

Porównanie wpływu sposobu przygotowania powierzchni ceramiki skalenkowej na wytrzymałość połączenia z ortodontycznymi zamkami estetycznymi

Comparison of the effect of the feldspathic sample surface preparation method on the strength of the bond with orthodontic aesthetic brackets

Olga Włodarczyk-Górniak¹ **A B C D E F**

Agata Szczesio² **B**

Joanna Nowak³ **B**

Leszek Klimek⁴ **A B**

Joanna Szczepańska⁵ **A D E**

Elżbieta Pawłowska⁶ **A D E**

Wkład autorów: **A** Plan badań **B** Zbieranie danych **C** Analiza statystyczna **D** Interpretacja danych
E Redagowanie pracy **F** Wyszukiwanie piśmiennictwa

Authors' Contribution: **A** Study design **B** Data Collection **C** Statistical Analysis **D** Data Interpretation
E Manuscript Preparation **F** Literature Search

^{1,6} Zakład Ortodontcji Uniwersytetu Medycznego w Łodzi

Department of Orthodontics, Medical University of Lodz

^{2,3} Uczelniane Laboratorium Badań Materiałowych Uniwersytetu Medycznego w Łodzi

University Laboratory of Material Studies, Medical University of Lodz

⁴ Zakład Technik Dentystycznych Uniwersytetu Medycznego w Łodzi

Department of Dental Technology, Medical University of Lodz

⁵ Katedra i Zakład Stomatologii Wieku Rozwojowego Uniwersytetu Medycznego w Łodzi

Chair and Department of Paediatric Dentistry, Medical University of Lodz

¹ Lek. dent. / DDS

² Mgr inż. / M. Sc. Eng.

³ Mgr inż. / M. Sc. Eng.

⁴ Prof. dr hab. inż. n. tech., Kierownik Zakładu Technik Dentystycznych / M. Sc. Eng, PhD, Professor, Head of the Department of Dental Technology

⁵ Prof. dr hab. n. med. specjalista stomatologii dziecięcej, Kierownik Katedry i Zakładu Stomatologii Wieku Rozwojowego / DDS, PhD, Professor, specialist in paediatric dentistry, Head of Chair and Department of Pediatric Dentistry

⁶ Prof. dr hab. n. med. specjalista ortodonta, specjalista stomatologii dziecięcej / DDS, PhD, Professor, specialist in orthodontics, specialist in paediatric dentistry

Dane do korespondencji / Correspondence address:

Olga Włodarczyk-Górniak

Zakład Ortodontcji

ul. Pomorska 251, 92-213 Łódź

e-mail: owlodarczyk.gorniak@gmail.com

Praca finansowana z projektu badawczego dla młodych naukowców i doktorantów UM w Łodzi nr 502-03/2-043-01/502-24-061

Streszczenie

Wraz ze wzrastającą liczbą dorosłych osób leczonych ortodontycznie pojawiała się potrzeba adhezyjnego cementowania zamków do koron i innych uzupełnień ceramicznych. Powierzchnia porcelany dentystycznej nie poddaje się trawieniu kwasem fosforowym (H₃PO₄) i wymaga odmiennego protokołu postępowania. **Cel.** Celem badania była ocena wytrzymałości połączenia zamków polikrystalicznych z ceramiką skaleniową opracowaną wybranymi metodami. **Materiał i metody.** Próbkę ceramiki skaleniowej napalonej na metalowy walec zostały podzielone na 5 grup i opracowane wybranymi metodami. Powierzchnia została poddana obrazowaniu w mikroskopie elektronowym (SEM) oraz badaniu profilu chropowatości. Następnie, po zacementowaniu zamków polikrystalicznych oraz po procesie termocyklingu (24h, 1450 cykli), przeprowadzono test ścinania technicznego w maszynie wytrzymałościowej. Oceniano powstały przełom adhezyjno-kohezyjny oraz wskaźnik ARI. Wyniki poddano analizie statystycznej. **Wyniki.** Wszystkie badane próbki wykazały siłę wiązania zamka ortodontycznego z ceramiką badaną testem ścinania powyżej 7 MPa, która jest uznawana za wystarczającą do przeprowadzenia leczenia ortodontycznego. Najwyższą średnią wytrzymałość uzyskano w grupie HF (12,85 MPa). Zaobserwowano w niej najczęstszy przełom adhezyjno-kohezyjny z uszkodzeniem ceramiki. Najmniejszy wpływ na strukturę ceramiki miał preparat zastosowany w grupie MEP (10,03 MPa). Widoczne jest to w badaniu profilu chropowatości oraz w badaniu SEM. Struktura powierzchni próbek z grupy MEP i K nie różniła się znacząco. **Wnioski.** Badania wykazały alternatywne metody postępowania podczas przygotowywania powierzchni ceramiki skaleniowej do cementowania adhezyjnego, które spełniają wymagania stawiane przez współczesną ortodontję. (Włodarczyk-Górniak O, Szczesio A, Nowak J, Klimek L, Szczepańska J, Pawłowska E. Porównanie wpływu sposobu przygotowania powierzchni ceramiki skaleniowej na wytrzymałość połączenia z ortodontycznymi zamkami estetycznymi. *Forum Ortod* 2018; 14: 167-77).

Nadesłano: 15.05.2018

Przyjęto do druku: 30.08.2018

Słowa kluczowe: zamki ortodontyczne, adhezja, porcelana dentystyczna, ceramika

Wstęp

Liczba osób dorosłych leczonych ortodontycznie corocznie wzrasta. Ze względu na zniszczenie zębów lub z powodów estetycznych pacjenci często są zaopatrzeni w porcelanowe odbudowy protetyczne. Wymaga to zmiany w protokole adhezyjnego klejenia zamków ortodontycznych. W 1955 roku Buoncore (1) wprowadził do stomatologii technikę

Abstract

As the amount of orthodontically treated adults is steadily increasing, the need arose of adhesive cementation of brackets for crowns and other ceramic restorations. The surface of dentist porcelain does not undergo etching with phosphoric acid (H₃PO₄) and requires a different procedure protocol. **Aim.** The aim of the research was to evaluate the strength of the polycrystalline bracket bonds with feldspathic ceramics processed using some selected methods. **Material and methods.** Feldspathic ceramic samples fired onto a metal cylinder were divided into five groups and processed with the selected methods. The surface was subjected to scanning electron microscope (SEM) imaging and roughness profile examination. Next, after cementing the polycrystalline brackets and after conducting a thermocycling process (24h, 1450 cycles), a technical shear resistance test was performed in a strength testing machine. The resulting adhesive-cohesive fracture was evaluated as well as the ARI (Adhesive Remnant Index). The findings were subjected to statistical analysis. **Results.** All the samples tested demonstrated that the orthodontic bracket bonding strength with ceramics examined using the shear resistance test amounted to more than 7 MPa, with such bonding strength being considered sufficient to conduct orthodontic treatment. The highest mean strength was obtained and the most frequent adhesive-cohesive fracture with damage to the ceramics was observed in group HF (12,85 MPa). The preparation applied in group MEP (10,03 MPa) had the lowest influence on the ceramics structure. This was observed in the roughness profile test and in the SEM test. The surface structure of the samples in the MEP group did not significantly differ from that in the K group. **Conclusions.** The tests demonstrated that the alternative procedure methods applied during the feldspathic ceramics surface preparation for adhesive cementing comply with the requirements set by the contemporary orthodontics. (Włodarczyk-Górniak O, Szczesio A, Nowak J, Klimek L, Szczepańska J, Pawłowska E. Comparison of the effect of the feldspathic sample surface preparation method on the strength of the bond with orthodontic aesthetic brackets. *Orthod Forum* 2018; 14: 167-77).

Received: 15.05.2018

Accepted: 30.08.2018

Key words: orthodontic brackets, adhesion, dentist porcelain, ceramics

Introduction

The number of orthodontically treated adult patients is increasing every year. The patients frequently wear porcelain prosthetic restorations due to damaged teeth or for aesthetic reasons. This requires a change in the adhesive bonding protocol of orthodontic brackets. In 1955, Buoncore (1)

Comparison of the effect of the feldspathic sample surface preparation method on the strength of the bond...

adhezyjną opartą na trawieniu szkliwa 37 proc. kwasem fosforowym (H₃PO₄). W ortodoncji jako pierwszy wykorzystał adhezję Newman (2), który w 1965 roku zacementował zamki plastikowe z polikarbonatu do szkliwa. Porcelana dentystyczna nie reaguje na trawienie kwasem fosforowym. Mocowanie zamków do ceramicznego uzupełnienia staje się dla ortodonty podwójnym wyzwaniem. W celu umożliwienia przeprowadzenia leczenia ortodontycznego (3) należy z jednej strony przygotować powierzchnię tak, by uzyskać minimalną siłę połączenia wynoszącą 7 MPa, z drugiej strony, powierzchnia ceramiki po zdjęciu zaczepu powinna być funkcjonalnie i estetycznie niezmienną.

Metody mechaniczne (piaskowanie, chropowacenie wiertłem diamentowym) i chemiczne (trawienie HF, silanizacja) (4-8) służą przygotowaniu powierzchni ceramiki do cementowania adhezyjnego. Niektórzy ortodonty zalecają zdjęcie glazury przed opracowywaniem (9). Standardowe trawienie kwasem fluorowodorowym niesie ze sobą wysokie ryzyko uszkodzenia błony śluzowej przy zastosowaniu wewnątrzustnym (10). Dodatkowo struktura ceramiki nie poddaje się polerowaniu i po leczeniu pozostaje matowa.

Kolejnym aspektem złożoności problemu są estetyczne wymagania dorosłych pacjentów, którzy bardzo często decydują się na leczenie zamkami estetycznymi mono- lub polikrystalicznymi. Zamki te ze względu na rodzaj budulca cechują się bardzo dużą sztywnością i kruchością. Nie załamują się przy zdejmowaniu z powierzchni zęba tak jak zamki metalowe, które stopniowo przy nacisku zaczynają odrywać się od powierzchni materiału łączącego (11). Z tego powodu odnotowuje się wysoki stopień uszkodzeń koron ceramicznych przy debondingu zamków porcelanowych.

Cel

Celem badania była ocena wytrzymałości połączenia zamków polikrystalicznych z ceramiką skaleniową. Próbkę podzielono na pięć grup, badanych w zależności od sposobu opracowania powierzchni. Ceramikę poddano obrazowaniu w mikroskopie elektronowym (SEM) oraz badaniu liniowym profilu chropowatości. Oceniano również powstały przełom adhezyjno-kohezyjny oraz ilość pozostałego cementu na powierzchni próbek ARI (ang. Adhesive Remnant Index).

Materiał i metody

Do badań przygotowano 55 próbek ceramiki skaleniowej glazurowanej (Kuraray Noritake). W tym celu na metalowy walec o średnicy 8 mm napalano warstwowo ceramikę skaleniową, zgodnie z zaleceniami producenta, do grubości 2 mm. Aby otrzymać jednolitą, porównywalną powierzchnię, ostatnia warstwa próbki została zeszlifowana do uzyskania gładkiej powierzchni. Następnie próbki pokryto glazurą.

Materiał podzielono na pięć grup badanych, przygotowując powierzchnię ceramiki wybranymi metodami. Zastosowano

introduced in orthodontics an adhesive technique based on etching enamel using 37 % phosphoric acid (H₃PO₄). The first to apply adhesion in orthodontics was Newman (2), who in 1965 cemented polycarbonate plastic brackets to enamel. Dentist porcelain does not react to etching with phosphoric acid. Fixing brackets to ceramic restorations becomes for an orthodontist a double challenge. In order to enable orthodontic treatment to be conducted (3) it is necessary, on one hand, to prepare the surface so as to obtain a minimum bonding strength of 7 MPa and on the other hand, the ceramic surface after the attachment is removed should remain unchanged in terms of its functionality and aesthetics.

Mechanical methods (abrasive sandblasting, grinding with a diamond burr) and chemical (HF etching, silanization) (4-8) are used to prepare the ceramic surface for adhesive cementation. Some orthodontists recommend removing the glaze prior to the initiation of the preparation stage (9). Standard etching with hydrofluoric (HF) acid in an intraoral application entails the risk of mucous membrane damage (10). Besides, the ceramic structure does not undergo polishing and remains rough after preparation.

Another aspect of the problem complexity is represented by the aesthetic requirements of adult patients who very often decide to choose treatment with aesthetic mono- or polycrystalline brackets. Such brackets, due to the type of material they are made from, are characterized by a very high rigidity and brittleness. They do not bend when being removed from the tooth surface like metallic brackets which, under pressure, gradually start coming off the bonding material surface (11). It is for that reason that a high percentage of damage to ceramic crowns is recorded when porcelain brackets are being debonded.

Aim

The aim of the study was to assess the bonding strength of polycrystalline brackets with feldspathic ceramic. The samples were divided into five groups which were tested in terms of the surface preparation method. The ceramics was subjected to scanning electron microscopy (SEM) and a linear roughness profile examination. The resulting adhesive-cohesive fracture was evaluated as well as the amount of cement residue on the surface of the ARI (Adhesive Remnant Index) samples.

Material and methods

Fifty-five samples of glazed feldspathic ceramics (Kuraray Noritake) were prepared for the testing. For this purpose, in compliance with the manufacturer's indications, feldspathic ceramic layers were fired onto a metal cylinder 8 mm in diameter, with the maximum thickness of 2 mm. In order to obtain a homogenous, comparable surface, the last sample layer was ground off until a smooth surface was obtained. Next, the samples were glazed.

metody opracowania mechanicznego (piaskowanie Al₂O₃ o średnicy ziarna 50 μm; piaskowanie systemem trybochemicznym CoJet Sand (3M ESPE) o średnicy ziarna 30 μm) lub opracowania chemicznego (trawiono kwasem fluorowodorowym 9,5 proc.; trawiono preparatem Monobond Etch & Prime (Ivoclar Vivadent), który jednocześnie silanizuje powierzchnię). Preparaty zastosowane w badaniu oraz dokładny opis przygotowania wyszczególniono w tabeli 1. Dodatkowo w badaniach wykorzystano 50 porcelanowych polikrystalicznych zamków ortodontycznych na siekacz żuchwy (Certric) oraz klej ortodontyczny światłoutwardzalny Transbond XT (3M Unitek). Pomiaru powierzchni podstawy zamka dokonano suwmiarką z dokładnością 0,1 mm. Nie stwierdzono różnic w wymiarze pomiędzy zamkami. Procedury związane z przygotowaniem próbek oraz badania laboratoryjne wykonywano w pomieszczeniu o stałej temperaturze 23 ± 1°C oraz wilgotności 50 ± 5 proc.

W celu zebrania całej charakterystyki materiałowej badane próbki poddano obrazowaniu w elektronowym mikroskopie skaningowym (HITACHI S-3000N) w powiększeniu 100x oraz 1000x. Ponadto opracowane powierzchnie badano w profilometrze SJ-410 (Mitutoyo). Z otrzymanego profilu chropowatości odczytywano parametr Ra, który jest definiowany jako średnia arytmetyczna odchylenia profilu od linii średniej chropowatości.

Do zacementowania zamków użyto kleju ortodontycznego światłoutwardzalnego Transbond XT (3M Unitek). W pierwszej kolejności aplikowano czystym pędzelkiem cienką warstwę bondu, który rozdmuchiwano powietrzem z dmuchawki. Następnie materiał łączący nakładano bezpośrednio ze strzykawki na podstawę zamka, trzymając strzykawkę prostopadłe, tak by klej wypełnił wszystkie nierówności retencji mechanicznej zamka. Nadmiar kleju, który wydostał się spod zaczepu po dociśnięciu zamka do powierzchni próbki ceramiki, delikatnie usuwano zgłębnikiem. Do polimeryzacji użyto lampy Elipar S10 (3M ESPE) o mocy 1200 mW/cm² i zgodnie z zaleceniami producenta zamek naświetlano przez 5 sekund.

Po 24 godzinach, jakie upłynęły od chwili cementowania zamków, próbki zostały zanurzone w wodzie w urządzeniu Thermocykler THE-1100 i w ciągu doby poddane 1450 cyklom ogrzania i chłodzenia w temperaturze między 55°C a 5°C (naprzemiennie 20 sekund - woda ciepła, 20 sekund - woda zimna). Bezpośrednio 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) (12). Prędkość wstępna przesuwu głowicy wynosiła 2 mm/min., przy sile ścinającej 0,2 N.

W kolejnym etapie określano charakter przełomu powstały w wyniku próby ścinania zamków ortodontycznych z powierzchni ceramiki, zgodnie z następującymi kryteriami:

The material was divided into five test groups and the ceramic surface was prepared using the selected methods. A mechanical conditioning method was used (abrasive sandblasting with Al₂O₃ with a grain diameter of 50 μm; abrasive sandblasting using the tribochemical treatment method with CoJet Sand (3M ESPE) with a grain diameter of 30 μm) or chemical treatment (etching with 9.5% hydrofluoric acid; etching with preparation Monobond Etch & Prime (Ivoclar Vivadent A.G.), which simultaneously silanizes the surface). The preparations applied in the research and a detailed preparation stage description are specified in Table 1. Additionally the research involved the use of 50 porcelain polycrystalline orthodontic brackets for a mandibular incisor (central) and light-cure orthodontic adhesive Transbond XT (3M Unitek). The surface of the bracket base was measured with a slide caliper with an accuracy of 0.1 mm. Differences in the dimensions of the brackets were not found. The procedures related to sample preparation and laboratory tests were performed in a room with a steady temperature of 23 ± 1°C and humidity of 50 ± 5%.

In order to compile the entire material characteristics, the samples tested were subjected to imaging in a scanning electron microscope (HITACHI S-3000N) magnified 100 times and 1000 times. Besides, the surfaces under preparation were tested in surface profilometer SJ-410 (Mitutoyo). From the obtained roughness profile the Ra parameter was read, defined as an arithmetic average of the profile deviation from the average roughness line.

For the cementation of brackets, orthodontic adhesive Transbond XT (3M Unitek) was used. First, a thin bond layer which was blasted with the air from a syringe. Subsequently the bonding material was applied directly from the syringe onto the bracket base, holding the syringe perpendicularly so that the adhesive filled all the irregularities of the mechanical bracket retention. The excess adhesive that got out from under the attachment after the bracket had been clamped to the ceramic sample surface was delicately removed with a dental probe. Polymerization was conducted using Elipar S10 lamp (3M ESPE) with the power of 1200 mW/cm² and in line with the manufacturer's indications the bracket was light-cured for 5 seconds.

After 24 hours of bracket cementation, the samples were immersed in water using the Thermocykler THE-1100 apparatus and for 24 hours subjected to 1450 cycles of alternative heating and cooling at the temperatures between 55°C and 5°C (20 seconds in warm water and 20 seconds in cold water). Directly after the thermocycling process, the samples with the cemented polycrystalline orthodontic brackets were dehydrated and subjected to a technical shear test. The tangential stress test was performed using a universal strength testing machine (Zwick Z2.5) (12). The initial head velocity amounted to 2 mm/minute with the shear force of 0.2 N.

In the subsequent stage the fracture character occurred as a result of the attempt of shearing the orthodontic brackets off the ceramic surface in conformity with the following

Comparison of the effect of the feldspathic sample surface preparation method on the strength of the bond...

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.

Dodatkowo analizowano ilość cementu pozostałego na powierzchni korony. Oceny dokonywano za pomocą wskaźnika ARI (ang. Adhesive Remnant Index) według następujących kryteriów: 0 - brak cementu na powierzchni próbki; 1 - mniej niż 50 proc. cementu na powierzchni próbki; 2 - więcej niż 50 proc. cementu na powierzchni próbki; 3 - cały cement na powierzchni próbki, z wyraźnie zaznaczonym śladem na powierzchni podstawy zaczepu ortodontycznego.

Wyniki poddano analizie statystycznej. Dla opracowania danych zastosowano metody opisowe i metody wnioskowania statystycznego. Rozkłady wartości analizowanych w badaniu odbiegały istotnie od rozkładu normalnego; do porównania średnich wartości zastosowano testy nieparametryczne. W przypadku porównań kilku grup niezależnych, zastosowano test ANOVA Kruskala-Wallis, przyjęto poziom istotności $p < 0,05$. Obliczenia wykonano w programie STATISTICA v. 10.

Wyniki

Uzyskane wyniki wytrzymałości połączenia adhezyjnego przedstawiono w tabeli 2. Wszystkie badane próbki wykazały siłę wiązania zamka ortodontycznego z ceramiką badaną testem ścinania powyżej 7 MPa wystarczającą do przeprowadzenia leczenia ortodontycznego. Najwyższą średnią wytrzymałością połączenia cechowały się próbki z grupy HF (12,85 MPa) (Ryc. 1). Zamki w grupie kontrolnej uległy samoistnemu odklejeniu się od cementu w trakcie termocyklingu. Badania w mikroskopie elektronowym ukazały strukturę ceramiki skaleniowej poddanej przygotowaniu wybranymi metodami (Ryc. 2 a-j). Profil chropowatości zebranych metod zobrazowano na rycinie 3. W tabeli 3. podano wartości parametru Ra profilu chropowatości badanych próbek. Badane grupy P, HF, CJS wykazały istotnie statystycznie wyższą średnią arytmetyczną wychylenia profilu od linii średniej chropowatości niż w grupach MEP i K (Ryc. 4). Rozkład parametru Ra w grupach MEP i K nie różnił się od siebie w sposób istotny statystycznie. Rozkład wyników wskaźnika ARI oraz charakteru przełomu adhezyjno-kohezyjnego przedstawiono na rycinach 5. i 6. Statystycznie istotnie częściej dochodziło do przełomu adhezyjno-kohezyjnego z uszkodzeniem ceramiki skaleniowej w grupie HF, najrzadziej zaś w grupie MEP i K. Rozkład parametrów wskaźnika ARI również był istotnie statystycznie odmienny dla grupy HF, w której nie odnotowano wyników "0".

criteria: A 1 - adhesive fracture at the interface between orthodontic attachment and bonding material; A 2 - adhesive fracture at the interface between dentist ceramics and bonding material; K 1 - cohesive fracture in the bonding material layer; K 2 - cohesive fracture in the dentist ceramics layer; A/K 1 - adhesive-cohesive fracture without any damage to dentist ceramics; A/K 2 - adhesive-cohesive fracture with a dentist ceramic surface damage.

Additionally, the amount of remnant cement left on the crown surface was analysed. It was assessed with the use of the Adhesive Remnant Index (ARI) according to the following criteria: 0 - no cement left on the sample surface; 1 - less than 50% of cement left on the sample surface; 2 - more than 50% of cement left on the sample surface; 3 - the entire cement amount left on the sample surface with a clearly marked trace on the orthodontic attachment base.

The outcome was subjected to statistical analysis. Descriptive methods and statistical inference methods were applied for data processing. Analysed values distribution were significantly deviated from a normal distribution; non-parametric tests were applied to compare the mean values. The Kruskal-Wallis ANOVA test was used to compare several independent groups and the adopted relevancy level was $p < 0.05$. The calculations were performed using the STATISTICA v. 10 computer programme.

Results

The obtained results relative to the adhesive bonding strength were presented in Table 2. All the samples tested with the shear test demonstrated a bonding strength between the orthodontic bracket and ceramics of more than 7 MPa, sufficient for the performance of orthodontic treatment. The samples included in the HF group were characterized by the highest mean bond strength value (12.85 MPa) (Fig. 1). The control group brackets spontaneously came unstuck from the cement bond during the thermocycling process. The tests performed with the use of scanning electron microscopy revealed the feldspathic ceramic structure that had been prepared using the selected methods (Fig. 2 a-j). The roughness profile of the collected methods was presented in Figure 3. In Table 3 the Ra parameter values of the tested samples roughness profile were provided. The P, HF and CJS tested groups demonstrated a statistically significant higher arithmetic average of the roughness profile deviation from the mean roughness line than in the MEP and K groups (Fig. 4). In groups MEP and K, the Ra parameter distribution did not show a statistically significant difference. The distribution of ARI results and the character of the adhesive-cohesive fracture were presented in Figures 5 and 6. The adhesive-cohesive fracture with a dentist feldspathic ceramic surface damage occurred more frequently in terms of statistical significance in group HF samples whereas it occurred with the lowest frequency in the MEP and K groups. The ARI parameters distribution was also statistically significant different for the HF group in which no "0" results were recorded.

Tabela 1. Sposoby przygotowania powierzchni ceramiki w poszczególnych grupach.**Table 1. Methods of ceramic surface preparation in individual groups.**

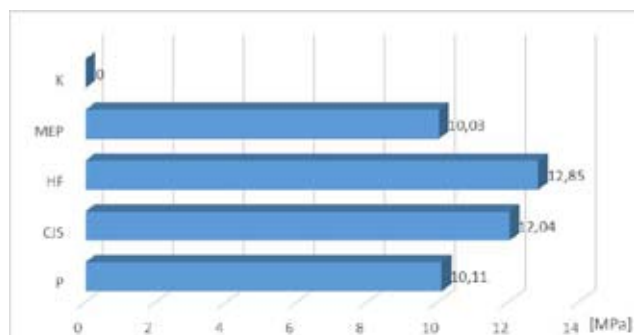
Grupa Group	Wykorzystany preparat Substance used	Sposób przygotowania powierzchni próbki ceramiki skaleniowej The method of feldspathic sample surface preparation
P (10 próbek) P (10 samples)	Tlenek glinu Aluminum oxide Silan (3M ESPE) Silan (3M ESPE)	Obróbka strumieniowo-ścierna tlenkiem glinu o średnicy ziarna 50 µm z odległości 10 mm przez 10s pod ciśnieniem 2,5ba. Próbkki silanizowano. Abrasive blasting with aluminum oxide with a grain diameter of 50 µm from a distance of 10 mm for 10s at a pressure of 2.5ba. The samples were silanized.
CJS (10 próbek) CJS (10 samples)	CoJet Sand (3M ESPE) CoJet Sand (3M ESPE) Silan (3M ESPE) Silan (3M ESPE)	Obróbka trybochemiczna preparatem CoJet Sand firmy 3M ESPE o średnicy ziarna 30 µm z odległości 10mm przez 15s pod ciśnieniem 2,5 ba. Próbkki silanizowano. A tribochemical treatment with a 3M ESPE 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 bars. The samples were silanized.
HF (10 próbek) HF (10 samples)	Kwas fluorowodorowy (Cerkamed) Hydrofluoric acid (Cerkamed) Silan (3M ESPE) Silan (3M ESPE)	Trawienie chemiczne kwasem fluorowodorowym o stężeniu 9,5% przez 60 s. Próbkki silanizowano. Chemical etching with 9.5% hydrofluoric acid for 60 s. The samples were silanized.
MEP (10 próbek) MEP (10 samples)	Monobond Etch & Prime (IvoclarVivadent) MonobondEtch&Prime (IvoclarVivadent)	Przygotowywanie chemiczne preparatem Monobond Etch & Prime, wcieranie preparatu przez 20 s i pozostawienie do przereagowania przez kolejne 40 s. Chemical preparation with Monobond Etch & Prime rubbed in for 20 s and allowed to react for another 40 s.
K (10 próbek) K (10 samples)		Kontrola, próbki pokryte glazurą. Control, samples covered with glaze.

Tabela 2. Porównanie wytrzymałości [MPa] w badanych grupach.**Table 2. Comparison of strength [MPa] in groups.**

Grupa Group	Obliczone parametry wytrzymałości [MPa] / Calculated strength parameters [MPa]					
	min	max	x	Me	SD	v(%)
P	4.94	15.52	10.11	11.25	3.51	34.8
CJS	9.60	19.38	12.04	11.30	2.79	23.2
HF	11.35	14.90	12.85	12.66	1.10	8.5
MEP	4.47	18.65	10.03	10.37	3.93	39.2
K	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	-

Tabela 3. Uzyskane wartości parametru R_a [µm] profilu chropowatości.**Table 3. Obtained values of the R_a [µm] parameter of the roughness profile.**

Grupa Group	Parametr R_a profilu chropowatości [µm] The R_a parameter of the roughness profile [µm]					
	min	max	x	Me	SD	v(%)
P	1.935	2.176	2.076	2.096	0.113	5.4
CJS	1.064	1.387	1.224	1.222	0.133	10.9
HF	2.041	2.762	2.498	2.594	0.321	12.8
MEP	0.390	0.494	0.458	0.474	0.048	10.4
K	0.423	0.475	0.452	0.455	0.022	4.9

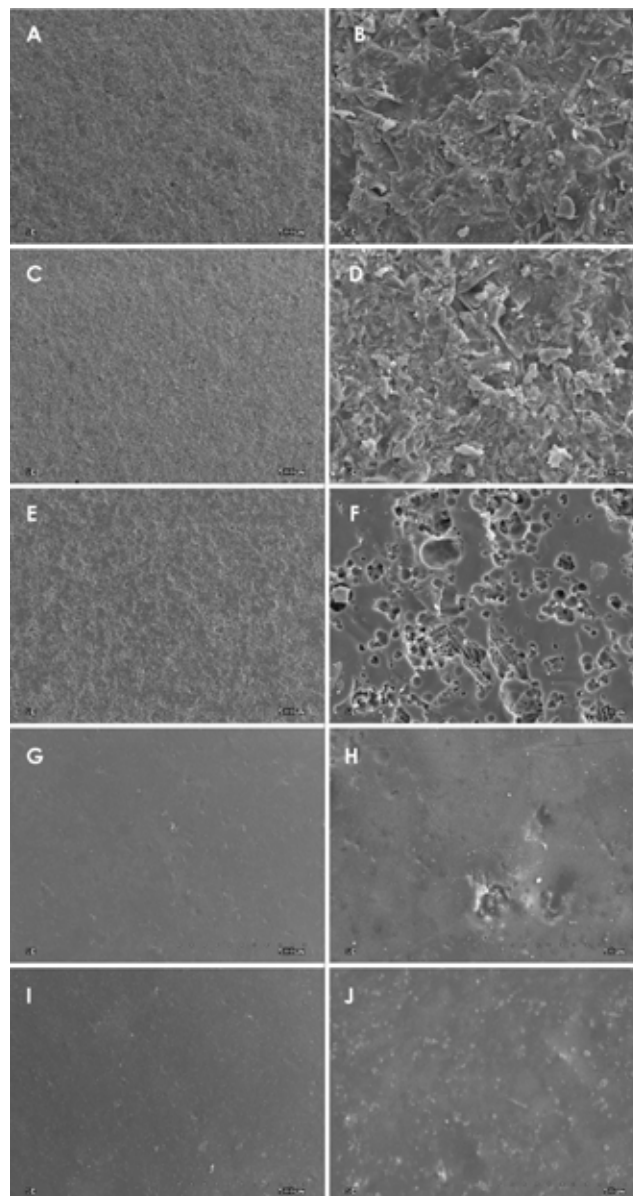


Rycina 1. Porównanie wytrzymałości [MPa] w badanych grupach.

Figure 1. Comparison of strength [MPa] in the groups.

Rycina 2. Powierzchnia ceramiki skaleniowej zobrażona w mikroskopie elektronowym po opracowaniu wybranymi metodami: A- piaskowanie tlenkiem glinu 50 μm (powiększenie x100), B- piaskowanie tlenkiem glinu 50 μm (powiększenie x1000), C- piaskowanie systemem trybochemicznym CoJet Sand 30 μm (powiększenie x100), D- piaskowanie systemem trybochemicznym CoJet Sand 30 μm (powiększenie x1000), E- trawienie kwasem fluorowodorowym (powiększenie x100), F- trawienie kwasem fluorowodorowym (powiększenie x1000), G- trawienie preparatem Monobond Etch & Prime (powiększenie x100), H- trawienie preparatem Monobond Etch & Prime (powiększenie x1000), I- bez obróbki (powiększenie x100), J- bez obróbki (powiększenie x1000).

Figure 2. Feldspathic ceramic surface under electron microscope after preparing by selected methods: A- sandblasting with aluminum oxide 50 μm (magnification x100), B- sandblasting with aluminum oxide 50 μm (magnification x1000), C- sandblasting with CoJet Sand 30 μm tribochemical system (magnification x100), D- sand blasting with the CoJet Sand 30 μm system (magnification x1000), E- etching with hydrofluoric acid (magnification x100), F- etching with hydrofluoric acid (magnification x1000), G- etching with Monobond Etch & Prime (magnification x100), H- etching with the preparation Monobond Etch & Prime (magnification x1000), I- glazed ceramic (magnification x100), J- glazed ceramic (magnification x1000).

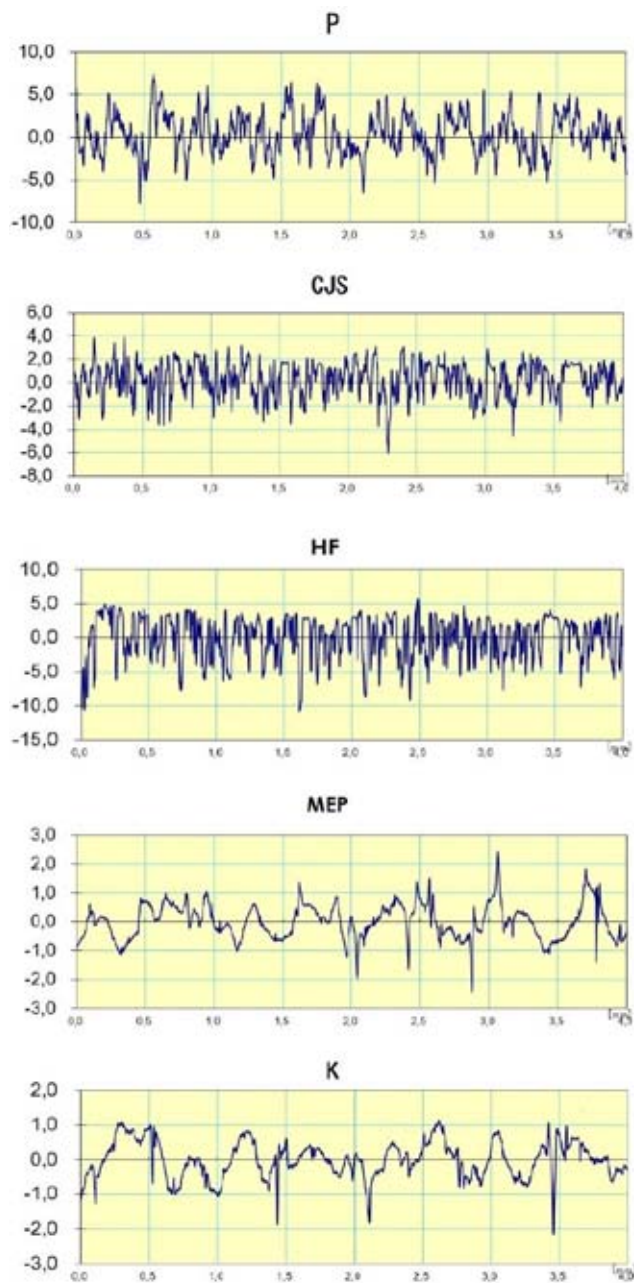


Dyskusja

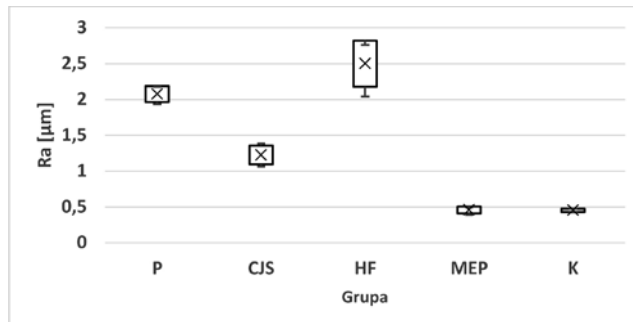
Wszystkie badane metody przygotowywania powierzchni ceramiki skaleniowej do cementowania adhezyjnego przekroczyły granicę minimalnej wytrzymałości wiązania. Haydar i wsp. wykazali, że do przeprowadzenia leczenia ortodontycznego wystarczające jest naprężenie styczne około 7 MPa (3). Najwyższą wytrzymałość uzyskano w grupie

Discussion

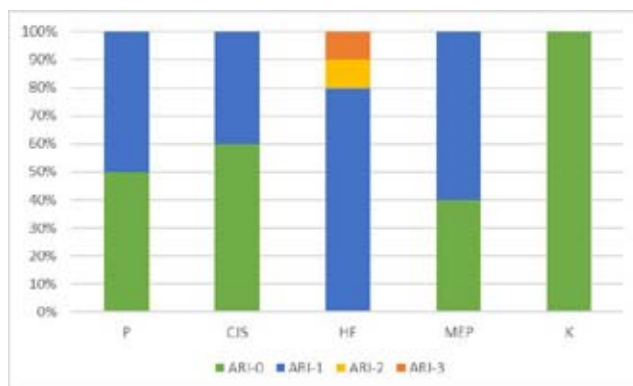
All the tested methods of preparation of feldspathic ceramic surface for adhesive cementation exceeded the borderline of the minimum bond strength. Haydar et al. demonstrated that the tangential stress of ca 7 MPa is sufficient for conducting an orthodontic treatment (3). The highest strength was obtained in the HF group (12.85 MPa). The bond strength



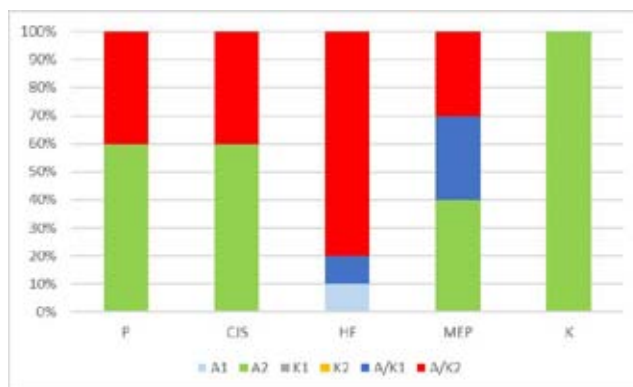
Rycina 3. Profil chropowatości badanych metod. Oś pionowa obrazuje odchylenie profilu od linii średniej [μm].
 Figure 3. Roughness profile of the tested methods. The vertical axis shows the deviation of the profile from the mean line [μm].



Rycina 4. Porównanie parametru Ra profilu chropowatości w badanych grupach: P, CJS, HF, MEP i K.
 Figure 4. Comparison of the roughness Ra parameter in the studied groups: P, CJS, HF, MEP and K.



Rycina 5. Porównanie rozkładu parametrów wskaźnika ARI (ang. Adhesive Remnant Index) w badanych grupach.
 Figure 5. Comparison of the distribution of ARI parameters (Adhesive Remnant Index) in the studied groups.



Rycina 6. Porównanie częstości występowania określonego charakteru przelomu adhezyjno-kohezyjnego w badanej grupie.
 Figure 6. Comparison of the distribution/incidence of the type of fracture plane in the examined group.

Comparison of the effect of the feldspathic sample surface preparation method on the strength of the bond...

HF (12,85 MPa). Wytrzymałość połączenia w tej grupie była istotnie statystycznie wyższa ($p < 0,05$) niż w grupach P (10,11 MPa), MEP (10,03 MPa), K (0,0 MPa). Wyniki są zbliżone do uzyskanych przez Karan i wsp. (13) oraz Zachrissona i wsp. (4). Schmage i wsp. (14) otrzymali wyniki wyższe dla prób piaskowanych 50 μ m AL2O3 i silanizowanych - 15,8 MPa; dla trawionych HF i silanizowanych - 14,7 MPa; dla piaskowanych CoJet Sand - 15,8 MPa. Może to wynikać z różnic w materiale łączącym stosowanym do badania. Badacz wykorzystał klej ortodontyczny wiążący chemicznie (Concise). Stwierdzono że, zamki mocowane bezpośrednio do glazurowanej powierzchni ceramiki skaleniowej oddziaływały się w procesie termocyklingu, co ma potwierdzenie w badaniach własnych.

Odmienne, znacząco wyższe wyniki uzyskał Cochran i wsp. (15). Dla próbek piaskowanych 50 μ m AL2O3 i silanizowanych uzyskano wytrzymałość 39,1 MPa; dla trawionych HF i silanizowanych - 35,5 MPa. Może to wynikać z faktu że, w badaniach nie zastosowano procesu termocyklingu. Arici i wsp. dowiedli, że siła wiązania w badaniach doświadczalnych znacząco maleje po przeprowadzeniu procesu ogrzewania i chłodzenia w środowisku wodnym, zarówno przy zastosowaniu cementów kompozytowych, jak i glasonmerowych (16). Należy nadmienić, że termocyklung jest procesem wymaganym do testowania adhezji. Ma na celu wywołanie przyspieszonego starzenia się materiału wiążącego oraz termicznej ekspansji, którą obserwujemy w jamie ustnej. Przechowywanie próbek w wodzie przez 24 godziny jest niewystarczające (17). Wykazano, że proces termocyklingu ma negatywny wpływ na siłę wiązania materiału do powierzchni (4, 18), w porównaniu z badaniami bez przeprowadzonego procesu ogrzewania i chłodzenia w środowisku wodnym (5, 10, 15). Wyniki wytrzymałości były znacząco wyższe w przypadku testowania próbek bez poddania ich procesowi termocyklingu, niekorelujące z wytrzymałością występującą *in vivo*. W 2003 roku ISO wprowadziło normy doświadczalnego testowania siły adhezji, wyznaczając 500 cykli termocyklingu jako minimalne, aby badania można było uznać za wiarygodne (19).

Podczas zdejmowania zamków ortodontycznych preferowany jest przełom adhezyjny. Pozwala to uniknąć uszkodzenia powierzchni, do której jest przytwierdzony zaczep. Jeżeli połączenie warstwy żywicy łączącej z powierzchnią jest silniejsze niż struktury samej ceramiki, dochodzi do przełomu adhezyjno-kohezyjnego połączonego z uszkodzeniem ceramiki. W przeprowadzonych badaniach statystycznie istotnie częściej ($p < 0,05$) dochodziło do powstania przełomu adhezyjno-kohezyjnego z uszkodzeniem ceramiki skaleniowej w grupie HF, niż w grupach MEP i K. Koreluje to z wynikami wskaźnika ARI, gdzie w grupie HF nie występowały wyniki "0". Świadczy to o bardzo silnym połączeniu materiału łączącego z przygotowaną powierzchnią. Arici i wsp., porównując wskaźnik ARI, wykazali znacząco większy udział wyniku "3" przy przechowywaniu przez 24

in that group, in terms of statistical significance, was higher ($p < 0,05$) than in groups P (10.11 MPa), MEP (10.03 MPa), or K (0.0 MPa). The findings are similar to those obtained by Karan et al. (13) and Zachrisson et al. (4). Schmage et al. (14) obtained higher results for adhesive-blasted (50 μ m AL2O3) samples and silanized samples - 15.8 MPa; for HF etched samples and silanized samples - 14.7MPa; for adhesive-blasted samples using a CoJet Sand (3M ESPE) - 15.8 MPa. This may result from differences in the bonding material used for testing. The researcher made use of a chemically bonding orthodontic adhesive (Concise™ Orthodontic Chemical Cure Adhesive, 3M). It was demonstrated that the brackets bonded directly onto glazed feldspathic ceramic surface separated during the thermocycling process, which has been confirmed in the author's own research.

Conversely, Cochran et al. (15) obtained significantly higher results. For abrasive-blasted samples (50 μ m AL2O3) and silanized samples, the result obtained was 39.1 MPa; for HF etched and silanized samples - 35.5 MPa. This may have arisen from the fact that the thermocycling process was not applied in their research. Arici et al. demonstrated in experimental studies that the bonding strength significantly decreases following a heating and cooling process conducted in the water environment both when composite cements and glass ionomere cements are applied (16). It should be mentioned that thermocycling is a process required for adhesion testing. It is aimed at causing accelerated aging of the bonding material and thermal expansion which is observed in the oral cavity. Having the samples submerged in water for 24 hours is insufficient (17). It was demonstrated that the thermocycling process has a negative impact on the bonding strength of a material onto a surface (4, 18) as compared with the studies in which the heating and cooling processes in the water environment were not conducted (5, 10, 15). The strength test results were significantly higher than those obtained when samples were tested without being subjected to the thermocycling process and did not correlate with strength test results occurring *in vivo*. In 2003, the ISO introduced standards for experimental testing of adhesive force and determined that the thermocycling process shall involve the minimum of 500 cycles so that a study could be considered reliable (19). An adhesive fracture is preferred during bracket debonding since it allows to avoid damaging the surface to which the attachment has been bonded. In the event that the bonding resin joint connecting to the surface is stronger than structure of the ceramics itself, an adhesive-cohesive fracture occurs combined with ceramics damage. In the studies conducted, an adhesive-cohesive fracture combined with feldspathic ceramics damage occurred more frequently in terms of statistical significance ($p < 0,05$) in the HF group than in the MEP and K groups. This correlates with the results obtained with the ARI, where in the HF group "0" results were not present. This testifies that the joint between the bonding material and the surface prepared

godziny w wodzie destylowanej i po 200 cyklach termocyklingu, niż w grupie poddanej 20 000 cyklom ogrzania i chłodzenia w środowisku wodnym, gdzie przeważały wyniki "0" i "1" (14). Wyniki świadczą o znaczącym wpływie procesu termocyklingu na połączenie materiału łączącego z powierzchnią, do której został zacementowany zaczep ortodontyczny.

Porównując zdjęcia z mikroskopu elektronowego, można zauważyć zróżnicowanie struktury ceramiki w zależności od przygotowania jej wybranymi metodami. Powierzchnia próbek z grup P, CJS i HF jest wyraźnie rozwinięta, widoczne są liczne nierówności, retencyjne zaczepy, chropowatość zauważalnie wzrosła. Nie obserwuje się natomiast dużych zmian w strukturze porcelany traktowanej preparatem Monobond Etch&Prime (MEP). W tej grupie próbki zachowały powierzchnię zbliżoną do grupy kontrolnej. Klinicznie obserwuje się podobną zależność. Obserwowane zmiany odnajdują potwierdzenie w badaniu profilu chropowatości. Najmniejsze zmiany chropowatości odnotowano w grupie MEP. Pozostałe metody wykazały istotnie statystycznie istotny wzrost chropowatości powierzchni.

Istotny jest także fakt, że kwas fluorowodorowy nie jest dopuszczony do stosowania wewnątrzustnie. Mimo to, gdy mamy do czynienia z powierzchniami porcelanowymi, jest często używany (5). Podczas nakładania preparatu HF należy zachować szczególną ostrożność. Praca w koferdamie powinna być rutynowym postępowaniem, z uwagi na możliwość uszkodzenia błony śluzowej jamy ustnej. Przeprowadzone badania wykazały alternatywne, bezpieczniejsze metody postępowania podczas przygotowywania powierzchni ceramiki skaleniowej do cementowania adhezyjnego, które spełniają wymagania stawiane przez współczesną ortodoncję.

Zwilżalność powierzchni, energia powierzchniowa oraz chropowatość są parametrami zmiennymi, zależnymi od sposobu przygotowania ceramiki wpływającymi na uzyskaną wytrzymałość połączenia. Niezbędne są dalsze badania czynników warunkujących siłę adhezji.

Wnioski

Wszystkie badane sposoby opracowywania powierzchni ceramiki wykazały wytrzymałość wiązania zamka ortodontycznego z ceramiką badaną testem ścinania powyżej 7 MPa, która jest wystarczająca do przeprowadzenia leczenia ortodontycznego.

Najwyższą średnią wartość wytrzymałości uzyskano w grupie próbek trawionych kwasem fluorowodorowym. Należy jednak podkreślić, że w tej grupie statystycznie istotnie częściej dochodziło do występowania przelomu adhezyjno-kohezyjnego z uszkodzeniem powierzchni ceramiki.

Najmniejszy wpływ na strukturę ceramiki wykazał preparat Monobond Etch & Prime. Powierzchnia tych próbek miała strukturę zbliżoną do powierzchni ceramiki pokrytej

is very strong. Arici et al., when comparing the ARI result, demonstrated a significantly greater participation of the "3" result relative to being submerged in distilled water for 24 hours and subjected to 200 thermo cycles than in the group subjected to 20 000 cycles of heating and cooling in the water environment where the "0" and "1" results prevailed (14). The results prove that the thermocycling process has a significant impact on the bonding material joint with the surface to which an orthodontic attachment was cemented.

When comparing images taken by the scanning electron microscope, a differentiation of the ceramic surface can be noted depending on the manner of its preparation using the selected methods. The surface of the samples from the P, CJS and HF groups is clearly developed, with multiple visible irregularities, retention attachments, and the roughness has notably increased. However, no considerable changes are observed in the structure of the porcelain treated with the Monobond Etch & Prime preparation (MEP). In this group, the samples retained the surface quality similar to that of the control group. Clinically, a similar relationship is observed. The observed changes find confirmation in the study of the roughness profile. The smallest roughness changes were recorded in the MEP group. The other methods showed a statistically significant increase in surface roughness.

The fact that the hydrofluoric acid is not allowed for intraoral application is also important. Despite this, when we deal with porcelain surfaces, it is frequently used (5). Particular caution should be taken when the HF preparation is being applied. Conducting work in a cofferdam should be the routine procedure in order to avoid causing lesions to the oral cavity mucosa. The studies performed have demonstrated that there are alternative, safer procedures for the preparation of feldspathic ceramic surfaces designed for adhesive cementing which comply with the requirements set by contemporary orthodontics.

Surface wettability, superficial energy and roughness represent the variable parameters depending on the method of preparation of ceramics that affect the bonding strength obtained as a result. Further studies of factors conditioning the adhesion force are indispensable.

Conclusions

All the studied methods of ceramic surface preparation showed that the strength of orthodontic bracket bonding with ceramics tested with the shear test was greater than 7 MPa, which was a sufficient value for an orthodontic treatment to be conducted.

The highest average strength value was obtained for the group of samples etched with the hydrofluoric acid. However, it should be emphasized that an adhesive-cohesive fracture combined with ceramic surface damage occurred in that group more frequently in terms of statistical significance.

Comparison of the effect of the feldspathic sample surface preparation method on the strength of the bond...

glazurą. Również w tej grupie najrzadziej dochodziło do uszkodzenia ceramiki.

Powyższe badania wykazały alternatywne, bezpieczniejsze metody postępowania aniżeli trawienie stężonym kwasem fluorowodorowym. Głównym kryterium wyboru sposobu przygotowania powierzchni porcelany, spośród spełniających kryteria wytrzymałościowe, powinna być jakość przełomu adhezyjno-kohezyjnego oraz następowe zmiany w strukturze ceramiki. Na podstawie przeprowadzonych badań laboratoryjnych można stwierdzić, że przygotowanie powierzchni preparatem Monobond Etch & Prime wykazuje istotnie zmniejszone ryzyko uszkodzenia struktury korony przy debondingu oraz w najmniejszym stopniu zmienia jej strukturę.

The Monobond Etch & Prime preparation showed the smallest impact on the ceramics structure. The surface of those samples had a structure similar to that of glazed ceramics. In that group ceramics damage was also the least frequent.

The foregoing research has demonstrated that there exist alternative, safer procedure methods that etching with concentrated hydrofluoric acid. The principal criterion for the selection of a porcelain surface preparation method to be identified from among those meeting strength-related criteria should be the quality of the adhesive-cohesive fracture and the resulting changes in ceramics structure. On the basis of laboratory testing conducted, it can be concluded that surface treatment with the Monobond Etch & Prime preparation demonstrates a decreased hazard of damaging the crown structure during the debonding process, and it has also changed its surface structure in the smallest degree.

Piśmiennictwo / References

- Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955; 34: 849-53.
- Newman GV. Adhesion and orthodontic plastic attachments. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1969; 56: 573-88.
- Haydar B, Sarikaya S, Cehreli ZC. Comparison of shear bond strength of three bonding agents with metal and ceramic brackets. *Angle Orthod* 1999; 69: 457-62.
- Zachrisson YO, Zachrisson BU, Büyükyılmaz T. Surface preparation for orthodontic bonding to porcelain. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1996; 109: 420-30.
- Gillis I, Redlich M. The effect of different porcelain conditioning techniques on shear bond strength of stainless steel brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1998; 114: 387-92.
- Atsü SS, Gelgör IE, Sahin V. Effects of silica coating and silane surface conditioning on the bond strength of metal and ceramic brackets to enamel. *Angle Orthod* 2006; 76: 857-62.
- Ajlouni R, Bishara SE, Oonsombat C, Soliman M, Laffoon J. The effect of porcelain surface conditioning on bonding orthodontic brackets. *Angle Orthod* 2005; 75: 858-64.
- Barbosa VL, Almeida MA, Chevitarrese O, Keith O. Direct bonding to porcelain. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1995; 107: 159-64.
- Nebbe B, Stein E. Orthodontic brackets bonded to glazed and deglazed porcelain surfaces. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1996; 109: 431-6.
- Kocadereli I, Canay S, Akca K. Tensile bond strength of ceramic orthodontic brackets bonded to porcelain surfaces. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2001; 119: 617-20.
- Bishara SE, Fonseca JM, Boyer D. The use of debonding pliers in the removal of ceramic brackets: Force levels and enamel cracks. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1995; 108: 242-8.
- Rosentritt M, Leibrock A, Lang R, Behr M, Scharnagl P, Handel G. Apparatur zur simulation des kauorgans (Regensburger kausimulator). *Materialprüfung* 1997; 39: 77-80.
- Karan S, Büyükyılmaz T, Toroğlu MS. Orthodontic bonding to several ceramic surfaces: Are there acceptable alternatives to conventional methods? *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2007; 132: 144e7-14.
- Schmage P, Nergiz I, Herrmann W, Özcan M. Influence of various surface-conditioning methods on the bond strength of metal brackets to ceramic surfaces. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2003; 123: 540-6.
- Cochran D, O'Keefe KL, Turner DT, Powers JM. Bond strength of orthodontic composite cement to treated porcelain. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1997; 111: 297-300.
- Arici S, Arici N. Effects of thermocycling on the bond strength of a resin-modified glass ionomer cement: an in vitro comparative study. *Angle Orthod* 2003; 73: 692-6.
- Bishara SE, Ajlouni R, Laffoon JF. Effect of thermocycling on the shear bond strength of a cyanoacrylate orthodontic adhesive. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2003; 123: 21-4.
- Eustaquio R, Garner LD, Moore BK. Comparative tensile strengths of brackets bonded to porcelain with orthodontic adhesive and porcelain repair systems. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1988; 94: 421-5.
- International Organization for Standardization. Dental materials. Testing of adhesion to tooth structure. 2003; ISO/TS 11405.