



## Karakterizacija topografije Ni-Ti ortodontske žice nakon izlaganja različitim korozionim medijumima

## CHARACTERIZATION OF Ni-Ti ARCHWIRE TOPOGRAPHY AFTER EXPOSURE TO DIFFERENT CORROSIVE MEDIA

Zoran Bobić, Bojan Petrović\*, Sanja Kojić, Pal Terek, *Fakultet tehničkih nauka, Novi Sad,*  
*\*Medicinski fakultet, Novi Sad*

### Oblast –PROIZVODNO MAŠINSTVO

**Kratak sadržaj** – U ovom radu prikazani su rezultati ispitivanja topografije Ni-Ti (nitinol) ortodontske žice pre i posle korozije u različitim medijumima.

**Ključne reči:** ortodontska terapija, Ni-Ti žica, korozija, topografija, hrapavost površine

**Abstract** – This work presents the results of examination of Ni-Ti (nitinol) archwire topography before and after the exposure to corrosive media.

**Keywords:** orthodontic therapy, Ni-Ti archwire, corrosion, topography, surface roughness

### 1. UVOD

U cilju pravilnog postavljanja zuba u zubni niz i stvaranja zdravog prostora u usnoj duplji primenjuje se ortodontska terapija fiksnim aparatima [1]. Ova terapija podrazumeva fiksiranje bravica na svaki Zub pojedinačno, a bravice se međusobno povezuju lukom (žicom) [1]. Ortodontski luk vrši dejstvo na bravice i na taj način vrši pomeranje zuba u povoljan položaj u vilici [1]. Lukovi se izrađuju od različitih materijala ali jedan od najzastupljenijih materijala danas je Ni-Ti legura poznatija kao nitinol. Tokom ortodontske terapije materijali aparata su u kontaktu sa različitim okolinom koja može uticati na pojavu korozije [2]. Prilikom korozije dolazi do degradacije materijala što je paraćeno otpuštanjem jona i stupanjem jona u kontakt sa okolinom [2]. Osim degradacije materijala ovi procesi imaju izuzetno negativno dejstvo na ljudski organizam u kojem se oni odvijaju [3].

Veliki broj istraživanja imao za cilj karakterizaciju korozije nitinola u različitim medijumima [4, 5]. U ispitivanju iz rada [4] primećeno je da povećanje kiselosti okoline dovodi do povećanja korozije i povećanja hrapavosti žice.

U istraživanju [5], primećeno je da povećanje fluora izaziva povećano otpuštanje jona praćeno promenama na površini. U navedenim istraživanjima korozija je karakterisana promenom parametara hrapavosti, pri čemu je pokušano da se odrede međuzavisnosti između otpuštanja jona, promene topografije i promene parametara hrapavosti za određeni medijum.

### NAPOMENA:

Ovaj rad proistekao je iz master rada čiji mentor je bio dr Pal Terek, docent.

Međutim, u tim istraživanjima dolazi do značajnog nepodudaranja rezultata, pa čak i do suprotnih konstatacija vezano za dejstva određenog medijuma, npr. da li izaziva povećanje ili smanjenje određenog parametara hrapavosti. Stoga, ove međuzavisnosti treba podrobnije ispitati detaljnim praćenjem topografije površine i promene parametara hrapavosti na istim mikro-lokacijama.

Cilj ovog istraživanja je karakterizacija korozionog ponašanja nitinola u pljuvački i različitim sredstvima za ispiranje usta, sa posebnim fokusom na karakterizaciji promene topografije površine.

### 2. MATERIJALI I EKSPERIMENT

U ovom istraživanju izvršeno je ispitivanje Ni-Ti žice pravougaonog poprečnog preseka (Dentaurum GmbH & Co) koja je bila izložena različitim korozionim medijumima. Uzorci su isečeni na dimenzije od oko 5 mm i izvršeno je njihovo obeležavanje rednim brojevima (od 1 do 3) i izvršeno je obeležavanje lokacija pored kojih su vršena topografska merenja (L-levo, D-desno).

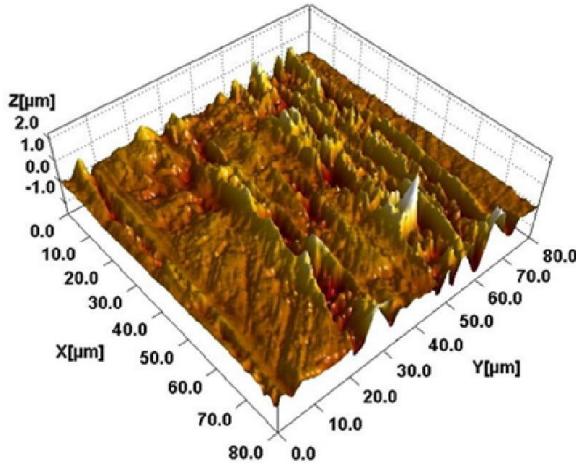
Korozioni testovi su izvršeni tako što su uzorci potopljeni u korozione medijume (tečnosti) u trajanju od 22,5 dana na sobnoj temperaturi. Korišćeni korozioni medijumi su: za Uzorak 1 - veštačka pljuvačka (Apotekarske ustanove Beograd); za Uzorak 2 - Aquafresh my big teeth mouthwash (GSK Consumer Healthcare) i za Uzorak 3 - EludrilClassic (Pierre Fabre medicament).

Na šest identičnih mikro-lokacija su pre i posle korozionih testova primenom mikroskopije atomskih sila (AFM) izvršena merenja topografije uzorka. Za merenja je korišćen uredaj CP-II (Veeco) sa silicijum-nitridnom sondom (konzolom) u kontaktnom modu. Merene su površine dimenzija 100x100µm, brzinom skeniranja od 0,5 Hz i krutosti sonde od 225uN.

Kako bi se AFM-om, bez koordinatnog upravljanja, uspešno uporedile i analizirale identične lokacije, pre i posle korozionih testova, koordinate mernih tačaka su precizno praćene i beležene u odnosu na referentni koordinatni sistem. Zajedničkim korišćenjem optičkog sistema AFM-a, kamere i MB-ruler softvera je sa više koordinatnih sistema izvršeno precizno i skoro jednoznačno pozicioniranje sonde u merne položaje. Obrada i analiza topografskih snimaka i određivanje parametara hrapavosti je izvršeno primenom SPIP (Image metrology) programskog paketa.

### 3. REZULTATI I DISKUSIJA

Reprezentativna 3D topografska slika površine uzorka pre korozionih testova je prikazana na Slici 1. Površine ispitivanih uzoraka se odlikuju mirkometarski dubokim risevima koji se protežu uzdužno po uzorcima. Između riseva površina je relativno ujednačene topografije i hrapavosti.



Slika 1. Reprezentativna topografija uzorka pre korozionih testova, na površini od  $80 \times 80 \mu\text{m}$ , uzorak 1-3D

Parametri hrapavosti uzorka pre i posle korozionih testova u različitim medijumima određenih na  $80 \times 80 \mu\text{m}$  su prikazani u Tabelli 1. Prema većini parametara, hrapavost uzorka pre korozionih testova je prilično ujednačena i slična na svim uzorcima. Parametar  $\text{Ssk}$  ukazuje na to da su površine negativno polarisane što zajedno sa  $\text{S10z}$  nedvosmisleno potvrđuje postojanje dubokih riseva na površinama. Iz tabele 1 se takođe može videti da je, prema analiziranim parametrima hrapavosti, došlo do neznatne promene hrapavosti nakon korozionih testova, koja praktično spada u domene devijacija merenja. Ova konstatacija je nametnula to da se promene u topografiji pokušaju ispitati na manjim površinama bez riseva, pa su stoga dalje analize izvršene na površinama od  $10 \times 10 \mu\text{m}$

Topografski snimci uzorka na površinama od  $10 \times 10 \mu\text{m}$ , pre i posle korozionih testova, su prikazani na Slici 2. U slučaju uzorka 1 nakon korozije je došlo do blagog zaravnjanja (zaglađenja) vrhova. Upoređivanjem topografskih slika uzorka 2, pre i posle korozije, se pored zaglađenja određenih lokalnih vrhova, se uviđaju i prodrubljivanja dolina na površini. Kod uzorka 3 je pored zaravnjenja vrhova primetna i značajnija promena površine. Iz ovih analiza se može zaključiti da korozioni procesi dovode do promene topografije na nano nivou što se tačnije može pratiti na manjim, mikro-lokacijama.

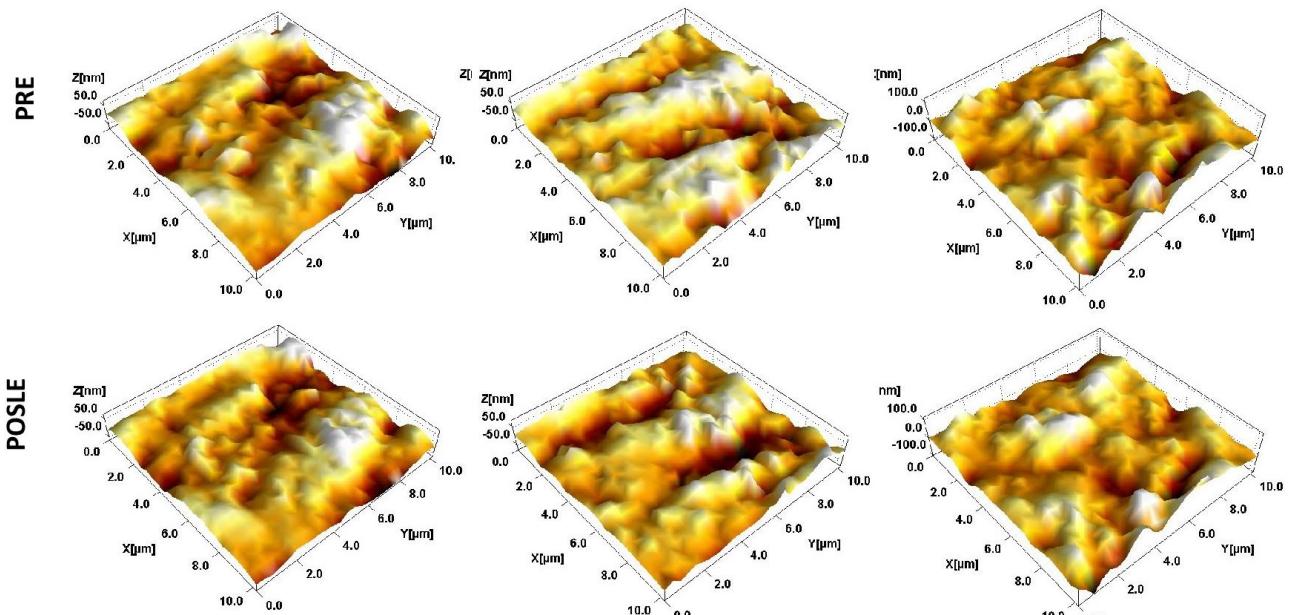
Tabela 1 Parametri hrapavosti uzorka pre i posle korozionih testova, određenih na površinama od  $80 \times 80 \mu\text{m}$

,	Uzorak 1		Uzorak 2		Uzorak 3	
	Pre	Posle	Pre	Posle	Pre	Posle
<b><math>\text{Sa} [\text{nm}]</math></b>	136,05	129,76	133,53	125,73	125,59	120,86
<b><math>\text{Sa dev.} [\text{nm}]</math></b>	36,68	20,88	46,58	36,11	38,67	29,06
<b><math>\text{Ssk} [\text{nm}]</math></b>	-1,01	-0,79	-0,69	-0,71	-0,18	-0,32
<b><math>\text{Ssk dev.} [\text{nm}]</math></b>	0,27	0,17	0,55	0,34	0,26	0,17
<b><math>\text{S10z} [\text{nm}]</math></b>	1957,0	1781,13	2065,7	1943,0	1954,3	2001,2
<b><math>\text{S10z dev.} [\text{nm}]</math></b>	740,9	347,9	634,8	494,06	857,72	783,55

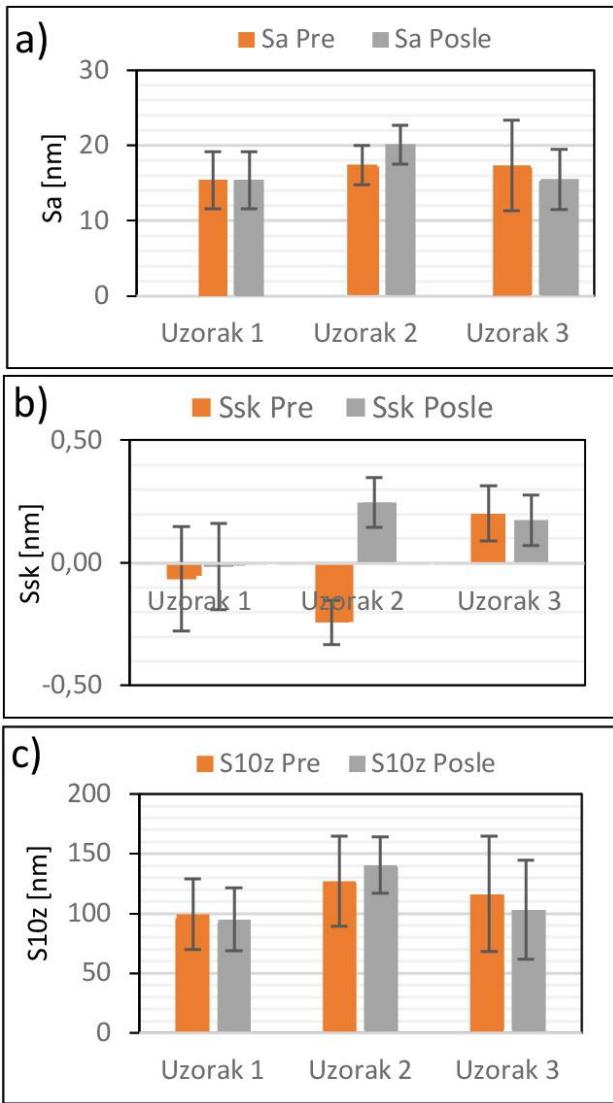
Uzorak 1-I-D

Uzorak 2-I-L

Uzorak 3-1-D



Slika 2. Topografije površina uzorka, pre i posle korozionih testova, merenja na  $10 \times 10 \mu\text{m}$



Slika 3. Uporedni prikaz parametara hrapavosti svih uzoraka, određenih na površinama od  $10 \times 10 \mu\text{m}$ , pre i posle korozionih testova u različitim medijumima: a) parametar  $S_a$ , 3b) parametar  $Ssk$ , 3c) parametar  $S10z$ .

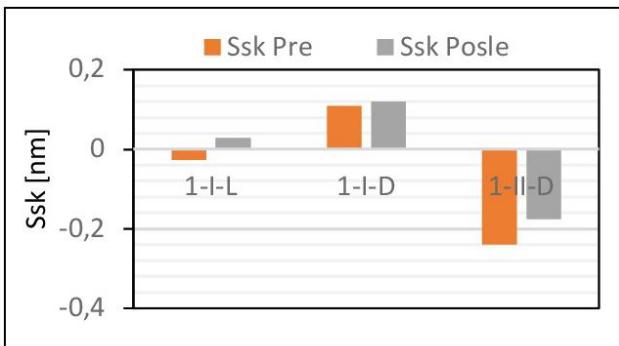
Promene parametara hrapavosti su za različite uzorce prikazene preko histograma na Slici 3. Odatle se može videti da uzorak 1 nakon izlaganja korozionom medijumu ima nešto nižu vrednost parametra  $Sa$  i manju devijaciju, što je u suprotnosti sa rezultatima istraživanja [6]. Za isti uzorak vidljivo je i smanjenje parametara  $Ssk$  i  $S10z$  što se zapravo pripisuje lokalnoj koroziji i smanjenju određenih vrhova.

Kod uzorka 2 nakon izlaganja medijumu dolazi do povećanja vrednosti parametara  $Sa$ ,  $Ssk$ ,  $S10z$ , što je u saglasnosti sa rezultatima istraživanja [6].

Blago povećanje parametra  $S10z$  i prelaz  $Ssk$  iz negativnog u pozitivan ukazuje na to da prilikom korozije dolazi izražene promene polariteta površine. Povećanje vrednosti parametra  $Ssk$  je značajno i ono ukazuje na to da prilikom korozije, gubitak materijala nije ujednačen na celoj površini. Ono je manje izraženo u dubokim mikro-risevima a na površini dolazi do nastanka novih ispuštenja koja uvećavaju vrednosti parametra  $Ssk$  (u pozitivnom smeru). Kod uzorka 3, nakon izlaganja medijumu dolazi do blagog smanjenja parametara  $Sa$ ,

$S10z$  i  $Ssk$ . Slično kao i kod prethodnog uzorka, smanjenje vrednosti  $Ssk$  parametra ukazuje na to da se gubitak materijala intenzivnije dešava na površini bez riseva i da dolazi do nastanka većeg broja uzvišenja. Ova činjenica nameće zaključak da određene faze u materijalu na površini, van riseva, manje korodiraju i manje se rastvaraju u ispitivanom medijumu. Odnosno one su otpornije na koroziju.

Kada se porede promene parametara hrapavosti ( $Sa$ ,  $Ssk$ ,  $S10z$ ) usled korozije može se uočiti velika razlika između različitih medijuma. Tako veštačka pljuvačka (Uzorak 1) izaziva najmanja promenu ovih parametra a nešto agresivniji medijumpredstavlja EludrilClassic (Uzorak 3). Najveće razlike parametrima pre i nakon korozije su uočene za slučaj izlaganja medijumu Aquafresh my big teeth (Uzorak 2).



Slika 4.  $Ssk$  parametar hrapavosti, određen na površinama od  $10 \times 10 \mu\text{m}$ , indentičnih lokacija pre i posle korozionih testova, Uzorak 1

Na slici 3. ustanovljeno je da se sve devijacije srednjih vrednosti parametara hrapavosti, izuzev devijacije parametra hrapavosti  $Ssk$  kod uzorka 2, značajno preklapaju. Stoga se postavlja pitanje značajnosti (signifikantnosti) uočenih razlika pa samim time i dobijenih rezultata.

Međutim, iz razloga što su se promene pratile na identičnoj mikro-lokaciji, pre i nakon izlaganja korozionom medijumu, moguće je izvršiti adekvatno poređenje rezultata. Kao primer toga na slici 4 prikazana je promena  $Ssk$  parametra na uzorku 1 pre i nakon izlaganja medijumu na indentičnim lokacijama od  $10 \times 10 \mu\text{m}$ . U zavisnosti od lokacije primetna je velika oscilacija u ovom parametru po uzorku, međutim za sve lokacije je uočen trend porasta vrednosti ovog parametra.

To nedvosmisleno ukazuje na generalni trend kod ovog uzorka, koji se kod prikaza srednjih vrednosti  $Ssk$  ne može statistički potvrditi zbog velike razlike u nano-hrapavosti (parametru  $Ssk$ ) na različitim lokacijama po uzorku. Identično ponašanje je utvrđeno i za većinu ostalih uzoraka i merenja.

#### 4. ZAKLJUČAK

Na osnovu sprovedenog istraživanja korozije Ni-Ti ortodontske žice u različitim medijumima mogu se izvesti sledeći zaključci:

- Topografija površine ispitivanih žica od Ni-Ti legure je prilično ujednačenog karaktera. Zbog postojanja mikro-riseva površine su negativnog polariteta a parametri hrapavosti ispitivanih

ortodontskih žica su prilično ujednačeni na kod svih uzoraka.

- Uočeno je da se mikro topografija površine uzorka značajno menja u svim korozionim testovima.
- Mogućnost merenje topografije iste oblasti na uzorku nudi višestruke prednosti u oceni korozije: eliminiše se uticaj različite hrapavosti površine uzorka na rezultate eksperimenta, dobija se mogućnost praćenja dejstva korozije na tačno određenoj lokaciji i mogu se izolovano posmatrati efekti na različite parametre hrapavosti koji su uzrokovani korozijom.
- Korozija u Ni-Ti žice se u veštačkoj pljuvački pretežno odvija na površinama izloženijim korozionom medijumu, dok je u dolinama (risevima) ona menje izražena.
- Korozija u sredstvu za ispiranje usta Aquafresh BiGTeeth je veoma intenzivn. Uzrokuje koroziju koja se pretežno odvija na ravnim i izloženijim površinama, stvarajući nova uzvišenja i menjajući polaritet površine u pozitivan.
- Korozija u sredstvu za ispiranje usta Eludril classic uzrokuje manje izraženu promenu hrapavosti ali i promenu polariteta površine.
- Kod svih uzoraka je uočeno da promene u parametrima hrapavosti, nakon uzrokovanih korozijom, nisu ujednačene na svim lokacijama po uzorli. To dovodi do zaključka da se utvrđivanje uticaja korozije na određene parametre hrapavosti može adekvatno vršiti samo na indentičnim mikro-lokacijama na uzorcima ili ispitivanjem veoma glatkih i nerealnih uzoraka.

## 5. LITERATURA

- [1] R.S. Nanda, Y. Tosun, Biomechanics in orthodontics: Principles and practice, 2010.
- [2] K. House, F. Sernetz, D. Dymock, J.R. Sandy, A.J. Ireland, Corrosion of orthodontic appliances-should we care?, Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop. Vol.133, pp.584–592, 2008.
- [3] C.M. Ogawa, K. Faltin, F.A. Maeda, C.L.F. Ortolani, R.O. Guaré, C.A.B. Cardoso, A.L.F. Costa, In vivo assessment of the corrosion of nickel–titanium orthodontic archwires by using scanning electron microscopy and atomic force microscopy, Microsc. Res. Tech., Vol. 83, pp. 928–936, 2020.

[4] K. House, F. Sernetz, D. Dymock, J.R. Sandy, A.J. Ireland, Corrosion of orthodontic appliances-should we care?, Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop. Vol 133, pp.584–592, 2008 .

[5] M. Cioffi, D. Gilliland, G. Ceccone, R. Chiesa, A. Cigada, Electrochemical release testing of nickel-titanium orthodontic wires in artificial saliva using thin layer activation, Acta Biomater. Vol. 1 pp.717–724, 2005 .

[6] S.M. Castro, M.J. Ponces, J.D. Lopes, M. Vasconcelos, M.C.F. Pollmann, Orthodontic wires and its corrosion - The specific case of stainless steel and beta-titanium, J. Dent. Sci. Vol.10, pp. 1–7, 2015.

## 6. ZAHVALNOST

Istraživanje u ovom radu je finansirano od strane Evropske komisije, Horizont 2020, grant MSCA RISE Marija Sklodovska Kiri br. 872370.

*Research in this paper has received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under the Marie Skłodowska-Curie grant agreement No. 872370.*

### Kratka biografija:



**Zoran Bobić** rođen je u Vršcu 1996. god. Master rad na Fakultetu tehničkih nauka iz oblasti Proizvodnog mašinstva odbranio je 2020.god. kontakt: zoran.bobic57@gmail.com



**Bojan Petrović** rođen je 1975. god. rođen u Beogradu, Doktorirao je na Stomatološkom Fakultetu, Beograd 2010. god., a od 2017. je u zvanju vanredni profesor, Oblast interesovanja: dečja i preventivna stomatologija.



**Sanja Kojić** rođena je 1985. god. u Zrenjaninu, Master rad iz oblasti Elektronike je odbranila je na Fakultetu tehničkih nauka 2010. god., a od 2019. god. je u zvanju asistent. Oblast interesovanja: mikrofluidika, fleksibilna, tekstilna i nanoelektronika.



**Pal Terek** rođen je u Novom Sadu 1983. god Doktorirao je na Fakultetu tehničkih nauka 2016. god., a od 2017. je u zvanju docenta, Oblast interesovanja su mu tehnologije livenja, inženjerstvo površina, nanotehnologije, biomedicinsko inženjerstvo.