the ceramic surface to a degree that is not statistically significant.

Detailed conclusions:

1. In the shear test, all the studied methods of ceramic surface preparation showed a value of the bonding strength of the orthodontic bracket with the ceramic above 7 MPa, which is sufficient to carry out orthodontic treatment.
2. The increase of roughness and wettability of the surface of the prepared samples affects the strength of the connection with the orthodontic bracket.
3. The method of preparing the surface of feldspathic ceramic influences the resulting character of the adhesive-cohesive fracture after debonding.
4. The method of preparing the surface of feldspathic ceramic influences the ARI values after debonding.
5. The thermal debonding method does not affect the shear bond strength, the character of the adhesive-cohesive fracture or the ARI to a statistically significant degree.