Republic of Iraq
Ministry of Higher Education
and Scientific Research
University of Baghdad
College of Dentistry

NOVEL ACIDIC CALCIUM PHOSPHATE PASTES FOR ENAMEL CONDITIONING BEFORE ORTHODONTIC BRACKET BONDING

A Thesis Submitted to the Council of the College of Dentistry, University of Baghdad, in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Doctor of Philosophy in Orthodontics

By
Hayder Abdulmunem Kadhim
B.D.S., M.Sc. Orthodontics

Supervised by
Prof. Dr. Ali I. Al-Bustani
B.D.S., M.Sc., MPhil Ph.D. (Orthodontics)
(King's College London, UK)

2023 A.D. 1444 A.H.

ABSTRACT

Introduction: Conventional acid-etching before brackets bonding imposes numerous iatrogenic enamel damaging effects. This study aimed to develop a novel calcium-phosphate (CaP) etchant paste as an enamel-friendly conditioning system, in a mixing capsule formula, for orthodontic bonding and investigate bonding performance, effect on mechanical and morphological enamel properties, failure pattern, and enamel surface integrity post bracket debonding in comparison with phosphoric acid (PA) gel.

Materials and Methods: Micro-sized monocalcium phosphate monohydrate and hydroxyapatite (micro- and nano-sized) powders were mixed with 2% and 40% PA solutions, respectively; to formulate acidic CaP pastes: MPA1, mHPA2, and nHPA2, respectively. The study sample consisted of extracted human teeth including 400 premolars and 60 molars. Besides commercial 37% PA-gel, the developed pastes were used for enamel conditioning of a total of 345 premolars, in the three phases of this study, applying the etch-and-rinse technique before bonding metal brackets. During the evaluation phase, the MPA1, mHPA2, and nHPA2 pastes subgroups were compared to those of PA-gel in terms of shear bond strength (SBS) and adhesive remnant index (ARI) after 24 hours water storage (WS) and 5000 cycles of thermocycling. The surface micro-hardness of molars specimens was evaluated after the etchants application and compared to the unetched enamel surface by measuring Vickers hardness number. At the finalization phase, the mHPA2 and nHPA2 pastes were exclusively evaluated in terms of SBS and ARI scores after 30 minutes, 30-days WS and 30-days acid challenge (AC) and compared to PA; effects of these pastes

on enamel surface roughness were also assessed. Field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) was used to evaluate etch-pattern and enamel damage incidence.

Results: mHPA2, nHPA2 and MPA1 pastes yielded significantly lower, yet clinically acceptable, SBS values than PA ($p < .001$) at both debonding time points (24 h and post-TC), and induced a milder etch-pattern, unblemished enamel surfaces, CaP re-precipitation with no or minimal adhesive residues post-debonding as compared with PA. The enamel etched with mHPA2 and nHPA2 pastes revealed significantly less micro-hardness reduction than that etched with PA and MPA1. Moreover, these pastes produced clinically suitable SBS at 30 min and post 30 d WS and AC. Surface roughness was remarkably higher after etching with PA than with experimental pastes.

Conclusion: Enamel conditioning with newly developed CaP pastes (mHPA2 and nHPA2) as "capsule formula" equivalently yields clinically adequate SBS, less adhesive residue and enamel damage upon bracket removal, causes less deterioration in enamel mechanical properties compared to 37% PA, with the enhancement of CaP re-precipitation.

الخلاصة

المقدمة: يؤدي التحفير الحمضي التقليدي قبل ربط الأقواس إلى العديد من التأثيرات الضارة علاجي المنشأ للمينا. تهدف هذه الدراسة إلى تطوير معجون فوسفات الكالسيوم (CaP) جديد كنظام تكييف صديق للمينا ، في صيغة كبسولة خلط ، من أجل الترابط التقويمي واختبار أداء الترابط ، والتأثير على خصائص المينا الميكانيكية والمورفولوجية ، ونمط الفشل ، وسلامة سطح المينا بعد إزالة الحاصرات بالمقارنة مع هلام حمض الفوسفوريك (PA).

المواد وطرائق البحث: تم خلط مساحيق أحادي فوسفات أحادي الكالسيوم المايكروية الحجم و هيدروكسيل أباتيت (مايكروية ونانوية الحجم) مع محاليل PA (2٪ و 40٪)، على التوالي، لتشكيل معاجين CaP حمضية: MPA1 ، mHPA2 و nHPA2، على التوالي. تكونت عينة الدراسة من أسنان بشرية مقلوعة تضمنت 400 ضاحك و 60 ضرسا. إلى جانب 37٪ من مادة PA-gel التجارية ، تم استخدام المعاجين المطورة لتكييف المينا لما مجموعه 345 ضواحك ، في المراحل الثلاث لهذه الدراسة ، باستخدام تقنية الحفر والشطف قبل ربط حاصرات التقويم المعدنية. خلال مرحلة التقييم ، تمت مقارنة المجموعات الفرعية للمعاجين MPA1 و mHPA2 و nHPA2 مع تلك العائدة ل PA-gel من حيث قوة رابطة القص (SBS) ومؤشر بقايا المادة اللاصقة (ARI) بعد 24 ساعة تخزين المياه (WS) و 5000 دورة من التدوير الحراري. تم تقييم الصلابة الدقيقة للسطح ، لعينات اضراس ، بعد تطبيق مواد الحفر ومقارنتها بسطح المينا غير المعامل عن طريق قياس رقم فيكرز لصلابة. في مرحلة الإنهاء ، تم تقييم المعاجين mHPA2 و nHPA2 حصريًا من حيث درجات SBS و ARI بعد 30 دقيقة ، و 30 يومًا من WS و 30 يومًا من التحدي الحمضي (AC) ومقارنتها بـ PA ؛ كما تم تقييم تأثيرها على خشونة سطح المينا. استخدم المجهر الإلكتروني لمسح الانبعاث الميداني (FE-SEM) لتقييم نمط الحفر وتلف المينا.

النتائج: أسفرت معاجين mHPA2 و nHPA2 و MPA1 عن قيم SBS أقل بكثير ، لكنها مقبولة سريريًا ، من PA ($p < .001$) في كل من نقطتي إزالة الترابط (24 ساعة وما بعد TC) ، وتسببت في نمط حفر أكثر اعتدالًا ، أسطح المينا غير متضررة ، ترسيب CaP مع عدم وجود بقايا لاصقة أو الحد الأدنى منها بعد إزالة الترابط مقارنةً بـ PA. كشفت المينا المحفورة بمعاجين mHPA2 و nHPA2 عن انخفاض أقل بكثير في الصلابة الدقيقة من تلك المحفورة باستخدام PA و MPA1. علاوة على ذلك ، أنتجت هذه المعاجين SBS مناسبة سريريًا عند 30 دقيقة وبعد 30 يومًا من WS و AC. كانت خشونة السطح أعلى بشكل ملحوظ بعد الحفر باستخدام PA مقارنة بالمعاجين التجريبية.

الاستنتاجات: إن معاملة المينا باستخدام معاجين CaP المطورة حديثًا (mHPA2 و nHPA2) كـ "صيغة كبسولة" ينتج بشكل متماثل SBS مناسب سريريًا، وبقايا لاصقة وتلف المينا أقل عند إزالة الحاصرات، كما يتسبب إلى تدهور أقل في الخواص الميكانيكية للمينا مقارنة بـ 37٪ PA ، مع تعزيز ترسيب CaP.

جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة بغداد
كلية طب الاسنان

معاجين حامضية مبتكرة من فوسفات الكالسيوم لمعاملة المينا قبل لصق حاصرات تقويم الأسنان

أطروحة
مقدمه إلى مجلس كلية طب الأسنان ،
جامعة بغداد كجزء من متطلبات الحصول على درجة الدكتوراه في
تقويم الاسنان

من قبل
حيدر عبد المنعم كاظم
بكالوريوس طب وجراحة الفم والأسنان
ماجستير تقويم الأسنان

بأشراف
الاستاذ الدكتور
علي اسماعيل ابراهيم البستاني
بكالوريوس طب وجراحة الفم والأسنان
ماجستير تقويم الأسنان
دكتوراه تقويم الأسنان (بريطانيا)

1444هـ 2023م