



**Arkadiusz Kubik**

**„Odporność korozyjna oraz wytrzymałość połączeń  
lutowanych elementów aparatów ortodontycznych”**

**ROZPRAWA DOKTORSKA**

**Promotor:**

**Dr hab. n. med. Mariusz Pryliński**

**Zakład Techniki i Technologii Dentystycznych Uniwersytetu  
Medycznego w Poznaniu**

**Poznań 2013**

*Pragnę podziękować wszystkim  
bez których niniejsza praca nie mogłaby powstać.*

*Przede wszystkim mojemu promotorowi  
dr hab. n. med. Mariuszowi Prylińskiemu  
za wszelką pomoc jaką mi udzielił  
w czasie dotychczasowej współpracy,  
a zwłaszcza za cenne uwagi merytoryczne.*

*Składam serdeczne podziękowania dla  
Instytutu Badań i Rozwoju Motoryzacji BOSMAL,  
kierownikowi mgr inż. Janowi Nowakowi, mgr inż. Markowi Maślance,  
dr. inż. Joannie Waś oraz mgr inż. Damianowi Łomankiewiczowi.*

*Dziękuję rodzicom za wsparcie.*

## SPIS TREŚCI

<b>1. WSTĘP</b> .....	5
<b>2. Przegląd piśmiennictwa</b> .....	7
<b>3. Cel pracy</b> .....	16
<b>4. Badania laboratoryjne</b> .....	17
<b>4.1. Badania wytrzymałości połączenia lutowanych drutów ortodontycznych oraz drutów z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi – test na zrywanie</b> .....	17
<b>4.1.1. Materiał</b> .....	17
<b>4.1.2. Metody</b> .....	26
<b>4.2. Badanie makroskopowe połączenia lutowanych drutów ortodontycznych oraz drutów z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi</b> .....	27
<b>4.2.1. Materiał</b> .....	27
<b>4.2.2. Metody</b> .....	29
<b>4.3. Badanie odporności korozyjnej połączonych ze sobą poprzez lutowanie drutów ortodontycznych oraz drutów ortodontycznych z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi</b> .....	31
<b>4.3.1. Materiał</b> .....	31
<b>4.3.2. Metody</b> .....	34
<b>4.4. Metody analizy statystycznej</b> .....	45

## **5. Wyniki badań laboratoryjnych**

<b>5.1.</b> Analiza wytrzymałości połączenia lutowanych drutów ortodontycznych oraz drutów ortodontycznych z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.....	46
<b>5.2.</b> Ocena makroskopowa połączenia lutowanych drutów ortodontycznych oraz drutów z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny .....	53
<b>5.3.</b> Ocena odporności korozyjnej połączonych ze sobą poprzez lutowanie drutów ortodontycznych oraz drutów ortodontycznych z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny ... ..	70

<b>6. Omówienie wyników i dyskusja .....</b>	<b>98</b>
<b>7. Wnioski.....</b>	<b>105</b>
<b>8. Streszczenie.....</b>	<b>106</b>
<b>9. Summary .....</b>	<b>109</b>
<b>10. Piśmiennictwo.....</b>	<b>111</b>
<b>11. Spis rycin.....</b>	<b>122</b>
<b>12. Spis tabel.....</b>	<b>130</b>

## 1. Wstęp

Nazwa ortodoncja pochodzi od połączenia dwóch greckich słów „orthos” – prosty i „odus” – ząb. Badania archeologiczne dowodzą, że leczenie wad zgryzu a zwłaszcza tzw. „prostowanie” krzywo ustawionych zębów wykonywano już w V-IV w. p.n.e. Pierwsze udokumentowane doniesienia dotyczące ortodoncji znajdują się w Księdze VI Hipokratesa (460 – 377 p.n.e.) „O epidemiach”, w której autor pisze między innymi „osobnicy długogłowi mają wysoko wysklepione podniebienie i zwężone łuki zębowe, w związku z tym poszczególne zęby mają zbyt mało miejsca w łuku i zachodzą jedne na drugie”.

Celem działania ortopedii szczękowej jest leczenie nieprawidłowości twarzowo – szczękowo - zgryzowych. W tym celu wykorzystuje się działanie określonych sił, które powodują kontrolowaną zmianę położenia niewłaściwie ustawionych zębów. Jest to możliwe dzięki zastosowaniu, w zależności od wieku rozwojowego oraz wady zgryzu, odpowiednio dobranego aparatu stałego lub ruchomego (1).

W przypadku wykonawstwa aparatów stałych takich jak: łuki językowe, Quad – Helix, Bi – Helix czy Hyrax zachodzi konieczność łączenia poszczególnych elementów konstrukcyjnych poprzez lutowanie. W praktyce laboratoryjnej najczęściej mamy do czynienia z tzw. lutowaniem twardym przy pomocy lutów na bazie srebra lub złota, w temperaturze powyżej 425°C. Istotną rolę w tym procesie odgrywa zjawisko dyfuzji, do którego dochodzi pomiędzy płynnym lutem, a metalem rodzimym. Podczas lutowania elementów wykonanych ze stali nierdzewnej może dochodzić do wytwarzania na łączonych powierzchniach warstwy tlenków metali oraz powstawania na granicach ziaren węglików chromu, które prowadzą do korozji międzykrystalicznej, w zakresie temperatur 480-800°C. Dlatego zarówno druty ortodontyczne, jak i lutowia powinny spełniać wymogi

biozgodności i nie ulegać w środowisku jamy ustnej korozji. W większości przypadków stopy metali wykorzystywane do produkcji łuków oraz pierścieni ortodontycznych ulegają pasywacji, dzięki czemu zachowują się podobnie do metali szlachetnych. Obecność w ślinie jonów chlorkowych może spowodować osłabienie właściwości pasywacyjnych lub wręcz je uniemożliwić, co często ma miejsce w przypadku elementów druczianych wykonanych ze stopów zawierających w swym składzie chrom, nikiel i kobalt, a także stali kwasoodpornej (2).

Dlatego z klinicznego punktu widzenia istotnym byłoby stwierdzenie, czy lutowane elementy aparatów ortodontycznych ulegają w środowisku jamy ustnej procesom korozyjnym, a jeżeli tak to jakie pierwiastki oraz w jakich ilościach zostają uwolnione w wyniku tego procesu, a tym samym czy mogą być groźne dla zdrowia pacjentów.

## 2. Przegląd piśmiennictwa

W technice ortodontycznej do wykonania aparatów stałych i ruchomych wykorzystuje się między innymi stopy metali, stąd przy ich wyborze należy brać pod uwagę nie tylko przyszłe skutki działania aparatu, lecz również biogodność stosowanych materiałów, a zwłaszcza trwałość połączeń lutowanych bądź spawanych (3). Lutowanie jest procesem łączenia metali i ich stopów, które polega na zastosowaniu dodatkowego stopu jakim jest lutowie wprowadzane pomiędzy łączone elementy oraz zastosowaniu odpowiedniej dla określonego materiału temperatury, niższej od jego temperatury topnienia (4, 5, 6, 7). Podstawowym warunkiem uzyskania prawidłowego połączenia metalowych elementów jest właściwy dobór lutowia, które powinno posiadać dobrą zwilżalność oraz lejność, czyli zdolność wypełniania wąskich szczelin pod wpływem działania siły ciężkości (8, 9). Nie bez znaczenia jest również czystość łączonych powierzchni oraz właściwy dobór topnika dla określonego stopu metalu.

Na rynku dostępna jest szeroka gamma lutowia, jednak większość lutów stosowanych w technice ortodontycznej zawiera w swym składzie takie metale jak: srebro, miedź i cynk, których jony zdaniem Elshahowy i wsp. (10) mogą stanowić zagrożenie dla zdrowia pacjentów. Freitas i wsp. (11) analizując skład śliny przed założeniem aparatów ortodontycznych oraz po 24 godzinach, 7, 30 i 60 dniach stwierdzili, że najniższe stężenie jonów metali miało miejsce po 30 i 60 dniach, co autorzy tłumaczą powstaniem na powierzchni stopów warstwy biofilmu ograniczającego proces korozji. Powyższą zależność lecz w badaniach *in vitro* potwierdzili Gjerdet i wsp. (12). Omawiane badania wykazały jednocześnie, że w próbkach śliny poddanych analizie po 30 i 60 dniach najwyższe stężenie dotyczyło jonów miedzi. Wyniki te są zgodne z badaniami Mockers i wsp. (13), Berge i wsp. (14) oraz Zinelis i wsp. (15), którzy wykazali, że lutowia na bazie

srebra w obecności stali nierdzewnej są źródłem ogniwa galwanicznego uwalniającego duże ilości jonów miedzi i cynku. Powstające ogniwo galwaniczne i związany z tym proces korozji prowadzi w wielu przypadkach do odłamania lutowanych połączeń przed zakończeniem leczenia ortodontycznego.

Oslabienie wytrzymałości połączeń lutowanych w trakcie użytkowania aparatów ortodontycznych może być przyczyną aspiracji do dróg oddechowych małych elementów metalowych, stąd rozwiązanie tego problemu pozostaje w kręgu zainteresowań wielu autorów (16, 17, 18, 19, 20). Badania przeprowadzone przez Vaheda i wsp. (20) miały na celu określenie zależności pomiędzy mikrostrukturą połączeń lutowanych a czasem ich ekspozycji w roztworze sztucznej śliny według Fusayama i wsp. (19). Materiał badawczy stanowiły druty ortodontyczne ze stali nierdzewnej oraz lutowie firmy Dentaurem zawierające w swym składzie 56% srebra, 22% miedzi, 17% cynku i 5% cyny. Lutowane elementy przygotowywano w taki sposób, aby naśladowały swym kształtem kłamię Adamsa, która jest jednym z elementów aparatu typu Hawley. Wykonane badania wytrzymałościowe (test na zrywanie) wykazały, że po 28 dniowej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny wzrosła ilość przełomów adhezyjnych z 35% do 75% oraz zarejestrowano obecność osadu pomiędzy lutowiem a drutem ortodontycznym, którego składnikiem był chlorek sodu. Według autorów jest to wynikiem osadzania się pierwiastków zawartych w roztworze sztucznej śliny w obrębie lutowanego połączenia. Badania energodispersyjne (EDS) wykazały obecność faz zawierających w swym składzie jony miedzi w ilości 58%, srebra – 13%, cynku – 22%, żelaza – 5% oraz chromu 2%. Obecność tak dużych ilości jonów miedzi, zdaniem autorów przyczynia się do korozji selektywnej na granicy połączenia obu substratów. Ponadto korozja pomiędzy lutowiem a drutem ortodontycznym wpływa na rozkład faz poszczególnych pierwiastków w mikrostrukturze lutowia, a tym samym na szybsze przejście lutowia ze stanu likwidus w solidus (20).



Proces korozji prowadzi również do powstania szorstkości powierzchni łączonych ze sobą elementów, co zwiększa tarcie pomiędzy pierścieniem a drutem ortodontycznym prowadząc do szybszej utraty połączenia (21, 22, 23, 24).

Badania przeprowadzone przez Berge i wsp. (14) wykazały, że druty ze stali austenitycznej uwalniają większą ilość jonów chromu i niklu, niż ma to miejsce w przypadku drutów chromowo – kobaltowych. Ponadto wykonane przez autorów badania elektrochemiczne wykazały różnice w wartościach potencjału stacjonarnego pomiędzy lutowiem na bazie srebra a drutem sięgające 360 mV co sugeruje, że lutowie srebrne jest bardziej podatne na korozję, której produkty mogą powodować przebarwienie tkanek miękkich oraz reakcje alergiczne (25, 26, 27, 28). Potwierdzają to również obserwacje Hussaini i wsp. (29), którzy opisali przypadek pacjenta u którego po użytkowaniu aparatu stałego z lutowanymi przy pomocy lutowia na bazie srebra elementami drucianymi wystąpiły przebarwienia sąsiadujących tkanek miękkich na kolor szaro – niebieski, co jest określane w literaturze jako „silver solder tattoo”. Przeprowadzona przez autorów analiza przy zastosowaniu badania energodispersyjnego wykazała obecność w tkankach miękkich jonów srebra, będących efektem zachodzących w miejscu połączenia metalowych elementów procesów korozyjnych. Do podobnych wniosków doszli Joska i wsp. (30). Natomiast Zhang i wsp. (31) oraz Magos i wsp. (32) uważają, że uwolnione z lutowia jony srebra dyfundując w głąb tkanek miękkich tworzą pod wpływem enzymów tkankowych nierozpuszczalny osad bogaty w jony siarki. Omawiane zjawisko jest podobne do opisywanej w literaturze jednostki chorobowej określanej jako „argyrosis”, której przyczyną są uwolnione w wyniku procesu korozji jony srebra, które po połknięciu zostają wchłonięte w jelicie cienkim, a następnie po przedostaniu się do krwioobiegu tworzą roztwory soli wytrącające się w tkankach miękkich (33). Przeprowadzone badania

energodypersyjne wykazały, że w wyniku omawianego procesu powstaje siarczek srebra, który przebarwia skórę na kolor szaro – niebieski (34).

Elementy druciane aparatów ortodontycznych wykonane ze stali nierdzewnej charakteryzują się odpornością korozyjną, która jednak w określonych warunkach może ulec znacznej redukcji. Jednym z takich czynników jest ogrzewanie elementów drucianych w zakresie temperatur od 400°C do 900°C, a więc w warunkach, w których ma miejsce proces lutowania aparatów ortodontycznych płomieniem. Dostępne w literaturze badania Platt i wsp. oraz Rogers i wsp. (35, 36) dowodzą, że podatność na korozję drutów ortodontycznych umieszczonych w roztworach sztucznej śliny zdecydowanie wzrasta i to zarówno jeśli chodzi o korozję wżerową jak i szczelinową. Korozja szczelinowa występuje najczęściej w wąskich przestrzeniach, gdzie jest ograniczony dostęp tlenu, co powoduje spadek pH śliny z jednoczesnym wzrostem stężenia jonów chlorkowych. Ponadto w wyniku tego procesu zostają uwolnione do roztworu jony chromu, niklu i żelaza, które tworzą agresywnie działające na powierzchnie stopów chlorki (35, 36). W celu ograniczenia korozji szczelinowej Rogers i wsp. (36) zalecają pozłacanie łączonych elementów zarówno przed jak i po procesie lutowania, natomiast Platta i wsp. (35) zastosowanie pierścieni wykonanych ze stali nierdzewnej typu 2205, zamiast stali 316 L (37, 38). Innym sposobem zapobiegającym korozji materiałów ortodontycznych jest napylenie na ich powierzchnie azotku tytanu lub pokrycie żywicą, co redukuje tarcie oraz poprawia estetykę (39).

Jak wykazują dostępne w literaturze badania wpływ na prędkość korozji elementów ortodontycznych mają również nawyki higieniczne, dietetyczne oraz zmiany temperatury w środowisku jamy ustnej. Mahato i wsp. (40) analizowali wpływ dziesięciu pospolitych przypraw ziołowych na korozję połączenia elementów drucianych z pierścieniami ortodontycznymi wykonanymi ze stali AISI 304L. Badania przeprowadzono po 24

godzinnej ekspozycji próbek w roztworze sztucznej śliny, za pomocą analizatora elektrochemicznego CHI 604C. Wyniki analizy krzywych potencjodynamicznych wykazały wyraźny obszar pasywacji wokół obszarów anodowych oraz wzrost gęstości prądu korozyjnego ( $I_{\text{corr}}$ ) wszystkich poddanych analizie próbek. Ponadto autorzy stwierdzili, że dodanie 1% chlorku sodu do roztworu sztucznej śliny powoduje wzrost wartości prądu korozyjnego  $I_{\text{corr}}$  z 0,537 do 0,993  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ , co jest wynikiem zwiększenia przewodnictwa elektrolitu. Na podstawie przeprowadzonych badań autorzy wyciągnęli wniosek, że takie przyprawy jak cynamon, chili, kumin i kurkuma zwiększają podatność na korozję wżerową, niezależnie od tego czy do potraw została dodana sól kuchenna, natomiast wyjątkiem jest kolendra, która w tym przypadku pełni rolę inhibitora.

W środowisku jamy ustnej elementy druciane aparatów ortodontycznych poddawane są również skrajnym różnicom temperatur (41), które jak wykazały badania Guyton i Hall (42) oraz Trépanier i Pelton (43) wywierają bezpośredni wpływ na ich odporność korozyjną. Jak wykazały obserwacje Virtanen i wsp. (44) przyspieszenie procesów korozyjnych ma miejsce już w temperaturze 37° C, która jest temperaturą ciała. Przeprowadzone przez Pakshir i wsp. (45, 46) badania nad wpływem różnicy temperatur na odporność korozyjną drutów ortodontycznych wykonane przy pomocy potencjostatu w układzie trójelektrodowym wykazały, że potencjał korozyjny drutów stalowych jest zdecydowanie wyższy niż drutów niklowo – tytanowych (Ni-Ti). Zdaniem autorów wytworzona na powierzchni drutów niklowo – tytanowych warstwa pasywna utworzona przez ditlenek tytanu ( $\text{TiO}_2$ ) stanowi skuteczniejsze zabezpieczenie przed korozją niż trójtlenek chromu ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ), który tworzy analogiczna powłokę na powierzchni drutów wykonanych ze stali nierdzewnej.

W literaturze dostępne są doniesienia, które sugerują, że wyniki badań *in vitro* z użyciem roztworów Ringera i Hanka nie mogą być bezpośrednio interpolowane na

warunki kliniczne, ponieważ omawiane roztwory działają zdecydowanie agresywniej na druty ortodontyczne niż ślina naturalna (47). Obecnie nie zsyntetyzowano śliny sztucznej, która posiadałaby takie same właściwości fizyko – chemiczne jak ślina naturalna, której skład pod wpływem licznych bodźców podlega ustawicznej zmianie (48). Badania przeprowadzone przez Duffo i Castillo (49) oraz Queiroz i wsp. (50) wykazały, że podatność na korozję stopów dentystycznych umieszczonych w różnych pod względem składu chemicznego roztworach śliny sztucznej jest wyższa, niż ma to miejsce w przypadku śliny naturalnej.

Ziębowicz i wsp. (51) badali odporność korozyjną różnych pod względem składu chemicznego drutów ortodontycznych (Cr-Co, Ni-Ti, Cu-Ni-Ti) przed oraz po 14 miesięcznej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny. Pomiarów parametrów korozyjnych takich jak gęstość prądu korozyjnego ( $I_{corr}$ ) oraz opór polaryzacyjny ( $R_p$ ) wykonanych metodą nachylenia linii Tafela wykazały, że omawiane parametry przed oraz po ekspozycji w roztworze śliny sztucznej były podobne, co świadczy o ich zadawalającej odporności na korozję.

Iyothikiran i wsp. (52) wykonali badania nad siłą oraz jakością doczołowego połączenia drutów ortodontycznych wykonanych ze stopów chromowo – niklowych, chromowo – kobaltowych i stali nierdzewnej oraz tych drutów połączonych z pierścieniami ortodontycznymi ze stali nierdzewnej. Uzyskane wyniki wykazały, że w przypadku połączeń doczołowych brak jest istotnej statystycznie różnicy pomiędzy drutami chromowo – niklowymi i chromowo – kobaltowymi, natomiast istotne różnice mają miejsce w przypadku drutów chromowo – kobaltowych i wykonanych ze stali nierdzewnej. Autorzy stwierdzili jednocześnie, że przegrzanie pierścieni ortodontycznych wykonanych ze stali nierdzewnej podczas ich lutowania z elementami drucianymi obniża wytrzymałość wykonanego połączenia, zwiększając tym samym ryzyko jego pęknięcia.

W ortodoncji najczęściej stosuje się trzy rodzaje zamków: metalowe, plastikowe i ceramiczne. Zamki metalowe są w większości przypadków wykonane ze stali nierdzewnej AISI 316L, zawierającej w swym składzie żelazo, chrom, nikiel oraz molibden (53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60), natomiast w przemysłowym procesie ich produkcji wykorzystuje się technikę frezowania, odlewania bądź wtrysku pod ciśnieniem (61, 62, 63). W niektórych przypadkach celem połączenia poszczególnych elementów zamków wykorzystywana jest również technika spawania laserowego lub lutowania płomieniem. Jednak w przypadku lutowania pomiędzy łączone elementy zostaje wprowadzony dodatkowy stop w postaci lutowia, które może być przyczyną powstania ogniwa galwanicznego i powodować uwalnianie do środowiska jamy ustnej jonów miedzi i cynku (64, 65). W związku z tym niektórzy autorzy zalecają zastosowanie alternatywnego lutowia na bazie złota, choć jak wykazują badania ono również może być przyczyną powstania ogniwa galwanicznego (66). Badania przeprowadzone przez Chen i wsp. (67) miały za zadanie udzielenie odpowiedzi na pytanie jaka jest podatność na korozję zamków wykonanych ze stali nierdzewnej 316L metodą wtryskową oraz dwuczęściowych łączonych techniką lutowania, po ekspozycji przez okres 1, 2, 3, 4 i 5 miesięcy w roztworze sztucznej śliny. Wyniki obserwacji wykazały, że w przypadku obu rodzajów zamków proces korozji nastąpił po okresie trzech miesięcy, jednak zdecydowanie wyższy potencjał korozyjny wykazywały zamki łączone techniką lutowania płomieniem. Huang i wsp. oraz Lin i wsp. (68, 69) analizując szorstkość powierzchni zamków ortodontycznych oraz występujących w nich defektów technologicznych doszli do wniosku, że czynniki te nie wywierają znaczącego wpływu na ich odporność korozyjną, natomiast duży wpływ posiadają takie elementy jak obciążenia mechaniczne lub brak homogennej mikrostruktury stopu.

Alternatywą dla techniki lutowania jest spawanie laserowe lub mikroimpulsowe TIG (ang. Tungsten Inert Gas), (4, 70, 71, 72, 73.). Przewagą techniki łączenia metali i ich

stopów za pomocą spawania jest brak konieczności stosowania lutowia, a tym samym mniejsze ryzyko powstania korozji w miejscu połączenia (4, 74). Bock i wsp. (75) analizowali wytrzymałość połączeń lutowanych i spawanych doczołowo drutów ortodontycznych. Autorzy do badań wykorzystali druty o średnicy 1,2 mm, które były spawane techniką lutowania płomieniem oraz spawane laserowo i mikroimpulsowo metodą TIG. Wykonane badania wytrzymałościowe w teście na zrywanie przeprowadzone przez Bock i wsp. (75) wykazały, że najwyższe wartości naprężenia zrywającego zarejestrowano w grupie kontrolnej (1493 MPa) i przewyższały one o ponad 80% wartości uzyskane w grupie drutów lutowanych płomieniem (198 MPa), o około 50% w grupie drutów spawanych metodą TIG (754 MPa) i około 70% w przypadku drutów spawanych laserowo (369 MPa). Zupancic i wsp. (76) w analogicznych badaniach wytrzymałościowych zarejestrowali wyższą wartość naprężenia zrywającego dla połączeń lutowanych płomieniem (792 MPa) niż spawanych laserowo (405 MPa). Natomiast przeprowadzone przez Solmi i wsp. (77) badania cytotoxycności wykazały brak adaptacji fibroblastów do powierzchni lutowanych, w odróżnieniu od spawanych laserowo.

Problem biogodności materiałów ortodontycznych zawierających w swym składzie nikiel, który pozostaje w jamie ustnej przez okres wielu miesięcy stanowi w kręgu wielu autorów obiekt zainteresowań (78, 79, 80, 81, 82, 83, 84, 85, 86). Badania Mockers i wsp. (13) wykonane przy użyciu fibroblastów mysich L929 wykazały, że połączone ze sobą za pomocą techniki lutowania płomieniem druty i pierścienie ortodontyczne wykazują znamiona cytotoxycności w odróżnieniu od pierścieni nielutowanych. Według autorów stopy, które zawierają w swym składzie więcej niż 25% miedzi nie powinny być stosowane w stomatologii, ponieważ w agresywnym środowisku jakim jest jama ustna ulegają korozji. Niektóre z badań *in vitro* (87, 88) sugerują, że szczotkowanie zębów z użyciem pasty, powoduje uwolnienie większych ilości niklu z elementów aparatów

ortodontycznych, niż szczotkowanie bez użycia pasty, natomiast brak jest bezpośrednich dowodów, które potwierdzałyby analogiczny wpływ płynów do płukania jamy ustnej. Badania przeprowadzone na młodzieży szkolnej w Finlandii (89, 12) wykazały większy procent uczulenia na nikiel u dziewcząt (30%) niż u chłopców (3%), co zdaniem autorów jest wynikiem noszenia tzw. „taniej biżuterii” zawierającej w swym składzie znaczne ilości tego metalu. Bishara i wsp. (17, 90) wykazali, że ilość uwalnianych jonów niklu w pierwszym tygodniu użytkowania aparatów ortodontycznych zaopatrzonych w druty stalowe jest najwyższa, a następnie sukcesywnie się obniża. Autorzy są zdania, że ilość uwolnionego niklu nie jest zależna od procentowej zawartości tego metalu w stopie, lecz od budowy aparatu ortodontycznego i warunków jego użytkowania. Uwolnione w wyniku procesów korozyjnych jony niklu są uznawane za czynnik mutagenny, jednak nie stwierdzono jednoznacznie aby mogły być one bezpośrednią przyczyną nowotworów jamy ustnej (91, 92, 93). Ponadto ilość jonów niklu połykanych ze śliną jest znacznie mniejsza od tej, którą dostarczamy do organizmu wraz z pożywieniem. W celu ograniczenia procesów korozyjnych elementów drucianych aparatów ortodontycznych należy ograniczyć spożywanie pokarmów bogatych w chlorek sodu, który w połączeniu z wodorem tworzy kwas przyspieszający procesy korozji w jamie ustnej.

### 3. Cel pracy

Konstrukcja aparatów ortodontycznych, w wielu przypadkach wymaga wykonania dwóch lub więcej elementów, które następnie zostają połączone poprzez lutowanie. Z tego też względu druty ortodontyczne, pierścienie oraz lutowie powinny spełniać wymogi biogodności, a najistotniejszym czynnikiem, który o tym decyduje jest wytrzymałość wykonanego połączenia oraz jego odporność na korozję w środowisku jamy ustnej.

W związku z powyższym celem przeprowadzonych badań laboratoryjnych była:

1. Ocena naprężeń zrywających (rozciągających) połączonych pomiędzy sobą, za pomocą lutowia drutów chromowo-niklowych przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.
2. Ocena naprężeń zrywających (rozciągających) połączonych za pomocą lutowia drutów chromowo-niklowych z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.
3. Ocena odporności korozyjnej połączonych za pomocą lutowia drutów chromowo-niklowych po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.
4. Ocena odporności korozyjnej połączenia drutów chromowo-niklowych z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.



## 4. Badania laboratoryjne

### 4.1. Badania wytrzymałości połączenia lutowanych drutów ortodontycznych oraz drutów z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi – test na zrywanie

#### 4.1.1. Materiał

Do badań wykorzystano druty ortodontyczne Remanium (Dentaurum, Niemcy) o średnicy 0,8 mm i 1,0 mm, lutowie Silberlot Ag (Dentaurum, Niemcy) oraz topnik Dentaflux (Dentaurum, Niemcy) (Ryc. 1, 2, 3, 4.).



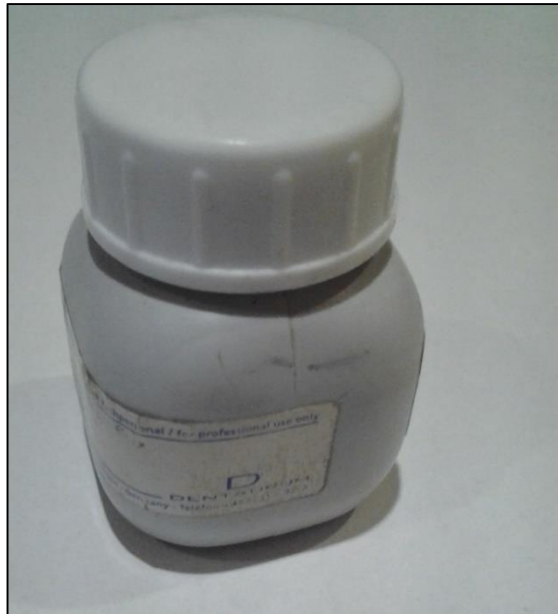
**Ryc. 1.** Drut ortodontyczny Dentaurum Remanium o średnicy 0,8 mm (REF 523-080-00).



**Ryc. 2.** Drut ortodontyczny Dentaurem Remanium o średnicy 1,0 mm (REF 523-100-00).

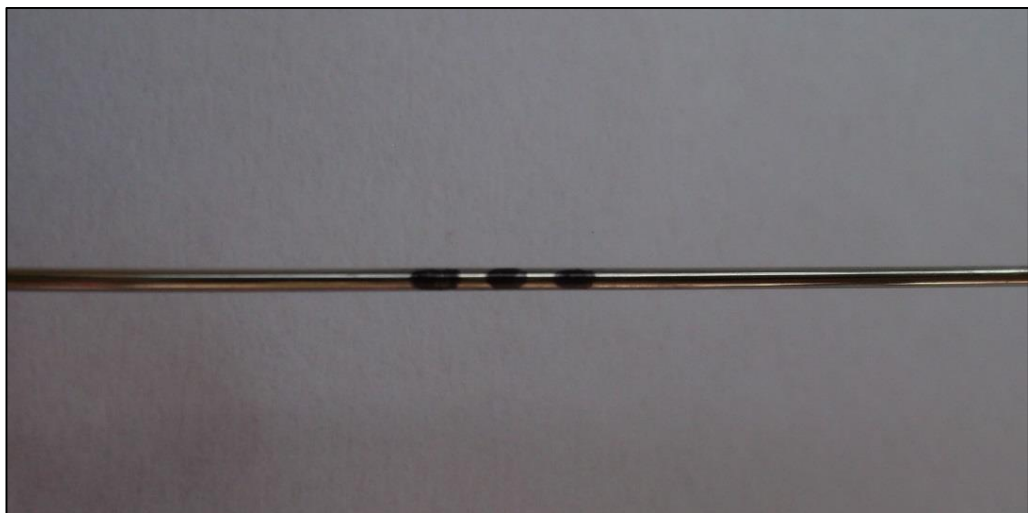


**Ryc. 3.** Lutowie Silberlot Ag (REF 380-704-50).



**Ryc. 4.** Topnik Dentaurum Dentaflux.

W celu wykonania połączenia doczołowego dwóch odcinków drutu o długości 6,5 cm ze sobą, na każdym z nich zaznaczano w odległości 2,0 mm od krawędzi granicę rozpląnięcia lutowia, co umożliwiało uzyskanie jednakowej powierzchni lutowania w przypadku wszystkich próbek (Ryc. 5).



**Ryc. 5.** Drut Dentaurum Remanium 0,8 mm gotowy do przecięcia z oznaczeniem zasięgu połączenia lutowanego 2 mm od środka.

W kolejnym etapie tak oznaczone miejsca zmatowiono przy pomocy kamieni karborundowych, a następnie odtłuszczono octanem etylu cz.d.a. (Chempur, Polska) w celu zapewnienia lepszej adhezji lutowia. Przygotowane w ten sposób dwa odcinki drutu umieszczono w uchwytach urządzenia pomocniczego w celu zabezpieczenia przed ewentualnymi przesunięciami względem siebie podczas procesu lutowania.

Na tak przygotowaną szczelinę nakładano najpierw topnik, a po jego rozgrzaniu 1,0 cm lutowia Silberlot Ag (0,04 g). Całość ogrzewano palnikiem gazowym (MT770, A-HOT International Co., Taiwan), (Ryc. 6) o temperaturze płomienia 1300° C do momentu rozpląnięcia lutowia, po czym zgodnie z zaleceniami Anusavice i wsp. (5) zanurzano połączone elementy w wodzie, w celu łatwiejszego usunięcia resztek topnika. Połączone w ten sposób elementy polerowano szczotkami przy użyciu pasty polerskiej Kenda Blue 224 (Kenda AG, Liechtenstein), a następnie odtłuszczano octanem etylu przez jedną minutę i czyszczono za pomocą ultradźwięków w obojętnym roztworze detergentu przez 10 minut. Następnie próbki drutu spłukiwano wodą destylowaną i osuszano w eksykatorze przez okres 24 godzin (Ryc. 7). Dokładność wykonanego połączenia sprawdzano pod mikroskopem Opticon przy powiększeniu x100 (Ryc. 8.).



**Ryc. 6.** Ogrzewanie palnikiem drutu Dentaurum 0,8 mm po nałożeniu topnika Dentaflux.  
Odległość płomienia od lutowanej powierzchni. wynosiła max 3 mm.

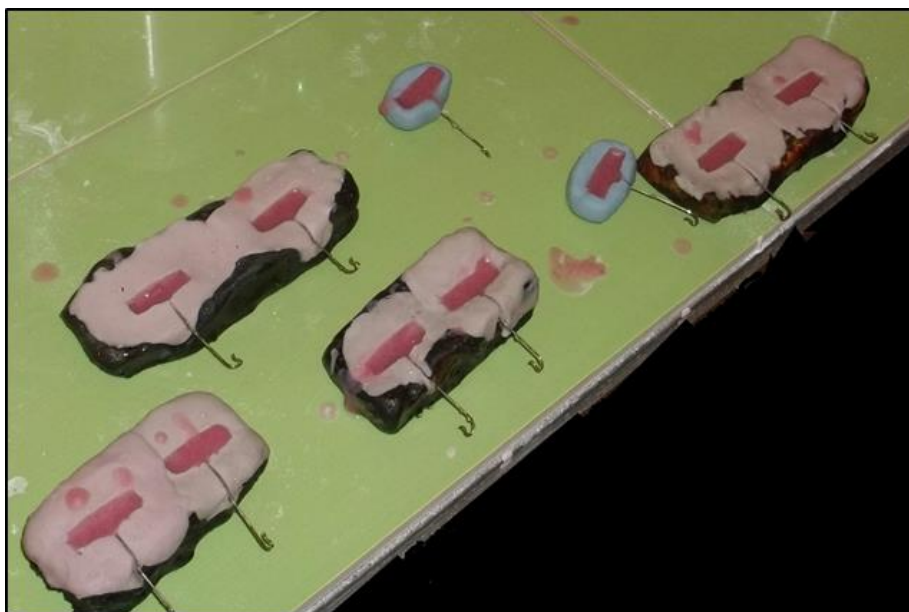


**Ryc. 7.** Suszenie próbek lutowanych w eksykatorze.



**Ryc. 8.** Mikroskop Opticon wykorzystany do oceny, jakości połączeń lutowanych.

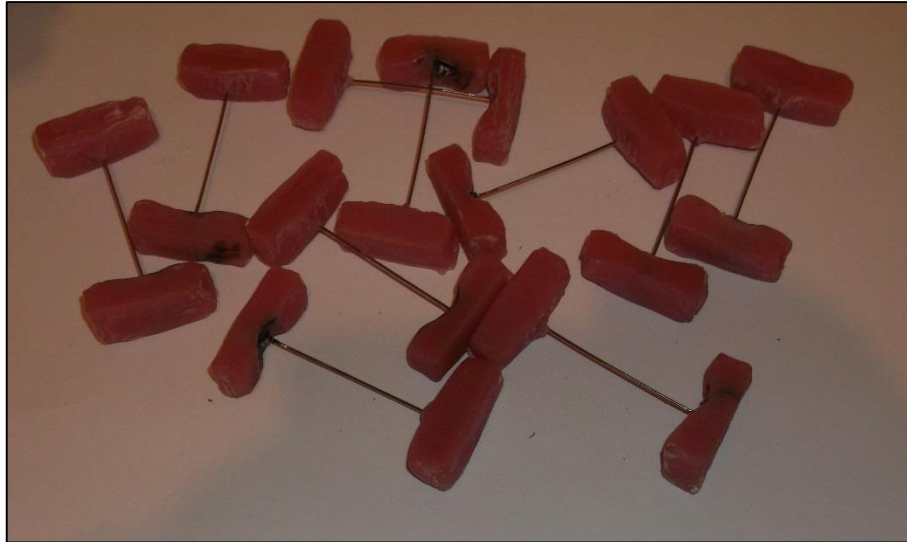
W celu przygotowania próbek do badań wytrzymałościowych końcówki zewnętrzne połączonych ze sobą drutów zatapiano w żywicy akrylowej Duracryl (Spofa Dental, Czechy), przy pomocy silikonowych foremek Zetalabor (Zhermack, Polska) o wymiarach 3,0 x 2,0 x 1,5 mm, w ten sposób aby końcówki drutów znajdowały się w odległości 1,0 cm powyżej poziomu żywicy, a oś długa była prostopadła do jej podstawy (Ryc. 9.). Proces polimeryzacji przeprowadzano w urządzeniu ciśnieniowym (Sapir, Chiny) w temperaturze 50 °C pod ciśnieniem roboczym 2 bar. Łącznie przygotowano 40 próbek po 20 dla każdej średnicy drutu, z czego połowa była przeznaczona do badań wytrzymałościowych przed umieszczeniem w roztworze sztucznej śliny, natomiast druga połowa do inkubacji 90-dniowej w roztworze sztucznej śliny. Szczegółowy podział na grupy badawcze przedstawia tabela I.



**Ryc. 9.** Zatopione końcówki lutowanych drutów Remanium 0,8 mm z pierścieniem Dentoform z zamkiem.

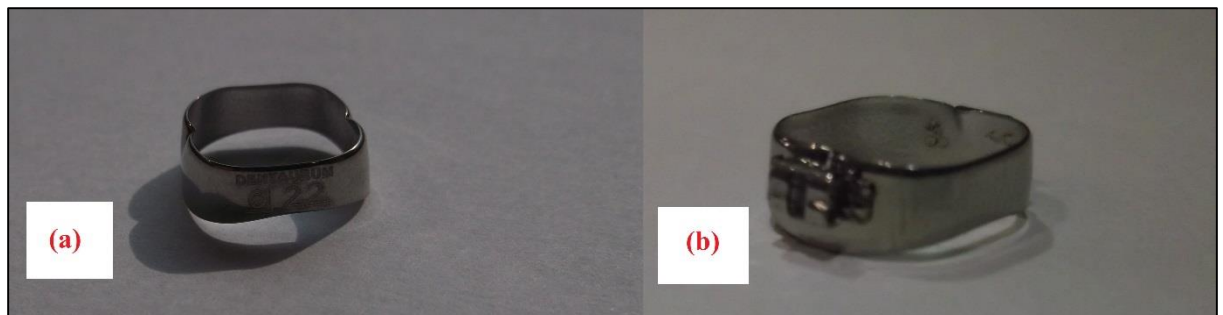
**Tabela I.** Grupy badawcze poddane testowi na zrywanie w zależności od średnicy drutu oraz funkcji czasu.

Symbol badanej grupy	Średnica drutu	Funkcja czasu
DD-0,8	0,8 mm	Po 24 godzinach
DD3-0,8	0,8 mm	Po 90 dniach
DD-1,0	1,0 mm	Po 24 godzinach
DD3-1,0	1,0 mm	Po 90 dniach



**Ryc. 10.** Lutowane druty Dentaurem Remanium 0,8 mm z pierścieniem Dentoform przygotowane do testu na zerwanie.

Do badań wytrzymałości połączenia drutów ortodontycznych z zamkami wykorzystano druty Remanium o średnicy 0,8 mm i 1,0 mm, pierścienie Dentoform (Dentaurem, Niemcy) z zamkiem (zbrojone REF-010-00) i bez zamka (niezbrojone REF 882-022-00) przeznaczone do osadzenia na zęby szczęki strony prawej (Ryc. 11), lutowie Silberlot Ag oraz topnik Dentaflux. Procedura połączenia za pomocą lutowia drutów (o długości 6,5 cm) z zamkiem ortodontycznym oraz zatapiania w żywicy akrylowej przebiegała analogicznie jak opisano powyżej z tą różnicą, że z jednej strony próbki znajdował się umieszczony w tworzywie akrylowym drut, a z drugiej strony pierścień ortodontyczny.



**Ryc. 11.** Pierścienie Dentaurem Dentoform, do osadzenia na zęby szczęki strony prawej, (a) bez zamka, (b) z zamkiem.



Do badań wytrzymałościowych wykonano 80 próbek, po 40 dla każdej średnicy drutu, z czego 20 było łączonych z pierścieniami zbrojonymi, 10 sztuk do badań po 24 godzinach przetrzymywania w roztworze sztucznej śliny i 10 po 90 dniach ekspozycji, a druga połowa z pierścieniami niezbrojonymi, również dla dwóch funkcji czasu (Tabela II).

**Tabela II.** Grupy badawcze poddane testowi na zrywanie w zależności od średnicy drutu, rodzaju pierścienia oraz funkcji czasu.

Symbol badanej grupy	Średnica drutu	Rodzaj pierścienia	Funkcja czasu
DPz-0,8	0,8 mm	Zbrojony	Po 24 godzinach
DPz3-0,8	0,8 mm	Zbrojony	Po 90 dniach
DPz-1,0	1,0 mm	Zbrojony	Po 24 godzinach
DPz3-1,0	1,0 mm	Zbrojony	Po 90 dniach
DPn-0,8	0,8 mm	Niezbrojony	Po 24 godzinach
DPn3-0,8	0,8 mm	Niezbrojony	Po 90 dniach
DPn-1,0	1,0 mm	Niezbrojony	Po 24 godzinach
DPn3-1,0	1,0 mm	Niezbrojony	Po 90 dniach

#### 4.1.2. Metody

Badania wytrzymałości na zrywanie przeprowadzono na wielofunkcyjnym urządzeniu testującym Hounsfield H5 KS stosując głowicę o sile 5000 N oraz zgodnie z zaleceniami normy DIN EN ISO 6892-1 szybkość przesuwu belki zrywającej 2,0 mm / min (Ryc. 12). Przed rozpoczęciem każdego badania urządzenie skalowano. Celem wyeliminowania ewentualnych różnic w średnicy badanych drutów, przed każdym testem mierzono je za pomocą elektronicznej suwmiarki Absolute Digimatic Caliper (Mitutuyo Ltd., Wielka Brytania) z dokładnością do 0,01 mm, a odczytane wartości wprowadzano do komputera współpracującego z urządzeniem pomiarowym. Wszystkie próbki umieszczano osiowo w uchwytach maszyny testującej, co zapewniało działanie prostopadłe siły zrywającej, aż do momentu ich zniszczenia.

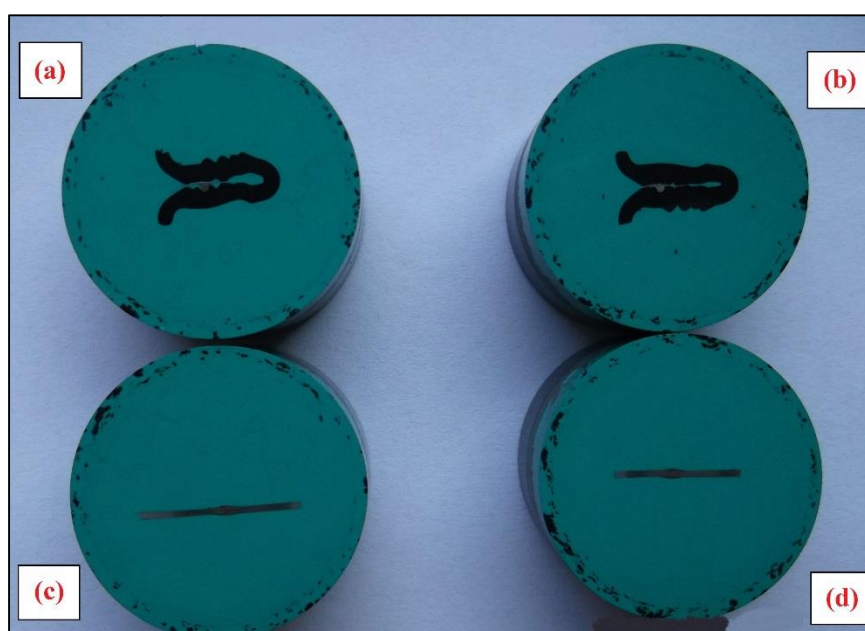


**Ryc. 12.** Uniwersalna maszyna testująca Hounsfield H5 KS.

## 4.2. Badanie makroskopowe połączenia lutowanych drutów ortodontycznych oraz drutów z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi

### 4.2.1. Material

Próbki do badań makroskopowych połączenia dwóch odcinków drutów ortodontycznych oraz drutu ortodontycznego z pierścieniem zbrojonym i niezbrojonym lutowano zgodnie z procedurą opisaną w rozdziałach 4.1.1., a następnie inkludowano w żywicy dialyftalowej Struers Isofast (Struers, Dania) zawierającej wypełniacz z włókna szklanego, przeznaczonej do inkludowania na gorąco (Ryc. 13).



**Ryc. 13.** Inkludowane próbki w żywicy dialyftalowej Struers Isofast według kolejności (a) Remanium 0,8 mm lutowany z pierścieniem Dentoform bez zamka przed ekspozycją w sztucznej ślinie, (b) Remanium 0,8 mm lutowany z pierścieniem Dentoform bez zamka po ekspozycji w sztucznej ślinie, (c) lutowany drut z drutem Remanium 0,8 mm przed ekspozycją w sztucznej ślinie, (d) lutowany drut z drutem Remanium 0,8 mm po ekspozycji w sztucznej ślinie.

Zainkludowane próbki wyrównano poprzez szlifowanie na tarczach szlifierskich przy chłodzeniu wodnym rozpoczynając od papieru o grubszych ziarnach, a na użyciu wodoodpornych papierów karborundowych drobnoziarnistych kończąc. W celu uzyskania jednolitej gładkiej powierzchni zmieniano kierunek szlifowania o kąt  $90^\circ$  (Ryc. 14.). Końcowy proces polerowania wyszlifowanych próbek przeprowadzono metodą mechaniczną na tarczach obrotowych za pomocą filcu zwilżonego wodną zawiesiną tlenku aluminium. Wypolerowaną próbkę przemywano wodą destylowaną i suszono wolnym od zanieczyszczeń strumieniem powietrza.



**Ryc. 14.** Stanowisko do szlifowania próbek na tarczach obrotowych firmy Struers.

#### 4.2.2. Metody

Wypolerowane zglądy były oceniane bezpośrednio po ich wykonaniu oraz po 90 dniowym przetrzymywaniu w roztworze sztucznej śliny, przy pomocy mikroskopu optycznego Axio Imager M1m (Carl Zeiss, Niemcy - Ryc. 15) i mikroskopu stereoskopowego SMZ (Hahn-Kolb, Niemcy – Ryc. 16) pod powiększeniami x 50 oraz x 200.



**Ryc. 15.** Mikroskop optyczny Axio Imager M1m firmy Carl Zeiss.



**Ryc. 16.** Mikroskop stereoskopowy SMZ 168 firmy Hahn-Kolb.

### **4.3. Badanie odporności korozyjnej połączonych ze sobą poprzez lutowanie drutów ortodontycznych oraz drutów ortodontycznych z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi**

#### **4.3.1. Material**

Próbki do badań elektrochemicznych przygotowano według metody opisanej w rozdziale 4.1.1. z tą różnicą, że nie zatapiano ich w tworzywie akrylowym. Połączone za pomocą lutowia druty ortodontyczne oraz druty z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi badano po umieszczeniu w roztworze sztucznej śliny (grupy kontrolne – tabela III), oraz po 90 dniach przetrzymywania w roztworze sztucznej śliny (grupy eksperymentalne – tabela IV). Sztuczną ślinę przygotowano zgodnie z normą ISO-10271 dotyczącą badań metalicznych elementów dentystycznych na korozję. Roztwór przygotowano w zlewce o pojemności 1000 ml, którą napełniano wodą destylowaną a następnie dodawano poszczególne składniki i mieszano przy pomocy mieszadła magnetycznego H4000-HS (Benchmark Scientific, USA). Dokładny skład chemiczny oraz ilości użytych składników przedstawia tabela V. Do badań użyto taki rodzaj sztucznej śliny, ponieważ w dostępnej literaturze jest najczęściej stosowany.

**Tabela. III.** Grupy kontrolne oraz ich właściwości fizyko-chemiczne.

<b>Rodzaj Pierścienia oraz drutu</b>	<b>Grupa Kontrolna</b>	<b>Średnica Drutu (mm)</b>	<b>Gęstość g/cm<sup>3</sup></b>	<b>Równoważnik g/mol</b>	<b>Pow. badana cm<sup>2</sup></b>
Sam drut nielutowany	(D-0,8)	0,8	7,9	25,18	1,039
Sam drut nielutowany	(D-1,0)	1,0	7,9	25,18	1,303
Lutowany drut z drutem	(DD-0,8)	0,8	7,9	25,18	1,039
Lutowany drut z drutem	(DD-1,0)	1,0	7,9	25,18	1,303
Drut lutowany z pierścieniem bez zamka	(Dpn-0,8)	0,8	7,9	25,18	2,336
Drut lutowany z pierścieniem bez zamka	(Dpn-1,0)	1,0	7,9	25,18	2,530
Drut lutowany z pierścieniem Z zamkiem	(Dpz-0,8)	0,8	7,9	25,18	2,886
Drut lutowany z pierścieniem Z zamkiem	(Dpz-1,0)	1,0	7,9	25,18	3,080
Pierścień Dentaurem Dentoform bez zamka	P	-	7,9	25,18	1,57
Pierścień Dentaurem Dentoform z zamkiem	Pz	-	7,9	25,18	1,63



**Tabela. IV.** Grupy badawcze oraz ich właściwości fizyko-chemiczne.

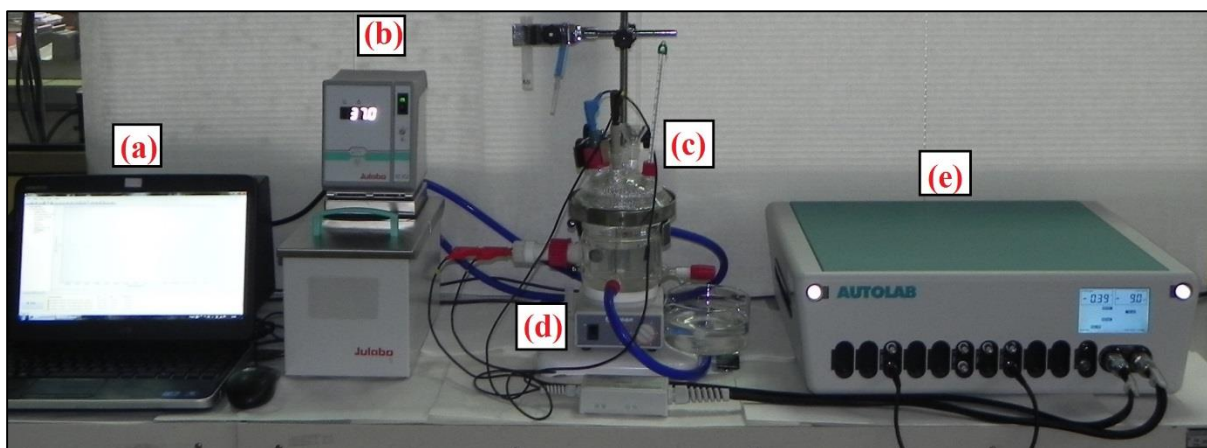
<b>Rodzaj Pierścienia oraz drutu</b>	<b>Średnica Drutu (mm)</b>	<b>Po ekspozycji w sztucznej ślinie</b>	<b>Gęstość g/cm<sup>3</sup></b>	<b>Równoważnik g/mol</b>	<b>Pow. badana cm<sup>2</sup></b>
Sam drut nielutowany	0,8	(D3-0,8)	7,9	25,18	1,039
Sam drut nielutowany	1,0	(D3-1,0)	7,9	25,18	1,303
Lutowany drut z drutem	0,8	(DD3-0,8)	7,9	25,18	0,512
Lutowany drut z drutem	1,0	(DD3-1,0)	7,9	25,18	0,643
Drut lutowany z pierścieniem bez zamka	0,8	(Dpn3-0,8)	7,9	25,18	2,436
Drut lutowany z pierścieniem bez zamka	1,0	(Dpn3-1,0)	7,9	25,18	2,655
Drut lutowany z pierścieniem Z zamkiem	0,8	(Dpz3-0,8)	7,9	25,18	2,886
Drut lutowany z pierścieniem Z zamkiem	1,0	(Dpz3-1,0)	7,9	25,18	3,080
Pierścień Dentaurem Dentoform bez zamka	-	P3	7,9	25,18	1,57
Pierścień Dentaurem Dentoform z zamkiem	-	Pz3	7,9	25,18	1,63

**Tabela. V.** Skład sztucznej śliny przy pH = 8,3 w 25°C.

Odczynnik	Ilość (g/L)
$(\text{NH}_2)_2 \text{CO}$	0,13
NaCl	0,7
NaHCO <sub>3</sub>	1,5
Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0,26
K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0,2
KSCN	0,33
KCl	1,2

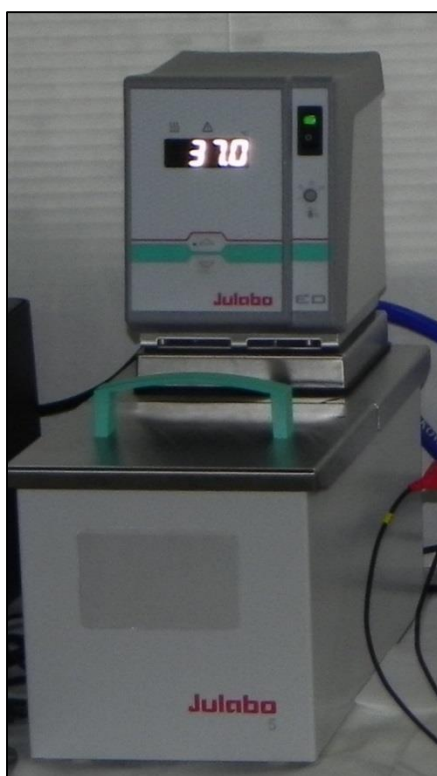
#### 4.3.2. Metody

Pomiary elektrochemiczne wykonano przy użyciu potencjostatu Autolab Metrohm B.V model: PGSTAT302N, (Holandia), wyposażony w moduł FRA32M przeznaczony do badań EIS - spektroskopii impedancyjnej oraz programu komputerowego NOVA (Ryc. 17.).



**Ryc. 17.** Stanowisko do pomiarów elektrochemicznych: (a) komputer z programem NOVA, (b) termostat cyrkulacyjny Julabo do utrzymania stałej temperatury sztucznej śliny, (c) szklane naczynie pomiarowe z trzema elektrodami, (d) mieszadło magnetyczne, (e) potencjostat Autolab Metrohm B.V model: PGSTAT302N.

Próbki składające się z drutów ortodontycznych, pierścieni (zbrojonych oraz niezbrojonych w zamek) lutowanych oraz nielutowanych umieszczono w butelkach ze sztucznego tworzywa, w których znajdowała się sztuczna ślina. Butelki umieszczono w komorze termostaticznej (Ryc. 18) w temperaturze  $37\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ , przez okres 90 dni w warunkach stałego mieszania bez dostępu światła w taki sposób, aby uniemożliwić kontakt elektrolityczny pomiędzy próbkami. Ślinę wymieniało się co 7 dni na świeżą, a co drugi dzień sprawdzano jej pH za pomocą pH metru Elmeiron CP – 411 (Evikon, Estonia) ( Ryc. 19.). Po 90 dniowej ekspozycji próbki usunięto z roztworu sztucznej śliny, oczyszczono acetonem, następnie przemyto wodą destylowaną i osuszono. Po 90-dniowej ekspozycji próbek w sztucznej ślinie wzięto 500 ml śliny i poddano mikroanalizie w celu zbadania obecności jonów metali. Mikroanalizę przeprowadzono za pomocą spektrometru emisyjnego ICP-OES Optima 4300 (Perkin Elmer Inc., USA) (Ryc. 20).



**Ryc. 18.** Termostat Julabo służący do utrzymania stałej temperatury sztucznej śliny ( $37\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ ) przez okres 90 dni ekspozycji próbek.



**Ryc. 19.** Na zdjęciu przedstawiono pH metr Elmeiron CPC – 411, który służy do pomiarów pH sztucznej śliny.



**Ryc. 20.** Spectrometr emisyjny ICP-OES Optima 4300.

Przed wykonaniem pomiarów obliczono równoważniki elektrochemiczne badanych materiałów w g/mol, ich powierzchnię w  $\text{cm}^2$  oraz gęstości w  $\text{g/cm}^3$ . Do obliczeń równoważników elektrochemicznych wykorzystano podane przez producenta składy chemiczne (Tabela VI i VII). Obliczenia powierzchni drutów ortodontycznych dokonano

zgodnie z wzorem  $2\pi \cdot r^2 + 2\pi \cdot r \cdot h$ , obliczenia powierzchni pierścieni ortodontycznych oraz zamków podano przez kierownika laboratorium badawczego Dentaurum Dr. Thomas Leitz (Ispringen , Germany). Grupy badawcze próbek przedstawiają tabele III i IV.

**Tabela.VI.** Skład chemiczny materiału badawczego według danych producenta.

Material	Druty Remanium	Pierścienie Dentoform Niezbrojone	Zamek pierścienia
DIN	1,4310	1,4303	1,4541
C %	0,15	≤ 0,06	≤ 0,08
Si %	≤ 2,0	≤ 1,0	≤ 1,0
Mn %	≤ 2,0	≤ 2,0	≤ 2,0
Cr %	19,0	19,0	19,0
Mo %	≤ 0,8	-	-
Ni %	9,5	13,0	12,0
P %	≤ 0,045	≤ 0,045	≤ 0,045
S %	≤ 0,015	≤ 0,03	≤ 0,3
Inny %	N ≤ 0,11	N ≤ 0,11	Ti 5X C 0,7
Fe %	reszta	Reszta	Reszta

**Tabela. VII.** Skład chemiczny lutowia Silberlot Ag.

Materiał	Ag %	Cu %	Zn %	Temperatura topnienia °C	Gęstość g/cm <sup>3</sup>	Równoważnik g/mol
Lutowie Silberlot Ag	59	16	25	700	9,2	55,06

Badania elektrochemiczne należą do skutecznych metod pomiaru prędkości korozji w przeciwieństwie do metod grawimetrycznych, ponieważ nie wszystkim procesom korozyjnym towarzyszy utrata wagi materiału badanego (korozja wżerowa), dlatego badania tego typu korozji metodami grawimetrycznymi są niemożliwe do wykonania.

Pomiary elektrochemiczne wykonano za pomocą programu NOVA firmy Metrohm (Holandia) korzystając z metod pomiarów cyklicznej woltometrii, polaryzacji liniowej. Prędkość korozji jest zależna od kinetyki anodowej (utlenianie) i katodowej (redukcja). Zgodnie z prawem Faradaya, istnieje liniowa zależność pomiędzy prędkością rozpuszczania metalu, prędkością korozji  $R_m$  oraz prądem korozyjnym  $i_{corr}$ :

$$R_m = \frac{M}{nFp} i_{corr}$$

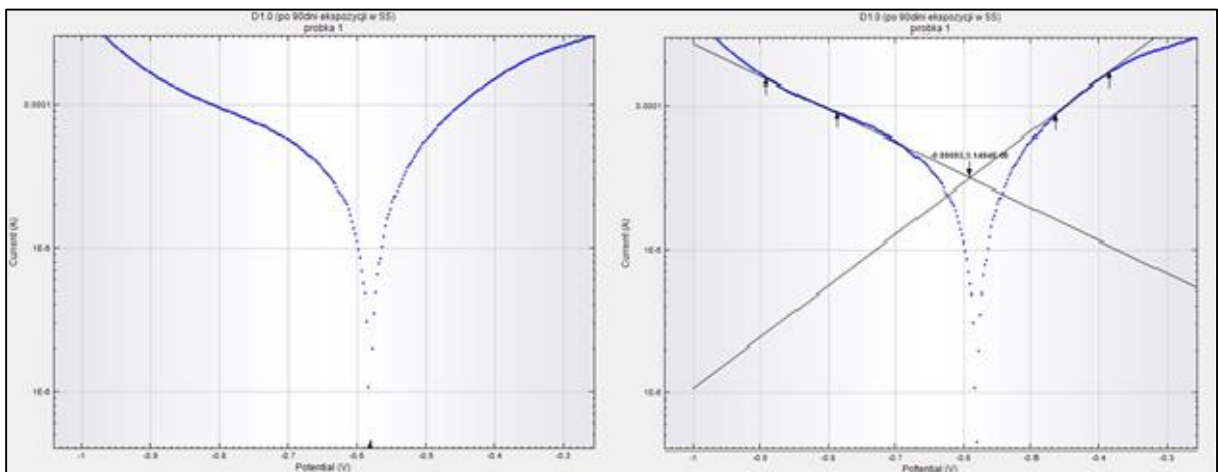
gdzie  $M$  to masa atomowa metalu,  $p$  gęstość,  $n$  ilość elektronów biorących udział w reakcji rozpuszczania,  $F$ - stała Faradaya (96.485 C/mol). Zależność  $M/n$  określana jest jako masa równoważnikowa.

Prąd korozyjny dla poszczególnych próbek został określony za pomocą linii Tafela. Zależność pomiędzy gęstością prądu a elektrodą anodową oraz katodową przedstawia równanie Butlera-Volmera:

$$i = i_{\text{corr}} \left( e^{\left( \frac{2.303 \eta}{b_a} \right)} + e^{\left( -\frac{2.303 \eta}{b_c} \right)} \right)$$

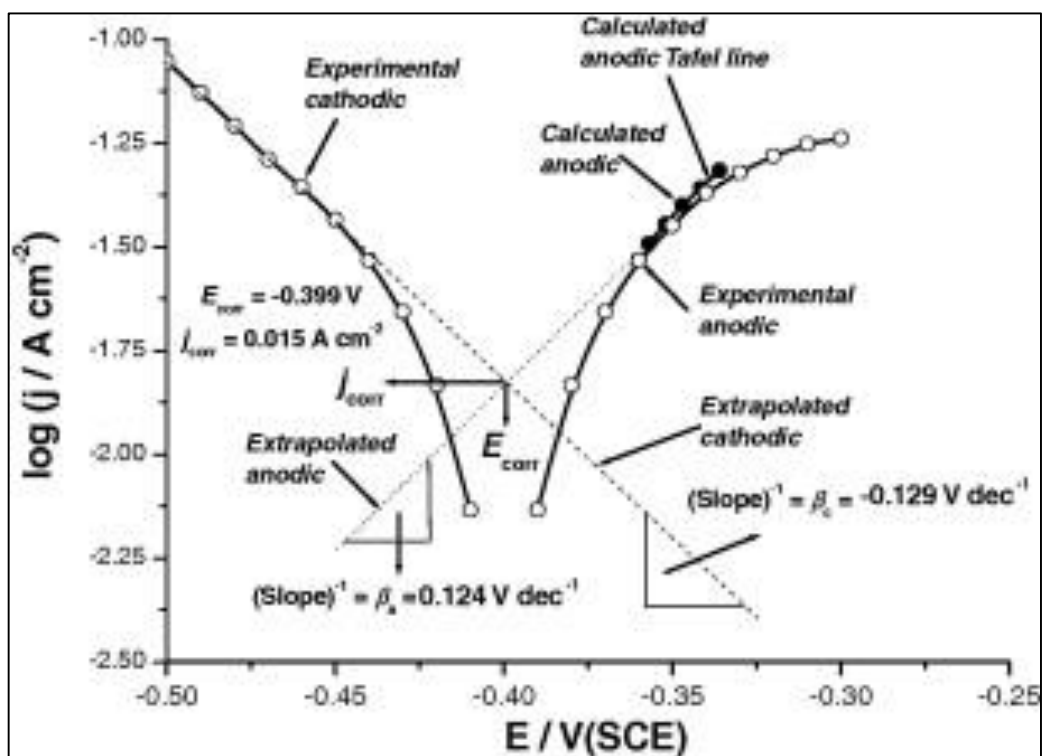
$$\eta = E - E_{\text{corr}}$$

gdzie przedstawiono  $E$ -, to potencjał przyłożony,  $i$ - mierzona gęstość prądu,  $\eta$  – nadpotencjał wyrażony, jako różnica pomiędzy potencjałem przyłożonym oraz potencjałem korozyjnym  $E_{\text{corr}}$ . Potencjał korozyjny  $E_{\text{corr}}$  to potencjał stacjonarny (OCP) próbki ulegającej korozji. Prąd korozyjny  $i_{\text{corr}}$  oraz stałe Tafela  $b_a$ ,  $b_c$  zostały wyliczone na podstawie wykonanych pomiarów. Dla wysokiego anodowego nadpotencjału ( $\eta / b_a \gg 1$ ) zgodnie z równaniem Butlera-Volmera równanie Tafela dla reakcji anodowej  $\eta = \log i_{\text{corr}} + b \log i$ . Dla wysokich nadpotencjałów katodowych ( $b_c \ll -1$ ), równanie Tafela dla katodowej reakcji przedstawiono, jako  $\eta = \log i_{\text{corr}} - b_c \log i$ . Zgodnie z równaniem Tafela powstaje linia prosta, jako odmiana gęstości prądu oraz potencjału. Prądy korozyjne zostają przedstawione na wykresie, jako pojedyncze punkty, z których następnie powstają linie Tafela (Ryc. 21, 22 ).



**Ryc. 21.** Wykresy Tafela dla drutu ortodontycznego Remanium 0,8 mm przed ekspozycją w sztucznej ślinie. Po stronie prawej wykres ilustruje oszacowanie prędkości korozji na

podstawie wyznaczenia anody oraz katody, a następnie przecięcie dwóch linii otrzymując wynik  $i_{\text{corr}}$  w miejscu przecięcia.



**Ryc. 22.** Na wykresie przedstawiono metody wyznaczenia poszczególnych parametrów przez program Autolab.

W niniejszych badaniach określono opór polaryzacji  $R_p$  materiałów badanych, który jest określany wzorem:

$$R_p = \left( \frac{\Delta E}{\Delta i} \right)_{\Delta E \rightarrow 0}$$

gdzie,  $\Delta E$  jest odmianną potencjału wokół potencjału korozji, a  $\Delta i$  prądem polaryzacji. Zasady obejmujące opór polaryzacyjny są podobne do zasad działania opornika i wartości mogą zostać wyliczone korzystając z odwrotnego nachylenia potencjału prądu



korozyjnego lub potencjału korozyjnego. Podczas polaryzacji elektrody ilość prądu jest ograniczana przez kinetykę i dyfuzję substratów w kierunku elektrody. Jeśli zostały wyznaczone linie Tafela można wyliczyć wartości prądu korozyjnego korzystając z oporu polaryzacji  $R_p$  według poniższego wzoru:

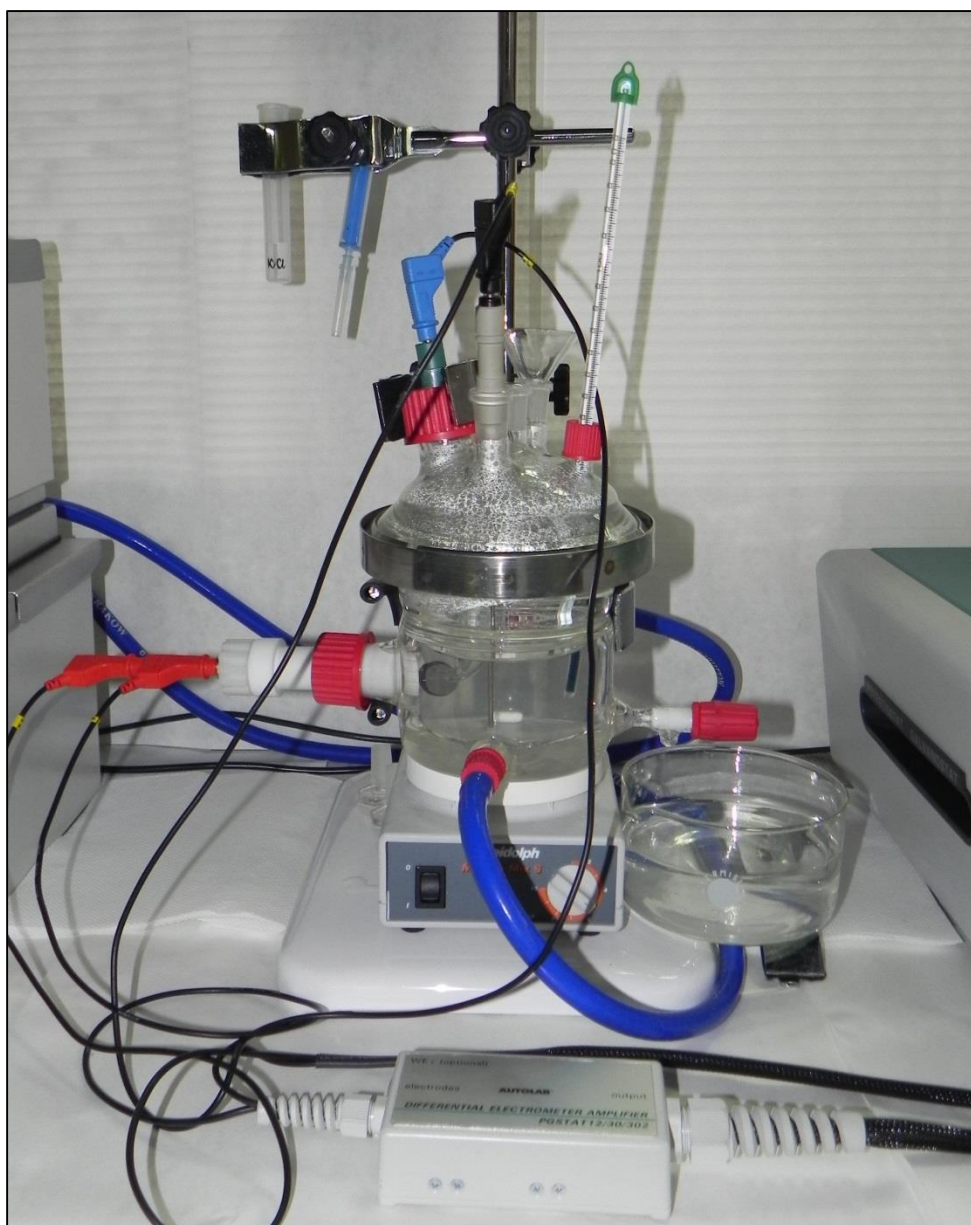
$$i_{\text{corr}} = 2.303 \frac{b_a b_c}{b_a + b_c} \left( \frac{1}{R_p} \right)$$

$$R_p = 2.303 \frac{b_a b_c}{b_a + b_c} \left( \frac{1}{i_{\text{corr}}} \right)$$

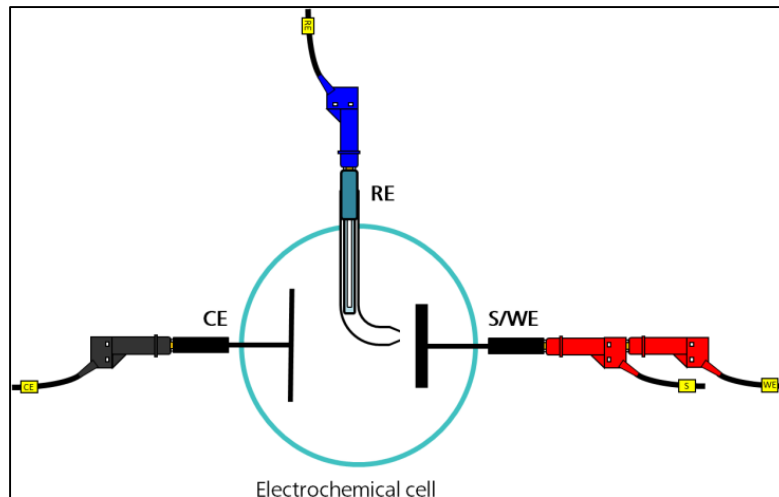
Wysokie wartości oporu polaryzacji  $R_p$  metalu wykazują dużą odporność metalu na korozję, natomiast niskie wartości  $R_p$  wykazują niską odporność korozyjną metalu.

Pomiary potencjokinetyczne przeprowadzono w układzie trójelektrodowym w warunkach mieszanych w danym układzie gdzie, przeciwelektrodę stanowiła elektroda platynowa (CE). Jako elektrodę odniesienia użyto nasyconą elektrodę kalomelową (RE) połączoną z kapilarą Ługgina oraz elektrodą badaną (WE) (S) (Ryc. 23). W układzie przedstawionym na rycinie 24, występuje przepływ prądu pomiędzy elektrodą odniesienia a próbką badaną rejestrując różnice potencjału pomiędzy dwoma elektrodami.

Kapilarę Ługgina umieszczono tak, aby jej wylot znajdował się najbliżej powierzchni elektrody badanej w ten sposób, aby unikając spadku napięcia (Ryc. 25) . Przed rozpoczęciem badań przeprowadzono diagnostykę potencjostatu, aby stwierdzić poprawność funkcjonowania aparatury pomiarowej (Ryc. 26).



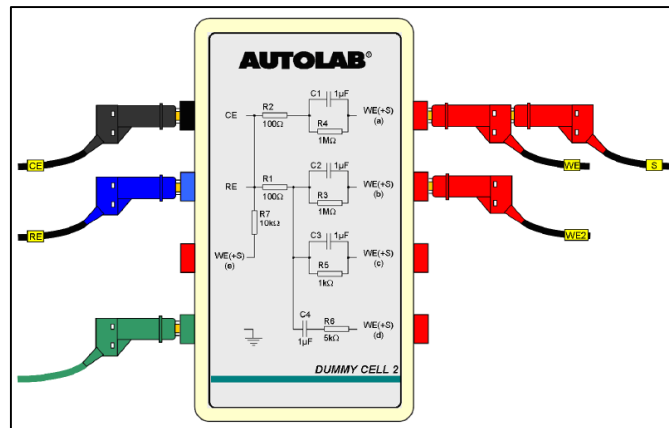
**Ryc. 23.** Układ trójelektrodowy wykorzystany do pomiarów oraz szklane naczynko pomiarowe. Widoczne trzy elektrody: przeciwelektroda platynowa (CE), elektroda odniesienia (nasycona elektroda kalomelowa) (RE), elektroda badana (WE) (S).



**Ryc. 24.** W układzie przedstawionym występuje przepływ prądu pomiędzy elektrodą odniesienia a próbką badaną rejestrując różnice potencjału pomiędzy dwoma elektrodami.



**Ryc. 25.** Elektroda badawcza, (drut Remanium 0,8 mm lutowany z pierścieniem Dentaurum) oraz jej położenie w naczyniu pomiarowym względem kapilary Ługgina.



**Ryc. 26.** Badanie diagnostyczne potencjostatu poprzez podłączenie do układu naśladującego warunki badawcze. Na rycinie widoczne połączone elektrody: przeciwelektroda (CE), elektroda odniesienia (RE), elektroda badana (WE) (S) oraz uziemienie (zielona wtyczka).

Pomiary potencjokinetyczne wykonano w sztucznej ślinie o temperaturze  $37 \pm 0.1^\circ\text{C}$  rozpoczynając pomiar od wartości  $E_{\text{pocz}} = -1.0\text{ V}$  do  $E_{\text{koniec}} = +1.6\text{ V}$  przy szybkości skaningu potencjału  $10\text{ mV/s}$  zgodnie z normą ISO 10271. Wartości wszystkich potencjałów wyrażone są względem elektrody kalomelowej z roztworem wewnętrznym (3 mol KCl), dla której  $E^0_{\text{Hg}_2\text{Cl}_2} = 0.242\text{ V}$  przy  $25^\circ\text{C}$ . Po zbadaniu każdej próbki wypłukano naczynko pomiarowe wodą destylowaną i wprowadzono świeżą porcję sztucznej śliny.

#### **4.4. Metody analizy statystycznej**

Na wstępie wyniki uzyskanych badań wytrzymałościowych poddano weryfikacji pod kątem zgodności z rozkładem Gaussa za pomocą testu Shapiro – Wilka. W kolejnym etapie analizowano wyniki w obrębie badanego połączenia jednoczynnikową analizą wariancji ANOVA oraz post – hoc testem najmniejszej istotnej różnicy (NIR). Wyniki badań wytrzymałościowych na zrywanie przy połączeniu drut z drutem oraz drut z pierścieniem zbrojonym i niezbrojonym weryfikowano testem ilorazu wariancji F – Fishera oraz testem t – Studenta dla grup niezależnych.

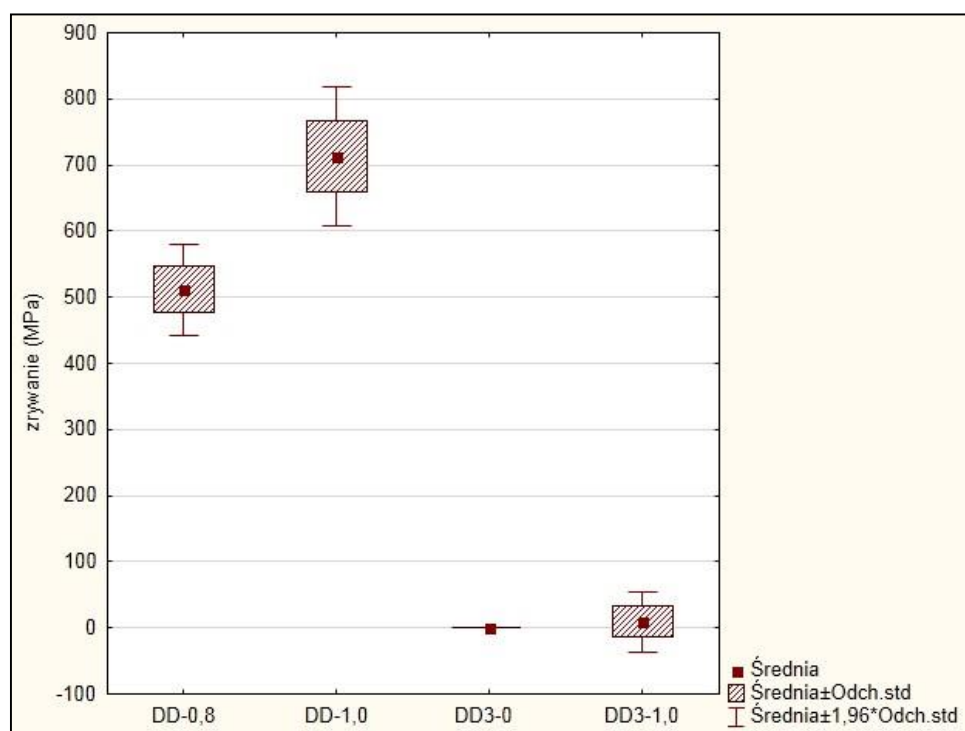
W przypadku badań elektrochemicznych ze względu na fakt, że nie wszystkie parametry były zgodne z rozkładem normalnym, do analizy użyto testów nieparametrycznych Manna-Whitneya oraz Wilcoxona (test kolejności par), natomiast dla parametrów zgodnych z rozkładem normalnym zastosowano testy parametryczne t-Studenta i Cochran – Coxa. Wyniki przyjęto, jako istotne statystycznie przy poziomie istotności  $p < 0,05$ . Analizę statystyczną przeprowadzono przy pomocy programu Statistica PL v. 10.0.

## 5. Wyniki badań laboratoryjnych

### 5.1. Analiza wytrzymałości połączenia lutowanych drutów ortodontycznych oraz drutów ortodontycznych z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

*Wyniki badań wytrzymałości połączenia drutów ortodontycznych w dwóch funkcjach czasu – test na zrywanie*

Wyniki badań przedstawiono na rycinie 27 oraz w tabeli VIII, w której kolumny uwzględniają kolejno: grupę badawczą, średnią ( $\bar{X}$ ), odchylenie standardowe (SD), współczynnik zmienności (CV), wynik minimum (Min), wynik maksimum (Max), wynik Q25 (Q25), medianę (Med) i wynik Q75 (Q75).



**Ryc. 27.** Wyniki analizy statystycznej wytrzymałości połączenia, pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela. VIII.** Wartości naprężenia zrywającego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Grupa	Śr. MPa	SD	CV (%)	Min.	Max.	Q25	Med.	Q75
DD-0,8	511,8	±35,3	6,9	459,4	558	482,1	516,5	540
DD3-0,8	0	0	0	0	0	0	0	0
DD-1,0	713	± 53,2	7,5	618	785	683	713	754,5
DD3-1,0	36,2	±23,3	257,4	5,9	66,5	0	0	2,96

Dane liczbowe przedstawiające średnie wartości naprężenia zrywającego (MPa) zarejestrowane po 24 godzinach od momentu zlutowania w przypadku grupy DD-0,8 (druty o średnicy 0,8 mm) wynosiły 511,8 MPa i były o 28% niższe od wyników uzyskanych w analogicznym okresie czasu dla grupy DD-1,0 (druty o średnicy 1,0 mm) – 713 MPa. Uzyskane wyniki pomiędzy grupami kontrolnymi różniły się pomiędzy sobą w sposób wysoce istotny statystycznie ( $p < 0,0001$ ). Wartości charakteryzujące odchylenie standardowe wskazują, że dane pomiarowe są rozrzucone wokół wartości średniej w stopniu nieznacznym, natomiast wartości współczynnika zmienności świadczą o nieznacznym ich rozproszeniu w porównywanych grupach.

Analiza wyników po trzech miesiącach przechowywania próbek w roztworze sztucznej śliny wskazuje, że w przypadku grupy DD3-0,8 nie zarejestrowano żadnych wartości, ponieważ połączone poprzez lutowanie druty uległy rozłączeniu na skutek korozji. W przypadku grupy DD3-1,0 osiem ocenianych próbek uległo zniszczeniu,

natomiast w przypadku dwóch, które poddano testowi zrywania uzyskano wartości różniące się wysoce istotnie statystycznie od grupy kontrolnej (DD-1,0), (Tabela IX)

**Tabela. IX.** Porównanie naprężenia zrywającego dla dwóch rodzajów drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Naprężenie zrywające	Test ilorazu F wariancji	Poziom istotności p testu F	Test t –Studenta	Poziom istotności p
DD-0,8vsDD3-0,8	0,000	1,000	41,045	< <b>0,0001</b>
DD-1,0 vs DD3-1,0	5,212	0,045	34,279	< <b>0,0001</b>

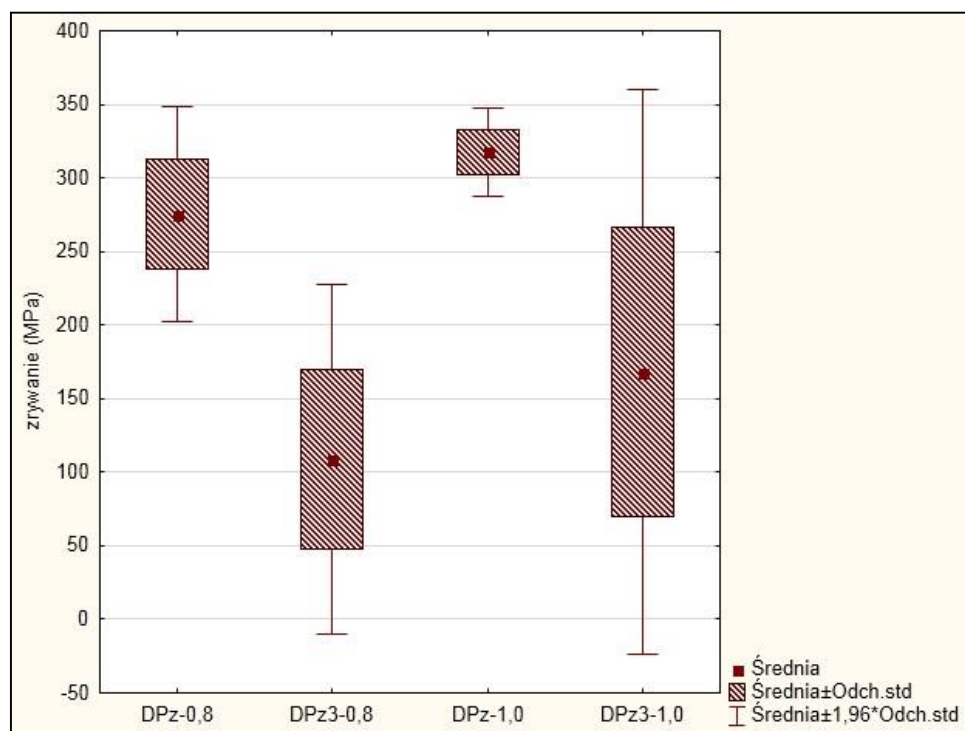
*Wyniki badań wytrzymałości połączenia drutów ortodontycznych z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu – test na zrywanie*

Wyniki badań przedstawiono na rycinie 28 oraz w tabelach X i XI, w których kolumny uwzględniają analogiczne dane jak w tabelach VIII i IX.

Z prezentowanych danych liczbowych wynika, że najwyższe wartości naprężenia zrywającego zarejestrowano w grupach kontrolnych DPz-0,8 oraz DPz-1,0 i wynosiły one odpowiednio 275,3 MPa oraz 317,6 MPa. Wyniki uzyskane po trzech miesiącach przechowywania próbek w roztworze sztucznej śliny były w przypadku grupy DPz3-0,8 niższe o około 60% (108,8 MPa), a dla grupy DPz3-1,0 o około 47% (168,1) względem grup kontrolnych i różniły się pomiędzy sobą w stopniu wysoce istotnym statystycznie ( $p < 0,0001$ ). Wielkości charakteryzujące odchylenia standardowe w grupach kontrolnych (DPz-0,8 i DPz-1,0) pokazują, że rozrzut wartości pomiarowych wokół wartości średniej



jest nieznaczny, natomiast w grupach eksperymentalnych (DPz3-0,8 i DPz3-1,0) bardzo wysoki. Pojawiające się w grupach DPz3-0,8 i DPz3-1,0 wartości współczynnika zmienności przekraczające 50% są spowodowane wysokimi wartościami odchylenia standardowego i świadczą o bardzo dużym rozrzucie uzyskanych wyników badań.



**Ryc. 28.** Wyniki analizy statystycznej wytrzymałości połączenia, pomiędzy drutami ortodontycznymi a pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela. X.** Wartości naprężenia zrywającego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, połączenia drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

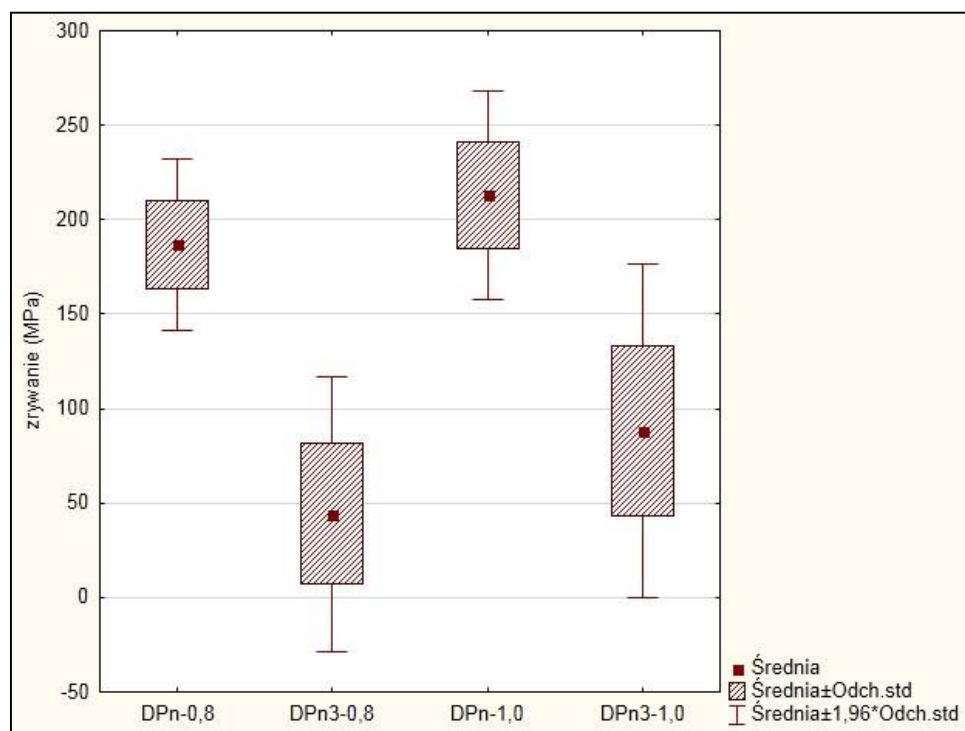
<b>Grupa</b>	<b>Śr. MPa</b>	<b>SD</b>	<b>CV (%)</b>	<b>Min.</b>	<b>Max.</b>	<b>Q25</b>	<b>Med.</b>	<b>Q75</b>
DPz-0,8	275,3	37,2	13,51	249,6	338,8	251,1	255,4	300,6
DPz3-0,8	108,8	60,6	55,7	31,8	192	56,4	103,1	163,9
DPz-1,0	317,6	15,46	4,87	299,5	341,2	307,2	311,2	331,8
DPz3-1,0	168,1	98,1	58,3	40,1	291,3	81,9	167,9	256,9

**Tabela. XI.** Porównanie naprężenia zrywającego dla dwóch rodzajów drutów łączonych z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

<b>Naprężenie zrywające</b>	<b>Test ilorazu F wariancji</b>	<b>Poziom istotności p testu F</b>	<b>Test t –Studenta</b>	<b>Poziom istotności p</b>
DPz-0,8 vs DPz3-0,8	2,652	0,222	6,626	< <b>0,0001</b>
DPz-1,0 vs DPz3-1,0	40,211	0,000	4,261	< <b>0,001</b>

*Wyniki badań wytrzymałości połączenia drutów ortodontycznych z pierścieniem niezbrojonym w dwóch funkcjach czasu – test na zrywanie*

Wyniki badań przedstawiono w na rycinie 29 oraz w tabelach XII i XIII, w których kolumny uwzględniają analogiczne dane jak w tabelach X i XI.



**Ryc. 29.** Wyniki analizy statystycznej wytrzymałości połączenia, pomiędzy drutami ortodontycznymi a pierścieniem niezbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

Analizując wyniki grup kontrolnych (DPn-0,8 i DPn-1,0) oraz eksperymentalnych (DPn3-0,8 i DPn3-1,0), w których druty ortodontyczne o średnicy 0,8 i 1,0 mm łączono z pierścieniami niezbrojonymi zarejestrowano spadek wartości naprężenia zrywającego odpowiednio dla grup DPn-0,8 z 187 MPa do 44,3 MPa (grupa DPn3-0,8) czyli spadek o 76%, oraz dla DPn-1,0 z 213,1 MPa do 88,2 MPa (grupa DPn3-1,0), a więc spadek o 58%. Uzyskane wyniki różnią się pomiędzy sobą w stopniu wysoce istotnym statystycznie ( $p < 0,0001$ ). Także liczby charakteryzujące odchylenie standardowe w grupach

eksperymentalnych wskazują na znaczny rozrzut wartości pomiarowych wokół wartości średniej. Wartości współczynnika zmienności przekraczające 50% świadczą o bardzo dużym rozproszeniu uzyskanych wyników badań.

**Tabela. XII.** Wartości naprężenia zrywającego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, połączenia drutów z pierścieniem niezbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

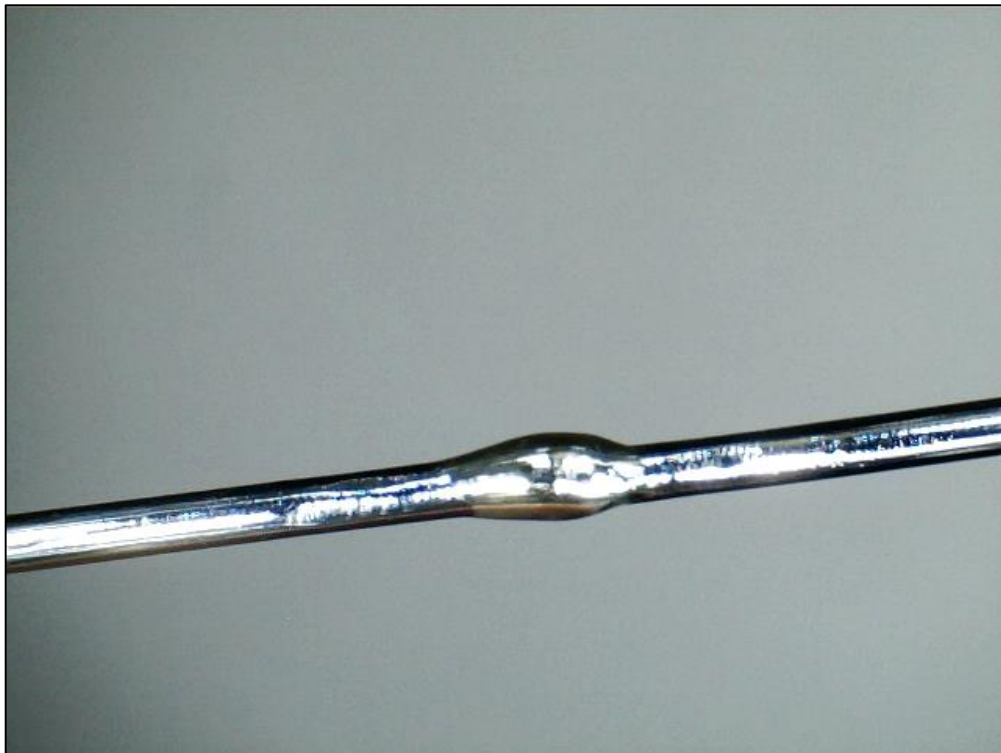
<b>Grupa</b>	<b>Śr. MPa</b>	<b>SD</b>	<b>CV (%)</b>	<b>Min.</b>	<b>Max.</b>	<b>Q25</b>	<b>Med.</b>	<b>Q75</b>
DPn-0,8	187	23,2	12,4	170,6	273,3	171,7	177,1	195,3
DPn3-0,8	44,3	37,2	84	8	104	13,3	35	72,8
DPn-1,0	213,1	28,2	13,3	179	252,6	188,3	207,6	240,6
DPn3-1,0	88,2	45,2	51,3	24	161,1	56,1	85,4	118,5

**Tabela. XIII.** Porównanie naprężenia zrywającego dla dwóch rodzajów drutów łączonych z pierścieniem niezbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

<b>Naprężenie zrywające</b>	<b>Test ilorazu F wariacji</b>	<b>Poziom istotności p testu F</b>	<b>Test t –Studenta</b>	<b>Poziom istotności p</b>
DPz-0,8 vs DPz3-0,8	2,557	0,239	9,209	< 0,0001
DPz-1,0 vs DPz3-1,0	2,568	0,237	6,621	< 0,0001

## **5.2. Ocena makroskopowa połączenia lutowanych drutów ortodontycznych oraz drutów z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.**

Poniżej przedstawiono wybrane obrazy makroskopowe lutowanych drutów oraz drutów z pierścieniem zbrojonym i niezbrojonym przed oraz po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny w powiększeniach x 10, x 50, x 200 i x 1000 zglądów nietrawionych oraz trawionych.



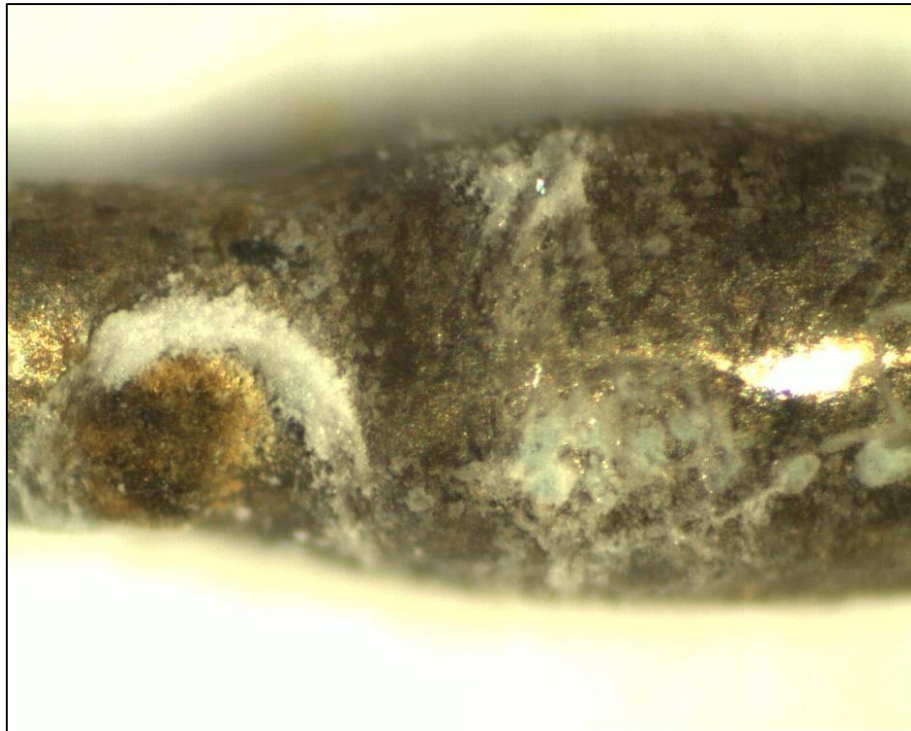
**Ryc. 30.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny.



**Ryc. 31.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po trzymiesięcznej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie x 10.



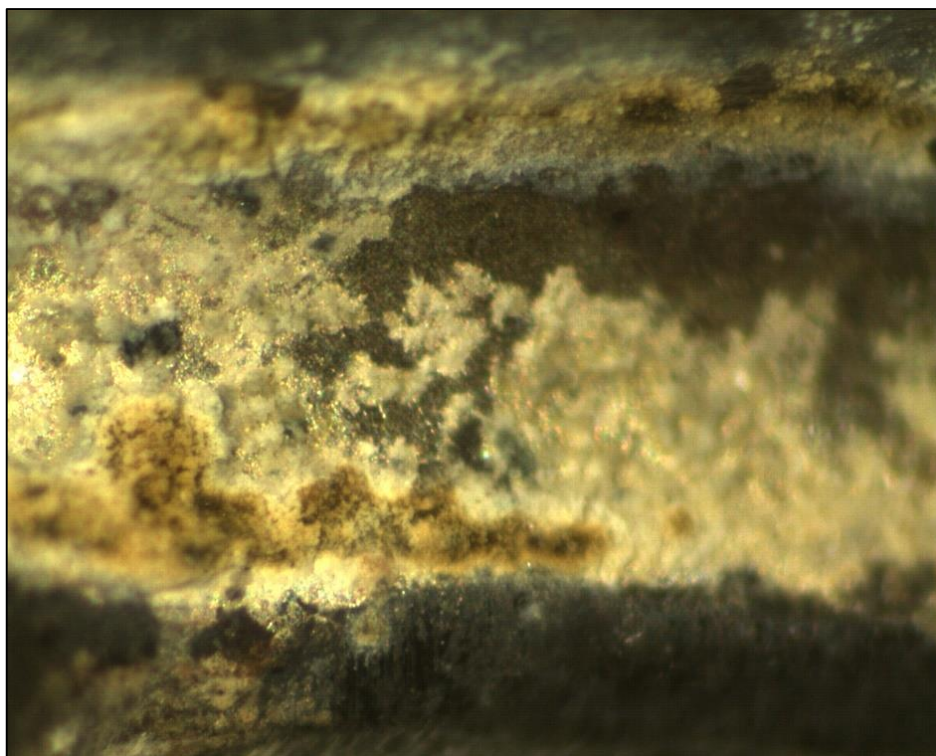
**Ryc. 32.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po trzymiesięcznej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie x 50.



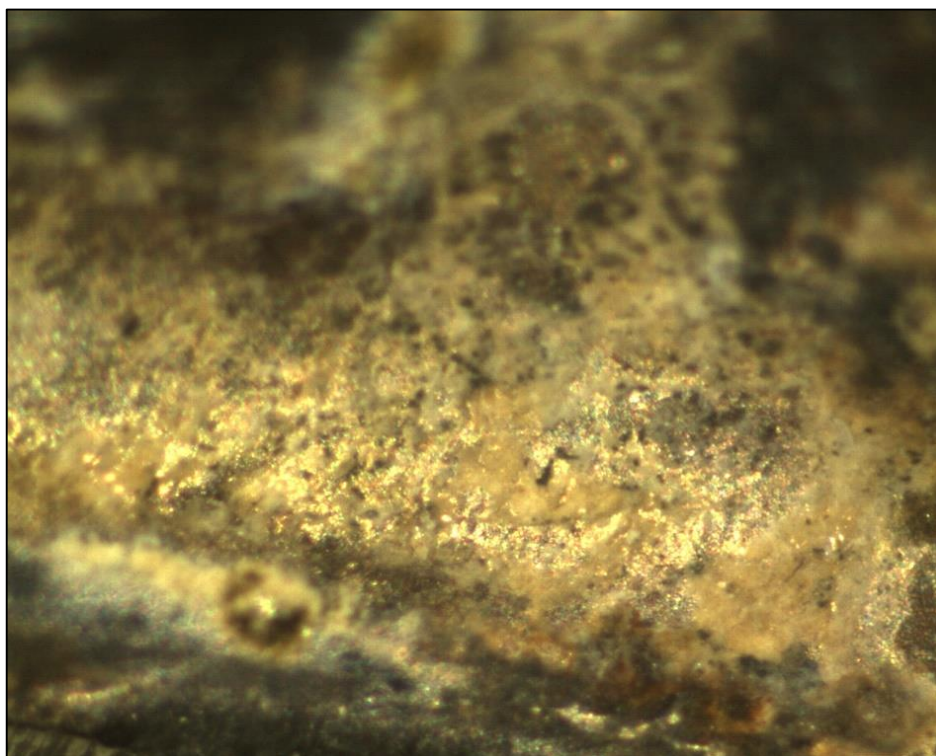
**Ryc. 33.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po trzymiesięcznej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie x 50.



**Ryc. 34.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po trzymiesięcznej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie x 50.

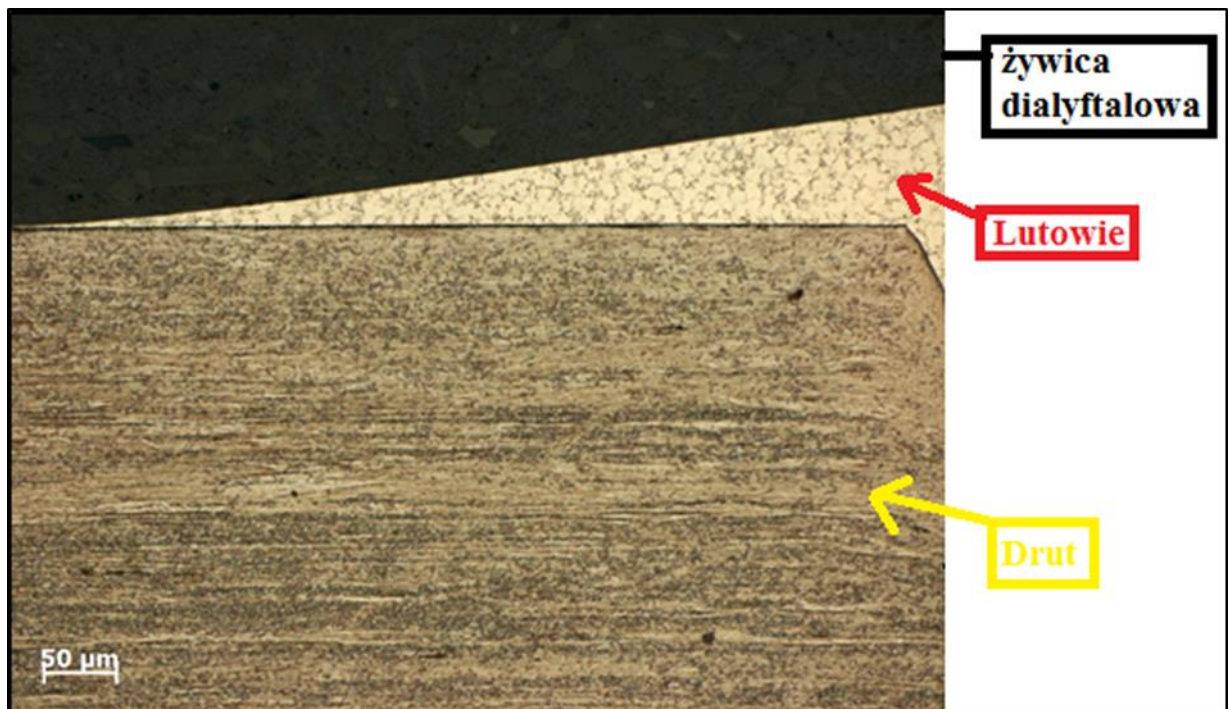


**Ryc. 35.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po trzymiesięcznej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie x 50.



**Ryc. 36.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po trzymiesięcznej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie x 50.

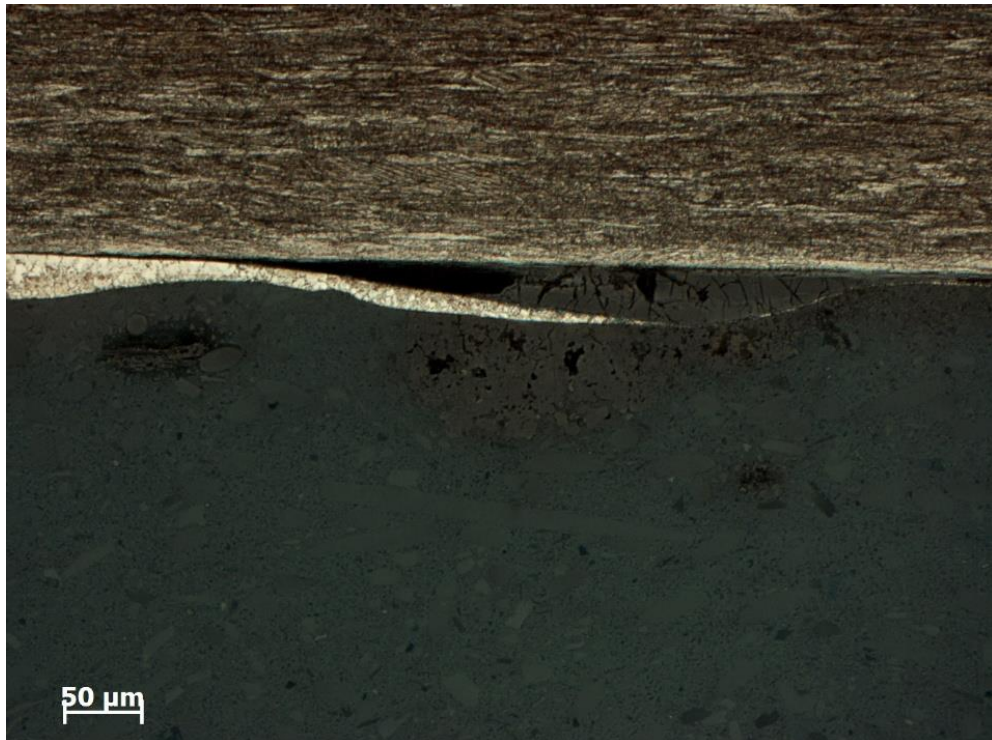




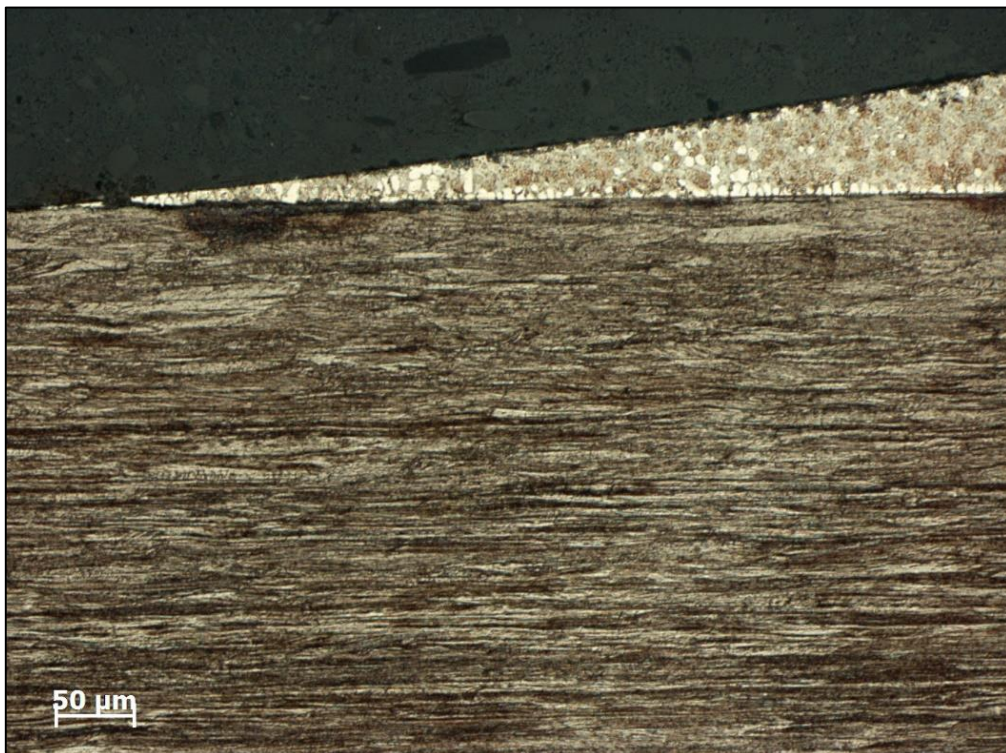
**Ryc. 37.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd trawiony).



**Ryc. 38.** Prawidłowe połączenie lutowia z drutem Remanium 0.8 mm przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd trawiony).



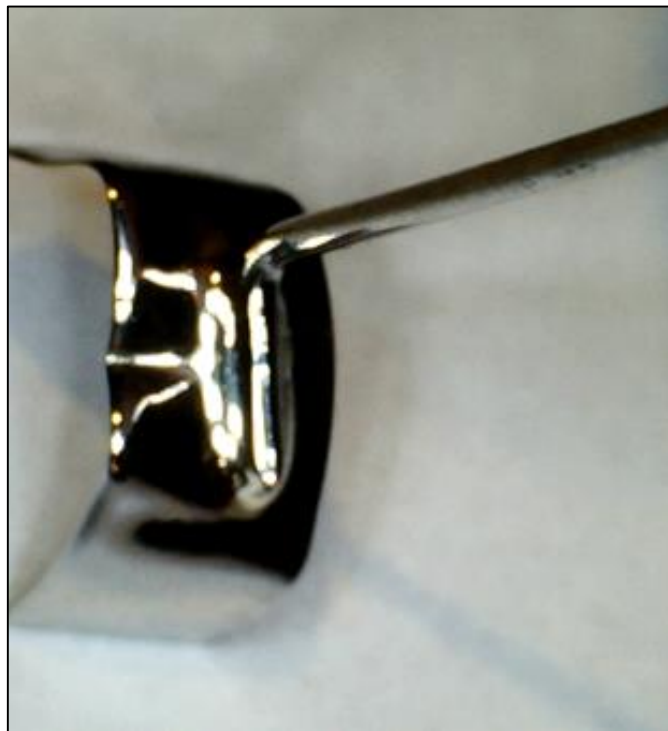
**Ryc. 39.** Na zdjęciu widoczna delaminacja lutowia na powierzchni drutu Remanium 0.8 mm po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd trawiony).



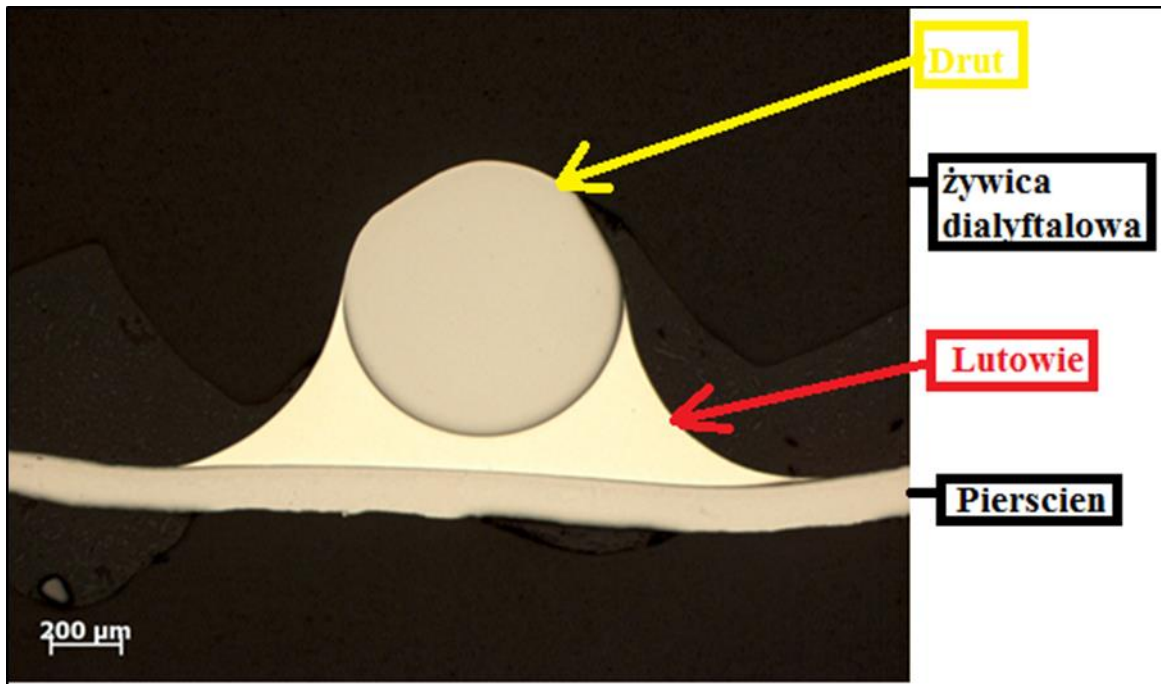
**Ryc. 40.** Na zdjęciu widoczne procesy korozyjne w postaci ciemnej plamy w strukturze drutu ortodontycznego Remanium 0.8 mm, powiększenie x 200 (zgląd trawiony).



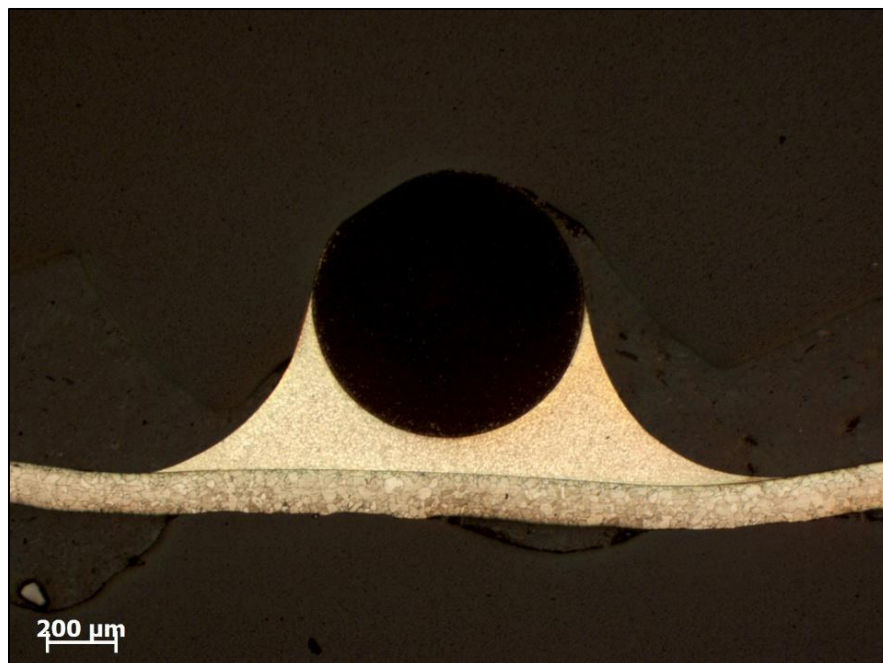
**Ryc. 41.** Na zdjęciu widoczne procesy korozyjne w postaci ciemnych plam w strukturze drutu ortodontycznego Remanium 0.8 mm , powiększenie x 500 (zgląd trawiony).



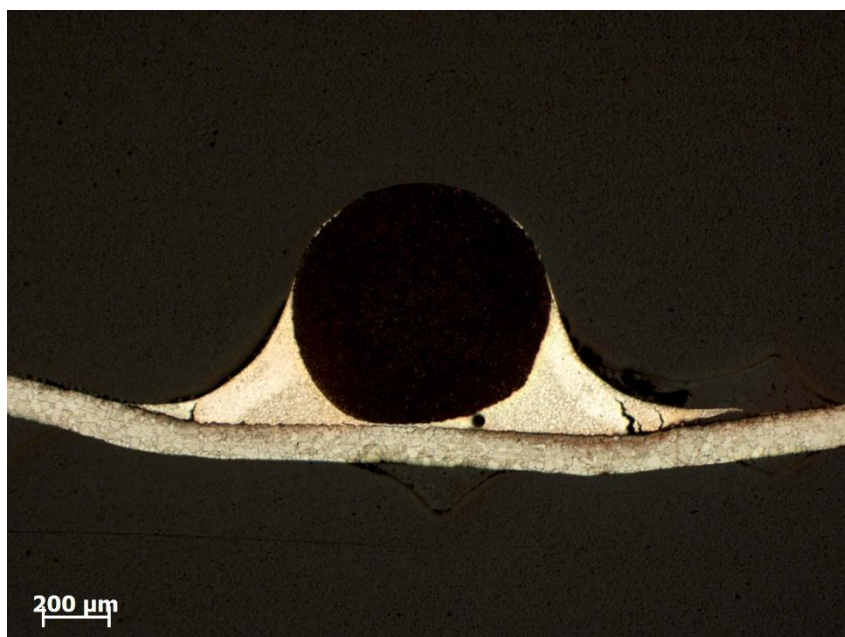
**Ryc. 42.** Wypolerowany drut Remanium lutowany z pierścieniem niezbrojonym przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny.



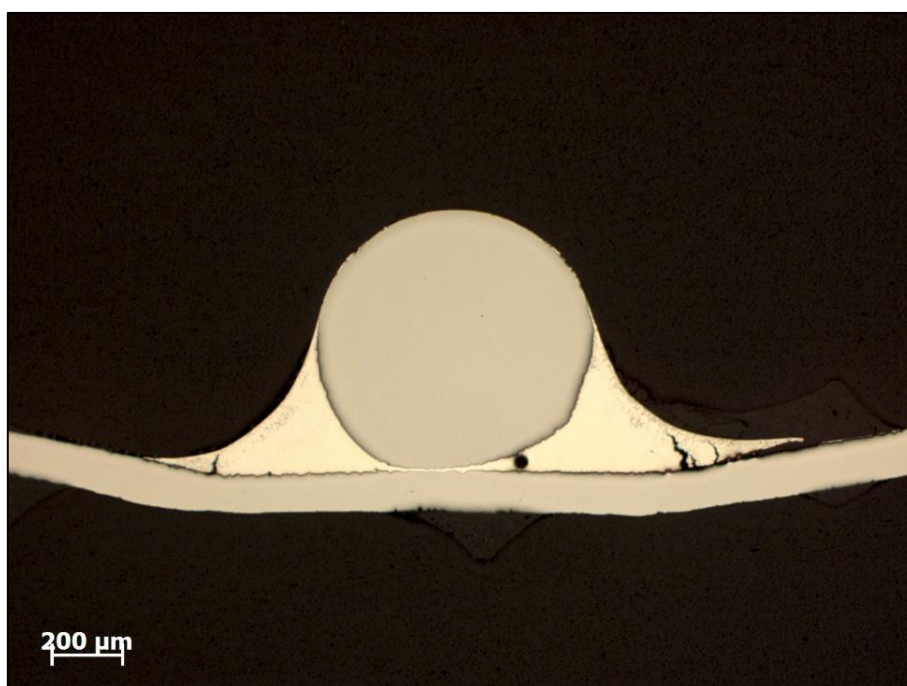
**Ryc. 43.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 50 (zgląd nietrawiony).



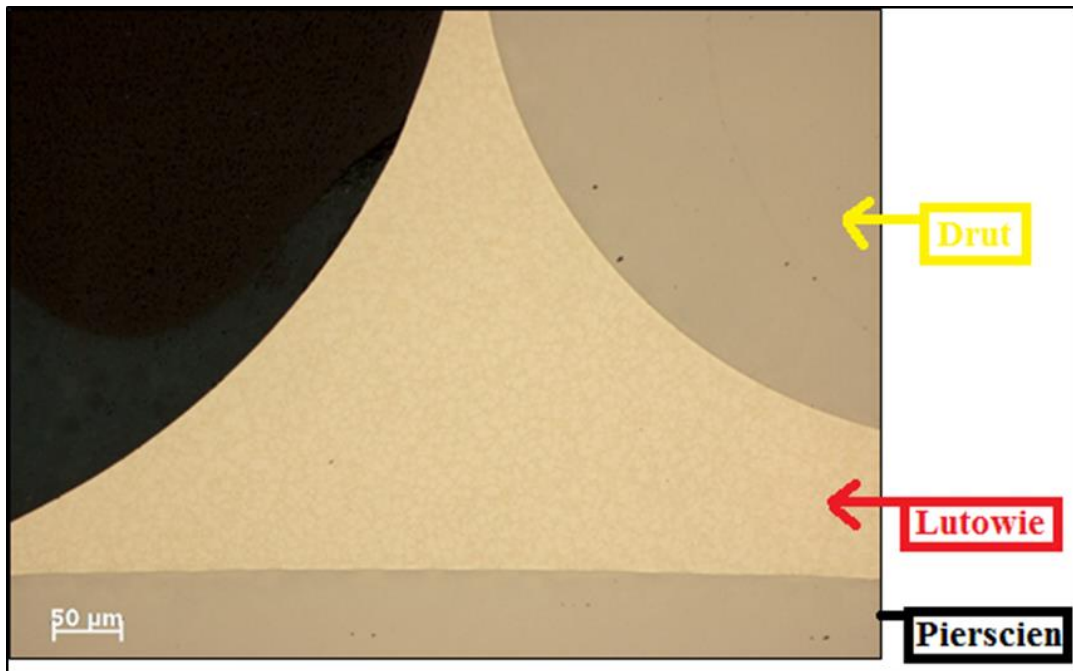
**Ryc. 44.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 50 (zgląd trawiony).



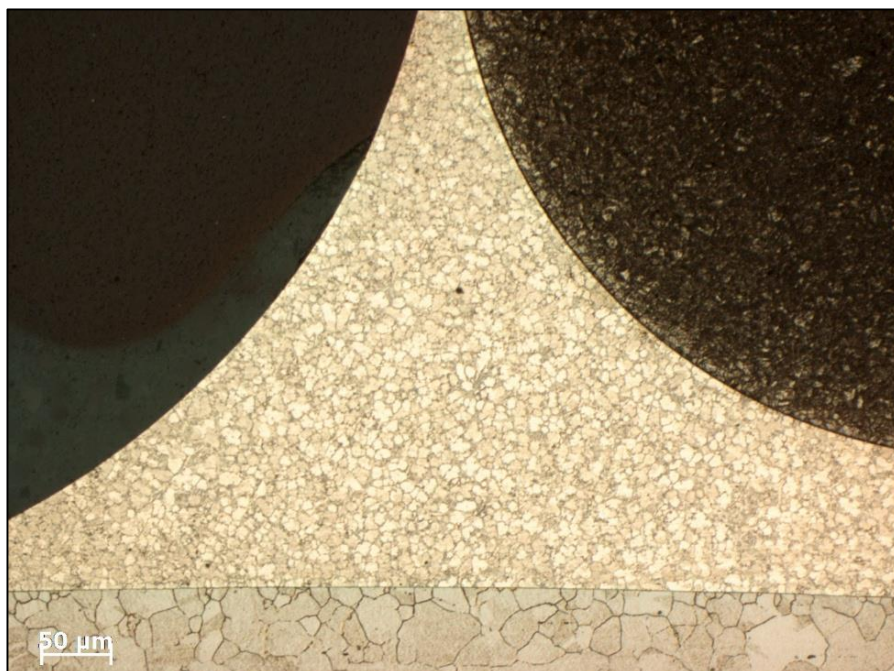
**Ryc. 45.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentiform bez zamka, po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 50 (zgląd trawiony).



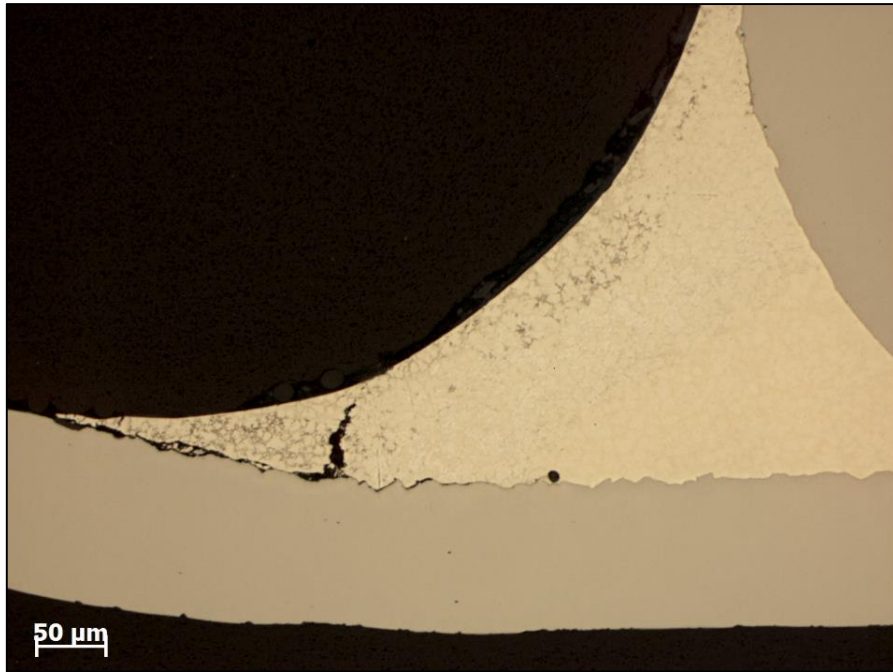
**Ryc. 46.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentiform bez zamka, po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 50 (zgląd nietrawiony).



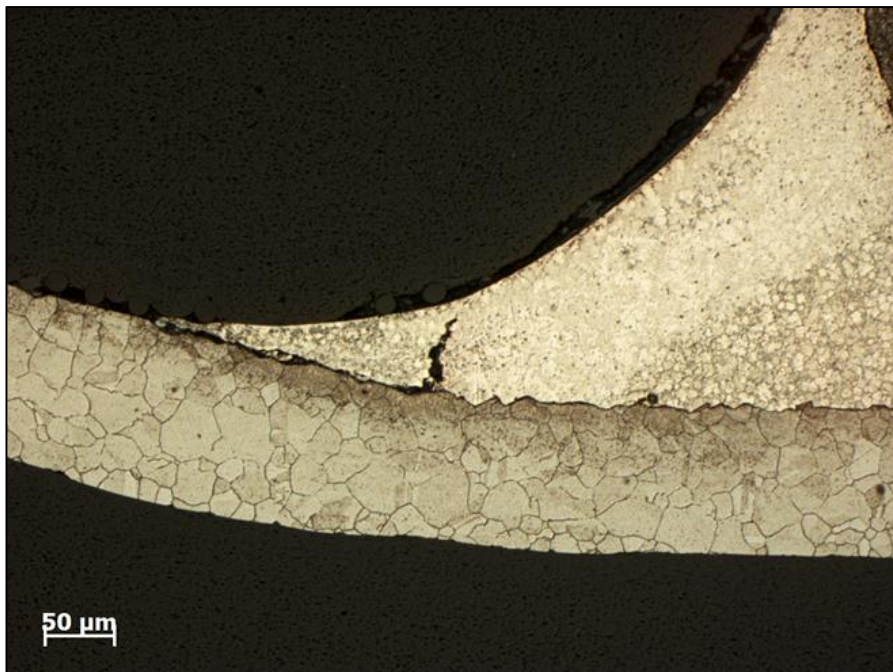
**Ryc. 47.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd nietrawiony).



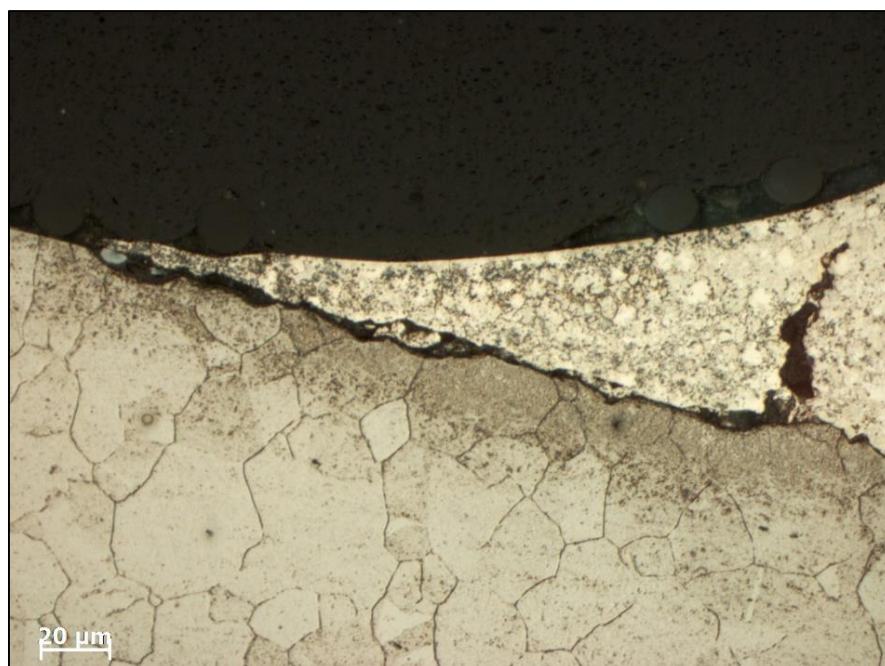
**Ryc. 48.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd trawiony).



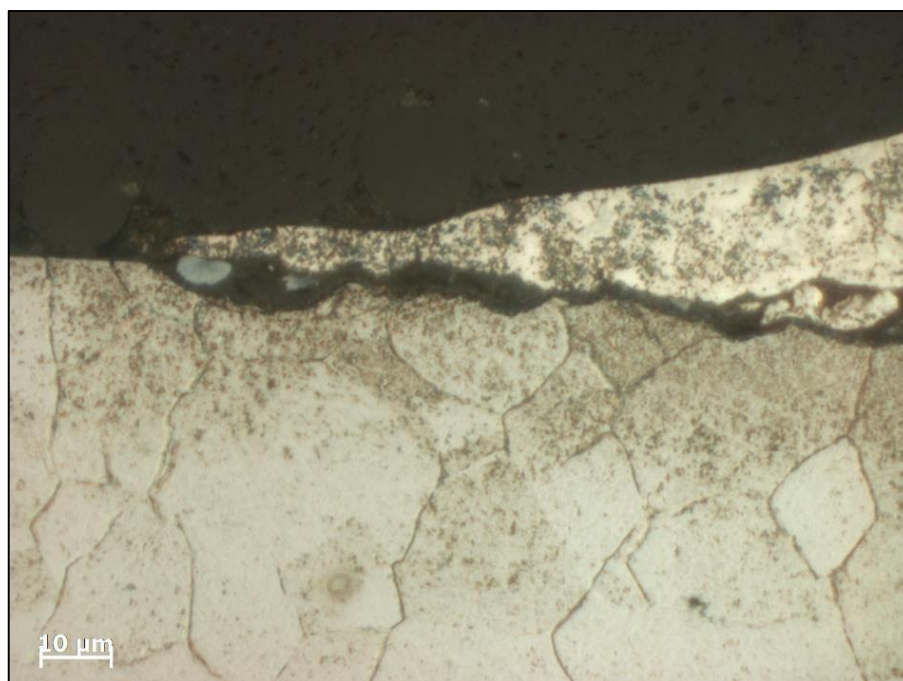
**Ryc. 49.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd nietrawiony).



**Ryc. 50.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd trawiony).

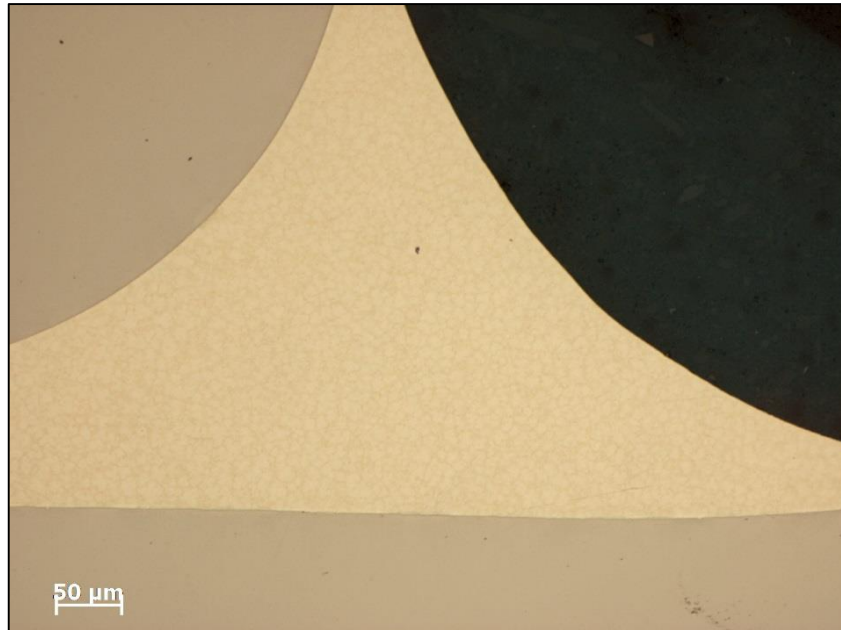


**Ryc. 51.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 500 (zgląd trawiony).

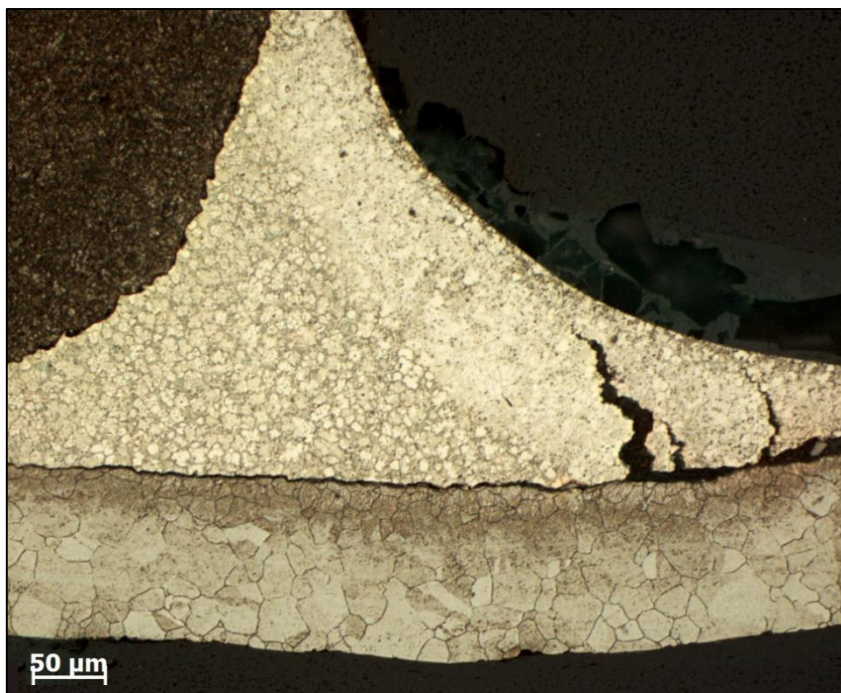


**Ryc. 52.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 1000 (zgląd trawiony).

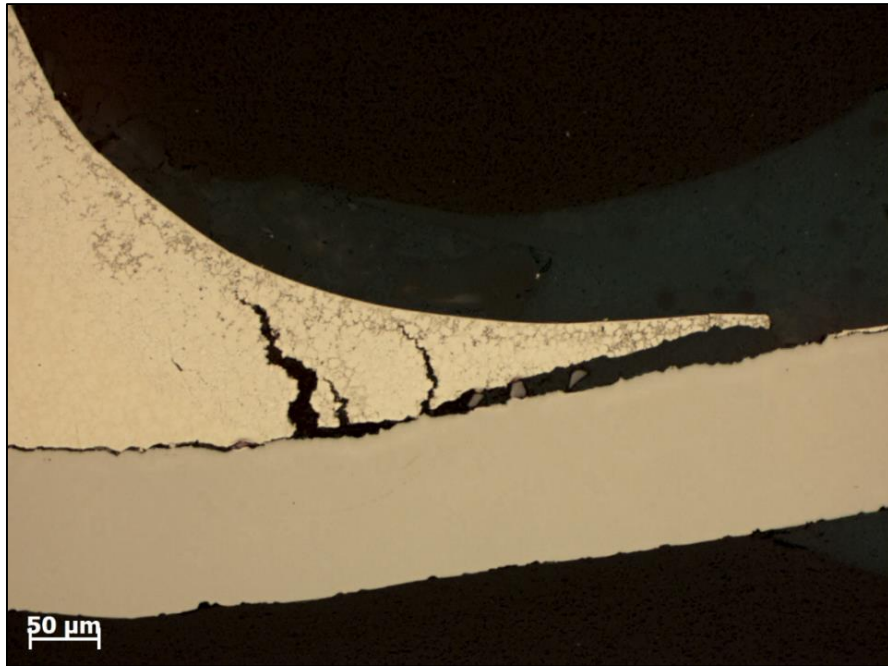




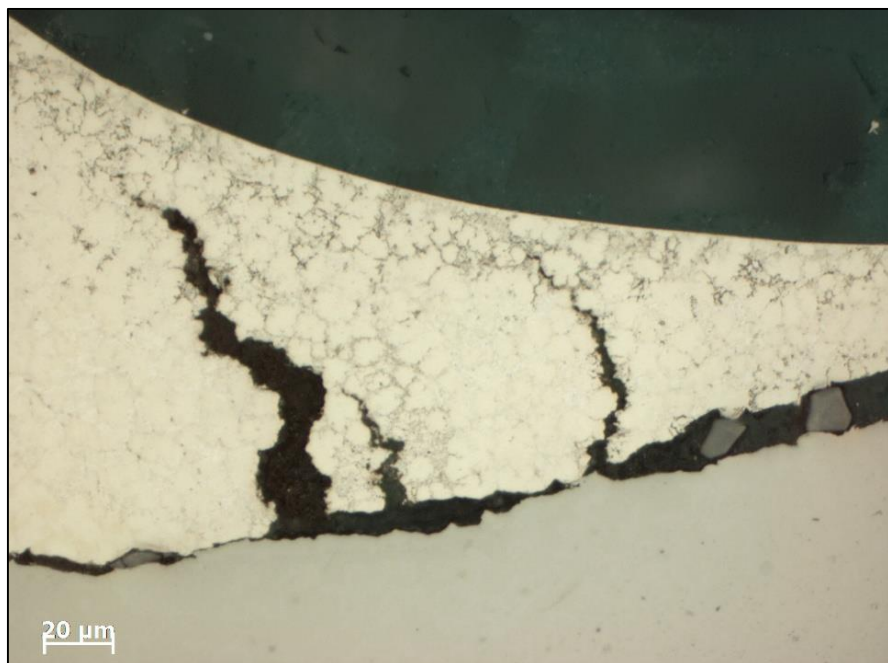
**Ryc. 53.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd nietrawiony).



**Ryc. 54.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd trawiony).



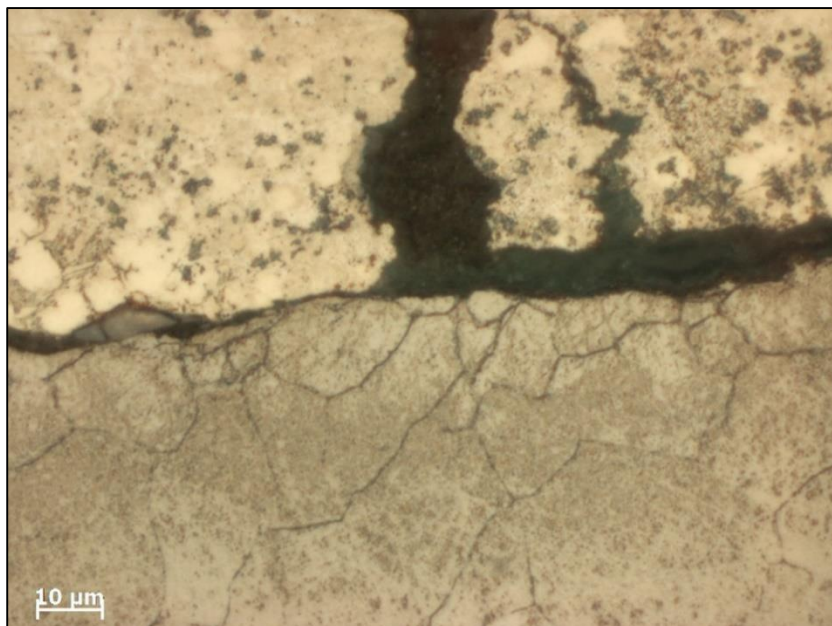
**Ryc. 55.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd nietrawiony).



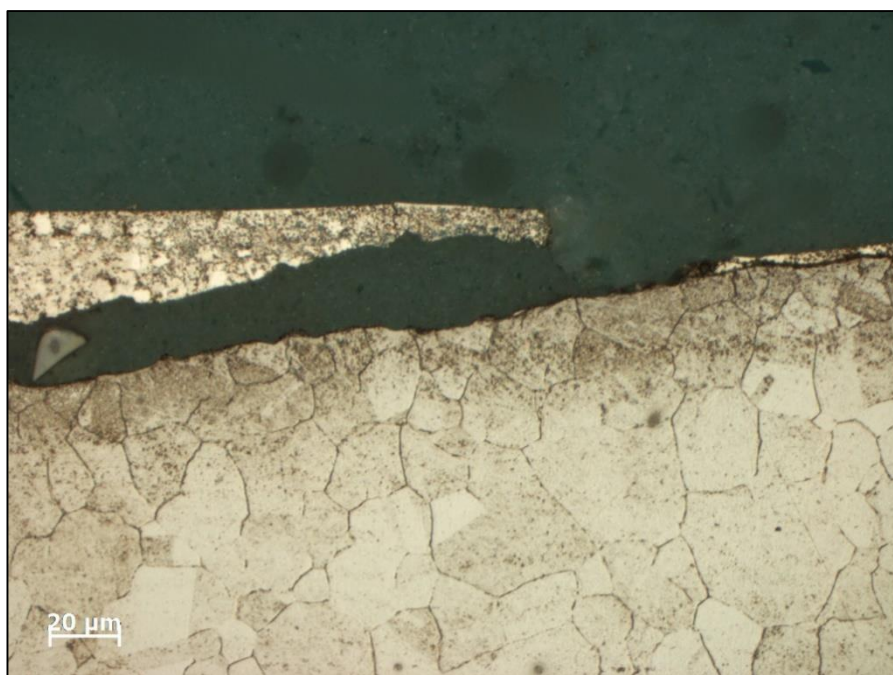
**Ryc. 56.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 200 (zgląd trawiony).



**Ryc. 57.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 500 (zgląd trawiony).



**Ryc. 58.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 1000 (zgląd trawiony).



**Ryc. 59.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm, a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, powiększenie x 500 (zgląd trawiony).

Na rycinach 30, 37 i 38 przedstawiono doczołowo lutowane druty Remanium o przekroju 0,8 mm przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, zdjęcia przedstawiają prawidłowe połączenie bez szczelin pomiędzy lutowiem a drutem oraz brak przegrzania drutu. Na rycinach 31-32 oraz 35-36 przedstawiono doczołowo lutowany drut Remanium 0,8 mm, widoczne są produkty korozji w okolicy połączenia lutowanego. Na ryc. 33-34 widoczny osad soli w okolicy połączenia lutowanego w wyniku ekspozycji w roztworze sztucznej śliny. Na ryc. 39. widoczna delaminacja lutowia z powierzchni drutu Remanium 0,8 mm po ekspozycji w sztucznej ślinie. Na ryc. 40-41 widoczne ciemne plamy świadczące o zachodzących procesach korozji pomiędzy drutem Remanium 0,8 mm a lutowiem po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny. Na rycinach 42-44, 48 przedstawiono prawidłowe połączenie pomiędzy pierścieniem Dentoform bez zamka a drutem Remanium 0,8 mm przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny. Na rycinach 45-46, 49-52 oraz

54-59 widać osłabienie połączenia lutowanego w wyniku ekspozycji w roztworze sztucznej śliny pierścienia Dentoform bez zamka połączonego z drutem Remanium 0,8 mm.

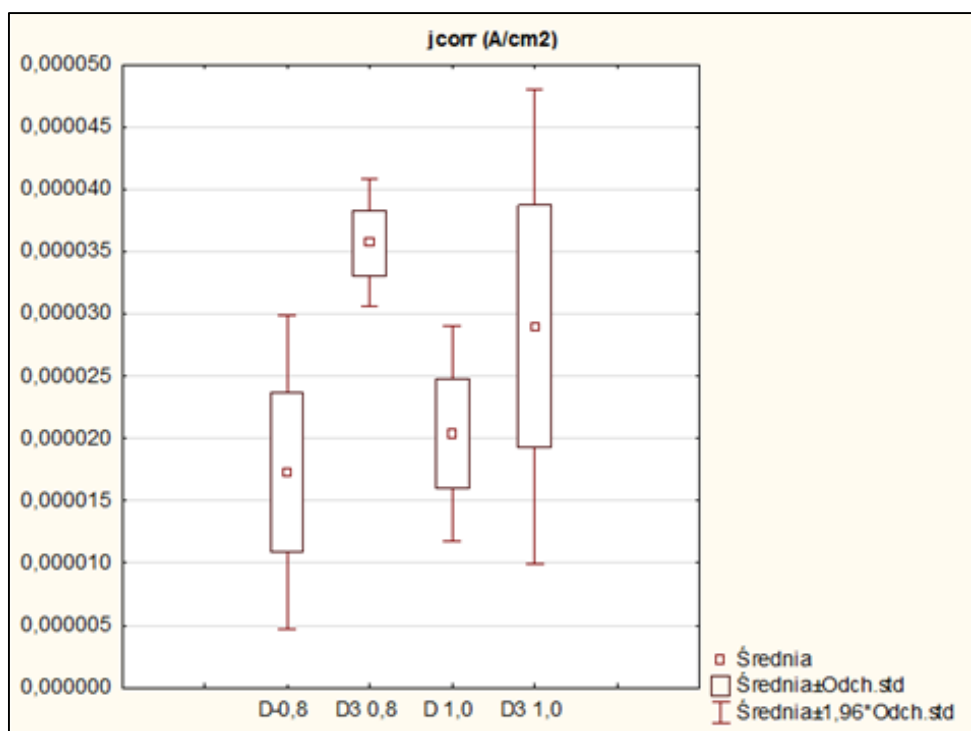
### 5.3. Ocena odporności korozyjnej połączonych ze sobą poprzez lutowanie drutów ortodontycznych oraz drutów ortodontycznych z pierścieniami zbrojonymi i niezbrojonymi przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny

*Ocena odporności korozyjnej samych drutów ortodontycznych.*

Wyniki badań gęstości prądu korozyjnego, prędkości korozji oraz oporu polaryzacji dla drutów bez lutowia przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny przedstawiono na rycinach 60 - 64 oraz w tabelach XIV - XIX, w której kolumny uwzględniają kolejno: grupę badawczą, średnią ( $\bar{X}$ ), odchylenie standardowe (SD), współczynnik zmienności (CV), wynik minimum (Min), wynik maksimum (Max), wynik Q25 (Q25), medianę (Med) i wynik Q75 (Q75).

**Tabela. XIV.** Wartości gęstości prądu korozyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Grupa	$\bar{X}$ A/cm <sup>2</sup>	SD	CV (%)	Min.	Max.	Q25	Med.	Q75
D-0,8	0,000017	0,000006	37,07	0,000011	0,000032	0,000012	0,000018	0,000020
D3-0,8	0,000036	0,000003	7,36	0,000032	0,000039	0,000033	0,000035	0,000038
D-1,0	0,000020	0,000004	21,58	0,000014	0,000025	0,000016	0,000023	0,000024
D3-1,0	0,000029	0,000010	33,51	0,000015	0,000046	0,000020	0,000031	0,000035



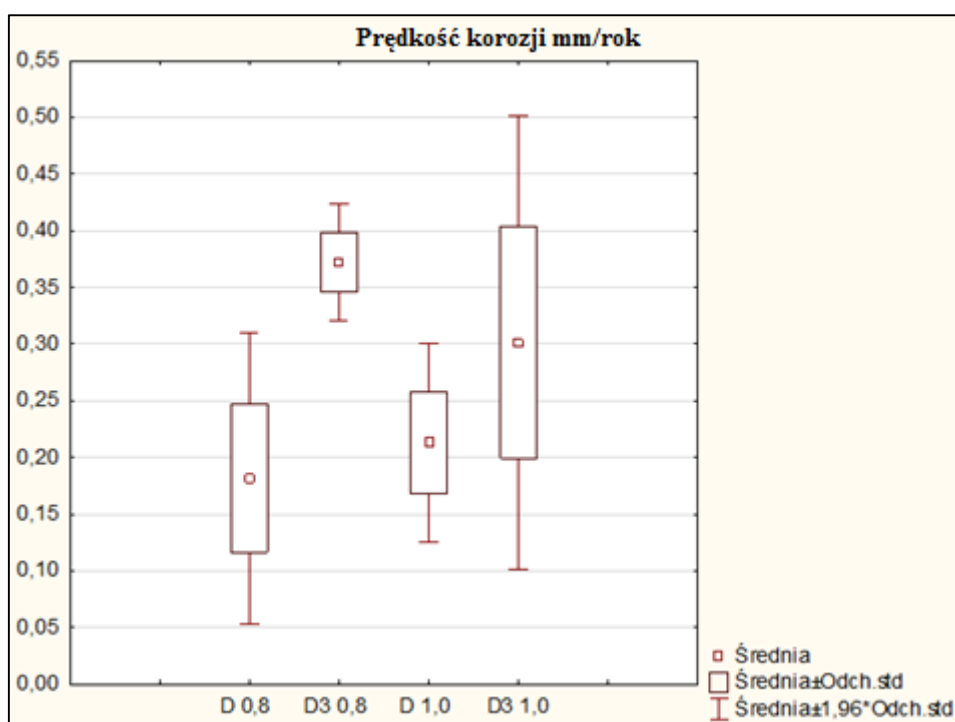
**Ryc. 60.** Wyniki analizy statystycznej gęstości prądu korozyjnego drutów ortodontycznych w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela. XV.** Porównanie gęstości prądu korozyjnego dla drutów bez lutowia przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Gęstość prądu A/cm <sup>2</sup>	Test	Poziom istotności p
D-0,8 vs D3-0,8	t-Studenta	0,000070
D-1,0 vs D3-1,0	t-Studenta	0,058025

**Tabela. XVI.** Wartości prędkości korozji, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, drutów bez lutowania przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Grupa	Śr. mm/rok	SD	CV (%)	Min.	Max.	Q25	Med.	Q75
D-0,8	0,18	0,07	36,06	0,11	0,33	0,13	0,19	0,21
D3-0,8	0,37	0,03	7,08	0,34	0,41	0,34	0,37	0,40
D-1,0	0,21	0,04	20,98	0,15	0,26	0,17	0,23	0,25
D3-1,0	0,30	0,10	33,87	0,15	0,48	0,21	0,32	0,36



**Ryc. 61.** Wyniki analizy statystycznej prędkości korozji drutów ortodontycznych w dwóch funkcjach czasu.

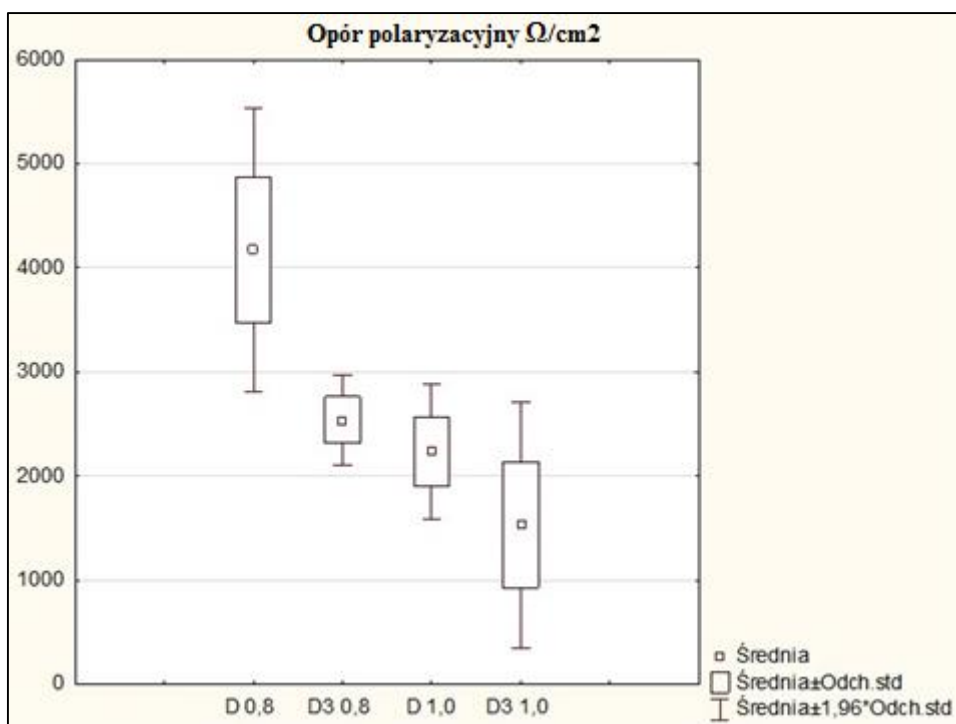


**Tabela. XVII.** Porównanie prędkości korozji dla dwóch rodzajów drutów bez lutowia przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

<b>Prędkość korozji mm/rok</b>	<b>Test</b>	<b>Poziom istotności p</b>
D-0,8 vs D3-0,8	t-Studenta	0,000065
D-1,0 vs D3-1,0	t-Wilcoxona	0,058025

**Tabela. XVIII.** Wartości oporu polaryzacyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, drutów bez lutowania przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

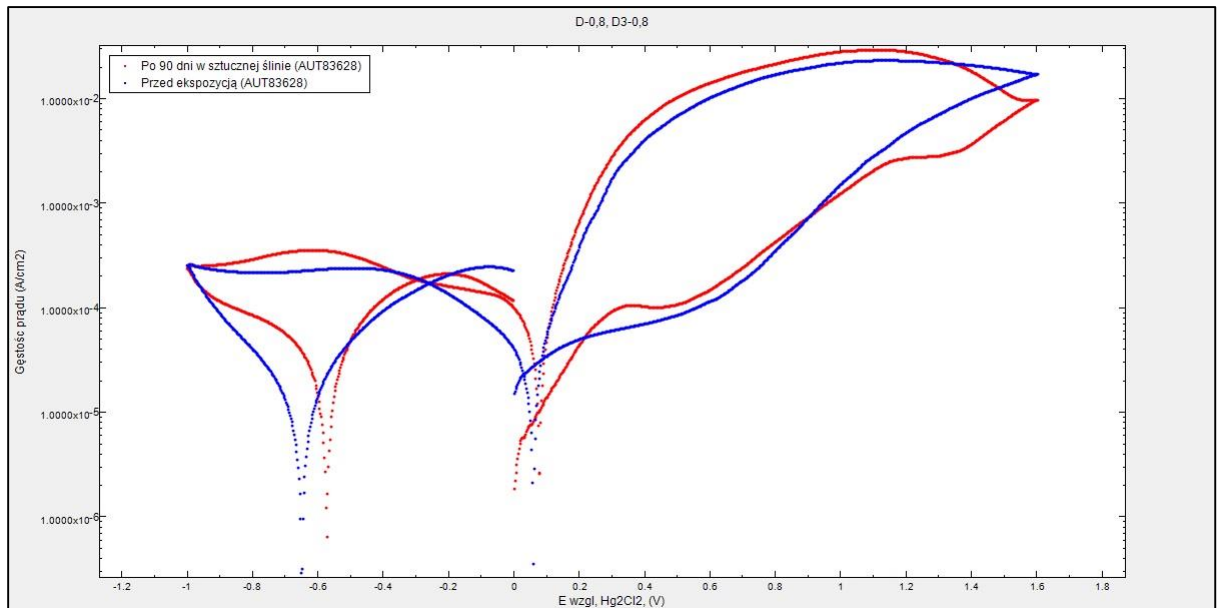
<b>Grupa</b>	<b>Śr. <math>\Omega/\text{cm}^2</math></b>	<b>SD</b>	<b>CV (%)</b>	<b>Min.</b>	<b>Max.</b>	<b>Q25</b>	<b>Med.</b>	<b>Q75</b>
D-0,8	4173,24	694,21	16,63	2764,20	5168,00	3715,70	4211,20	4814,30
D3-0,8	2538,22	222,49	8,77	2193,10	2975,50	2369,30	2552,45	2660,20
D-1,0	2236,97	329,19	14,72	1792,00	2887,00	2098,60	2169,70	2282,00
D3-1,0	1531,62	601,84	39,29	771,04	2404,80	1121,90	1221,35	2199,30



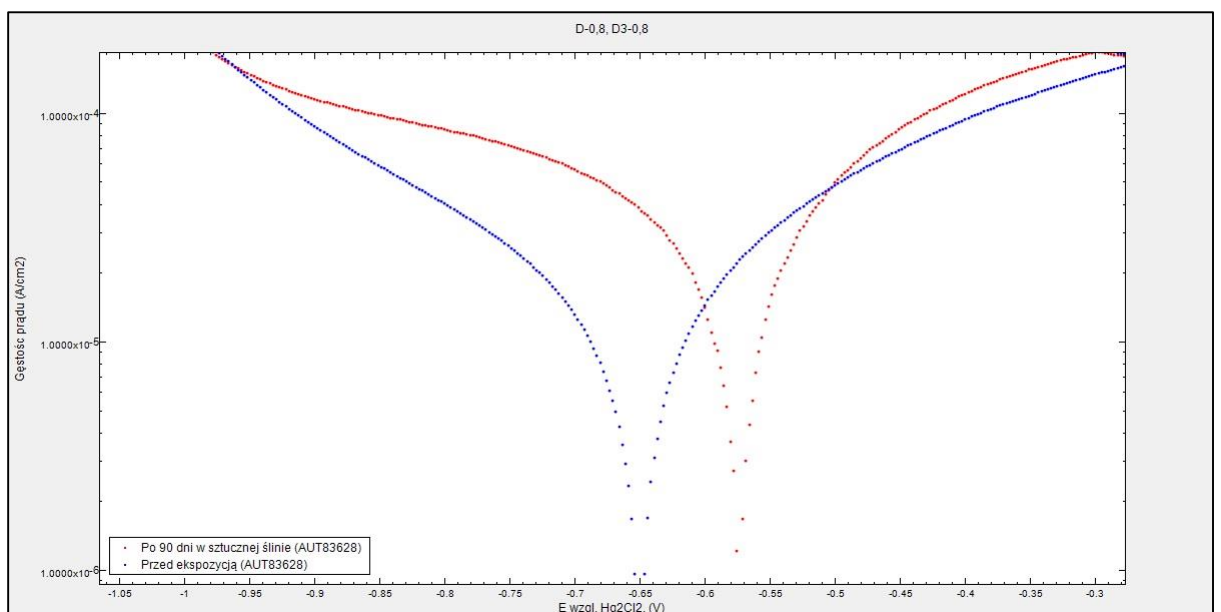
**Ryc. 62.** Wyniki analizy statystycznej oporu polaryzacyjnego drutów ortodontycznych w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela. XIX.** Porównanie oporu polaryzacyjnego dla dwóch rodzajów drutów bez lutowia przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Opór polaryzacyjny $\Omega/\text{cm}^2$	Test	Poziom istotności p
D-0,8 vs D3-0,8	t-Studenta	0,000028
D-1,0 vs D3-1,0	t-Wilcoxona	0,028418



**Ryc. 63.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy D-0,8, D3-0,8.



**Ryc. 64.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy D-0,8, D3-0,8.

Dane liczbowe zamieszczone w tabelach XIV - XV oraz na rycinach 60, 63, 64 przedstawiają średnie wartości gęstości prądu korozyjnego dla drutów bez lutowia. Wartości gęstości prądu korozyjnego, prędkości korozji oraz oporu polaryzacji zarejestrowano po 24 godzinach przechowania w sztucznej ślinie oraz po 3 miesiącach ekspozycji w sztucznej ślinie, w temp 37°C. Dla grupy kontrolnej D-0,8 (druty o średnicy

0,8 mm) średnia gęstości prądu wyniosła  $17\mu\text{A}/\text{cm}^2$  . Porównując grupę D3-08 średnia gęstość prądu wzrosła do  $36\mu\text{A}/\text{cm}^2$  po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, czyli nastąpił wzrost gęstości o około 111% .Dla porównania zarejestrowano dla grupy D-1,0 (druty o średnicy 1,0 mm) gęstość prądu o wysokości  $20\mu\text{A}/\text{cm}^2$  , w porównaniu z  $29\mu\text{A}/\text{cm}^2$  dla grupy D3-1 po ekspozycji, czyli gęstość prądu wzrosła o 45%.

Pomiary prędkości korozji grupy D-0,8 przedstawiono w tabelach XVI - XVII oraz na rycinie 61 i wyniosły  $0,18\text{ mm}/\text{rok}$  w porównaniu z  $0,37\text{ mm}/\text{rok}$  czyli około 100% szybciej niż w grupie kontrolnej. W porównaniu z grupą D-1,0 mm prędkość korozji wyniosła  $0,21\text{ mm}/\text{rok}$  i wzrosła do  $0,30\text{ mm}/\text{rok}$  , czyli prędkość korozji po ekspozycji w sztucznej ślinie wzrosła o 42% .

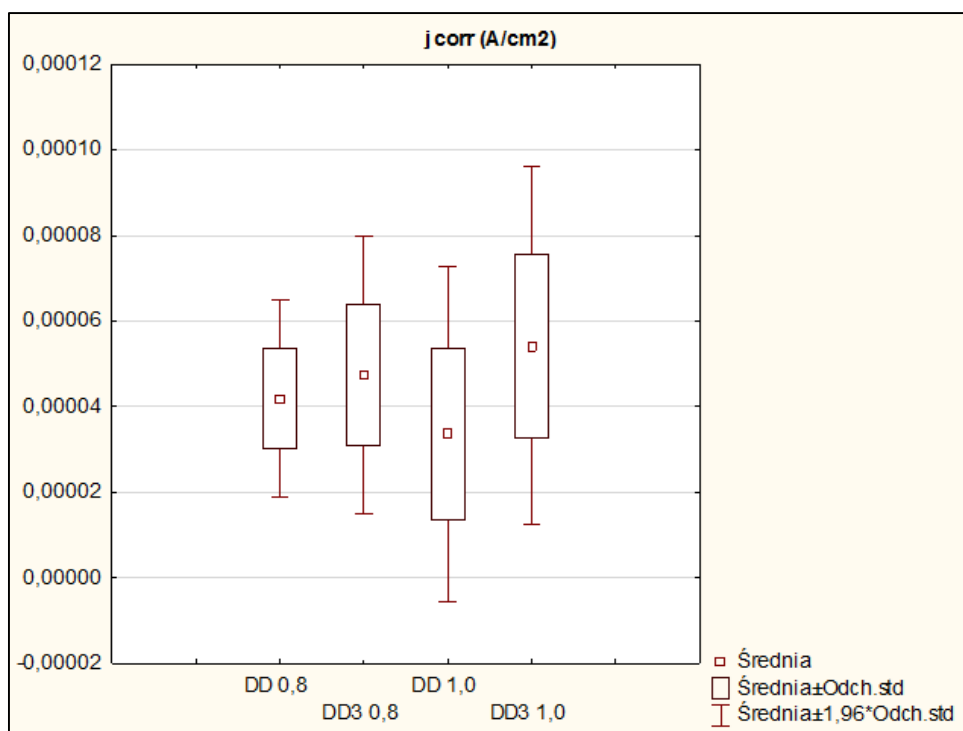
Opór polaryzacyjny dla grupy D-0,8 przedstawiono w tabelach XVIII - XIX oraz na rycinie 62 i wyniósł  $4173,24\ \Omega/\text{cm}^2$  a po ekspozycji w sztucznej ślinie zarejestrowano dla grupy D3-0,8  $2538,22\ \Omega/\text{cm}^2$ , był więc niższy o 64%. Opor polaryzacyjny grupy D-1,0 wyniósł  $2236,97\ \Omega/\text{cm}^2$  w porównaniu z grupą po ekspozycji D3-1,0 zmalał do  $1531,62\ \Omega/\text{cm}^2$ , czyli o około 46%.

## *Ocena odporności korozyjnej doczołowo lutowanych drutów ortodontycznych*

Wyniki badań gęstości prądu korozyjnego, prędkości korozji, mikroanalizy sztucznej śliny oraz oporu polaryzacji lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny przedstawiono na rycinach 65 - 69 oraz w tabelach XX - XXVI, w których kolumny uwzględniają kolejno: grupę badawczą, średnią (Śr), odchylenie standardowe (SD), współczynnik zmienności (CV), wynik minimum (Min), wynik maksimum (Max), wynik Q25 (Q25), medianę (Med) i wynik Q75 (Q75). Wyniki badań mikroanalizy sztucznej śliny po 3 miesięcznej ekspozycji w sztucznej ślinie lutowanych drutów Dentaurum Remanium o średnicy 0,8 mm przedstawiono w tabeli (XXVI).

**Tabela. XX** . Wartości gęstości prądu korozyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, doczołowo lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

<b>Grupa</b>	<b>Śr. A/cm<sup>2</sup></b>	<b>SD</b>	<b>CV (%)</b>	<b>Min.</b>	<b>Max.</b>	<b>Q25</b>	<b>Med.</b>	<b>Q75</b>
DD-0,8	0,000042	0,000012	28,09	0,000016	0,000053	0,000039	0,000047	0,000049
DD3-0,8	0,000047	0,000017	34,95	0,000030	0,000086	0,000036	0,000045	0,000052
DD-1,0	0,000034	0,000020	59,44	0,000012	0,000085	0,000022	0,000029	0,000039
DD3-1,0	0,000054	0,000021	39,39	0,000021	0,000098	0,000043	0,000054	0,000062



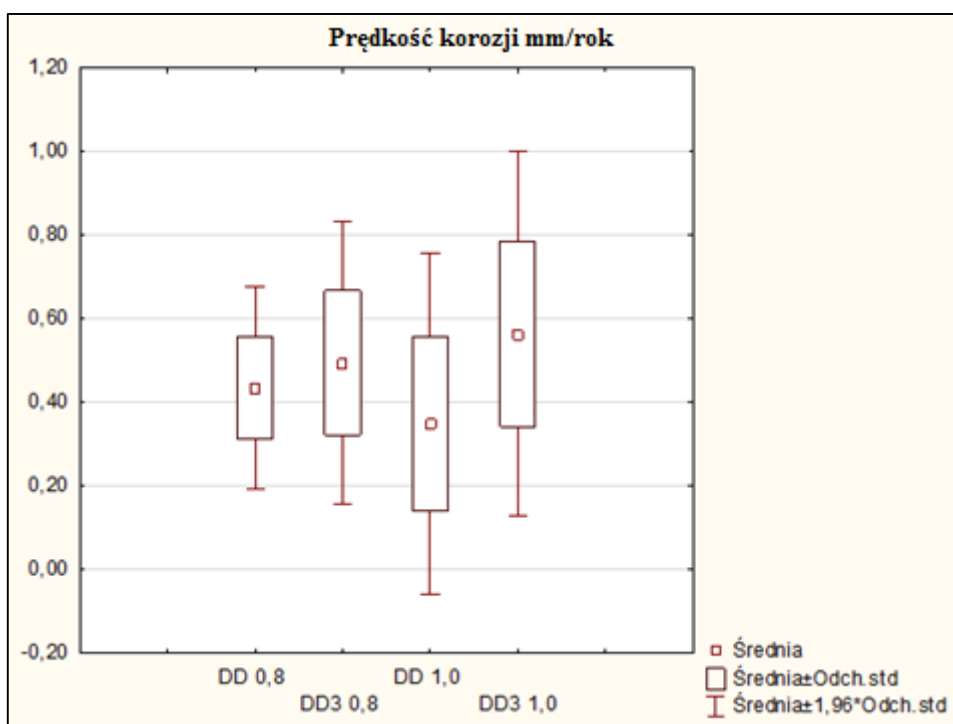
**Ryc. 65.** Wyniki analizy statystycznej gęstości prądu korozyjnego pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela. XXI.** Porównanie gęstości prądu korozyjnego lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Gęstość prądu A/cm <sup>2</sup>	Test	Poziom istotności p
DD-0,8 vs DD3-0,8	t-Studenta	0,31
DD-1,0 vs DD3-1,0	t-Wilcoxona	0,06

**Tabela. XXII.** Wartości prędkości korozji, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Grupa	Śr. mm/rok	SD	CV (%)	Min.	Max.	Q25	Med.	Q75
DD-0,8	0,44	0,12	28,29	0,16	0,55	0,41	0,48	0,51
DD3-0,8	0,49	0,17	35,00	0,32	0,90	0,37	0,46	0,54
DD-1,0	0,35	0,21	59,85	0,12	0,89	0,23	0,30	0,40
DD3-1,0	0,56	0,22	39,52	0,22	1,02	0,44	0,56	0,64



**Ryc. 66.** Wyniki analizy statystycznej prędkości korozji pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi w dwóch funkcjach czasu.

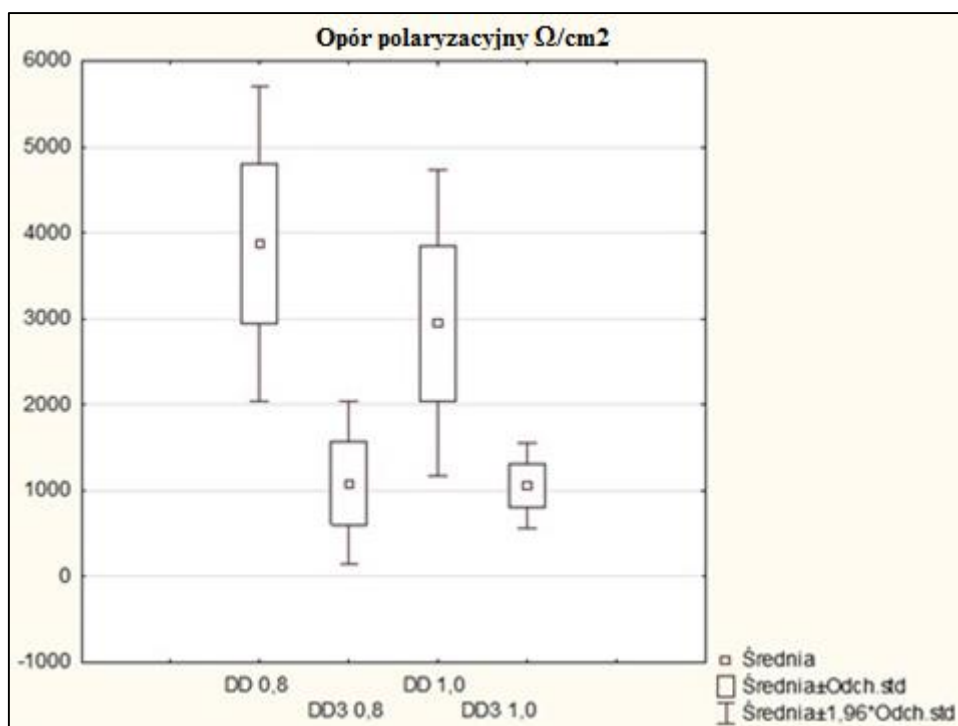
**Tabela. XXIII.** Porównanie prędkości korozji lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

<b>Prędkość korozji mm/rok</b>	<b>Test</b>	<b>Poziom istotności p</b>
DD-0,8 vs DD3-0,8	t-Studenta	0,30
DD-1,0 vs DD3-1,0	t-Wilcoxona	0,02

**Tabela. XXIV.** Wartości oporu polaryzacyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

<b>Grupa</b>	<b>Śr. <math>\Omega/\text{cm}^2</math></b>	<b>SD</b>	<b>CV (%)</b>	<b>Min.</b>	<b>Max.</b>	<b>Q25</b>	<b>Med.</b>	<b>Q75</b>
DD-0,8	3871,46	932,68	24,09	2331,30	5193,80	3241,10	3815,75	4469,30
DD3-0,8	1088,97	484,22	44,47	705,19	2321,70	773,76	893,47	1187,90
DD-1,0	2946,06	907,36	30,80	1693,80	4809,80	2428,20	2850,85	3421,70
DD3-1,0	1058,81	251,00	23,71	614,08	1422,10	918,47	1080,05	1206,70





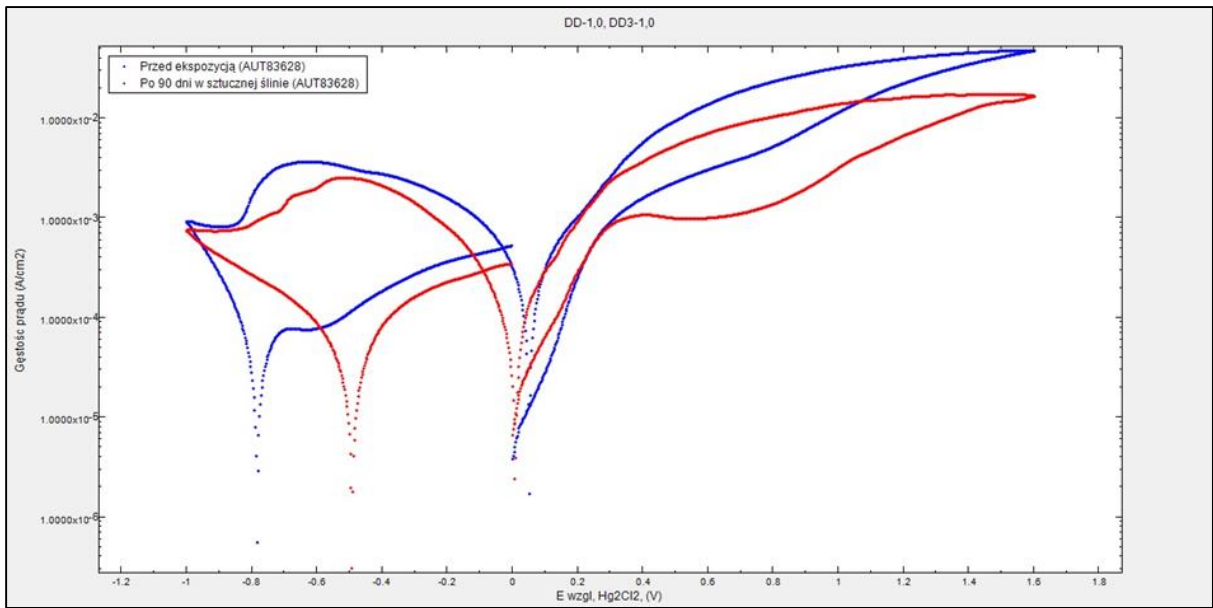
**Ryc. 67.** Wyniki analizy statystycznej oporu polaryzacji pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela XXV.** Porównanie oporu polaryzacyjnego lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

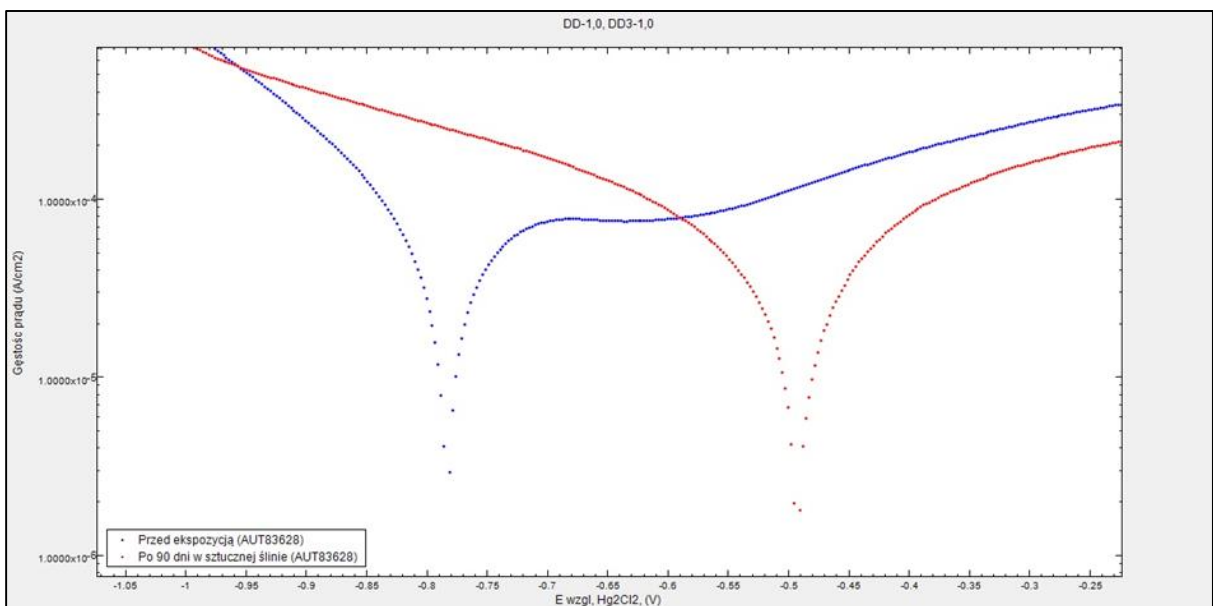
Opór polaryzacyjny $\Omega/\text{cm}^2$	Test	Poziom istotności p
DD-0,8 vs DD3-0,8	t-Studenta	0,000003
DD-1,0 vs DD3-1,0	t-Wilcoxona	0,000145

**Tabela XXVI.** Zawartość rozpuszczonych pierwiastków lutowia w sztucznej ślinie.

Ag $\mu\text{g/L}$	Cu $\mu\text{g/L}$	Zn $\mu\text{g/L}$
55,0	71,0	33,0



**Ryc. 68.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DD-1,0, DD3-1,0.



**Ryc. 69.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DD-1,0 , DD3-1,0.

Dane liczbowe zamieszczone w tabelach XX - XXI oraz na rycinach 65, 68, 69 przedstawiają średnie wartości gęstości prądu korozyjnego dla lutowanych drutów. Wartości gęstości prądu korozyjnego, prędkości korozji oraz oporu polaryzacji zarejestrowano po 24 godzinach przechowania w roztworze sztucznej śliny oraz po 3 miesiącach ekspozycji w sztucznej ślinie w temp 37°C. Dla grupy kontrolnej DD-0,8

(druty o średnicy 0,8 mm) średnia gęstości prądu wyniosła  $42 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  w porównaniu z grupą DD3-0,8 to  $47 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ , to jest o około 11% wzrost gęstości prądu po ekspozycji. Dla porównania zarejestrowano dla grupy DD-1,0 (druty o średnicy 1,0 mm) gęstość prądu o wysokości  $34 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ , w porównaniu z  $54 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  dla grupy DD3-1,0, czyli nastąpił 58% wzrost gęstości prądu po ekspozycji w sztucznej ślinie.

Pomiary prędkości korozji grupy DD-0,8 przedstawiono w tabelach XXII - XXIII oraz na rycinie 66 i wyniosły 0,44 mm/rok w porównaniu z 0,49 mm/rok dla grupy DD3-0,8 czyli około 11% szybciej niż w grupie kontrolnej. W porównaniu z grupą DD-1,0 mm prędkość korozji wyniosła 0,35 mm/rok a po ekspozycji 0,56 mm/rok dla grupy DD3-1,0, więc prędkość korozji wzrosła o około 60%.

Opór polaryzacyjny dla grupy DD-0,8 przedstawiono w tabelach XXIV - XXV oraz na rycinie 67 i wyniósł  $3871,46 \Omega/\text{cm}^2$  a po ekspozycji w sztucznej ślinie w grupie DD3-0,8  $1088,97 \Omega/\text{cm}^2$ , czyli zmalał o około 255%. Opór polaryzacyjny grupy DD-1,0 wyniósł  $2946,06 \Omega/\text{cm}^2$  a w porównaniu z grupą DD3-1,0  $1058,81 \Omega/\text{cm}^2$ , czyli zmalał o prawie 178%.

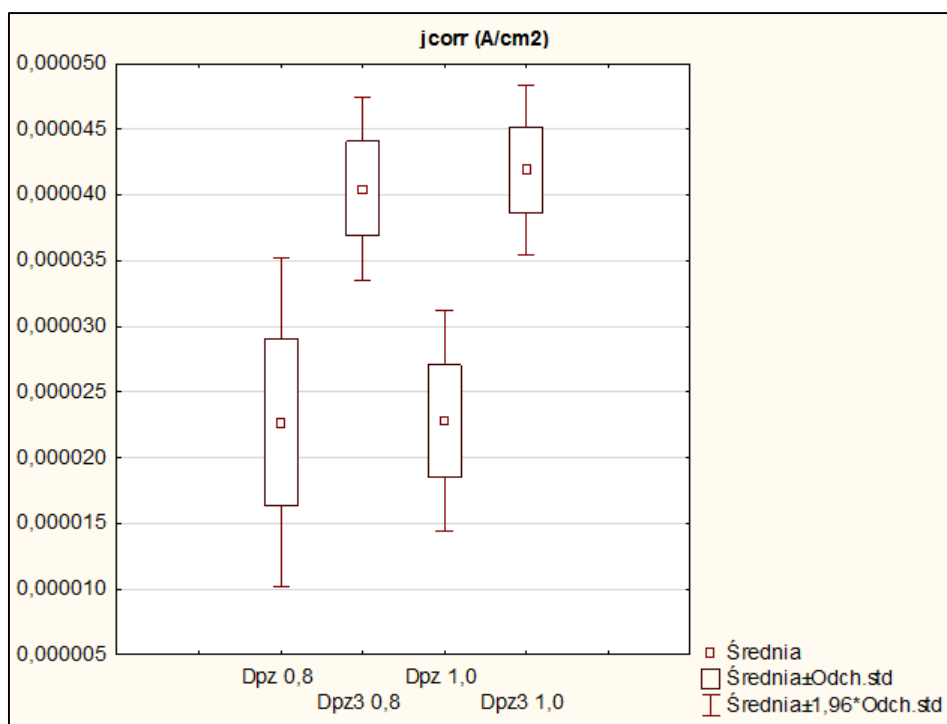
Wyniki mikroanalizy sztucznej śliny zawierającej doczołowo lutowane druty Dentaurum Remanium 0,8 mm przedstawiono w tabeli XXVI i świadczą o tym że najwięcej spośród innych pierwiastków wchodzących w skład lutowia, w wyniku zachodzących procesów korozyjnych uległa rozpuszczeniu miedź. Zawartość miedzi w sztucznej ślinie po 3 miesięcznej ekspozycji wyniosła  $71 \mu\text{g}/\text{L}$  na dobę w porównaniu ze srebrem  $55 \mu\text{g}/\text{L}$  na dobę oraz  $33 \mu\text{g}/\text{L}$  na dobę cynku.

## Ocena odporności korozyjnej lutowanych pierścieni zbrojonych w zamek.

Wyniki badań gęstości prądu korozyjnego, prędkości korozji, oraz oporu polaryzacji lutowanych drutów z pierścieniami zbrojonymi przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny przedstawiono na rycinach 70 - 74 oraz w tabelach XXVII - XXXII, w której kolumny uwzględniają kolejno: grupę badawczą, średnią ( $\bar{S}$ ), odchylenie standardowe (SD), współczynnik zmienności (CV), wynik minimum (Min), wynik maksimum (Max), wynik Q25 (Q25), medianę (Med) i wynik Q75 (Q75).

**Tabela. XXVII.** Wartości gęstości prądu korozyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Grupa	$\bar{S}$ A/cm <sup>2</sup>	SD	CV (%)	Min.	Max.	Q25	Med.	Q75
DPz-0,8	0,000023	0,000006	28,02	0,000010	0,000028	0,000017	0,000026	0,000027
DPz3-0,8	0,000041	0,000004	8,81	0,000037	0,000049	0,000038	0,000040	0,000042
DPz-1,0	0,000023	0,000004	18,81	0,000016	0,000029	0,000019	0,000023	0,000026
DPz3-1,0	0,000042	0,000003	7,83	0,000037	0,000046	0,000039	0,000043	0,000045



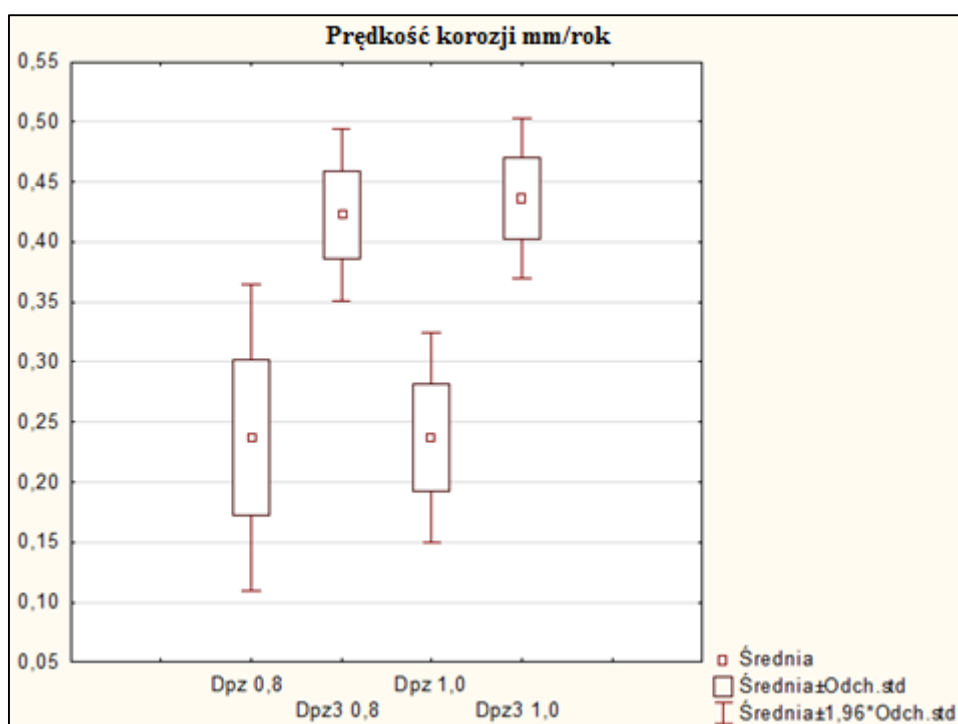
**Ryc. 70.** Wyniki analizy statystycznej gęstości prądu korozyjnego pomiędzy lutowanymi drutami z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela. XXVIII.** Porównanie gęstości prądu korozyjnego lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Gęstość prądu A/cm <sup>2</sup>	Test	Poziom istotności p
DPz-0,8 vs DPz3-0,8	t-Studenta	0,005062
DPz-1,0 vs DPz3-1,0	t-Wilcoxona	0,000002

**Tabela. XXIX.** Wartości prędkości korozji, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Grupa	Śr. mm/rok	SD	CV (%)	Min.	Max.	Q25	Med.	Q75
DPz-0,8	0,24	0,07	27,49	0,11	0,30	0,18	0,26	0,28
DPz3-0,8	0,42	0,04	8,70	0,39	0,51	0,40	0,41	0,44
DPz-1,0	0,24	0,04	18,73	0,17	0,30	0,20	0,24	0,27
DPz3-1,0	0,44	0,03	7,78	0,39	0,48	0,41	0,44	0,47



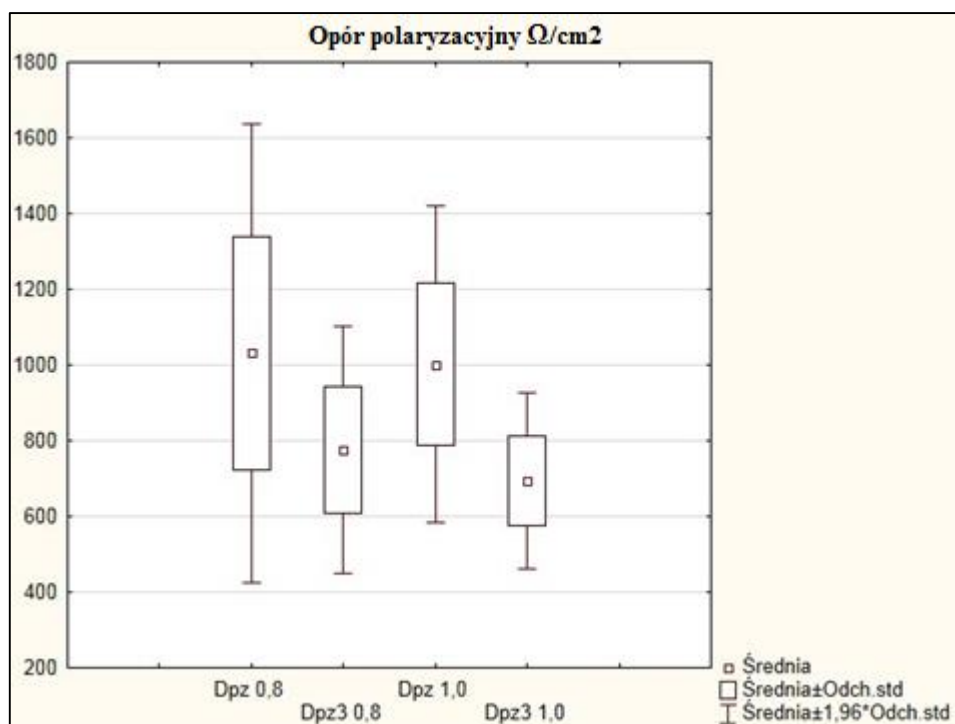
**Ryc. 71.** Wyniki analizy statystycznej prędkości korozji pomiędzy lutowanymi drutami z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela. XXX.** Porównanie prędkości korozji lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

<b>Prędkości korozji mm/rok</b>	<b>Test</b>	<b>Poziom istotności p</b>
DPz-0,8 vs DPz3-0,8	t-Studenta	0,01
DPz-1,0 vs DPz3-1,0	t-Wilcoxona	0,000002

**Tabela. XXXI.** Wartości oporu polaryzacyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

<b>Grupa</b>	<b>Śr. <math>\Omega/\text{cm}^2</math></b>	<b>SD</b>	<b>CV (%)</b>	<b>Min.</b>	<b>Max.</b>	<b>Q25</b>	<b>Med.</b>	<b>Q75</b>
DPz-0,8	1030,95	309,70	30,04	688,53	1691,00	780,45	916,86	1223,60
DPz3-0,8	774,99	166,89	21,53	579,69	1003,20	627,13	735,70	936,28
DPz-1,0	1002,17	213,58	21,31	765,33	1519,20	899,28	952,20	1021,50
DPz3-1,0	695,10	119,03	17,12	470,06	854,20	613,76	713,28	796,26

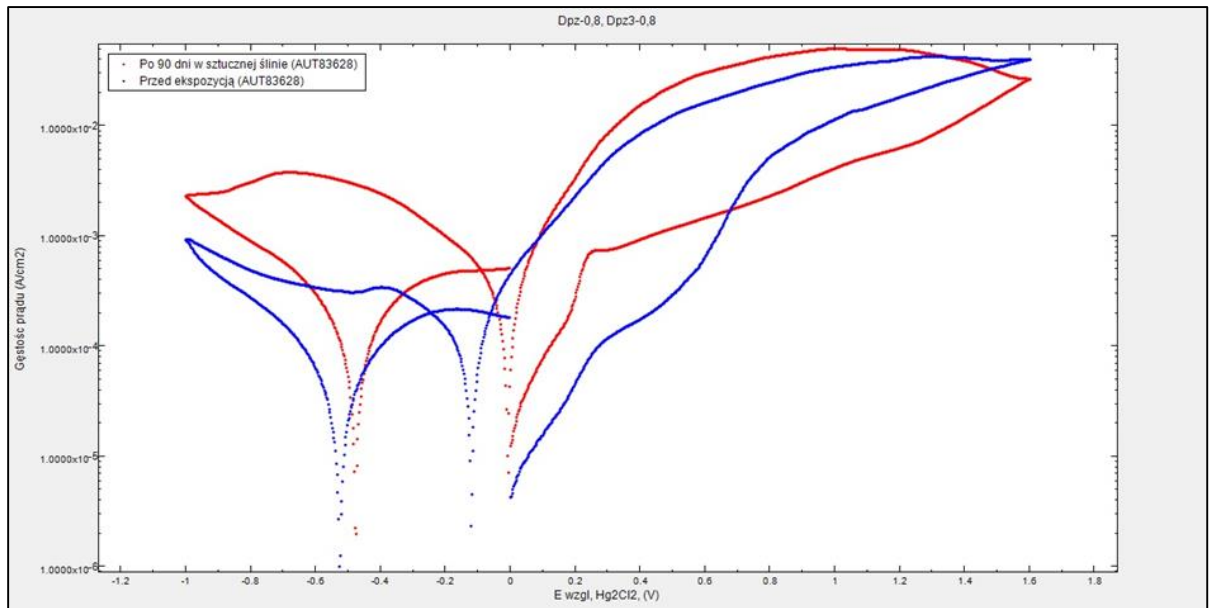


**Ryc. 72.** Wyniki analizy statystycznej oporu polaryzacji pomiędzy lutowanymi drutami z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

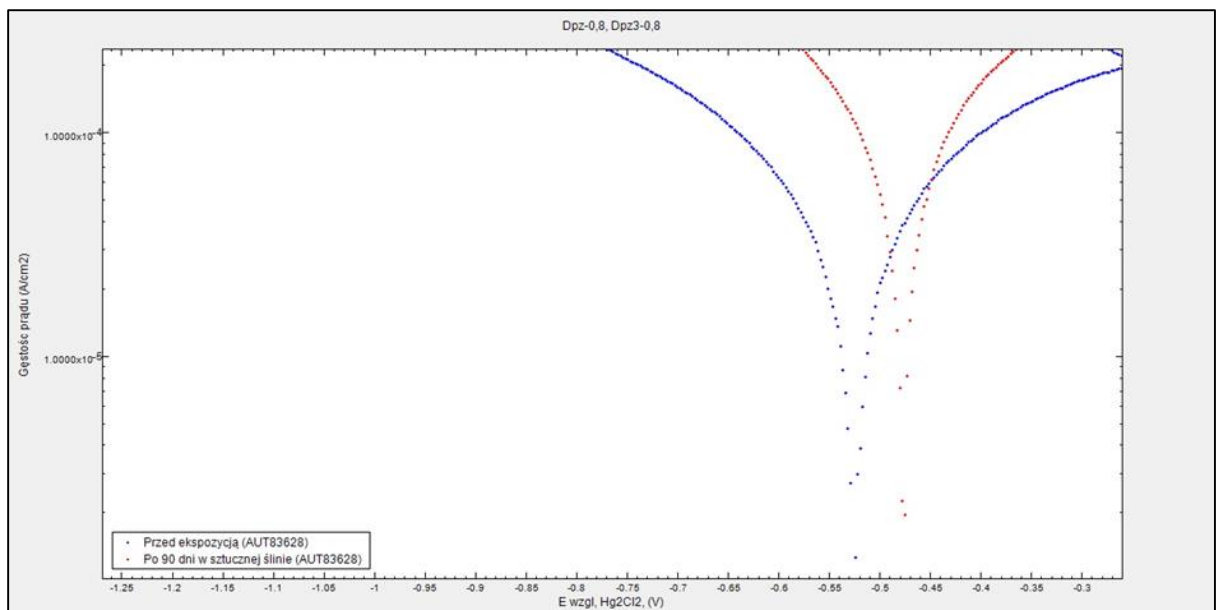
**Tabela. XXXII.** Porównanie oporu polaryzacji lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Opór polaryzacyjny $\Omega/\text{cm}^2$	Test	Poziom istotności p
DPz-0,8 vs DPz3-0,8	t-Studenta	0,069060
DPz-1,0 vs DPz3-1,0	t-Wilcoxona	0,005062





**Ryc. 73.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DPz-0,8, DPz3-0,8.



**Ryc. 74.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DPz-0,8, DPz3-0,8.

Dane liczbowe zamieszczone w tabelach XXVII - XXVIII oraz na rycinie 70, 73, 74 przedstawiają średnie wartości gęstości prądu korozyjnego lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym. Wartości gęstości prądu korozyjnego, prędkości korozji oraz oporu polaryzacji zarejestrowano po 24 godzinach przechowania w sztucznej ślinie oraz po

3 miesiącach ekspozycji w sztucznej ślinie w temp 37°C. Dla grupy kontrolnej DPz-0,8 (druty o średnicy 0,8 mm) średnia gęstości prądu wyniosła 23  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  w porównaniu z grupą DPz3-0,8 to 41  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  , czyli po ekspozycji nastąpił wzrost gęstości prądu o około 78%. Dla grupy DPz-1,0 (druty o średnicy 1,0 mm) gęstość prądu wynosiła 23  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  , w porównaniu z 42  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  dla grupy DPz3-1,0 , czyli nastąpił o około 82% wzrost gęstości prądu po ekspozycji w sztucznej ślinie.

Pomiary prędkości korozji grupy DPz-0,8 przedstawiono w tabelach XXIX - XXX oraz na rycinie 71 i wyniosły 0,24 mm/rok w porównaniu z 0,42 mm/rok dla grupy DPz3-0,8 czyli około 83% szybciej niż w grupie kontrolnej. W porównaniu z grupą DPz-1,0 mm prędkość korozji wyniosła 0,24 mm/rok , w porównaniu z 0,44mm/rok dla grupy DPz3-1,0 czyli około 60% szybciej po ekspozycji.

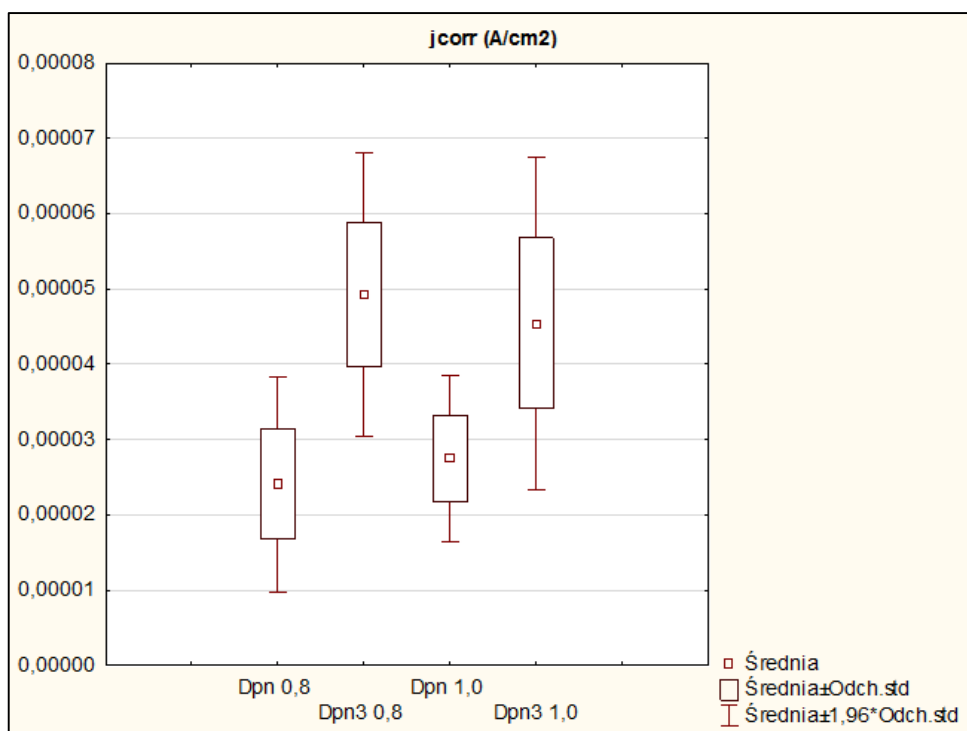
Opór polaryzacyjny dla grupy DPz-0,8 przedstawiono w tabelach XXXI - XXXII oraz na rycinie 72 i wyniósł 1030.95  $\Omega/\text{cm}^2$  w porównaniu z grupą DPz3-0,8 774.99  $\Omega/\text{cm}^2$  , czyli po ekspozycji w sztucznej ślinie zmalał o 33%. Opór polaryzacyjny grupy DPz-1,0 wyniósł 1002.17  $\Omega/\text{cm}^2$  , w porównaniu z grupą DPz3-1,0 wyniósł 695.10  $\Omega/\text{cm}^2$  , czyli po ekspozycji zmalał o 44%.

## Ocena odporności korozyjnej lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka.

Wyniki badań gęstości prądu korozyjnego, prędkości korozji, oraz oporu polaryzacji lutowanych drutów z pierścieniami niezbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny przedstawiono na rycinach 75 - 79 oraz w tabelach XXXIII - XXXVIII, w której kolumny uwzględniają kolejno: grupę badawczą, średnią ( $\bar{S}$ r), odchylenie standardowe (SD), współczynnik zmienności (CV), wynik minimum (Min), wynik maksimum (Max), wynik Q25 (Q25), medianę (Med) i wynik Q75 (Q75).

**Tabela. XXXIII.** Wartości gęstości prądu korozyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Grupa	$\bar{S}$ r. A/cm <sup>2</sup>	SD	CV (%)	Min.	Max.	Q25	Med.	Q75
DPn-0,8	0,000024	0,000007	30,20	0,000015	0,000037	0,000018	0,000023	0,000028
DPn3-0,8	0,000049	0,000010	19,48	0,000039	0,000065	0,000041	0,000046	0,000058
DPn-1,0	0,000028	0,000006	20,59	0,000016	0,000039	0,000026	0,000028	0,000030
DPn3-1,0	0,000046	0,000011	24,76	0,000031	0,000060	0,000035	0,000047	0,000056



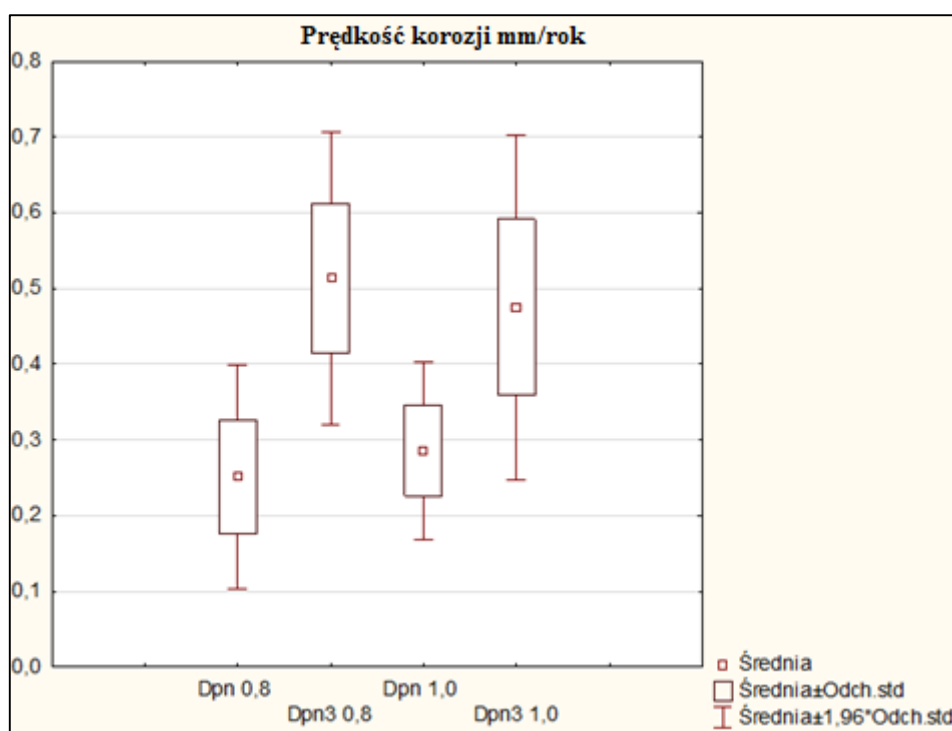
**Ryc. 75.** Wyniki analizy statystycznej gęstości prądu korozyjnego pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela. XXXIV.** Porównanie gęstości prądu korozyjnego lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Gęstość prądu A/cm <sup>2</sup>	Test	Poziom istotności p
DPn-0,8 vs DPn3-0,8	t-Studenta	0,000111
DPn-1,0 vs DPn3-1,0	t-Wilcoxona	0,000455

**Tabela. XXXV.** Wartości prędkości korozji, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Grupa	Śr. mm/rok	SD	CV (%)	Min.	Max.	Q25	Med.	Q75
DPn-0,8	0,25	0,08	29,91	0,16	0,38	0,18	0,24	0,29
DPn3-0,8	0,51	0,10	19,12	0,41	0,67	0,43	0,47	0,60
DPn-1,0	0,29	0,06	20,99	0,16	0,41	0,27	0,29	0,31
DPn3-1,0	0,48	0,12	24,49	0,33	0,62	0,37	0,48	0,58



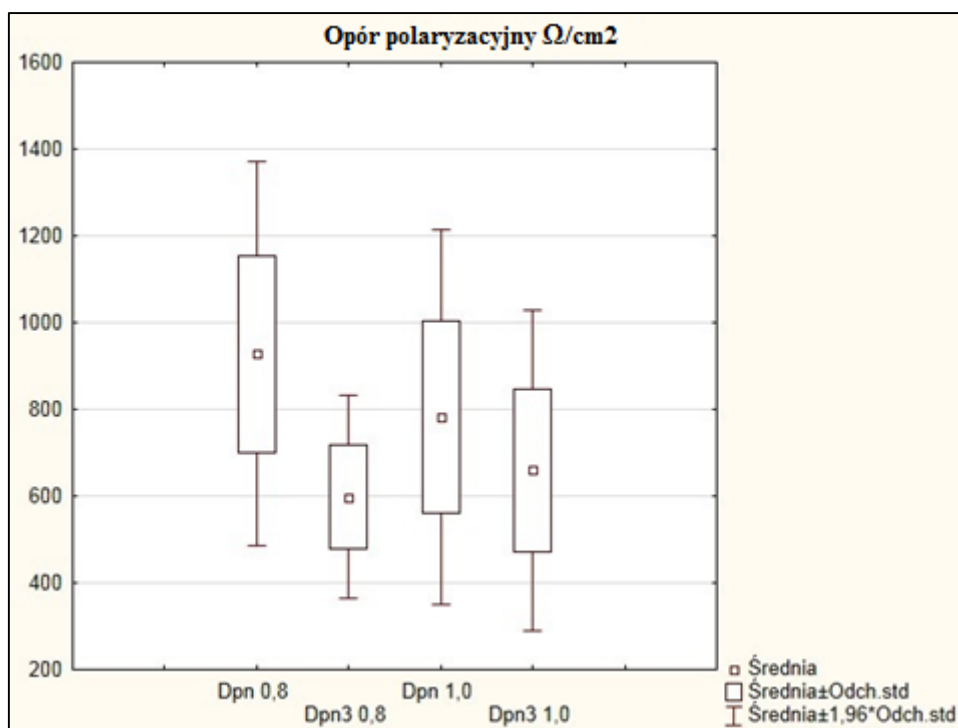
**Ryc. 76.** Wyniki analizy statystycznej prędkości korozji pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela. XXXVI.** Porównanie prędkości korozji dla lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

<b>Prędkość korozji mm/rok</b>	<b>Test</b>	<b>Poziom istotności p</b>
DPn-0,8 vs DPn3-0,8	t-Studenta	0,000098
DPn-1,0 vs DPn3-1,0	t-Wilcoxona	0,000399

**Tabela. XXXVII.** Wartości oporu polaryzacyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

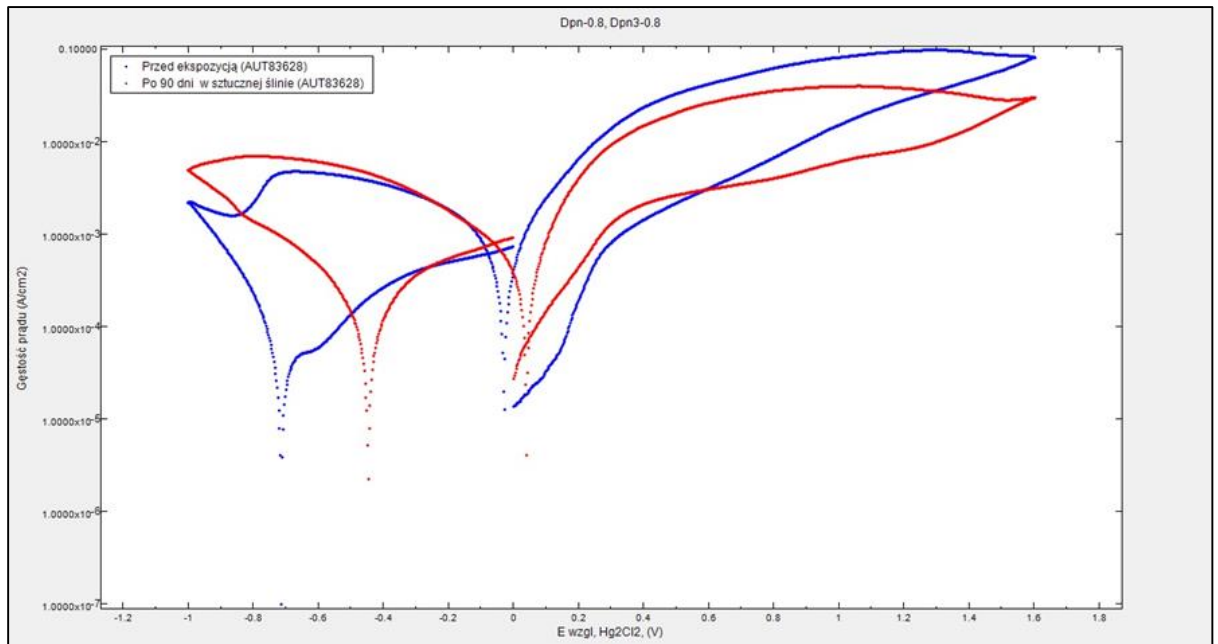
<b>Grupa</b>	<b>Śr. <math>\Omega/\text{cm}^2</math></b>	<b>SD</b>	<b>CV (%)</b>	<b>Min.</b>	<b>Max.</b>	<b>Q25</b>	<b>Med.</b>	<b>Q75</b>
DPn-0,8	928,25	226,62	24,41	616,22	1362,00	785,05	905,82	1074,10
DPn3-0,8	597,55	119,69	20,03	479,11	783,47	491,25	542,38	712,84
DPn-1,0	782,05	220,62	28,21	526,29	1339,90	645,24	728,79	841,72
DPn3-1,0	659,49	188,60	28,60	384,06	975,47	473,23	684,12	776,24



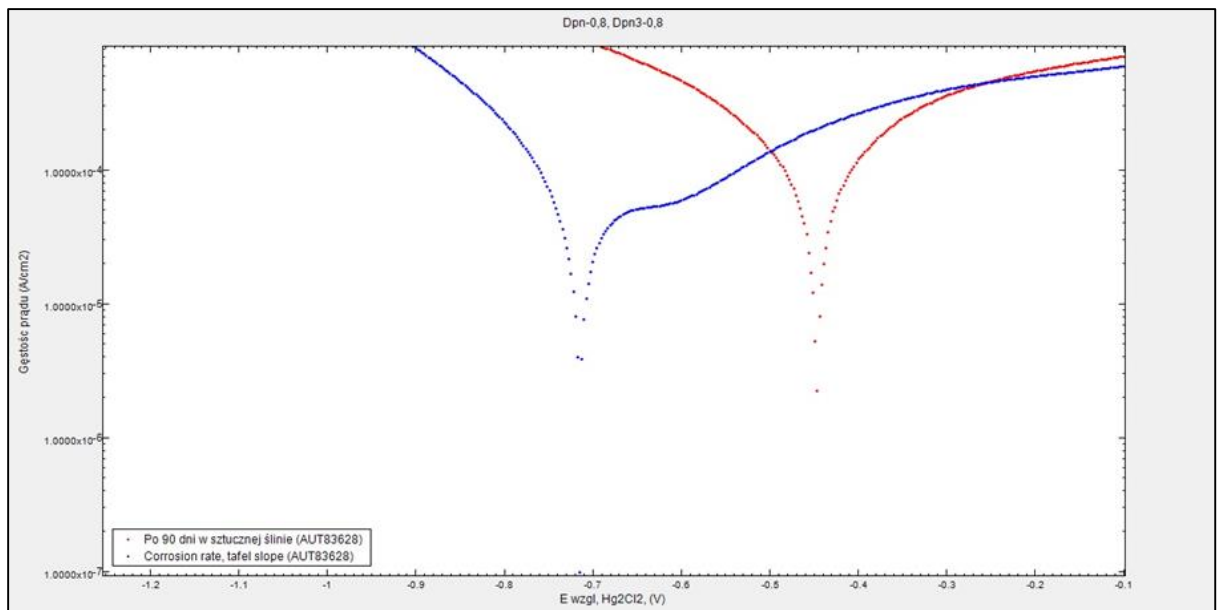
**Ryc. 77.** Wyniki analizy statystycznej oporu polaryzacji pomiędzy lutowanymi drutami z pierścieniem niezbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Tabela. XXXVIII.** Porównanie oporu polaryzacyjnego lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Opór polaryzacyjny $\Omega/\text{cm}^2$	Test	Poziom istotności p
DPn-0,8 vs DPn3-0,8	t-Studenta	0,005062
DPn-1,0 vs DPn3-1,0	t-Wilcoxona	0,139415



**Ryc. 78.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DPn-0,8, DPn3-0,8.



**Ryc. 79.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DPn-0,8, DPn3-0,8.



Dane liczbowe zamieszczone w tabelach XXXIII – XXXIV oraz na rycinach 75, 78, 79 przedstawiają średnie wartości gęstości prądu korozyjnego lutowanych drutów z pierścieniem niezbrojonym. Wartości gęstości prądu korozyjnego, prędkości korozji oraz oporu polaryzacji zarejestrowano po 24 godzinach przechowania w sztucznej ślinie oraz po 3 miesiącach ekspozycji w sztucznej ślinie w temp 37°C. Dla grupy kontrolnej DPn-0,8 (druty o średnicy 0,8 mm) średnia gęstości prądu wyniosła 24  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  w porównaniu z grupą DPn3-0,8 to 49  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ , czyli nastąpił wzrost gęstości prądu o około 104% po ekspozycji. Dla porównania zarejestrowano dla grupy DPn-1,0 (druty o średnicy 1,0 mm) gęstość prądu o wysokości 28  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ , w porównaniu z 46  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  dla grupy DPn3-1,0, czyli nastąpił o około 64% wzrost gęstości prądu po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Pomiary prędkości korozji grupy DPn-0,8 przedstawiono w tabelach XXXV – XXXVI oraz na rycinie 76 i wyniosły 0,25 mm/rok w porównaniu z 0,51 mm/rok dla grupy DPn3-0,8, czyli o około 104% szybciej niż w grupie kontrolnej. Dla grupy DPn-1,0 mm prędkość korozji wyniosła 0,29 mm/rok, w porównaniu z 0,48 mm/rok dla grupy DPn3-1,0, czyli po ekspozycji w sztucznej ślinie szybciej o około 65%.

Opór polaryzacyjny dla grupy DPn-0,8 przedstawiono w tabelach XXXVII – XXXVIII oraz na rycinie 77 i wyniósł 928,25  $\Omega/\text{cm}^2$ , w porównaniu z grupą DPn3-0,8 to 597,55  $\Omega/\text{cm}^2$ , czyli po ekspozycji w sztucznej ślinie zmalał o 35%. Opór polaryzacyjny grupy DPn-1,0 wyniósł 782,05  $\Omega/\text{cm}^2$  w porównaniu z grupą po ekspozycji DPn3-1,0 wynosząc 659,49  $\Omega/\text{cm}^2$ , czyli po ekspozycji zmalał o 15%.

## 6. Omówienie wyników i dyskusja

Przeprowadzone w tej pracy badania laboratoryjne lutowanych ze sobą drutów oraz drutów z pierścieniami ortodontycznymi miały dać odpowiedź na pytanie jaka jest wytrzymałość mechaniczna oraz odporność korozyjna lutowanych ze sobą elementów, po 90 dniach ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

Wykonując aparat ortodontyczny należy brać pod uwagę takie czynniki jak: właściwości fizyczne, mechaniczne oraz biologiczne zastosowanych materiałów (78). Jak wykazują dostępne w literaturze badania stosowane w ortodoncji, elementy aparatów wykonane ze stopów metali, które zawierają w swym składzie nikiel mogą posiadać działanie alergizujące związane z uwalnianiem jonów tego pierwiastka w wyniku procesu korozji (79, 80, 81, 82, 83, 84, 96, 97, 98, 99, 100).

Lutowane połączenia poszczególnych elementów aparatu ortodontycznego mogą stanowić źródło powstania w jamie ustnej ogniwa galwanicznego, uwalniającego szkodliwe dla organizmu jony metali, obniżając tym samym odporność korozyjną połączonych ze sobą metalowych elementów (16). Berge i wsp. (14) wykazali, że druty ze stali austenitycznej uwalniają więcej jonów chromu i niklu w porównaniu z drutami chromowo - kobaltowymi, co przyczynia się do odbarwień oraz złamań wykonanych z nich elementów. Natomiast Zinelis i wsp. (15) doszli do wniosku, że lutowie zawierające w swym składzie srebro łączone z drutem ze stali nierdzewnej jest w stanie utworzyć ogniwo galwaniczne, uwalniające jony miedzi i cynku z lutowia (101).

Uzyskane przez autora rozprawy wyniki badań wytrzymałościowych wykazały, że zarejestrowane wartości naprężenia zrywającego w przypadku połączenia lutowanego doczołowo pomiędzy drutami Remanium (f-my Dentaurum) o przekroju 0,8 mm wyniosły 511,8 MPa., natomiast dla drutu o przekroju 1,0 mm - 713 MPa, a więc były o 28% wyższe i różniły się między sobą w sposób statystycznie istotny ( $p < 0,0001$ ). Wyniki badań

wytrzymałościowych grupy kontrolnej były wyższe od zarejestrowanych przez Iythikiran i wsp. (52), którzy uzyskali wartości naprężenia zrywającego dla drutów chromowo - niklowych 232,50 MPa i 232.42 MPa dla drutów chromowo - kobaltowych. Omawiani autorzy w swych badaniach wykazali również, że lutowany drut, zgięty pod kątem prostym charakteryzował się lepszą wytrzymałością połączenia lutowanego niż prosty. Bock i wsp. (75) porównali wytrzymałość doczołowo lutowanych drutów na bazie srebra (Forestanit Lot: 272, f-my Forastadent) o średnicy 1,2 mm. z innymi metodami łączenia stopów metali, takimi jak spawanie laserowe oraz mikroimpulsowe TIG. Autorzy Ci doszli do wniosku, że zarówno proces lutowania jak i spawania obniża wytrzymałość połączenia. W omawianym przypadku największą wytrzymałość na rozciąganie autorzy zarejestrowali dla połączenia drutów spawanych metoda mikro-impulsową TIG (699-754 MPa), natomiast najniższą dla drutów lutowanych płomieniem, lutowaniem na bazie srebra ( $198 \pm 146$  MPa). Ponadto wykonane badania cytotoxycności z użyciem fibroblastów ludzkich wykazały brak ich adaptacji do powierzchni lutowanej płomieniem oraz zaistnienie takiego zjawiska na powierzchni spawanej laserowo. Wyższą wytrzymałość powierzchni spawanych (792,0 MPa) względem lutowanych (405,0 MPa) uzyskali również w swych badaniach Zupancic i wsp. (76).

Na trwałość lutowanych połączeń aparatów ortodontycznych wpływa również dobór odpowiedniego dla danego rodzaju stopu topnika, który poprzez obniżenie kąta kontaktu zwiększa zdolność zwilżania powierzchni lutowanych (102, 103). W niniejszej pracy korzystano z topnika zawierającego 60 - 80% tetrafluoroboranu potasu uważanego za najbardziej odpowiedni dla stopów chromowo - niklowych. Lutowanie płomieniem jest jednym z tańszych sposobów łączenia elementów aparatów ortodontycznych i z tego względu jest najczęściej wybieraną metodą łączenia metali w technice ortodontycznej.

Analizy wyników badań wytrzymałościowych (test na zrywanie) przeprowadzanych po trzech miesiącach przechowywania próbek w roztworze sztucznej śliny, dla grupy DD3-0,8 (połączenie drut z drutem o średnicy 0,8 mm) nie zarejestrowały żadnych wartości naprężenia zrywającego, ponieważ połączone poprzez lutowanie druty uległy rozłączeniu na skutek zachodzących procesów korozyjnych. W przypadku grupy DD3-1,0 (połączenie drut z drutem o średnicy 1,0 mm) osiem z dziesięciu próbek po trzymiesięcznej inkubacji w roztworze sztucznej śliny uległo zniszczeniu, a w przypadku dwóch, w których połączenie nie uległo całkowitej korozji, uzyskane wyniki testu na zrywanie były na poziomie 5,1% (35,2 MPa) wartości jaką zarejestrowano przed inkubacją (713,0 MPa).

W przypadku połączenia drutów z pierścieniami ortodontycznymi uzbrojonymi w zamek najwyższe wartości naprężenia zrywającego zarejestrowano w grupach kontrolnych DPz-0,8 (połączenie drut o średnicy 0,8 mm z pierścieniem zbrojonym) oraz DPz-1,0 (połączenie drut o średnicy 1,0 mm z pierścieniem zbrojonym) i wynosiły one odpowiednio 275,3 MPa oraz 317,6 MPa. Wyniki uzyskane po trzech miesiącach przechowywania próbek w roztworze sztucznej śliny były w przypadku grupy DPz3-0,8 niższe o około 60% (108,8 MPa), a dla grupy DPz3-1,0 o około 47% (168,1 MPa) względem grup kontrolnych i różniły się pomiędzy sobą w stopniu statystycznie istotnym ( $p < 0,0001$ ).

Analizując wyniki grupy kontrolnej DPn-0,8 oraz eksperymentalnej DPn3-0,8, w których drut ortodontyczne o średnicy 0,8 łączono z pierścieniami niezbrojonymi, zarejestrowano spadek wartości naprężenia zrywającego o 76% i wynosił on odpowiednio dla grup DPn-0,8 z 187 MPa do 44,3 MPa grupa (DPn3-0,8). W przypadku próbek w których drut o średnicy 1,0 mm lutowano z pierścieniem niezbrojonym zarejestrowano spadek wartości naprężenia zrywającego o 58% i wynosił on odpowiednio dla grupy DPn-1,0 z 213,1 MPa

na 88,2 MPa (grupa DPn3-1,0). Uzyskane wyniki różnią się pomiędzy sobą w sposób wysoce statystycznie istotny ( $p < 0,0001$ ), a wartości współczynnika zmienności przekraczające 50% świadczą o bardzo dużym rozproszeniu uzyskanych wyników badań. Uzyskane w przeprowadzonych badaniach wartości wytrzymałości połączenia pomiędzy drutem a pierścieniem ortodontycznym bez zamka w grupie kontrolnej były wyższe, od tych jakie w podobnych badaniach uzyskali Jyothikiran i wsp. (52) (59.12 MPa). Zarejestrowana niższa wytrzymałość połączenia pomiędzy drutem a pierścieniem bez zamka spowodowana jest brakiem dodatkowej mechanicznej retencji, którą stanowił zamek.

Przeprowadzona w tej rozprawie makroskopowa ocena lutowanych ze sobą drutów oraz drutów z zamkami ortodontycznymi zbrojonymi i niezbrojonymi, po trzymiesięcznej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, wykazała we wszystkich poddanych analizie przypadkach delaminację lutowia oraz osady w miejscu połączenia, jako wynik intensywnie zachodzących procesów korozji. Podobne obserwacje co autor rozprawy poczynili również Vaheda i wsp. (20), którzy badali zależność pomiędzy czasem ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, a wytrzymałością na zrywanie połączenia lutowanych ze sobą drutów ortodontycznych. Autorzy Ci sugerują, że przyczyną utraty połączenia pomiędzy analizowanymi powierzchniami był proces korozji galwanicznej, która doprowadziła do rozpuszczenia poszczególnych składników lutowia, w tym głównie miedzi. Badania Vaheda i wsp. (20) również wskazują, że na zjawisko korozji galwanicznej zachodzącej pomiędzy lutowiem, a drutem ortodontycznym duży wpływ posiada rozkład faz w mikrostrukturze poszczególnych pierwiastków lutowia, a tym samym zbyt szybkie przejście lutowiny ze stanu likwidus na solidus.

Przeprowadzona w tej rozprawie mikroanaliza chemiczna wykazała, że podczas jednej doby do roztworu sztucznej śliny trafiało około 71  $\mu\text{g/L}$  miedzi, 33  $\mu\text{g/L}$  cynku oraz 55

$\mu\text{g/L}$  srebra. Podobnie wysokie stężenie jonów miedzi stwierdzili w badaniach *in situ* Freitas i wsp. (11). Powyższe obserwacje potwierdzają również wyniki badań Mockers i wsp. (13) oraz Berge i wsp. (14), którzy wykazali, że lutowia na bazie srebra w obecności stali nierdzewnej są źródłem prądów galwanicznych, które przyczyniają się do wydzielania z lutowia jonów metali, a w szczególności jonów miedzi. Obecność fazy bogatej w miedź jest przyczyną korozji selektywnej, która ma miejsce na granicy połączenia lutowanych elementów. Niektórzy autorzy uważają (13), że stopy zawierające więcej niż 25% miedzi nie powinny być umieszczane w jamie ustnej, ponieważ korodują osłabiając połączenie lutowanych elementów, a uwalniane w tym procesie jony metali mogą stanowić poważne zagrożenie dla zdrowia człowieka (10). Jak wykazują dostępne w literaturze badania (104) wpływ na uwalnianie jonów metali posiada również prawidłowo przeprowadzony proces polerowania zlutowanych powierzchni oraz obecność chlorku sodu, co potwierdzają wyniki badań Kerosuo i wsp. (90). Autorzy Ci wykazali, że aparaty ortodontyczne umieszczone w roztworze 0.9% chlorku sodu uwalniały większe ilości jonów niklu w warunkach dynamicznych niż statycznych (symulowanych).

Chlorek sodu (sól spożywcza) wchodząc w reakcję z wodorem tworzy kwas, który przyspiesza proces korozji. Aby zapobiec korozji materiałów ortodontycznych, zarówno druty jak i zamki można pokryć azotkiem tytanu lub żywicą, co redukuje tarcie oraz poprawia estetykę (39). Mahato i wsp. (40) wykazali, że dodanie 1% roztworu chlorku sodu do roztworu sztucznej śliny zwiększa wartość prądu korozyjnego z  $0.537\mu\text{A}/\text{cm}^2$  do  $0.993\mu\text{A}/\text{cm}^2$ . W przeprowadzonych badaniach odporności korozyjnej autor rozprawy stosował nasyconą elektrodę kalomelową (SCE) oraz pomocniczą elektrodę platynową, natomiast dla określenia parametrów korozyjnych metodę nachylenia linii Tafela. Ziębowicz i wsp. (51) stosując analogiczną metodykę badań wykazali, że najwyższy opór polaryzacji osiągnęły druty ortodontyczne bez lutowia niklowo – tytanowe (NiTi ,f-my

American Orthodontics) i wynosił on  $4000 \text{ k}\Omega/\text{cm}^2$ , natomiast dla drutów chromowo – niklowych (CrNi f-rmy American Orthodontics) zarejestrowano wartość  $560 \text{ k}\Omega/\text{cm}^2$ . W niniejszej rozprawie najwyższy opór polaryzacji zarejestrowano dla drutów ortodontycznych chromowo - niklowych bez lutowia o średnicy 0,8 mm i wynosił on  $4173,24 \text{ }\Omega/\text{cm}^2$ . Wysoki opór polaryzacyjny świadczy o dobrej biokompatybilności omawianego materiału. Natomiast po 3 miesięcznej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny w temperaturze  $37^\circ\text{C}$  opór polaryzacyjny uległ zmniejszeniu do poziomu  $2538,22 \text{ }\Omega/\text{cm}^2$ . Podobne wyniki uzyskali w swych badaniach Lee i wsp. (105), dla drutu Orthonol H Nickel-Titanium Wire (RMO Inc, Denver, Colo), po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny z dodatkiem 0,5% fluorku sodu (NaF) -  $2200 \text{ }\Omega/\text{cm}^2$ . W badaniach przeprowadzonych przez Kubik i wsp. (106) określano opór polaryzacyjny lutowia na bazie srebra zawierający w swym składzie 59% Ag, 16% Cu, 25% Zn (f-rmy Dentaurum) oraz lutowanego nim drutu chromowo – niklowego (f-my Pigeon Dental, Chiny) umieszczonych w roztworze fizjologicznym Hanka. Uzyskana przez autorów wartość oporu polaryzacyjnego dla badanego lutowia wyniosła  $350\Omega/\text{cm}^2$ . Autorzy zarejestrowali również spadek oporu polaryzacji lutowanego drutu chromowo – niklowego o około 50% po 42 dniach ekspozycji w roztworze Hanka w temp  $37^\circ\text{C}$ . Tak duży spadek oporu polaryzacyjnego świadczy o zachodzących w analizowanym materiale procesach korozyjnych. Spadkowi oporu polaryzacji towarzyszyło jednocześnie obniżenie gęstości prądu korozyjnego z  $17\mu\text{A}/\text{cm}^2$  na  $36 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  co skutkowało zwiększeniem prędkości utraty materiału, która wzrosła z 0,18 mm do 0,37 mm na rok. Autor rozprawy w przypadku drutów ortodontycznych lutowanych z pierścieniem zbrojonym zamkiem najlepsze wyniki uzyskał dla drutu o przekroju 0,8 mm przy oporze polaryzacyjnym  $1030,95 \text{ }\Omega/\text{cm}^2$  i spadku do wartości  $774,99 \text{ }\Omega/\text{cm}^2$  po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny. Druty lutowane z pierścieniem bez zamka wykazały nieco niższy opór polaryzacji,

który wynosił dla drutu o średnicy 0,8 mm  $928,25 \Omega/\text{cm}^2$  oraz  $597,55 \Omega/\text{cm}^2$  po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny. Uzyskane wyniki sugerują, że roztwór sztucznej śliny przyspiesza procesy korozyjne uwalniając z poddanych analizie materiałów jony metali. Dlatego przy wyborze materiałów do konstrukcji aparatów ortodontycznych należy brać pod uwagę możliwość występowania korozji, zwłaszcza u osób uczulonych na poszczególne pierwiastki zawarte w składzie stopów metali (107, 97). Wielu autorów wykazało w badaniach *in vitro* (19, 27, 107, 20), że druty ortodontyczne chromowo – niklowe oraz niklowo – tytanowe, są podatne na korozje w roztworach Ringera, Hanka oraz roztworze sztucznej śliny, co jednak nie zawsze musi mieć miejsce w warunkach *in vivo*. Ci sami bowiem autorzy zwracają uwagę na fakt, że omawiane roztwory wykazują bardziej agresywne działanie wobec stopów metali, niż ślina naturalna. W chwili obecnej nie można zsyntetyzować roztworu sztucznej śliny, która posiadałaby taki sam skład i właściwości fizyko – chemiczne jak ślina naturalna, której skład pod wpływem zmieniających się ustawicznie w jamie ustnej warunków również podlega ciągłym zmianom.

Wytrzymałość połączenia elementów aparatów ortodontycznych jest jednym z elementów, który decyduje o skuteczności leczenia (94, 95, 59, 60, 85, 86). Powikłania w postaci pęknięć połączeń lutowanych może być przyczyną podrażnień tkanek miękkich i twardych, a w skrajnych przypadkach ich aspiracji do dróg oddechowych lub układu pokarmowego. Dlatego celem wielu badań są nowe materiały i metody łączenia metali oraz ich stopów, które mogą zapewnić trwalsze niż dotychczas połączenie elementów drucianych aparatów ortodontycznych.



## 7. Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań laboratoryjnych można sformułować następujące wnioski:

1. Połączenie drutów o średnicy 1,0 mm lutowane ze sobą doczołowo oraz z pierścieniami ortodontycznymi zbrojonymi i niezbrojonymi wykazywały istotnie wyższe wartości naprężenia zrywającego w porównaniu z drutami o średnicy 0,8 mm.
2. Połączenie pierścieni zbrojonych zamkiem z drutami ortodontycznymi, bez względu na ich średnicę, wykazywało znacznie wyższe wartości naprężenia zrywającego w porównaniu do analogicznego połączenia drutów z pierścieniami niezbrojonymi.
3. Ekspozycja w roztworze sztucznej śliny lutowanych elementów aparatów ortodontycznych powoduje obniżenie wytrzymałości ich połączenia.
4. Przeprowadzona mikroanaliza chemiczna roztworu sztucznej śliny wykazała obecność dużej liczby uwolnionych z lutowia jonów miedzi.
5. Wyniki badań elektrochemicznych wykazały, że ekspozycja w roztworze sztucznej śliny powoduje spadek oporu polaryzacyjnego oraz wzrost gęstości prądu korozyjnego, co przyspiesza procesy degradacji lutowanych ze sobą elementów aparatów ortodontycznych. Z tego względu należy poszukiwać alternatywnych sposobów łączenia elementów metalowych stosowanych w aparatach ortodontycznych.

## 8. Streszczenie

Celem niniejszej pracy była ocena wytrzymałości oraz odporności korozyjnej lutowanych elementów aparatów ortodontycznych. Badania korozyjne były przeprowadzone w warunkach *in vitro*, a jako roztwór korozyjny zastosowano roztwór sztucznej śliny.

Do badań laboratoryjnych wykorzystano ponad 150 sztuk pierścieni bez zamków Dentaurum Dentoform oraz 150 sztuk pierścieni z zamkiem, topnik Dentaurum Dentaflux, drut Dentaurum Remanium 0,8 mm oraz 1,0 mm oraz lutowia Dentaurum Silberlot. Powierzchnie przeznaczone do lutowania odtłuszczono oraz zmatowiono przy pomocy kamieni karborundowych, a następnie odtłuszczono acetonem. Za pomocą lutowania przygotowano łącznie 240 sztuk próbek, które oceniano w dwóch funkcjach czasu, przed oraz po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny. Próbki składały się z : 40 sztuk drutów o przekroju 0,8 mm oraz 40 sztuk drutów o przekroju 1,0 mm lutowanych doczołowo oraz po 40 sztuk drutów o średnicy 0,8 mm oraz 1,0 mm lutowanych z pierścieniami ortodontycznymi Dentaurum Dentoform bez zamka oraz z zamkiem przeznaczonym na zęby trzonowe szczęki strony prawej. Przygotowano również po 40 sztuk drutów dla każdej średnicy bez lutowania.

Próbki poddano 3 miesięcznej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny w temperaturze 37°C. Następnie wykonano pomiary elektrochemiczne przy użyciu potencjostatu Autolab Metrohm B.V model: PGSTAT302N, wyposażonego w moduł FRA32M przeznaczony do badań (EIS) spektroskopii impedancyjnej oraz programu komputerowego NOVA. Pomiary wykonano przy prędkości skanu 1mV/s od potencjału -1,0V do 1,6V w układzie trójelektrodowym, korzystając z nasyconej elektrody kalomelowej (3 molowym roztworem chlorku potasu), stanowiącą elektrodę odniesienia. Roztwór sztucznej śliny poddano

mikroanalizie w celu wykrycia rozpuszczonych pierwiastków metali. Próbki poddano badaniom makroskopowym, w celu określenia wpływu roztworu sztucznej śliny na trwałość połączenia lutowanego.

Badania wytrzymałości na zrywanie przeprowadzono na wielofunkcyjnym urządzeniu testującym Hounsfield H5 KS stosując głowicę o sile 5000 N i szybkości przesuwu belki zrywającej 2,0 mm / min. Przed rozpoczęciem każdego badania urządzenie skalowano w celu wyeliminowania ewentualnych różnic w średnicy badanych drutów. Przed każdym testem mierzono je za pomocą elektronicznej suwmiarki Absolute Digimatic Caliper z dokładnością do 0,01 mm. Odczytane wartości wprowadzono do komputera współpracującego z urządzeniem pomiarowym.

Wyniki uzyskanych badań wytrzymałościowych poddano weryfikacji pod kątem zgodności z rozkładem Gaussa za pomocą testu Shapiro – Wilka. W kolejnym etapie analizowano wyniki w obrębie badanego połączenia jednoczynnikową analizą wariancji ANOVA oraz post – hoc testem najmniejszej istotnej różnicy (NIR). W przypadku badań elektrochemicznych użyto testów nieparametrycznych Manna-Whitneya oraz Wilcoxon (test kolejności par). Dla parametrów zgodnych z rozkładem normalnym zastosowano testy parametryczne t-Studenta i Cochran-Coxa.

Na podstawie przeprowadzonych badań laboratoryjnych można sformułować następujące wnioski:

1. Druty o średnicy 1,0 mm lutowane ze sobą doczołowo oraz z pierścieniami ortodontycznymi zbrojonymi i niezbrojonymi wykazywały istotnie wyższe wartości naprężenia zrywającego w porównaniu z drutami o średnicy 0,8 mm.
2. Połączenie pierścieni zbrojonych zamkiem z drutami ortodontycznymi, bez względu na ich średnicę, wykazywało znacznie wyższe wartości naprężenia

zrywającego w porównaniu do analogicznego połączenia drutów z pierścieniami niezbrojonymi.

3. Ekspozycja w roztworze sztucznej śliny lutowanych elementów aparatów ortodontycznych powoduje obniżenie wytrzymałości ich połączenia.
4. Przeprowadzona mikroanaliza chemiczna roztworu sztucznej śliny wykazała obecność dużej liczby uwolnionych z lutowia jonów miedzi.
5. Wyniki badań elektrochemicznych wykazały, że ekspozycja w roztworze sztucznej śliny powoduje spadek oporu polaryzacyjnego oraz wzrost gęstości prądu korozyjnego, co przyspiesza procesy degradacji lutowanych ze sobą elementów aparatów ortodontycznych. Z tego względu należy poszukiwać alternatywnych sposobów łączenia elementów metalowych stosowanych w aparatach ortodontycznych.

## 9. Summary

The aims of this study was to determine the tensile strength as well as corrosion resistance of various metallic orthodontic materials in an in-vitro environment consisting of artificial saliva.

A total of 150 Dentaurem Dentoform bands without the buccal tube and another 150 with the buccal tubes were used . Other materials included the Dentaurem Silberlot silver solder , stainless steel Dentaurem Remanium Orthodontic wire in 0,8 mm and 1,0 mm diameter. In order to achieve a proper soldered joint and at the same time allow for optimal wetting of the surface by the solder , the test specimens were first de-greased with acetone. A total of 240 test specimens were produced consisting of 40 pairs each of 0,8 mm and 1,0 mm stainless wire soldered together as well as another 40 pairs each of the same diameter wire soldered with the Dentaurem bands with and without the buccal tubes. Another 40 pairs each for both diameters used of orthodontic wire without soldering as the control group were prepared.

The samples were immersed in an artificial saliva solution at a steady temperature of 37°C for a period of 3 months. Afterwards the test specimens were analyzed with a potentiostat (Autolab Metrohm B.V model : PGSTAT302N (Holland), equipped with the FRA32M module for (EIS) electro impedance spectroscopy. The software used for the electrochemical experiments was the (NOVA) program provided with the potentiostat. The electrochemical experiments were performed at a scan rate of 1mV/s beginning from -1V to 1.6V in a conventional 3 electrode setup consisting of a (SCE) saturated calomel electrode , filled with 3mol's of KCl. After the test cycle was complete the artificial saliva was tested to determine the concentration of different metals present. The samples were examined under a metallographic microscope to determine the influence of the artificial saliva on the soldered joints.

The tensile strength tests were performed with a multifunctional Hounsfield H5 KS testing machine equipped with a 5000 N crosshead at a speed of 2,0 mm / min. The machine was properly calibrated for each diameter of orthodontic wire before beginning the tests . In order to minimize error's an Absolute Digimatic Caliper (Mitutuyo Ltd., Great Britain) was used assuring an accuracy level up to 0,01 mm.

The tensile strength results were then verified by the Gauss and Shapiro - Wilk tests. A one way ANOVA variance test was performed as well as a post – hoc test to determine the lowest variance. The Man - Whitney, Wilcoxon, t-student and Cochran-cox tests were performed to analyze the electrochemical data. Based on the statistical data obtained from the test results the following conclusions have been established :

1. The Dentaurem 1,0 mm diameter wire had yielded the highest tensile strength results when soldered in either end to end, wire to band without buccal tube and wire to band with buccal tube configurations.
2. The highest recorded tensile strength for both diameter of wire used was obtained for the soldered wire to band with the buccal tube attached.
3. Prolonged immersion in artificial saliva has shown to deteriorate the joints of the silver soldered orthodontic appliance components significantly lowering their tensile strength.
4. The microanalysis results show an elevated level of copper dissolution in the artificial saliva after immersion.
5. The electrochemical analysis of the test specimens has shown a significant decrease in polarization resistance and at the same time an increase in current density causing an eventual failure of the soldered joints. In conclusion a more reliable method of joining metallic orthodontic components should be considered when constructing an orthodontic appliance.

## **10. Piśmiennictwo**

- 1.** Skrzypkowski A.: Ortodoncja Laboratoryjna. PZWL, Warszawa 1983.
- 2.** Powers JM , Sakaguchi RL.: Craig's restorative dental materials . 12th ed. St. Louis, Elsevier; 2006.
- 3.** Kozaczewski J.: Konstrukcja aparatu ortodontycznego, łączenie metali w ortodoncji. Dental Labor, 2012, 4, 94-98.
- 4.** Majewski S., Pryliński M.: Materiały i technologie współczesnej protetyki stomatologicznej. Czelej, Lublin 2013.
- 5.** Anusavice K.J.: Phillips' Science of Dental Materials (ed 11).Philadelphia, Saunders, 2003, 608-618.
- 6.** JM Ney Company.: Ney Basic Cast Restorations. Bloomfield, CT, Ney, 1984, 86-91.
- 7.** JF Jelenko & Co Inc.: Crown and Bridge Construction. A Handbook of Dental Laboratory Procedures. New Rochelle, NY, JF Jelenko, 1974, 54-70.
- 8.** Radomski T, Ciszewski A .: Lutowanie. WNT, Warszawa 1971.
- 9.** Kozlova O., Voytovych R., Devismes M.F., Eustathopoulos N.: Mat. Sci. Eng., 2008 ,495,96–101.
- 10.** Elshahawy W, Watanabe I, Koike M.: Elemental ion release from four different fixed prosthodontic materials. Dent Mater., 2009, 25, 976-981.
- 11.** Freitas M, Oshima H, Menezes L.: Release of toxic ions from silver solder used in orthodontics, an in – situ evaluation. Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop., 2011, 140, 177-181.
- 12.** Gjerdet NR, Erichsen ES, Remlo HE, Evjen G.: Nickel and iron in saliva of patients with fixed orthodontic appliances. Acta. Odont. Scand., 1991, 49, 73-78.

13. Mockers O, Deroze D, Camps J.: Cytotoxicity of orthodontic bands, brackets and arch wires in vitro. *Dent. Mater.*, 2002, 18, 311-317.
14. Berge M, Gjerdet N.R., Erichsen E.S.: Corrosion of silver soldered orthodontic wires. *Acta. Odon. Scand.*, 1982, 40, 75-92.
15. Zinelis S, Annouski O, Eliades T, Makou M.: Elemental composition of brazing alloys in metallic orthodontic brackets. *Angle. Orthod.*, 2004, 74, 394-399.
16. Hwang CJ, Shin JS, Cha JY.: Metal release from simulated fixed orthodontic appliances. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, 2001, 120, 383–391.
17. Bishara SE.: Oral lesions caused by an orthodontic retainer: a case report. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, 1995, 108, 115–117.
18. Adams PC.: The design, construction and use of removable orthodontic appliance. 5th edition. Great Britain: John Wright and Sons Ltd., 1984, 189.
19. Fusayama T, Katayori T, Nomoto S.: Corrosion of gold and amalgam placed in contact with each other. *J. Dent. Res.*, 1963, 42, 1183–1197.
20. Vaheda A, Lachmanb N, Knutsenc R.D.: Failure investigation of soldered stainless steel orthodontic appliances exposed to artificial saliva. *Dent. Mater.*, 2007, 23, 855-861.
21. Eliades T, Bourauel C.: Intraoral aging of orthodontic materials: the picture we miss and clinical relevance. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, 2005, 127. 403-412.
22. Eliades T.: Orthodontic materials research and applications: Part 2. Current status and projected future developments in materials and biocompatibility. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, 2007, 131, 253-264.
23. Matasa C.G.: Orthodontic attachment corrosion susceptibilities. *J. Clin. Orthod.*, 1995, 29, 16-20.
24. Matasa C.G.: Attachment corrosion and its testing. *J. Clin. Orthod.*, 1995, 24, 16-23.



- 25.** Chaturvedi T.P., Bansal R.: Biocompatibility of dental implant materials: An overview. *J. Indian. Dent. Assoc.*, 2008, 2, 335-337.
- 26.** Jia W, Beatty MW, Reinhardt RA, Petro TM, Cohen DM, Maze CR.: Nickel release from orthodontic arch wires and cellular immune response to various nickel concentrations. *J. Biomed. Mater. Res.*, 1999, 48, 488-495.
- 27.** Christopher M, Brett A, Ioanimescu I, Trandafir F.: Influence of the biological fluid on the corrosion of the biological fluid on the corrosion of dental amalgam. *Cor. Sci.*, 2004, 46, 2803-2816.
- 28.** Merritt K, Brown S.A.: Release of hexavalent chromium from corrosion of stainless steel and cobalt-chromium alloys. *J. Biomed. Mater. Res.*, 1995, 29, 627-633.
- 29.** Hussaini H.M, Waddell J.N, Girvanb L, West L.M, Kardos T.B, Rich A.M, Seymour G.J.: Silver solder “tattoo,” a novel form of oral pigmentation identified with the use of field emission scanning electron microscopy and electron dispersive spectrography. *Oral. Surg. Oral. Med. Oral. Pathol. Oral. Radiol. Endod.*, 2011, 112, 6–10.
- 30.** Joska L, Venclikova Z, Poddana M, Benada O.: The mechanism of gingiva metallic pigmentations formation. *Clin. Oral. Investig.*, 2009, 13, 1–7.
- 31.** Zhang X, Gelderblom H.R, Zierold K, Reichart P.A.: Morphological findings and energy dispersive x-ray microanalysis of oral amalgam tattoos. *Micron.*, 2007, 38, 543–548.
- 32.** Magos L, Clarkson T.W, Sparrow S, Hudson A.R.: Comparison of the protection given by selenite, selenomethionine and biological selenium against the renotoxicity of mercury. *Arch. Toxicol.*, 1987, 60, 422–426.
- 33.** Wadhera A, Fung M.: Systemic argyria associated with ingestion of colloidal silver. *Derm. Online. J.*, 2005, 11, 1-10.

34. Kim Y, Suh H.S, Cha H.J, Kim S.H, Jeong K.S, Kim D.H.: A case of generalized argyria after ingestion of colloidal silver solution. *Am. J. Intern. Med.*, 2009, 52, 246–250.
35. Platt J.A., Guzman A, Zuccary A, Moor B.K.: Corrosion behavior of 2205 duplex stainless steel. *Am. J. Orthod.*, 1997, 112, 69-79.
36. Rogers O.W.: A study in the control crevice corrosion of silver soldered stainless joints. *Br. Dent. J.*, 1977, 143, 397-403.
37. Eliades T, Eliades G, Athanasiou A.E., Bradley T.G.: Surface characterization of retrieved NiTi orthodontic arch wires. *Eur. J. Orthod.*, 2000, 22, 317-326.
38. Eliades T, Eliades G, Watts D.C.: Intraoral aging of the inner head gear component: A potential biocompatibility concern. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, 2001, 119, 300-306.
39. Chaturvedi TP, Upadhayay SN.: An overview of orthodontic material degradation in oral cavity. *Indian. J. Dent. Res.*, 2010, 21, 1-10.
40. Mahato N, Sharma MR, Chaturvedi T.P, Singh M.M.: Effect of dietary spices on the pitting behavior of stainless steel orthodontic bands. *Materials Letters.*, 2011, 65, 2241–2244.
41. Powers J M, Wataha J C.: *Dental materials: properties and manipulation*. 2008 9th edn. Mosby/Elsevier, St. Louis, Missouri.
42. Guyton A C, Hall J E.: *Textbook of medical physiology*. 9th ed. W.B. Saunders Company, Philadelphia 1996.
43. Trépanier C, Pelton A R.: Effect of temperature and pH on the corrosion resistance of passivated Nitinol and stainless steel. *Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Super elastic Technologies.*, 2004, 3–7.

- 44.** Virtanen S, Milošev I, Gomez-Barrena E, Trebše R, Salo J, Konttinen Y.T.: Special modes of corrosion under physiological and simulated physiological conditions. *Acta. Biomater.*, 2008, 4, 468–476.
- 45.** Pakshir M, Bagheri T, Kazemi M.R.: In vitro evaluation of the electrochemical behavior of stainless steel and Ni-Ti orthodontic arch wires at different temperatures. *Eur. J. Orthod.*, 2011, 10, 1-7.
- 46.** Songür M, Celikkan H, Gökmeşe F, AykinSimşek S, ŞükrüAltun N, LeventAksu M.: Electrochemical corrosion properties of metal alloys used in orthopedic implants. *J. App. Electrochem.*, 2009, 39, 1259–1265.
- 47.** Singh R, Dahotre N B.: Corrosion degradation and prevention by surface modification of bimetallic materials. *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, 2007, 18, 725–751.
- 48.** Mandel IR.: Relation of saliva and plaque to caries. *J. Dent. Res.*, 1974, 53, 246-266.
- 49.** Duffó GS, Quezada Castillo E.: Development of an artificial saliva solution for studying the corrosion behavior of dental alloys. *Corrosion.*, 2004, 60, 594-602.
- 50.** Queiroz G.M.O, Silva L.F, Ferreira J.T.L, Gomes P, Sathler L.: Electrochemical behavior and pH stability of artificial saliva's for corrosion tests. *Braz. Oral. Res.*, 2007, 21, 209-215.
- 51.** Ziębowicz A, Walke W, Barucha-Kępka A, Kiel M.: Corrosion behavior of metallic biomaterials used as orthodontic wires. *J. of. Ach. In. Mat. And. M. Eng.*, 2008, 27, 151-154.
- 52.** Jyothikiran H, Shivalinga B.M, Pradeep S.: Comparative Evaluation of The Fracture Load of Silver Soldered Joints on Various Orthodontic Joining Configuration of Stainless Steel and Cobalt-Chromium Orthodontic Wires – An In vitro Study. *Indian. J. Dent. Sci.*, 2012, 4, 8-12.

- 53.** Eliades T. Orthodontic brackets. In: Eliades T, Eliades G, Brantley WA.: Orthodontic materials: scientific and clinical aspects. 3rd ed. St. Louis, MO: Mosby Co; 2001, 144.
- 54.** Ou KL, Wu J, Lai WF, Yang CB, Lo WC, Chiu LH, Bowley J.: Effects of the nanostructure and nano-porosity on bioactive nano-hydroxyapatite reconstituted collagen by electro deposition. *J. Biomed. Mat. Res.*, 2010, 92, 906-912.
- 55.** Creekmore TD, Kunik RL.: Straight wire: the next generation. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, 1993, 104, 8-20.
- 56.** Hung JM, Lin LH, Shih YH, Liu CM, Cheng HC, Ou KL.: Research of microstructural characteristics on nano-crystalline diamond by microwave plasma CVD. *Appl. Surf. Sci.*, 2011, 257, 5508-5512.
- 57.** Matasa CG.: Biomaterials in orthodontics. In: Graber TM, editor. Orthodontics: current principles and techniques. 4th ed. St. Louis, MO: Mosby Co; 2005, 356-369.
- 58.** Lin L-H, Chen S-C, Wu C-Z, Hung J-M, Ou K-L.: Microstructure and antibacterial properties of microwave plasma nitride layers on biomedical stainless steels. *Appl. Surf. Sci.*, 2011, 257, 7375-7380.
- 59.** Gioka C, Eliades T.: Materials-induced variation in the torque expression of pre-adjusted appliances. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, 2004, 125, 323-328.
- 60.** Huang CF, Chiang HJ, Lan WC, Chou HH, Ou KL, Yu CH.: Development of silver containing austenite antibacterial stainless steels for biomedical applications part I: microstructure characteristics, mechanical properties and antibacterial mechanisms. *Biofouling.*, 2011, 27, 449-457.
- 61.** Staffolani N, Damiani F, Lilli C.: Ion release from orthodontic appliances. *J. Dent.*, 1999, 27, 449-454.
- 62.** Fraunhofer JA.: Corrosion of orthodontic devices. *Semin. Orthod.*, 1997, 3, 198-205.

- 63.** Wu CZ, Chen SC, Shih YH, Hung JM, Lin CC, Lin LH, Ou KL.: Development of the novel ferrous-based stainless steel for biomedical applications, part I: high temperature microstructure, mechanical properties and damping behavior. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, 2011, 4, 1548-1553.
- 64.** Matasa CG.: Characteristics of used orthodontic brackets. In.: Eliades G, editor. *Dental materials in vivo: aging and related phenomena*. 1st ed. Chicago, IL: Quintessence Publishing Co; 2003, 365-369.
- 65.** Leirskar J.: On the mechanism of cytotoxicity of silver and copper amalgams in a cell culture system. *Scand. J. Dent. Res.*, 1974, 82, 74-81.
- 66.** Wataha JC, Hanks CT, Craig RG.: In vitro effects of metal ions on cellular metabolism and the correlation between these effects and the uptake of the ions. *J. Biomed. Mater. Res.*, 1994, 28, 427-433.
- 67.** Chen C.H ,Ou K.L, Wang W.N .:Variation in Surface Morphology and Microstructure of 316L Biomedical Alloys Immersed in Artificial Saliva. *Exp. Clin. Med.*, 2013, 5, 30-36.
- 68.** Huang TH, Yen CC, Kao CT.: Comparison of ion release from new and recycled orthodontic brackets. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, 2001, 120, 68-75.
- 69.** Lin MC, Lin SC, Lee TH, Huang HH.: Surface analysis and corrosion resistance of different stainless steel orthodontic brackets in artificial saliva. *Angle. Orthod.*, 2006, 76, 322-329.
- 70.** Berg E , Wagnere W C , Davik G , Dootz E R.: Mechanical properties of laser-welded cast and wrought titanium. *J. Prosthet. Dent.*,1995 ,74 ,250 – 257.
- 71.** Tambasco J , Anthony T , Sandven O.: Laser welding in the dental laboratory: an alternative to soldering . *J. Dent. Technol.*, 1996 , 13, 23 – 31.
- 72.** Chai T , Chou C K .: Mechanical properties of laser-welded cast titanium joints under different conditions . *J. Prosthet. Dent.*, 1998, 79, 477 – 483.

- 73.** Rocha R , Pinheiro A L , Villaverde A B.: Flexural strength of pure Ti,Ni-Cr and Co-Cr alloys submitted to Nd:YAG laser or TIG welding . Braz. Dent. J., 2006, 17, 20 – 23.
- 74.** Sestini S.: In vitro toxicity evaluation of silver soldering, electrical resistance, and laser welding of orthodontic wires. Eur. J. Orthod., 2006, 28, 567 – 572.
- 75.** Bock J, Fraenzel W, Bailly J, Gernhardt C.R , Fuhrmann R.A.W.: Influence of different brazing and welding methods on tensile strength and micro hardness of orthodontic stainless steel wire. Eur. J. Orthod., 2008 , 30, 396–400.
- 76.** Zupancic R , Legat A , Funduk N.: Tensile strength and corrosion resistance of brazed and laser-welded cobalt-chromium alloy joints. J. Prosthet. Dent., 2006, 96, 273 – 282.
- 77.** Solmi R.: Interactions of fibroblasts with soldered and laser welded joints. Biomat., 2004, 25, 735 – 740.
- 78.** Toms A.P.: The corrosion of orthodontic wire. Eur. J. Orthod.,1988, 10, 87–97.
- 79.** Bass J.K, Fine H, Cisneros G.: Nickel hypersensitivity in the orthodontic patient. Am. J. Orthod., 1993, 103, 280–285.
- 80.** Nagel M.L.: A latex glove alert. Chem. Health. Saf., 1997, 4, 14–18.
- 81.** Staerkjaer L, Menne T.: Nickel allergy and orthodontic treatment. Eur. J. Orthod., 1990,12, 284–289.
- 82.** Wiltshire W.A, Ferreira M.R, Ligthelm A.J.: Allergies to dental materials. Quintessence Int.,1996, 27, 513–520.
- 83.** Barrett R.D, Bishara S.E, Quinn J.K.: Biodegradation of orthodontic appliances, Part I. Biodegradation of nickel and chromium in vitro. Am. J. Orthod., 1993, 103, 8–14.
- 84.** Kerosuo E, Moe G, Kleven E.: In vitro release of nickel and chromium from different types of simulated orthodontic appliances. Angle. Orthod.,1995, 2, 111–116.

- 85.** Kerosuo H, Moe G, Hensten-Pettersen A.: Salivary nickel and chromium in subjects with different types of fixed orthodontic appliances. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, 1997, 111, 595-598.
- 86.** Lin Y-K, Chen K-H, Liu M, Ou K-L, Liu M.: Effects of different extra cellular matrices and growth factor immobilization on biodegradability and biocompatibility of macro porous bacterial cellulose. *J. Bioact. Compat. Polym.*, 2011, 26, 508-518.
- 87.** Schiff N, Dalard F, Lissac M, Morgon L, Grosgeat B.: Corrosion resistance of three orthodontic brackets: A comparative study of three fluoride mouthwashes. *Eur. J. Orthod.*, 2005, 27, 541-549.
- 88.** Huang H.H.: Effect of fluoride and albumin concentration on the corrosion behavior of Ti-6Al-4V alloy. *Biomater.*, 2003, 24, 275-282.
- 89.** Staffolini N, Damiani F, Lilli C, Guerra M, Staffolini N.J, Belcastro S.: Ion release from orthodontic appliances. *J. Dent.*, 1999, 27, 49-54.
- 90.** Kerosuo H, Moe G, Hensten-Pettersen A.: Salivary nickel and chromium in subjects with different types of fixed orthodontic appliances. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, 1997, 111, 595-598.
- 91.** Matasa C. G, Graber T. M.: Angle, the innovator, mechanical genius, and clinician. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, 2000, 117, 499-450.
- 92.** Noble J, Ahing S.I, Karaiskos N.E, Wiltshire W.A.: Nickel allergy and orthodontics, a review and report of two cases. *Br. Dent. J.*, 2008, 204, 297–300.
- 93.** Yukyo T, Keisuke N, Kohei K, Osamu O.: Corrosion behavior of the stainless steel composing dental magnetic attachments. *International Congress Series.*, 2005, 1284, 314-315.

- 94.** Gawlik J.A, Mathieu G.P, Hondurum S.: The effects of tack welding and increasing surface area on the tensile strength of silver, electric and flame soldered stainless steel joints. *J. Dent. Child.*, 1996, 18, 215-218.
- 95.** O' Toole T.J., Furnish G.M, Von Fraunhofer J.A.: Tensile strength of soldered joints. *J. Prost. Dent.*, 1985, 53, 50 – 352.
- 96.** Gursoy S, Acar A, Sesen C.: Comparison of metal release from a new and recycled bracket-arch wire combinations. *Angle. Orthod.*, 2005, 75, 92-94.
- 97.** Rahilly G, Price N.: Current products and practice Nickel allergy and orthodontics. *J. Orthod.*, 2003, 30, 171–174.
- 98.** Gurappa I.: Characterization of different materials for corrosion resistance under simulated body fluid conditions. *Mat. Characterization.*, 2002, 49, 73–79.
- 99.** Songür M, Celikkan H, Gökmeşe F, AykinSimşek S, ŞükrüAltun N, LeventAksu M.: Electrochemical corrosion properties of metal alloys used in orthopedic implants. *J. App. Electrochem.*, 2009, 39, 1259–1265.
- 100.** Brantley W.A, Eliades T.: *Materiały ortodontyczne w ujęciu naukowym i klinicznym.* Wydawnictwo Czelej, Lublin 2001, 112.
- 101.** Wataha J.C, Hanks C.T, Craig R.G.: In vitro effects of metal ions on cellular metabolism and the correlation between these effects and the uptake of the ions. *J. Biomed. Mater. Res.*, 1994, 28, 427–43.
- 102.** Barrett RD, Bishara SE, Quinn JK.: Biodegradation of orthodontic appliances. Part I. Biodegradation of nickel and chromium in vitro. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, 1993, 103, 8–13.
- 103.** Kubik A, Pryliński M, Shaw. H.: *Fizykochemiczne podstawy lutowania w technice dentystycznej.* N.T.D., 2012, 1, 53-54.



- 104.** Wataha J.C, Craig R.G, Hanks C.T.: The effects of cleaning on the kinetics of in vitro metal release from dental casting alloys. *J. Dent. Res.*, 1992, 71, 1417–1422.
- 105.** Lee T, Huang T, Lin S, Chen L, Chou M, Huang H.: Corrosion Resistance of Different Nickel-Titanium Arch wires in Acidic Fluoride-containing Artificial Saliva. *Angle. Orthod.*, 2010, 80, 547-553.
- 106.** Kubik A, Pryliński M, Chęcmanowski J.: Odporność korozyjna lutowanego chromowo - niklowego drutu ortodontycznego po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny. *N.T.D.*, 2011, 6, 46-47.
- 107.** Kerosuo H, Moe G, Kleven E.: In vitro release of nickel and chromium from different types of simulated orthodontic appliances. *Angle. Ortho.*, 1995, 65, 2111–2116.

## 11. Spis rycin

**Ryc. 1.** Drut ortodontyczny Dentaurem Remanium o średnicy 0,8 mm (REF 523-080-00).

**Ryc. 2.** Drut ortodontyczny Dentaurem Remanium o średnicy 1,0 mm (REF 523-100-00).

**Ryc. 3.** Lutowie Silberlot Ag (REF 380-704-50).

**Ryc. 4.** Topnik Dentaurem Dentaflux.

**Ryc. 5.** Drut Dentaurem Remanium 0,8 mm gotowy do przecięcia z oznaczeniem zasięgu połączenia lutowanego 2 mm od środka.

**Ryc. 6.** Ogrzewanie palnikiem drutu Dentaurem 0,8 mm po nałożeniu topnika Dentaflux. Odległość płomienia od lutowanej powierzchni wynosiła max 3 mm.

**Ryc. 7.** Suszenie próbek lutowanych w eksykatorze.

**Ryc. 8.** Mikroskop Opticon wykorzystany do oceny, jakości połączeń lutowanych

**Ryc. 9.** Zatopione końcówki lutowanych drutów Remanium 0,8 mm z pierścieniem Dentoform z zamkiem.

**Ryc. 10.** Lutowane druty Dentaurem Remanium 0,8 mm z pierścieniem Dentoform przygotowane do testu na zerwanie.

**Ryc. 11.** Pierścienie Dentaurem Dentoform, do osadzenia na zęby szczęki strony prawej, (a) bez zamka, (b) z zamkiem.

**Ryc. 12.** Uniwersalna maszyna testująca Hounsfield H5 KS.

**Ryc. 13.** Inkludowane próbki w żywicy dialyftalowej Struers Isofast według kolejności (a) Remanium 0,8 mm lutowany z pierścieniem Dentoform bez zamka przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny. (b) Remanium 0,8 mm lutowany z pierścieniem Dentoform bez zamka po ekspozycji w sztucznej ślinie. (c) lutowany drut z drutem Remanium 0,8 mm przed ekspozycją w sztucznej ślinie. (d) lutowany drut z drutem Remanium 0,8 mm po ekspozycji w sztucznej ślinie.

**Ryc. 14.** Stanowisko do szlifowania próbek na tarczach obrotowych firmy Struers.

**Ryc. 15.** Mikroskop optyczny Axio Imager M1m firmy Carl Zeiss.

**Ryc. 16.** Mikroskop stereoskopowy SMZ 168 firmy Hahn-Kolb.

**Ryc. 17.** Stanowisko do pomiarów elektrochemicznych: (a) komputer z programem NOVA, (b) termostat cyrkulacyjny Julabo do utrzymania stałej temperatury sztucznej śliny, (c) szklane naczynko pomiarowe z trzema elektrodami, (d) mieszadło magnetyczne, (e) potencjostat Autolab Metrohm B.V model: PGSTAT302N.

**Ryc. 18.** Termostat Julabo służący do utrzymania stałej temperatury sztucznej śliny ( $37\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ ) przez okres 90 dni ekspozycji próbek.

**Ryc. 19.** Na zdjęciu przedstawiono pH metr Elmeiron CPC – 411, z który służył do pomiarów pH sztucznej śliny.

**Ryc. 20.** Spectrometer emisyjny PerkinElmer Inc ICP-OES Optima 4300.

**Ryc. 21.** Wykresy Tafela dla drutu ortodontycznego Remanium 0,8 mm przed ekspozycją w sztucznej ślinie. Po stronie prawej wykres ilustruje oszacowanie prędkości korozji na podstawie wyznaczenia anody oraz katody, a następnie przecięcie dwóch linii otrzymując wynik  $i_{\text{corr}}$  w miejscu przecięcia.

**Ryc. 22.** Na wykresie przedstawiono metody wyznaczenia poszczególnych parametrów przez program Autolab.

**Ryc. 23.** Układ trójelektrodowy wykorzystany do pomiarów oraz szklane naczynko pomiarowe. Widoczne trzy elektrody: przeciwelektroda platynowa (CE), elektroda odniesienia (nasycona elektroda kalomelowa) (RE), elektroda badana (WE) (S).

**Ryc. 24.** W układzie przedstawionym występuje przepływ prądu pomiędzy elektrodą odniesienia a próbką badaną rejestrując różnice potencjału pomiędzy dwoma elektrodami.

**Ryc. 25.** Elektroda badawcza, (drut Remanium 0,8 mm lutowany z pierścieniem Dentaurum Dentorform) oraz jej położenie w naczynku pomiarowym względem kapilary Ługgina.

**Ryc. 26.** Badanie diagnostyczne potencjostatu poprzez podłączenie do układu naśladującego warunki badawcze. Na rycinie widoczne połączone elektrody: Przeciwelektroda (CE), Elektroda odniesienia (RE), Elektroda badana (WE) (S) oraz uziemienie (zielona wtyczka).

**Ryc. 27.** Wyniki analizy statystycznej wytrzymałości połączenia, pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 28.** Wyniki analizy statystycznej wytrzymałości połączenia, pomiędzy drutami ortodontycznymi a pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 29.** Wyniki analizy statystycznej wytrzymałości połączenia, pomiędzy drutami ortodontycznymi a pierścieniem niezbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 30.** Doczołowo lutowany drutem Remanium 0.8 mm przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny.

**Ryc. 31.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po długoterminowej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie (x 10).

**Ryc. 32.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po długoterminowej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie (x 50).

**Ryc. 33.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po długoterminowej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie (x 50).

**Ryc. 34.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po długoterminowej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie (x 50).

**Ryc. 35.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po długoterminowej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie (x 50).

**Ryc. 36.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm po długoterminowej ekspozycji w roztworze sztucznej śliny powiększenie (x 50).

**Ryc. 37.** Doczołowo lutowany drut Remanium 0.8 mm przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny powiększenie (x 200) (zgląd trawiony).

**Ryc. 38.** Prawidłowe połączenie lutowia z drutem Remanium 0.8 mm przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 200) (zgląd trawiony).

**Ryc. 39.** Na zdjęciu widoczna delaminacja lutowia od powierzchni drutu Remanium 0.8 mm po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, (x 200) (zgląd trawiony).

**Ryc. 40.** Na zdjęciu widoczne zachodzące procesy korozyjne w postaci ciemnej plamy w strukturze drutu ortodontycznego Remanium 0.8 mm , (x 200) (zgląd trawiony).

**Ryc. 41.** Na zdjęciu widoczne zachodzące procesy korozyjne w postaci ciemnych plam w strukturze drutu ortodontycznego Remanium 0.8 mm , (x 500) (zgląd trawiony).

**Ryc. 42.** Wypolerowany drut Remanium lutowany z pierścieniem niezbrojonym przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny.

**Ryc. 43.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w sztucznej ślinie, (x 50) (zgląd nietrawiony).

**Ryc. 44.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 50) (zgląd trawiony).

**Ryc. 45.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, (x 50) (zgląd trawiony).

**Ryc. 46.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, (x 50) (zgląd nietrawiony).

**Ryc. 47.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 200) (zgląd nietrawiony).

**Ryc. 48.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 200) (zgląd trawiony).

**Ryc. 49.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 200) (zgląd nietrawiony).

**Ryc. 50.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 200) (zgląd trawiony).

**Ryc. 51.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 500) (zgląd trawiony).

**Ryc. 52.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 1000) (zgląd trawiony).

**Ryc. 53.** Lutowane połączenie między drutem Dentaurem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentaurem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny (x 200) (zgląd nietrawiony).

**Ryc. 54.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny, (x 200) (zgląd trawiony).

**Ryc. 55.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 200) (zgląd nietrawiony).

**Ryc. 56.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 200) (zgląd trawiony).

**Ryc. 57.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 500) (zgląd trawiony).

**Ryc. 58.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 1000) (zgląd trawiony)

**Ryc. 59.** Lutowane połączenie między drutem Remanium 0,8 mm a pierścieniem Dentoform bez zamka, przed ekspozycją w roztworze sztucznej śliny, (x 500) (zgląd trawiony).

**Ryc. 60.** Wyniki analizy statystycznej gęstości prądu korozyjnego drutów ortodontycznych w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 61.** Wyniki analizy statystycznej prędkości korozji drutów ortodontycznych w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 62.** Wyniki analizy statystycznej oporu polaryzacyjnego drutów ortodontycznych w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 63.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy D-0,8, D3-0,8

**Ryc. 64.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy D-0,8, D3-0,8.

**Ryc. 65.** Wyniki analizy statystycznej gęstości prądu korozyjnego pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 66.** Wyniki analizy statystycznej prędkości korozji pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 67.** Wyniki analizy statystycznej oporu polaryzacji pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 68.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DD-1,0, DD3-1,0.

**Ryc. 69.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DD-1,0 , DD3-1,0.

**Ryc. 70.** Wyniki analizy statystycznej gęstości prądu korozyjnego pomiędzy lutowanymi drutami z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 71.** Wyniki analizy statystycznej prędkości korozji pomiędzy lutowanymi drutami z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 72.** Wyniki analizy statystycznej oporu polaryzacji pomiędzy lutowanymi drutami z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 73.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DPz-0,8, DPz3-0,8.

**Ryc. 74.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DPz-0,8, DPz3-0,8.



**Ryc. 75.** Wyniki analizy statystycznej gęstości prądu korozyjnego pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 76.** Wyniki analizy statystycznej prędkości korozji pomiędzy lutowanymi drutami ortodontycznymi z pierścieniem zbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 77.** Wyniki analizy statystycznej oporu polaryzacji pomiędzy lutowanymi drutami z pierścieniem niezbrojonym w dwóch funkcjach czasu.

**Ryc. 78.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DPn-0,8, DPn3-0,8.

**Ryc. 79.** Wykres cyklicznej woltoamperometrii dla grupy DPn-0,8, DPn3-0,8.

## **12.Spis tabeli**

**Tabela I.** Grupy badawcze poddane testowi na zrywanie w zależności od średnicy drutu oraz funkcji czasu.

**Tabela II.** Grupy badawcze poddane testowi na zrywanie w zależności od średnicy drutu, rodzaju pierścienia oraz funkcji czasu.

**Tabela III.** Grupy kontrolne próbek grup kontrolnych oraz ich właściwości fizykochemiczne.

**Tabela IV.** Grupy badawcze próbek grup eksperymentalnych oraz ich właściwości fizykochemiczne.

**Tabela V.** Skład sztucznej śliny przy pH = 8,3 w 25°C.

**Tabela VI.** Skład chemiczny materiału badawczego według danych producenta.

**Tabela VII.** Skład chemiczny lutowia Silberlot Ag.

**Tabela VIII.** Wartości naprężenia zrywającego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela IX.** Porównanie naprężenia zrywającego dla dwóch rodzajów drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela X.** Wartości naprężenia zrywającego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, połączenia drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XI.** Porównanie naprężenia zrywającego dla dwóch rodzajów drutów łączonych z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XII.** Wartości naprężenia zrywającego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, połączenia drutów z pierścieniem niezbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XIII.** Porównanie naprężenia zrywającego dla dwóch rodzajów drutów łączonych z pierścieniem niezbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XIV.** Wartości gęstości prądu korozyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, drutów bez lutowania przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XV.** Porównanie gęstości prądu korozyjnego dla drutów bez lutowania przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XVI.** Wartości prędkości korozji, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, drutów bez lutowania przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XVII.** Porównanie prędkości korozji dla dwóch rodzajów drutów bez lutowania przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XVIII.** Wartości oporu polaryzacyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, drutów bez lutowania przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XIX.** Porównanie oporu polaryzacyjnego dla dwóch rodzajów drutów bez lutowia przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XX.** Wartości gęstości prądu korozyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika

zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, doczołowo lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXI.** Porównanie gęstości prądu korozyjnego lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXII.** Wartości prędkości korozji, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXIII.** Porównanie prędkości korozji lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXIV.** Wartości oporu polaryzacyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXV.** Porównanie oporu polaryzacyjnego lutowanych drutów przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXVI.** Zawartość rozpuszczonych pierwiastków lutowia w sztucznej ślinie.

**Tabela XXVII.** Wartości gęstości prądu korozyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana,

wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXVIII.** Porównanie gęstości prądu korozyjnego lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXVIX.** Wartości prędkości korozji, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXX.** Porównanie prędkości korozji lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXXI.** Wartości oporu polaryzacyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXXII.** Porównanie oporu polaryzacji lutowanych drutów z pierścieniem zbrojonym przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXXIII.** Wartości gęstości prądu korozyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXXIV.** Porównanie gęstości prądu korozyjnego lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXXV.** Wartości prędkości korozji, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXXVI.** Porównanie prędkości korozji dla lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXXVII.** Wartości oporu polaryzacyjnego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, wynik Q25, mediana, wynik Q75, lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.

**Tabela XXXVIII.** Porównanie oporu polaryzacyjnego lutowanych drutów z pierścieniem bez zamka przed i po ekspozycji w roztworze sztucznej śliny.