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

STUDYING THE EFFECT OF USING GERMANIUM AS AN IMPLANT COATING MATERIAL (IN VITRO AND IN VIVO STUDY)

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 Prosthodontics

By:
Dhuha Hussein Mohammed
B.D.S., M.Sc.

Supervised by:
Prof. Dr. Raghdaa Kareem Jassim
B.D.S., M.Sc., Ph.D.

2023 A.D 1444 A.H

ABSTRACT

Introduction : Lost teeth are replaced by endosseous implants to improve quality of life. The most commonly biocompatible material used for the manufacturing of dental implants is commercially pure titanium (Ti). Hence zirconium (Zr) implants are known for having an aesthetically pleasing tooth-like color. However, both materials still need modification to improve their surface properties. As germanium has appropriate properties like biocompatibility and antibacterial activity and as the coating technique thermal vapor deposition is considered as a suitable technique used with germanium.The aim of this study was to use germanium in coating titanium and zirconium implants to modify their surface features and properties in order to enhance the osseointegration.

Materials and methods: In the in vitro study Zr and Ti discs were divided into four groups; the uncoated control group (Zr & Ti) was only grit-blasted with alumina particles while the coated experimental group (GeZr & GeTi) was grit-blasted then coated with Ge via thermal vapor deposition. Field emission scanning electron microscopy (FESEM), energy-dispersive X-ray (EDX) spectroscopy, X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM), contact angle measurements test, biofunctionalization by simulated body fluid immersion test, Vickers microhardness (VH), cross-hatch adhesion tests, and antibacterial activity examination. For the in vivo part of study, four discs,one from each group(Ti,GeTi,Zr,GeZr)were subcutaneously inserted in white New Zealand rabbits for evaluation of skin inflammatory reaction.In addition,four screws, one from each group (Ti, GeTi,Zr,GeZr) were inserted in the femur bone of each rabbit; followed by biomechanical torque removal test, histological and histomorphometrical evaluation of periimplant bone after 2 and6 weeks after implantation .

Results: XRD phase analyses for the GeZr and GeTi samples showed Ge peaks with no alteration in Zr or Ti crystalline structure. The FESEM examination revealed a continuous coating with no cracks. The mean surface roughness of the GeTi, has statistically the highest mean value among the other studied groups(GeZr,Ti,Zr)at ($P \leq 0.01$). For the water contact angle measurement, Ge-coated Ti has statistically significant the lowest mean value among the studied groups (Ge Zr,Ti ,Zr)at ($P \leq 0.01$). The cross-hatch adhesion of all the examined samples was 0%, thereby indicating good coating adhesion. Biofunctionalization using simulated body fluid immersion test revealed obvious calcium phosphate compound precipitation (with needle-like appearance) in both Ge-coated specimens in comparison with the uncoated group.

Vickers microhardness test indicate a decrease in hardness mean values for Ge coated groups with significant decrease in GeZr group when compared with uncoated Zr group ($P \leq 0.01$). The antibacterial activity of both Ge-coated groups were higher than uncoated groups. Moreover, the biomechanical removal torque of GeTi was significantly higher than the mean value of other studied groups at both healing intervals (2-6) weeks ($P \leq 0.01$). Interestingly, Ge improved osseointegration without causing abnormal soft tissue inflammatory responses. Microscopical and histomorphological analyses for the soft and bony tissue revealed a good tissue response.

Conclusion: Coating Zr&Ti implants with Ge via thermal vapor deposition enhances their physical and chemical properties, optimizes tissue health, increases antibacterial activity, and improves osseointegration, suggesting its potential as a dental implant coating material.

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

دراسة تأثير استخدام الجرمانيوم كمادة طلاء للزرع
(دراسة خارج وداخل الجسم الحي)

اطروحة مقدمة الى مجلس كلية طب الاسنان كجزء من متطلبات نيل درجة الدكتوراه في صناعة الاسنان

من قبل
ضحى حسين محمد
ماجستير في صناعة الاسنان

بإشراف
الاستاذ الدكتور
د. رغداء كريم جاسم
دكتوراه في صناعة الاسنان

٢٠٢٣م ١٤٤٤هـ

الخلاصة

المقدمة : عادة ما يتم استبدال الأسنان المفقودة بزرع جراحي لتحسين نوعية الحياة. المادة الأكثر شيوعًا المتوافقة حيوياً المستخدمة في عمليات الزرع الجراحية هي التيتانيوم الخالص، بالاضافة الى غرسات الزركونيوم بلونها الجميل الذي يشبه الأسنان. ومع ذلك ، لا تزال كلتا المادتين بحاجة إلى التعديل لتحسين خصائص سطحهما. هدفت هذه الدراسة إلى تقييم تأثير طلاء الزركونيوم والتيتانيوم بمادة الجرمانيوم وباستخدام الترسيب بالتبخير الحراري لتحسين الخواص الفيزيائية والكيميائية..

المواد والأساليب: عوملت اقراص الزركونيوم والتيتانيوم بواسطة قصفها بحبيبات اوكسيد الالمنيوم لزيادة خشونة الاقراص . ومن ثم تم تقسيم كل من أقراص الزركونيوم و التيتانيوم الى مجموعتين مجموعة معاملة باوكسيد الالمنيوم فقط (غير مطلية) ومجموعة اخرى تم طلائها بالجرمانيوم بواسطة الترسيب بالتبخير الحراري (مطلية). فحصت جميع الاقراص بواسطة المجهر الإلكتروني لمسح الانبعاث والتحليل الطيفي للأشعة السينية المشتتة للطاقة ،ومن ثم فحص حيود الأشعة السينية ،و تم الفحص المجهري بواسطة مجهرالقوة الذرية لمعرفة درجة الخشونة ،بالاضافة الى اختبار قيم زاوية ملامسة الماء ،كما وغمرت العينات بسائل مشابه للسائل الحيوي ، اما فحص الصلادة فاستخدم فحص فكرز ،وقيمت مدى التصاقية الطلاء بالسطح، وفحص النشاط المضاد للبكتيريا ،اما بالنسبة للدراسة في الجسم الحي، تم إدخال أربعة أقراص من كلا المجموعتين تحت الجلد في 5 أرانب نيوزيلندية بيضاء من أجل فحص التوافق الحيوي للأنسجة الرخوة وكما وزرعت زرعات ذات شكل اسطواني مسنن داخل فخذ الارانب المعدة للاختبار لقياس عزم دوران الإزالة الميكانيكية الحيوية مع التقييم النسيجي والقياسي النسيجي بعد غرس البراغي في عظام الأرانب لمدة 2 و 6 أسابيع.

النتائج: أظهر فحص حيود الاشعة السينية لعينات التيتانيوم والزركونيوم المطلية بـالجرمانيوم وجود قمم جرمانيوم بدون تغيير في البنية البلورية. كما وأظهر فحص المجهر الماسح الالكتروني وجود طلاء مستمر بدون تشققات. مع خشونة نانونية وزيادة قيمة المساحة السطحية وسجلت اعلى قيمة لسطح التيتانيوم المطلي بالجرمانيوم وسجل فرق احصائي بين المجاميع . بالنسبة لقياس زاوية التلامس مع الماء للعينات اظهرت عينات التيتانيوم الطلي اقل قيمة كما وسجل فرق احصائي بين المجاميع. وبين فحص الالتصاق التصاقية عالية للجرمانيوم لكلا المجموعتين الزركونيوم والتيتانيوم و اما اختبار غمر العينات في السائل المحاكي للسائل الحيوي اظهرت ضور العينات ترسبات بيضاء من فوسفات الكالسيوم ابرية الشكل بكثافة عالية مقارنة مع العينات الغير المطلية.

كما ولوحظ عند اختبار الصلادة المايكروية فيكرز انخفاضًا في قيم متوسط الصلابة للمجموعات المطلية بـالجلرمانيوم . وكان النشاط المضاد للبكتيريا لكل من المجموعات المطلية بالجرمانيوم أعلى من المجموعات غير المطلية. اما بالنسبة لقيم عزم الدوران العكسي فقد سجلت اعلى قيم لعينات التيتانيوم المطلية بالجرمانيوم وعند مقارنتها مع بقية المجاميع كان الفرق واضح احصائيا في فترتي الشفاء (2-6) أسابيع .واظهرت الفحوصات النسيجية لأنسجة الجلد الملامسة للمواد المفحوصة استجابة جيدة اما استجابة انسجة العظم فقد اظهرت تحسن وزيادة الاندماج العظمي دون التسبب في استجابات غير طبيعية. كما كشفت التحليلات المجهرية وتحليل الأنسجة عن عدم وجود استجابات غير طبيعية.

الاستنتاج: إن طلاء غرسات التيتانيوم والزركونيوم بالجرمانيوم باستخدام طريقة الترسيب بالتبخير الحراري عززمن خواص السطح الفيزيائية والكيميائية ،اظهر زيادة في النشاط المضاد للبكتريا وحسن من صحة الأنسجة وقوى الاندماج العظمي لذا يمكن اقتراح استخدامها كمواد طلاء لزرعات الأسنان.