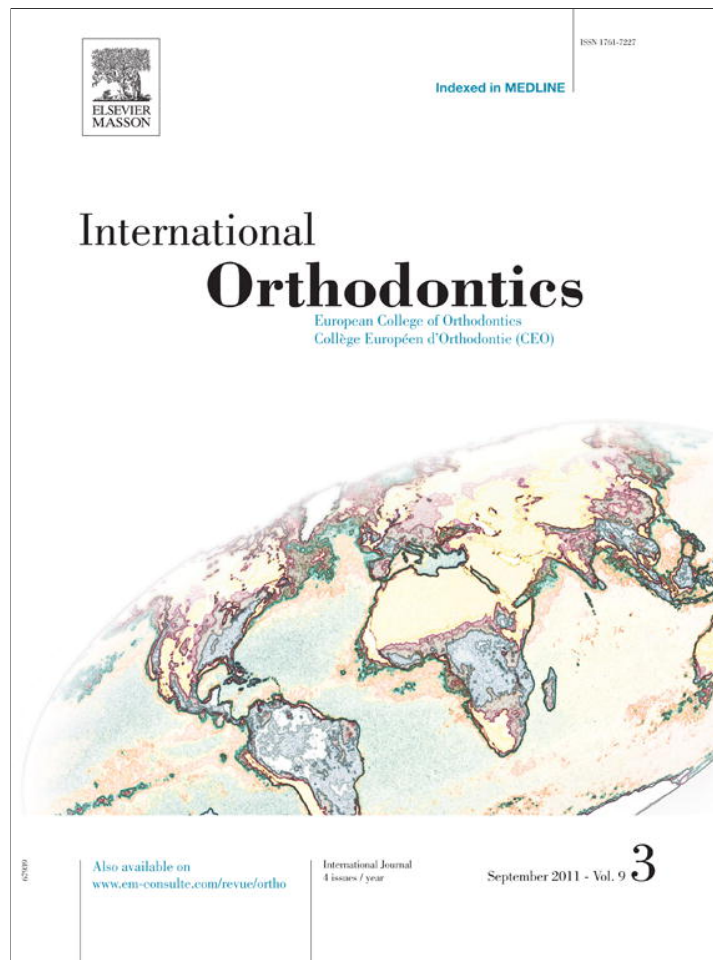


Provided for non-commercial research and education use.
Not for reproduction, distribution or commercial use.



This article appeared in a journal published by Elsevier. The attached copy is furnished to the author for internal non-commercial research and education use, including for instruction at the authors institution and sharing with colleagues.

Other uses, including reproduction and distribution, or selling or licensing copies, or posting to personal, institutional or third party websites are prohibited.

In most cases authors are permitted to post their version of the article (e.g. in Word or Tex form) to their personal website or institutional repository. Authors requiring further information regarding Elsevier's archiving and manuscript policies are encouraged to visit:

<http://www.elsevier.com/copyright>

Original article
Article original

Effect of eliminating the residual fluoride gel on titanium bracket corrosion

Impact de l'élimination du gel fluoré résiduel sur la corrosion des attaches en titane

Elie S. KHOURY^a, Maher ABOUD^b, Nayla BASSIL-NASSIF^a, Joseph BOUSERHAL^{a,*}^aDepartment of Orthodontics, School of Dentistry, Saint Joseph University, Beirut, Lebanon^bDepartment of Chemistry, Faculty of Science, Saint Joseph University, Beirut, Lebanon

Available online: 7 September 2011 / Disponible en ligne : 7 septembre 2011

Summary

Introduction: Fluoride ions, in long-term applications on titanium brackets, cause their corrosion. Fluoride gel used for caries prevention during orthodontic treatment has a very high concentration in fluoride ions, and therefore has the potential for causing bracket corrosion. The main aim of this study was to determine the effect of eliminating the residual fluoride gel, by rinsing it, on the corrosion of titanium brackets. The secondary aim was to evaluate the corrosion of titanium brackets in the presence of fluoride gel.

Methods: One hundred titanium brackets were divided into five groups of 20 brackets each. Group 1 being the control group, the rest of the groups were immersed in fluoride gel: Group 2 for 4 minutes and kept for 30 minutes with the residual fluoride gel on; Group 3 for 4 minutes followed by immediate water rinsing; Group 4 for 12 minutes and kept for 90 minutes with the residual fluoride gel on and Group 5 for 12 minutes followed by immediate water rinsing. All groups were rinsed then dried, for 20 hours, using Silica gel in a desiccator maintained at 37 °C before testing.

Results: Gravimetric results and SEM analysis showed no significant difference between Groups 2, 3 and 5 compared to each other and to the control group. Only Group 4 showed significant weight loss and pitting corrosion in four of the 20

Résumé

Introduction : Dans les applications à long terme de produits fluorés, les ions fluor provoquent la corrosion des attaches orthodontiques en titane. Le gel fluoré, utilisé pour la prévention des caries pendant le traitement orthodontique, a une teneur très élevée en ions fluor et, par conséquent, est susceptible de provoquer la corrosion de ces attaches en titane. L'objectif principal de cette étude a été de déterminer l'effet produit par l'élimination, par rinçage, du gel fluoré résiduel sur la corrosion des attaches en titane. L'objectif secondaire était de chercher à évaluer la quantité de corrosion de ces attaches en présence du gel fluoré.

Méthodes : Cent attaches en titane ont été réparties en cinq groupes de 20 chacun. Le groupe 1 était le groupe témoin ; les autres groupes ont été immergés dans du gel fluoré : le groupe 2, immersion pendant quatre minutes et maintien pendant 30 minutes revêtu du gel fluoré résiduel ; le groupe 3, immersion pendant quatre minutes suivie d'un rinçage immédiat à l'eau claire ; le groupe 4, immersion pendant 12 minutes et maintien avec le gel résiduel pendant 90 minutes et le groupe 5, immersion pendant 12 minutes suivie d'un rinçage immédiat à l'eau claire. Tous les groupes ont été rincés, puis séchés pendant 20 heures à l'aide d'un gel de Silice dans un dessiccateur à 37 °C avant d'être testés.

Résultats : Les résultats gravimétriques et l'analyse MEB n'ont montré aucune différence significative entre les groupes 2, 3 et 5 comparés au groupe témoin. Seul le groupe 4 a montré une perte de poids significative et des puits de corro-

* Correspondence and reprints / Correspondance et tirés à part :
Joseph BOUSERHAL, PO Box 16, 6096 Beirut, Lebanon.
e-mail address / Adresse e-mail : jbs.orthodontics@gmail.com

brackets. In sliding resistance, no significant difference was detected between any of the groups.

Conclusions: Short time applications of fluoride gel do not affect sliding resistance of titanium brackets. No titanium corrosion was detected for one application of concentrated fluoride gel and some brackets showed pitting corrosion for three applications. The rinsing of residual fluoride gel eliminates completely the risk of bracket corrosion.

© 2011 CEO. Published by Elsevier Masson SAS. All rights reserved

Key-words

- Titanium brackets.
- Fluoride gel.
- Corrosion.

Introduction

For five decades stainless steel (SS) brackets have been the most commonly used appliances for modern orthodontics. Typically, these brackets contain 8 to 25% nickel (Ni) and the brazing alloys that attach the mesh to the base of some brackets contain as much as 84% Ni [1,2]. Unfortunately, localized corrosion of these materials can frequently occur in the hostile oral cavity with its mixture of aggressive enzymes, microbes and acids, especially that SS has low corrosion resistance in a solution containing aggressive chloride ions [3,4].

Although iron, chromium and Ni are the major corrosion products of SS [3], only Ni has received the most attention because of its hazardous effects.

By the mid 1990s, Ni was accepted to be a common source of contact dermatitis [5–7] and nickel chloride solutions greater than 2 mmol/L were found to reduce by more than 50% the viability and DNA synthesis of fibroblasts [3]. Awareness of this problem led to a European legislation limiting the use of Ni in manufactured products that contact the skin and other tissues [6–8].

To meet the growing demand for Ni-free products, titanium (Ti) brackets have been recently introduced as alternative to SS brackets [9–11]. The Pourbaix diagram [12] shows that commercially pure Ti is the most passive metal available for implants and explants. Therefore, Ti has proven to be biocompatible and very resistant to corrosion in saliva at all pH ranges [12]. This is due to a thin stable oxide layer (TiO₂) that instantly forms on Ti surface when exposed to air [13–17], which makes it the metal of choice to replace SS. The

tion sur quatre des 20 attaches. Au niveau de la résistance au glissement, aucune différence significative n'a été relevée dans aucun des groupes.

Conclusions: Des applications de courte durée d'un gel fluoré n'ont aucun effet sur la résistance au glissement des attaches en titane. Aucune trace de corrosion n'a été relevée sur ces attaches après une application d'un gel fluoré concentré et certaines attaches ont montré des signes de corrosion après trois applications. Le rinçage du gel fluoré résiduel élimine complètement les risques de corrosion des attaches en titane.

© 2011 CEO. Édité par Elsevier Masson SAS. Tous droits réservés

Mots-clés

- Attaches en titane.
- Gel fluoré.
- Corrosion.

Introduction

Depuis plusieurs décennies, les attaches en acier inoxydable (SS) sont les dispositifs les plus utilisés en orthodontie moderne. Habituellement, ces attaches contiennent 8 à 25 % de nickel (Ni) et les alliages de brasage qui fixent la maille à la base de certaines attaches contiennent jusqu'à 84 % de Ni [1,2]. Cependant, une corrosion de ces matériaux se produit fréquemment dans le milieu buccal, du fait de la présence agressive d'enzymes, de microbes et d'acides, d'autant plus que le SS possède une résistance à la corrosion assez faible dans une solution contenant des ions chlorure [3,4].

Bien que les produits de corrosion les plus importants du SS soient le fer, le chrome et le Ni [3], seul le Ni a été l'objet de beaucoup d'intérêt de la part des chercheurs en raison de ses effets secondaires.

Dès le milieu des années 1990, le Ni a été reconnu comme étant l'une des sources les plus fréquentes de la dermatite de contact [5–7] d'autant qu'il est reconnu que les solutions de chlorure de Ni supérieures à 2 mmol/L réduisent de plus de 50 % la viabilité et la capacité de synthèse des ADN fibroblastiques [3]. La prise de conscience de ces problèmes a abouti à des textes législatifs européens limitant l'utilisation du Ni dans les produits manufacturés entrant en contact avec la peau et d'autres tissus [6–8].

Pour faire face à la demande croissante en produits sans Ni, les attaches en titane (Ti) ont récemment été commercialisées comme étant une alternative aux attaches en SS [9–11]. Le diagramme de Pourbaix [12] montre que le Ti commercialement pur constitue le métal le plus passif actuellement disponible pour les implants et les explants. Il a été démontré, par conséquent, qu'en présence de salive, le Ti est biocompatible et très résistant à la corrosion à toutes les valeurs de pH [12] en raison de la stabilité de la fine couche d'oxyde de Ti (TiO₂)

performance of Ti brackets has proven to be comparable to SS brackets in sliding and torque resistance [2,18–21], making Ti clinically competitive to SS.

However, it has been proven, in previous *in vitro* studies, that concentrated fluoride attacks the Ti protective layer (TiO_2) causing its corrosion [22–28]. These studies were mostly done on Ti plates and only few tested Ti brackets. Schiff et al. [26] studied electrochemically the corrosion resistance of three types of orthodontic brackets, cobalt-chrome (CoCr), SS and Ti, in three different fluoride mouthwashes. Brackets were immersed in the three test solutions for 2 months and reexamined by SEM. All three mouthwashes had little effect on the CoCr brackets, but the stannous fluoride in one mouthwash caused considerable corrosion of the Ti and SS brackets. Harzer et al. [25] studied the *in vivo*, corrosion of Ti brackets with fluoride acid toothpaste and tea on 18 orthodontic patients. These brackets were taken out after 7.5 to 17 months and compared to each other using SEM, that showed pitting and crevices due to corrosion in 3 of the 165 Ti brackets tested.

As we know, fluoride is essential and irreplaceable for controlling tooth decay and maintaining a perfect oral hygiene, as patients with fixed orthodontic appliances have higher risk for dental caries [29,30]. This mineral helps prevent caries and repairs teeth in the very early microscopic stages of the disease [31–34]. Topical fluoride is applied directly on the teeth by a daily two times tooth brushing and mouthwash at home and especially by applying, for 4 minutes, a concentrated fluoride gel, once every 6 months at the dental clinic [31,35–39].

Normally high fluoride toothpaste contains 1500 parts per million (ppm) fluoride ion, commercial fluoride mouthwash around 230 ppm fluoride ion [31], and fluoride gel contains the highest concentration of fluoride as it includes 1.23% of acidulate phosphate fluoride (APF) containing 12,300 ppm fluoride ion or 2% of sodium fluoride containing 9050 ppm fluoride ion [36].

Fluoride gel is applied every 6 months as recommended by the ADA, the HAS and the AFSSAPS in order to obtain a good decay protection [31,35–39]. During a 2-year orthodontic treatment, patient must have gel application at the beginning of treatment before bonding the brackets, at 6, 12 and 18 months with the brackets on, and at the end of treatment after the brackets are taken off. So for an average orthodontic treatment, a patient will have three applications of fluoride gel with the brackets on. A successful clinical fluoride gel application is obtained by putting a small but sufficient quantity of

qui se forme instantanément à sa surface lorsque celui-ci est exposé à l'air [13–17]. Cela fait du Ti le métal de choix pour remplacer le SS. En matière de mécanique de glissement et de résistance au torque, la performance des attaches en Ti s'est avérée être comparable à celle en SS [2,18–21], ce qui place le Ti cliniquement à égalité avec le SS.

Néanmoins, il a été démontré, dans des études *in vitro*, que le fluor concentré attaquait la couche protectrice du Ti (TiO_2) provoquant sa corrosion [22–28]. La majorité de ces recherches ont été réalisées sur des plaques en Ti, quelques-unes seulement ont utilisé des attaches en Ti. Schiff et al. [26] ont étudié la résistance à la corrosion de trois types d'attaches orthodontiques, les cobalt-chrome (CoCr), les SS et les Ti, dans trois bains de bouche fluorés différents. Les attaches ont été plongées dans les trois solutions d'essai pendant deux mois et réétudiées par MEB. Les trois bains de bouche n'avaient que peu d'effet sur les attaches en CoCr. En revanche, dans une des solutions, le fluorure d'étain a provoqué une corrosion considérable des attaches en Ti et en SS. Harzer et al. [25] ont étudié *in vivo* la corrosion des attaches en Ti engendrée par le dentifrice fluoré acidifié et le thé chez 18 patients en orthodontie. Ces attaches ont été déposées de la bouche des patients après 7,5 à 17 mois de traitement et comparées par MEB. Les résultats ont fait état de fissures et de puits dû à la corrosion dans trois des 165 attaches en Ti étudiées.

Il est reconnu que le fluor est essentiel et irremplaçable pour lutter contre les caries et maintenir une hygiène buccale parfaite puisque les patients munis d'appareils orthodontiques fixes courent un risque plus élevé de caries dentaires [29,30]. Ce minéral contribue à prévenir les caries et répare les dents atteintes dès les tous premiers stades microscopiques de la maladie carieuse [31–34]. Les traitements fluorés par application topique se font à deux niveaux. Le premier niveau, effectué à la maison, consiste en un brossage dentaire suivi d'un bain de bouche, tous deux réalisés bi-quotidiennement, tandis que le deuxième niveau consiste en l'application, pendant quatre minutes, d'un gel fluoré concentré, une fois tous les six mois au cabinet dentaire [31,35–39].

Normalement, un dentifrice à haute teneur en fluor contient 1500 parts par million (ppm) d'ions fluor et un bain de bouche fluoré commercial autour de 230 ppm d'ions fluor. Le gel fluoré contient la concentration la plus forte en fluor puisqu'il comprend 1,23 % de fluorure de phosphate acidulé (FPA), qui contient 12 300 ppm d'ions fluor ou 2 % de fluorure de sodium, qui contient 9050 ppm d'ion fluor [36].

Le gel fluoré est appliqué tous les six mois selon les recommandations de l'ADA, de la HAS et de l'Afssaps afin d'obtenir une protection efficace contre les caries [31,35–39]. Pendant un traitement orthodontique de deux ans, le patient doit recevoir une application du gel en début de traitement avant le collage des attaches, ensuite à six, 12 et 18 mois avec les attaches en place, et en fin de traitement après dépose de l'appareil. Ainsi, lors d'un traitement orthodontique durée moyenne, le patient recevra trois applications de gel fluoré avec les attaches en bouche. Pour qu'il soit efficace cliniquement, le

gel in a specific tray and applying it on the teeth for 4 minutes. After removing the tray, the patient is directed to spit any remaining gel from the mouth and is instructed not to rinse, drink, eat or smoke for at least 30 minutes to keep the effect of the residual gel [31,35–37].

We were interested in studying the effect of the fluoride gel on Ti brackets, as it has the highest concentration in fluoride and is considered to be the most effective means of topical fluoride treatment. We found no studies in the literature evaluating the effect of this gel on Ti brackets, especially for short period applications as done clinically and recommended by the manufacturer.

The purposes of this study were:

- to evaluate the effect of rinsing the residual fluoride gel on the corrosion of Ti brackets, gravimetrically, by SEM analysis and by friction resistance analysis;
- to determine the quantity of Ti lost by corrosion for one, and for three fluoride gel applications using the same tests.

Material and methods

One hundred Ormco Ti brackets, Orthos 2, were used. Each bracket consists of two parts, the base made of pure Ti grade II and the wings made of Ti alloys $TiAl_6V_4$ joined together by laser welding [11]. The brackets, all maxillary premolars, had the same dimensions measured with a digital caliper (mean of: width = 0.168" [4.27 mm], length = 0.173" [4.39 mm] and thickness = 0.024" [0.61 mm]), and the same information Roth .022 × .028" (angulation: 0, rotation: 0 and torque: -6°).

The brackets were randomly divided into five groups of 20 each. Group 1 was the control group. Group 2 was immersed for 4 minutes in fluoride gel and kept for 30 minutes with the residual fluoride gel on (one application). Group 3 was immersed for 4 minutes in fluoride gel, followed by immediate water rinsing. Group 4 was immersed for 12 minutes in fluoride gel and kept for 90 minutes with the residual fluoride gel on (three applications as done for an average 2-year orthodontic treatment, under ADA, HAS and Afssaps recommendations). Finally, Group 5 was immersed for 12 minutes in fluoride gel followed by immediate water rinsing.

To be easily recognized the brackets were numbered and the groups marked. In each group a number from 0 to 9 was engraved on the bondable side of the first 10 brackets randomly chosen and the last 10 had the same numbers with an identical distinguished mark placed on the lower left wing. All

gel fluoré devrait être étalé en quantité minimale mais suffisante dans une gouttière appropriée appliquée sur les dents pendant quatre minutes. Une fois la gouttière enlevée, le patient doit cracher l'excès de gel et ne pas rincer sa bouche, boire, manger ou fumer pendant au moins 30 minutes afin de garantir l'effet optimal du gel résiduel [31,35–37].

Nous avons cherché à étudier l'effet du gel fluoré sur les attaches en Ti puisque ce gel contient la teneur la plus élevée en fluor et qu'il est le produit le plus efficace en matière de traitement fluoré par application topique. Nous n'avons trouvé aucune étude dans la littérature qui évalue l'effet de ce gel sur les attaches en Ti, surtout lors d'applications de courte durée comme celles réalisées au cabinet orthodontique et recommandées par les fabricants.

Les objectifs de cette étude étaient :

- d'évaluer l'effet du rinçage du gel fluoré résiduel sur le taux de corrosion des attaches en Ti, par gravimétrie, analyse MEB et analyse de la résistance à la friction ;
- de déterminer la quantité de Ti perdue par la corrosion suite à une application et à trois applications de gel fluoré utilisant les mêmes méthodes d'évaluation.

Matériel et méthode

Cent attaches en Ti (Orthos 2, Ormco) ont été utilisées. Chaque attache comprenait deux parties : la base fabriquée en Ti pur de grade II et les ailettes fabriquées en alliage de Ti $TiAl_6V_4$. Les deux éléments étaient reliés par une soudure au laser [11]. Les attaches, toutes des prémolaires maxillaires, avaient les mêmes dimensions, mesurées par un pied à coulisse numérique : (largeur moyenne = 0,168" [4,27 mm], longueur = 0,173" [4,39 mm] et épaisseur = 0,02" [0,61 mm]), ainsi que la même information Roth 0,022 × 0,028" (angulation : 0, rotation : 0 et torque : -6°).

Les attaches étaient divisées aléatoirement en cinq groupes de 20 attaches chacun. Le groupe 1 (G1) était le groupe témoin. Le groupe 2 (G2) a été immergé pendant quatre minutes dans un gel fluoré et maintenu pendant 30 minutes revêtu du gel fluoré résiduel (une seule application de gel). Le groupe 3 (G3) a été immergé pendant quatre minutes dans le gel fluoré, suivi immédiatement d'un rinçage à l'eau de la seringue dentaire. Le groupe 4 (G4) a été immergé pendant 12 minutes dans le gel fluoré et maintenu pendant 90 minutes revêtu de gel fluoré résiduel (trois applications de gel correspondant au traitement orthodontique moyen de deux ans, selon les recommandations de l'ADA, de la HAS et de l'Afssaps). Enfin, le groupe 5 (G5) a été immergé pendant 12 minutes dans le gel fluoré suivi d'un rinçage immédiat du gel résiduel à l'eau de la seringue dentaire.

Afin d'être facilement identifiables, les attaches ont été numérotées et les groupes marqués d'un signe distinctif. Dans chaque groupe, un chiffre entre 0 et 9 a été gravé sur l'intrados des premières dix attaches choisies au hasard et les dix attaches suivantes portaient les mêmes chiffres avec une

marks and numbers were made by the same operator using the same small round diamond bur.

The fluoride gel used was the Strawberry flavored Denti-Care (manufactured for A.R. Medicom, Montreal, Canada, and Buffalo, NY, USA) composed of 1.23% APF containing 12,300 ppm fluoride ion. The gel had an optimized low pH of 6, for better penetration.

All groups were rinsed, first in an ultrasonic 95% ethanol bath for 5 minutes then in a distilled water bath for another 5 minutes. Afterwards, brackets were dried for 20 hours using Silica gel in a desiccator maintained at 37 °C. Finally, the brackets were preserved at ambient temperature for 30 minutes then weighed, in random order, using a microgram sensitive digital scale ("Metler Toledo" Thermo Finnigan, Italy) (*fig. 1*). All brackets were ligatured, by the same operator, with a .010" (.254 mm) metallic ligature (Unitek/3 M) simulating the clinical reality, and attached to a .036" (0.9 mm) round base, making each group a single entity (*fig. 2*). Metallic ligature creates a zone of retention for the fluoride gel as it would in the mouth. All brackets were treated in order to simulate the in vivo situation.

The 20 brackets of Group 2 were immersed together in a receptacle containing fluoride gel for 4 minutes then placed for 30 minutes in a humid hermetically closed environment maintained at 37 °C, simulating clinical conditions in the mouth. After taking them out, the brackets were immediately rinsed for 5 minutes to eliminate the residual gel using the dental chair syringe water and then dried for another 5 minutes with oil-free air of the dental chair syringe (air pressure 3.5 Bar).

The 20 brackets of Group 3 were immersed together in a receptacle containing fluoride gel for 4 minutes then rinsed immediately after, for 5 minutes to eliminate the residual gel,

marque distinctive sur l'ailette inférieure gauche. Toutes les marques et tous les chiffres ont été effectués par le même opérateur à l'aide de la même petite fraise ronde diamantée. Le gel fluoré utilisé était de la marque Denti-Care parfumé à la fraise (fabriqué pour R. Medicom, Montréal, Canada, et Buffalo, NY, États-Unis). Il comprenait 1,23 % de fluorure de phosphate acidulé (FPA) contenant 12 300 ppm d'ions fluor. Le gel avait un pH = 6 légèrement acide pour assurer une meilleure pénétration des ions fluor au niveau de l'émail.

Tous les groupes ont été rincés, d'abord dans un bain ultrasonique d'éthanol à 95 % pendant cinq minutes, suivi d'un bain d'eau distillée durant cinq minutes supplémentaires. Les attaches ont été ensuite séchées pendant 20 heures à l'aide d'un gel de Silice dans un dessiccateur à 37 °C. Enfin, les attaches ont été maintenues à température ambiante pendant 30 minutes avant d'être pesées, dans un ordre aléatoire, au moyen d'une balance numérique sensible au microgramme près (« Mettler Toledo » Thermo Finnigan, Italie) (*fig. 1*). Toutes les attaches ont été ligaturées par le même opérateur à l'aide de ligatures métalliques de 0,010" (0,254 mm) de diamètre (Unitek/3M) afin de simuler les conditions cliniques réelles, et consolidées à une base ronde de 0,036" (0,9 mm) de diamètre pour que chaque groupe forme une entité unique (*fig. 2*). Toutes les attaches ont été traitées afin de simuler la situation in vivo.

Les 20 attaches du G2 ont été immergées dans un récipient contenant du gel fluoré pendant quatre minutes avant d'être transférées durant 30 minutes dans un milieu humide hermétiquement fermé maintenu à 37 °C afin de simuler les conditions buccales réelles. Les attaches ont été ensuite immédiatement rincées pendant cinq minutes pour éliminer le gel résiduel en utilisant la seringue à eau du fauteuil dentaire. Enfin, elles ont été séchées pendant cinq minutes avec l'air exempt d'huile de la seringue du fauteuil (pression barométrique : 3,5 bars)

Les 20 attaches du G3 ont été immergées ensemble dans un récipient contenant du gel fluoré pendant quatre minutes. Ensuite, elles ont été immédiatement rincées à l'eau de la

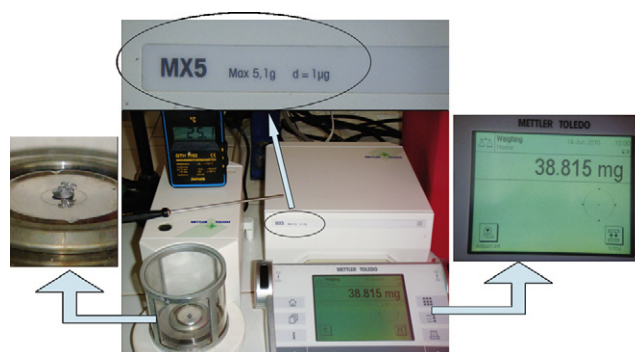


Fig. 1: Weighing of the brackets using the microgram sensitive scale at around 25 °C constant temperature.

Fig. 1 : Pesée des attaches utilisant une balance sensible au microgramme près à une température constante d'environ 25 °C.

Effect of eliminating the residual fluoride gel on titanium bracket corrosion
Impact de l'élimination du gel fluoré résiduel sur la corrosion des attaches en titane



Fig. 2: Brackets of Group 3 attached by .010" metallic ligatures to a .036" round base, making it a single entity.

Fig. 2 : Les attaches du groupe 3 ligaturées avec du fil métallique en 0,010" à leur base ronde en 0,036", pour constituer une seule entité solidaire.

and dried for 5 minutes with the same oil-free air of the dental chair syringe.

The 20 brackets of Group 4 were immersed together in the fluoride gel for 12 minutes then placed for 90 minutes in the same humid hermetically closed environment maintained at 37 °C followed by rinsing for 5 minutes and then drying for the same time (identical procedure as Group 2).

The 20 brackets of Group 5 were immersed together in the fluoride gel for 12 minutes, rinsed for 5 minutes and then dried for another 5 minutes (same procedure as Group 3).

The ligatures were then eliminated for the 5 groups (with the control group) by loosening them without using a ligature cutter in order to avoid any damage to the brackets. The 20 brackets of each group were placed together in a new receptacle marked with the group number. All were then rinsed in an ultrasonic bath of distilled water for 5 minutes then dried, for 20 hours, using Silica gel in a desiccator maintained at 37 °C.

seringue dentaire pendant cinq minutes afin d'éliminer le gel résiduel avant d'être séchées pendant cinq minutes avec la même source d'air exempt d'huile du fauteuil dentaire.

Les 20 attaches du G4 ont été immergées ensemble dans le gel fluoré pendant 12 minutes avant d'être transférées pendant 90 minutes dans le même milieu humide hermétiquement fermé maintenu à 37 °C. Enfin, elles ont été rincées pendant cinq minutes avant d'être séchées durant cinq minutes (procédure identique à celle du G2).

Les 20 attaches du G5 ont été immergées ensemble dans le gel fluoré pendant 12 minutes, puis immédiatement rincées durant cinq minutes avant d'être séchées pendant cinq minutes (procédure identique à celle du G3).

Ensuite, les ligatures ont été déposées dans les cinq groupes (le groupe témoin inclus) en les desserrant sans utiliser une pince coupante afin d'éviter d'endommager les attaches. Les 20 attaches de chaque groupe ont été placées ensemble dans un nouveau récipient portant le numéro du groupe. Ensuite, toutes les attaches ont été rincées pendant cinq minutes dans un bain à ultrasons rempli d'eau distillée, avant d'être séchées pendant 20 heures à l'aide d'un gel de silice dans un dessiccateur maintenu à 37 °C.

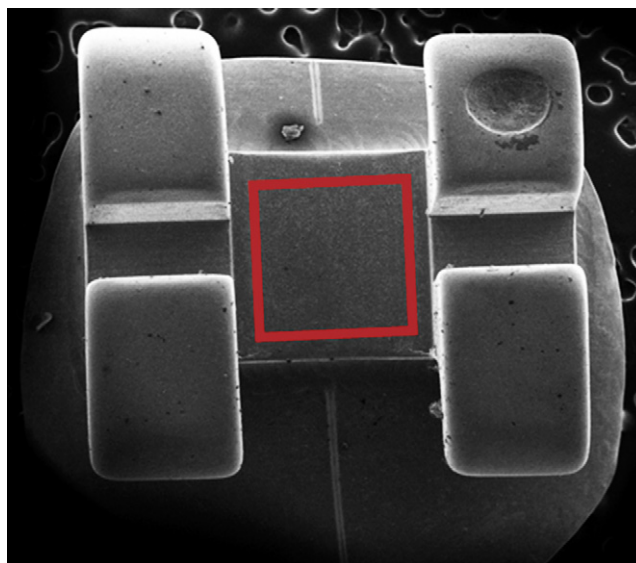


Fig. 3: Red square shows the predetermined region of study using SEM.

Fig. 3 : Le carré rouge indique la région prédéterminée d'étude par MEB.

Brackets were preserved at ambient temperature for 30 minutes before being randomly weighed again using the same digital scale. The difference between the initial and the final weighing was calculated for each bracket. The mean value of the difference was calculated for each group and was compared using the appropriate statistical tests to determine any significant difference.

Brackets were then studied using SEM and the images were obtained on a predetermined region of the base between the wings (*fig. 3*). SEM conditions were:

- 5.1×10^{-6} Pa vacuum conditions;
- 20 KV accelerating voltage;
- 100 μ A beam current;
- ultrathin sampling window on the SiLi Pioneer detector;
- 100 s acquisition time;
- 10–20% dead time.

The SEM used was the FEI (Quanta 600 FEG, Hillsboro, USA). The brackets were also tested for surface element analysis in order to detect any residual fluoride corrosion product that can alter the calculation of weight loss. Finally, and after SEM analysis, brackets were coupled with a $.019 \times .025$ " SS wire (resilient rectangular, Unitek/3M) and tested for friction resistance. Each bracket was fixed with cyanoacrylate glue onto an acrylic block. A $.021 \times .025$ " SS wire was inserted in the bracket slot to make it parallel to the borders of the acrylic bloc while the glue hardened. Before each test, the bracket-wire couples were cleaned with ethanol and the wires were

Les attaches ont été conservées à température ambiante pendant 30 minutes avant d'être pesées à nouveau, aléatoirement, en utilisant la même balance numérique. La différence entre les poids initial et final a été calculée pour chaque attache. La valeur moyenne de la différence a été calculée pour chaque groupe et comparée au groupe témoin en utilisant les tests statistiques appropriés afin de déterminer l'existence ou pas d'une différence significative.

Ensuite, les attaches ont été étudiées par MEB et les images ont été obtenues pour une région prédéterminée, au niveau de la base entre les ailettes (*fig. 3*). Les paramètres du MEB étaient les suivants :

- vide : $5,1 \times 10^{-6}$ Pa ;
- voltage d'accélération : 20 KV ;
- courant de faisceau : 100 μ A ;
- fenêtre d'échantillonnage ultramince sur le détecteur SiLi Pioneer ;
- temps d'acquisition : 100 s ;
- temps mort : 10–20 %.

Le MEB utilisé était la FEI, Quanta 600 FEG, Hillsboro, États-Unis. Les attaches ont été testées aussi par une analyse élémentaire aux spectres de rayons X (ED Spectra) pour l'analyse des éléments de surface en utilisant le même MEB afin de détecter la présence éventuelle de produits résiduels de corrosion fluorés qui pourraient modifier le calcul de la perte de poids. Enfin, et après l'analyse MEB, chaque attache a été couplée à un fil en SS de dimension $0,019 \times 0,025$ " (rectangulaire résilient, Unitek, 3M) et testée par mécanique de glissement pour sa résistance à la friction. Chaque attache a été collée avec un adhésif cyanoacrylate sur un bloc en

Effect of eliminating the residual fluoride gel on titanium bracket corrosion
Impact de l'élimination du gel fluoré résiduel sur la corrosion des attaches en titane

fixed in the slot with elastomeric rings (Alastik Easy-To-Tie ligatures Unitek/3 M).

All tests were executed in the dry state at room temperature (25 °C). The elastomeric rings were placed immediately before each test to avoid ligature force decay. A total of 100 bracket-wire samples were studied (the 20 brackets of the five groups) and each bracket was tested once, and each wire was drawn through one bracket only, to eliminate the influence of wear [18]. A testing machine (Mecmesin, London, UK) with a load cell of 25 N was used. Each bracket on its acrylic bloc was mounted on a rotation steel bar that eliminates the -6° torque in order to cancel the friction induced by torsion

acryl. Un fil en SS de $0,021 \times 0,025$ " a été introduit dans la gorge de l'attache afin de la positionner parallèlement aux marges du bloc acrylique pendant le durcissement de la colle. Avant chaque test, les attaches et les fils ont été nettoyés à l'éthanol. Les fils ont été sécurisés dans la gorge des attaches à l'aide de ligatures élastomériques (Alastik Easy-To-Tie ligatures Unitek/3M).

Tous les tests ont été exécutés à l'état sec et à température ambiante (25 °C). Les modules élastomériques ont été placés immédiatement avant chaque test afin d'éviter une diminution de la force de ligature. En tout, 100 échantillons attache-fil ont été analysés (les 20 attaches des cinq groupes), chaque attache a été testée une fois, et chaque fil a glissé dans une seule attache afin d'éliminer tout biais dû à l'usure [18]. Un appareil d'essai (Mecmesin, Londres, Royaume-Uni) avec une cellule de charge de 25 N a été utilisé. Chaque attache sur son bloc acrylique a été fixée sur une base rotative qui élimine les

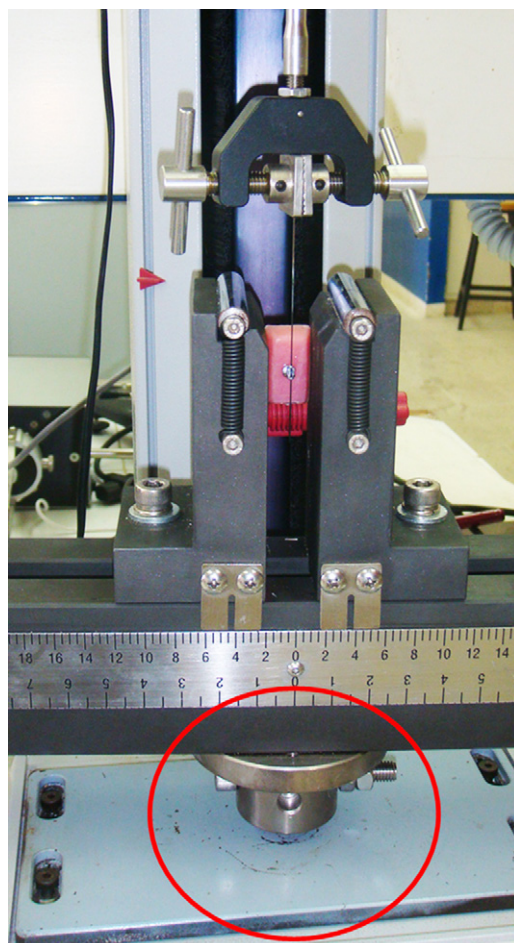


Fig. 4: Mecmesin testing machine with the rotating steel base (red square) that eliminates the -6° torque existing in the brackets.

Fig. 4 : Appareil d'essai Mecmesin avec base en acier rotative (carré rouge) qui élimine le torque -6° existant au niveau des attaches.

movement (*fig. 4*). The archwire was pulled by the crosshead of the testing machine at a speed of 12 mm/min for one minute. The force levels were transmitted to a computer and recorded on an XY diagram. The X-axis recorded time of movement in seconds and the Y-axis recorded the frictional forces in N between the bracket and the archwire. We also recorded the quantity of displacement per second and the average frictional force for the whole movement. Static friction was calculated at the initial peak of movement while kinetic friction was calculated by averaging 51 recordings, 1 second apart, on the Y-axis after the static friction peak (from 5 to 55 seconds both included).

Statistical analysis

Statistical analysis was performed using the SPSS 16 software program (SPSS Inc., Chicago). Mean (M) and standard deviation (SD) were calculated for weighing, before and after treatment and weight loss calculated for each group. Descriptive statistics (M and SD) were also calculated for static and kinetic friction resistance. The one sample Kolmogorov-Smirnov test confirmed the normality of the distribution for each variable. Paired sample T-test was used to determine if the weight loss for each group is significant. A one-way analysis of variance (Anova) was applied to determine whether any significant differences exist between the groups in weight loss and in friction resistance. Further group differences were investigated using the Scheffe multiple comparison test (post hoc tests). Significance for all statistical tests was pre-determined at $P < 0.05$.

Twenty brackets were randomly chosen of all groups and weighed twice by the same operator within a two weeks interval before treating the bracket with fluoride gel. Reliability was calculated using Intra-operator Correlation Coefficient that showed very high correlation (ICC = 0.998). The same procedure was done also after treatment and ICC showed high correlation (ICC = 0.999).

Results

Descriptive statistics are presented in **Table I**. Weighing for all groups is calculated in milligrams and difference in milligrams and micrograms. Static and kinetic frictional forces are calculated in N and then converted to grams.

Paired sample *t* tests were performed to compare the mean weight loss of each group. All groups showed statistically

–6° de torque de l'attache afin de contrer la friction induite par le mouvement de torsion (*fig. 4*). Le fil a été tracté par la traverse de l'appareil d'essai à une vitesse de 12 mm/min pendant une minute. Les forces ont été transmises à un ordinateur et enregistrées sur un diagramme XY. Le temps de mouvement a été enregistré (en secondes) sur l'axe des abscisses et les forces de friction entre l'attache et l'arc (en N) sur l'axe des ordonnées. Nous avons également enregistré la quantité de déplacement par seconde et la force frictionnelle moyenne pour l'ensemble du déplacement pour chaque couple attache-fil. La friction statique a été calculée au pic initial du mouvement alors que la friction cinétique a été obtenue en calculant la moyenne de 51 relevés, à des intervalles d'une seconde, sur l'axe des ordonnées après le pic de friction statique (de cinq à 55 secondes, les deux comprises).

Analyse statistique

L'analyse statistique a été réalisée à l'aide du logiciel SPSS 16 (SPSS Inc., Chicago). La moyenne (M) et l'écart-type (ET) ont été calculés pour chaque groupe pour les pesées effectuées avant et après le traitement au fluor, ainsi que pour la perte de poids. Les statistiques descriptives (M et ET) ont également été calculées pour la résistance à la friction statique et cinétique. Le test de Kolmogorov-Smirnov a confirmé la normalité de la distribution pour chaque variable. Le test de Student (*t*-test) pour les échantillons appariés a été utilisé afin de déterminer si la perte de poids avant/après traitement était significative dans chaque groupe. L'analyse de la variance (Anova) suivie du test de Scheffé pour comparaisons multiples (tests post hoc) ont été appliqués pour comparer les groupes testés au groupe témoin afin de déterminer s'il existe des différences significatives en termes de perte de poids et de résistance à la friction statique et cinétique. Les tests statistiques sont considérés significatifs à $p < 0,05$. Vingt attaches ont été choisies au hasard parmi tous les groupes et pesées deux fois par le même opérateur, à un intervalle de deux semaines, avant de traiter les attaches au gel fluoré. La fiabilité a été calculée en utilisant le coefficient de corrélation intra-opérateur (CCI) qui a montré une corrélation très élevée (CCI = 0,998). La même technique a été utilisée en post traitement et le CCI a montré aussi une corrélation élevée (CCI = 0,999).

Résultats

Les statistiques descriptives sont présentées dans le **Tableau I**. Les poids initial et final ont été calculés pour tous les groupes en milligrammes et la perte de poids en milligrammes et microgrammes. Les forces frictionnelles statique et cinétique ont été calculées en N et converties en grammes.

Des tests *t* à échantillons appariés ont été réalisés pour comparer la perte de poids moyenne dans chaque groupe.

Table I
Descriptive statistic for weighing, weight difference, static and kinetic friction forces for each group.
Tableau I
Statistiques descriptives détaillant les poids, les différences de poids et les forces de friction statique et cinétique pour chaque groupe.

	Group 1/ Groupe 1 (n = 20)	Group 2/ Groupe 2 (n = 20)	Group 3/ Groupe 3 (n = 20)	Group 4/ Groupe 4 (n = 20)	Group 5/ Groupe 5 (n = 20)
	Mean ± SD/ Moyenne ± DS	Mean ± SD/ Moyenne ± DS	Mean ± SD/ Moyenne ± DS	Mean ± SD/ Moyenne ± DS	Mean ± SD/ Moyenne ± DS
Before fluoride/ Avant fluoride	39.951 ± 0.376	39.542 ± 0.499	39.895 ± 0.415	39.698 ± 0.290	39.668 ± 0.515
After fluoride/ Après fluoride	39.949 ± 0.377	39.540 ± 0.501	39.893 ± 0.416	39.694 ± 0.291	39.665 ± 0.515
Weight diff./ Diff. de poids ^a (mg)	0.00215 ± 0.00138	0.00265 ± 0.00190	0.00225 ± 0.00192	0.00435 ± 0.00216	0.00305 ± 0.00150
Weight diff./ Diff. de poids (µg)	2.15 ± 1.38	2.65 ± 1.90	2.25 ± 1.92	4.35 ± 2.16	3.05 ± 1.50
Static friction/ Friction statique (N)	1.150 ± 0.126	1.171 ± 0.145	1.195 ± 0.142	1.206 ± 0.131	1.167 ± 0.119
Static friction/ Friction statique (g)	117.266 ± 12.848	119.407 ± 14.786	121.854 ± 14.480	122.976 ± 13.358	118.999 ± 12.134
Kinetic friction/ Friction cinétique (N)	1.079 ± 0.134	1.091 ± 0.148	1.110 ± 0.155	1.112 ± 0.142	1.083 ± 0.132
Kinetic friction/ Friction cinétique (g)	110.026 ± 13.664	111.249 ± 15.092	113.187 ± 15.805	113.391 ± 14.480	110.434 ± 13.460

^a Weight difference is calculated in milligram for each bracket before and after treatment then mean and standard deviation of the difference is calculated.

^a La différence de poids est calculée en milligramme pour chaque attache avant et après traitement, puis la moyenne et la déviation standard de la différence sont calculées.

significant weight loss, even the control group: Group 1 ($P = 0.0001$), Group 2 ($P = 0.0001$), Group 3 ($P = 0.0001$), Group 4 ($P = 0.0001$) and Group 5 ($P = 0.0001$). When comparing the groups to each other for weight loss, results of Anova indicated significant difference between the various groups ($P = 0.001$). The Scheffe multiple comparison test showed significant difference only between Group 4 and Group 1 ($P = 0.007$) and between Group 4 and Group 3 ($P = 0.012$) indicating significant weight loss in Group 4.

The SEM results did not detect any kind of pits that are different between Groups 2, 3 and 5 compared to the control group and compared to each other and this for the predetermined surface of study (fig. 5). On the contrary, Group 4 showed some changes in the surface of four brackets of 20. Pits and crevices dimensions on these four brackets vary in width from 2.1 to 3.2 μm (mean: 2.625 μm and SD: 0.46 μm) and in length from 11.4 to 23.7 μm (mean: 15.575 μm and SD: 5.62 μm) (fig. 6). The analysis of surface elements, using an energy dispersive X-ray spectroscopy with the same SEM, revealed the absence of fluoride corrosion product on the bracket surfaces of all groups (fig. 7).

For friction resistance, the Anova results did not detect any significant difference between the groups even for Group 4 for both static ($P = 0.906$) and kinetic friction ($P = 0.921$).

Tous les groupes ont révélé une perte de poids avant/après manipulation statistiquement significative, même le groupe témoin : G1 ($p = 0,0001$), G2 ($p = 0,0001$), G3 ($p = 0,0001$), G4 ($p = 0,0001$) et G5 ($p = 0,0001$). En comparant les différents groupes entre eux pour la perte de poids, les résultats de l'Anova ont montré une différence significative ($p = 0,001$). Le test de Scheffé pour comparaisons multiples a montré une différence significative uniquement entre le G4 et le G1 ($p = 0,007$) et entre le G4 et le G3 ($p = 0,012$), ce qui indique une perte de poids significative en G4.

La MEB n'a pas détecté de différences au niveau des puits de corrosion entre les groupes 2, 3 et 5 comparés au groupe témoin, en ce qui concerne la surface d'étude prédéterminée (fig. 5). En revanche, le G4 a montré des modifications de surface pour quatre attaches sur 20. Les dimensions des puits et des fissures de corrosion de ces quatre attaches varient en largeur de 2,1 à 3,2 μm (moyenne : 2,625 μm et ET : 0,46 μm) et en longueur de 11,4 à 23,7 μm (moyenne : 15,575 μm et ET : 5,62 μm) (fig. 6). L'analyse des éléments de surface au moyen de la spectroscopie aux rayons X à dispersion d'énergie utilisant la même MEB a révélé, pour tous les groupes, l'absence de produits de corrosion fluorés à la surface des attaches (fig. 7).

En ce qui concerne la résistance à la friction, les résultats de l'Anova n'ont pas révélé de différence significative entre les groupes, même pour le G4, que ce soit pour la friction statique ($p = 0,906$) ou cinétique ($p = 0,921$).

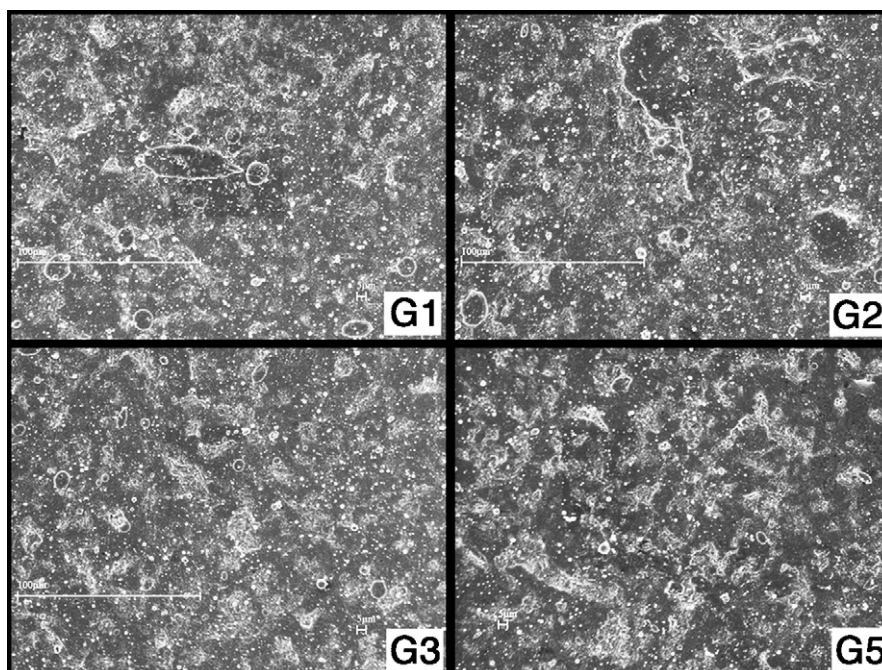


Fig. 5: SEM images at 500 \times magnification did not detect pits due to corrosion in groups 1, 2, 3 and 5.

Fig. 5 : Les images MEB avec 500 \times d'amplification n'ont pas détecté de signes de corrosion dans les groupes 1, 2, 3 et 5.

Effect of eliminating the residual fluoride gel on titanium bracket corrosion
Impact de l'élimination du gel fluoré résiduel sur la corrosion des attaches en titane

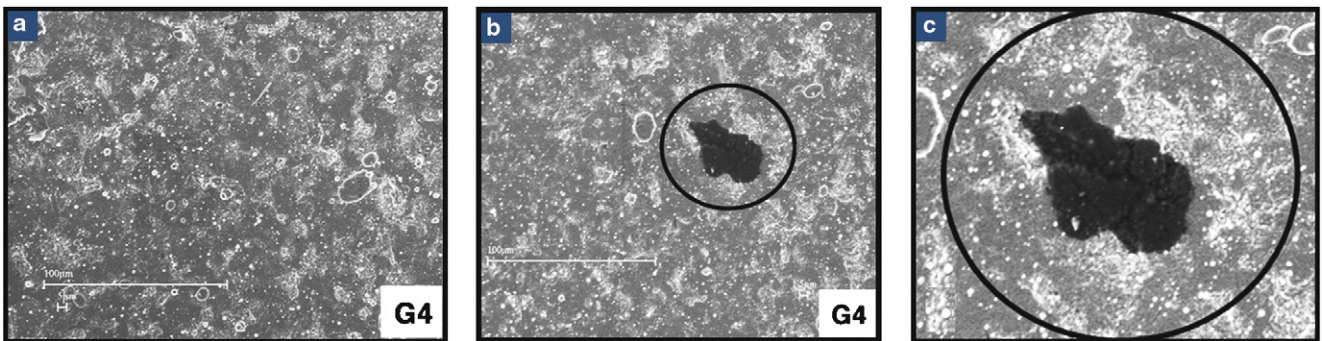


Fig. 6: SEM images at 500× magnification for Group 4 (G 4).

a: image of G 4 bracket not presenting any fluoride corrosion.

b: image of G 4 bracket presenting fluoride corrosion.

c: enlargement of the zone of corrosion showing pits and crevices.

Fig. 6 : Les images du groupe 4 (G4) avec 500× d'amplification.

a : image d'une attache du G4 ne présentant pas de corrosion fluorée.

b : image d'une attache du G4 présentant des signes de corrosion fluorée.

c : agrandissement de la zone de corrosion montrant les puits et les crevasses.

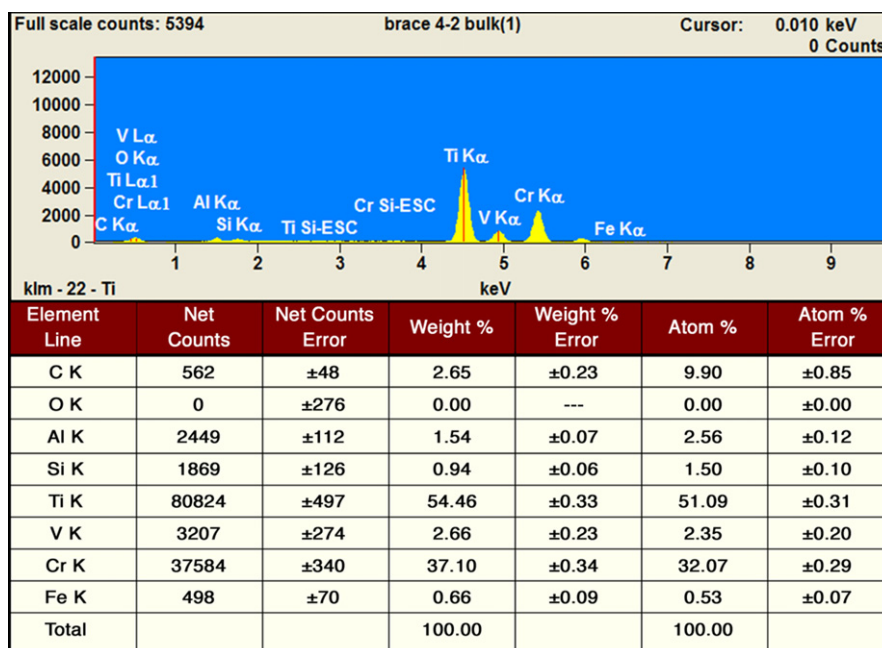


Fig. 7: Result of the analysis of elements done on the surface of bracket 2, Group 4.

Fig. 7 : Résultat de l'analyse des éléments au niveau de la surface de l'attache 2 du groupe 4.

Discussion

As shown in the results, the weight loss of all the groups during the experimentation is significant even for the control group that was not treated with fluoride gel (Table I). The results of the control group showed an average of 2.15 μg of weight loss detected by a 1 μg sensitive scale. This is explained by the fact that weight loss is not due only to fluoride corrosion but to the

Discussion

Tous les groupes ont connu une perte de poids significative au cours de la manipulation, même le groupe témoin qui n'a pas été traité avec le gel fluoré (Tableau I). Les résultats du groupe témoin ont indiqué une perte de poids moyenne de 2,15 μg mesurée par une balance sensible à 1 μg près. Cela peut s'expliquer par le fait que la perte de poids est provoquée

manipulation of the metallic ligatures that could cause Ti release due to friction between SS and Ti base of the brackets. Eliades [40] pointed out that the difference in hardness between Ti and SS might have significant effects on the wear phenomena of Ti if placed in direct contact with SS, as SS has a hardness of 600 HV (Vickers hardness) while the hardness of Ti brackets has been found to be about 270 HV for the one piece bracket and from 160 to 350 HV for the base and wings of the two-piece bracket, respectively. Jorgenson [41] in a study done on four patients needing craniofacial surgery, found traces of Ti (7.92 to 31.8 $\mu\text{g}/\text{mg}$ of dry tissue) in three of the four patients as wear debris, due to trauma as wear debris formed due to the friction between the SS screwdriver and the Ti screws, when putting the bone fixation plates. He also mentioned that experiments with laboratory animals, and limited studies of analysis of human tissues, have reported evidence of Ti release into local and distant tissues due to the same cause.

In order to know which part of weight loss is due to fluoride corrosion, we compared the groups among each other. Only Group 4 showed significant weight loss compared to the control group confirming the potential presence of this corrosion.

SEM studies of the predetermined zone showed only four brackets of Group 4 with fluoride corrosion as the other groups showed none.

The results in this study are different from those of previous studies, in which corrosion was detected when Ti alloys were put into fluoride solutions [22–24,27,42,43]. Watanabe and Watanabe [42] detected surface irregularities on NiTi, Cu-NiTi and β -Ti wires when immersed in fluoride prophylactic agent, Walker et al. [27] demonstrated a decrease in the mechanical properties of NiTi and Cu-NiTi wires and Kao et al. [43] an increase of the frictional forces of NiTi and β -Ti wires in presence of fluoride ion. As for Ti brackets, Schiff et al. [26,28], in two separate studies demonstrated using SEM, that these brackets are more corroded in some mouthwash solutions than in others, but the corrosion tests were performed by immersing these specimens in the test solutions for two months. They detected a Ti released ion concentration up to $15,000 \pm 2000 \mu\text{g}/\text{L}$ of solution. The difference between Schiff's results and those of the present study can be explained by the fact that a 2-month immersion is a long period compared to clinical conditions where the patient uses mouthwash for 1 minute per day (two times per day for 30 seconds as indicated by the manufacturer) and a total of 12 hours for a 2-year orthodontic treatment. In this study, tests were done for one fluoride gel application and three applications, making the time of Ti exposure to fluoride insufficient to create significant corrosion. We have to clarify that fluoride gel has $50\times$ more concentration in fluoride ions than fluoride mouthwash (12,300 ppm compared to 230 ppm respectively) but this is compensated by the short amount of time exposure

non seulement par la corrosion fluorée mais également par la libération de Ti suite au frottement des ligatures en SS contre la base des attaches en Ti. Eliades [40] a souligné que la différence de dureté entre le Ti et le SS pouvait avoir un impact significatif sur le phénomène d'usure du Ti si celui-ci était placé en contact direct avec le SS puisque l'acier a un indice de dureté de 600 HV (Vickers hardness—dureté Vickers) alors que les attaches en Ti ont un indice d'environ 270 HV pour les monopieces et de 160 à 350 HV, respectivement, pour la base et les ailettes des attaches bi-pieces soudées. Jorgensen et al. [41], dans une étude réalisée sur quatre patients ayant bénéficié d'une chirurgie craniofaciale, ont trouvé des traces de débris d'usure en Ti (7,92 à 31,8 $\mu\text{g}/\text{mg}$ de tissu sec) chez trois de ces patients, dues au frottement entre le tournevis en SS et les vis en Ti, lors de la mise des plaques de fixation osseuse. Ils ont également mentionné des expérimentations sur des animaux de laboratoire et des études, se basant sur l'analyse de tissus humains qui rapportaient des signes de libération de Ti dans les tissus proches et lointains suite à des événements similaires.

Afin de connaître la part de la perte de poids qui incombait à la corrosion fluorée, nous avons comparé les groupes les uns avec les autres. Seul le G4 a montré une perte de poids significative par rapport au groupe témoin, confirmant ainsi la présence potentielle de ce type de corrosion.

Les études par MEB de la zone prédéterminée ont montré que seules quatre attaches dans le G4 avaient subi une attaque corrosive par le fluor alors que les autres groupes n'ont montré aucun signe de corrosion.

Les résultats de cette étude diffèrent de ceux d'études précédentes dans lesquelles des alliages en Ti ont montré des plages de corrosion lors de leur immersion dans des solutions fluorées [22–24,27,42,43]. Watanabe et Watanabe [42] ont détecté des irrégularités de surface sur les fils en NiTi, CuNiTi et β -Ti plongés dans une solution prophylactique fluorée, Walker et al. [27] ont montré une diminution des propriétés mécaniques des fils en NiTi et en CuNiTi alors que Kao et al. [43] ont fait état d'une augmentation des forces frictionnelles des fils en NiTi et en β -Ti en présence d'ions fluor. Quant aux attaches en Ti, Schiff et al. [26,28], dans deux études séparées utilisant la MEB, ont montré que ces attaches sont plus corrodées par certains bains de bouche que par d'autres. Cependant, leurs tests de corrosion consistaient à plonger les échantillons dans les solutions d'essai pendant deux mois. Ils ont relevé une concentration d'ions de Ti libérés jusqu'à $15\,000 \pm 2000 \mu\text{g}/\text{L}$ de solution. La différence entre les résultats de Schiff et al. et ceux de cette étude pourrait s'expliquer par le fait qu'une immersion de deux mois est une durée importante comparée à la réalité clinique où les patients utilisent leur bain de bouche pendant une minute par jour (deux fois par jour pendant 30 secondes, selon les recommandations des fabricants), faisant un total de 12 heures pour un traitement orthodontique de deux ans. Dans cette étude, les tests ont été réalisés avec une application de gel fluoré et avec trois applications, ce qui fait que le temps d'exposition du Ti au fluor était insuffisant pour engendrer une corrosion

that was not enough to create important corrosion. Clinically, the effect of saliva will dilute the gel concentration making it less aggressive on Ti.

These results confirm those of Harzer et al. [25] who instructed his patients to brush their teeth with an acid fluoride containing toothpaste (pH = 3.2) for 3 minutes twice a day. In these patients Ti brackets were bonded on the left quadrant of the lower and upper arches and SS brackets on the right quadrant. The patients also kept dietary records, noting all foods containing fluoride especially tea. They demonstrated using SEM, that acid fluoride toothpaste could cause Ti brackets corrosion after 7.5 to 17 months (three brackets were corroded) but the surface changes are so minor that Ti brackets can safely be used for up to 18 months. They concluded that the differences between the in vitro (that found significant corrosion) and the in vivo experiments (that did not find significant corrosion) might be explained by the short time exposure of the fluoride ions present in the toothpaste to the Ti of the brackets. They also added that another reason for a low rate of corroded brackets would be the rinsing effect of saliva, water and food in the mouth that dilutes the fluoride ion concentration as well as the heterogeneity of the outer layers where Ti was present with increasing amount of oxygen, nitrogen, and carbon.

The toothpaste used by Harzer had a pH = 3.2, making the fluoride ion penetrate better in the enamel. However, the in vitro results of Boere [22], Toumelin-Chemla et al. [23], and Reclaru and Meyer [24] reported an important presence of Ti corrosion when placed in fluoridated acid solution with a pH below 3.5. As a matter of fact, Reclaru and Meyer [24], approved by Nakagawa et al. [44], found that the presence of fluoride ions does not have an important effect on the crevice potential of Ti, when the pH value is between 6.15 and 3.5. On the other hand when pH = 3, the crevice potential of Ti becomes negative at -55 mV versus Saturated Calomel Electrode (SCE) and therefore Ti can not keep his TiO₂ protective layer and will undergo a continuous degradation. But, as shown by Harzer et al. [25], even acid fluoride (pH = 3.2) could not cause important corrosion to Ti if exposed to short time applications. The pH of the fluoride gel used in this study is equal to 6 placing it in the safe zone for acid fluoride solutions.

Concerning sliding mechanics, little information in the orthodontic literature is available regarding the frictional resistance of Ti brackets. Kapur et al. [18] compared the frictional

significative. Nous devons expliquer que le gel fluoré a une teneur en ions fluor 50× plus élevée que le bain de bouche fluoré (12 300 ppm versus 230 ppm, respectivement). Cette différence est néanmoins compensée par la brièveté de l'exposition, qui était insuffisante pour provoquer une corrosion importante. Sur le plan clinique, l'effet de la salive va diluer la concentration du gel, le rendant ainsi moins agressif pour le Ti.

Ces résultats confirment ceux de Harzer et al. [25], qui demandaient à ses patients de se brosser les dents avec un dentifrice fluoré acidifié (pH = 3,2) pendant trois minutes deux fois par jour. Chez ces patients, des attaches en Ti ont été collées sur le quadrant gauche des arcades inférieure et supérieure et des attaches en SS sur les quadrants droits. Les patients tenaient un journal diététique, notant tous les aliments contenant du fluor, notamment le thé. À l'aide de la MEB, ils ont pu montrer que le dentifrice fluoré acidifié pouvait provoquer une corrosion dans les attaches en Ti après 7,5 à 17 mois (trois attaches ont subi une corrosion). Néanmoins, les changements de surface étaient tellement minimes que les attaches en Ti peuvent être utilisées en toute sécurité jusqu'à 18 mois. Ils ont conclu que les différences entre les expérimentations in vitro (qui ont trouvé un niveau de corrosion significative) et les expériences in vivo (qui n'ont pas trouvé de corrosion significative) pourraient s'expliquer par l'exposition limitée des attaches en Ti aux ions fluor présents dans le dentifrice. Ils ont ajouté également qu'une autre raison de la faible prévalence des attaches corrodées pouvait être le rinçage effectué par la salive, l'eau et les aliments en bouche qui diluent la concentration en ions fluor ainsi que l'hétérogénéité des couches extérieures où le Ti était présent à côté de quantités accrues d'oxygène, d'azote et de carbone.

Le dentifrice utilisé par Harzer avait un pH = 3,2, ce qui permettait aux ions fluor de mieux pénétrer dans l'émail. Cependant, les résultats in vitro de Boere [22], Toumelin-Chemla et al. [23] et de Reclaru et Meyer [24] ont mis en évidence la présence importante de corrosion de Ti lorsque celui-ci était placé dans une solution ayant un pH de moins de 3,5. En fait, Reclaru et Meyer [24], appuyés par Nakagawa et al. [44], ont trouvé que la présence d'ions fluor n'avait pas d'impact majeur sur le potentiel de corrosion du Ti lorsque la valeur du pH se trouve entre 6,15 et 3,5. En revanche, lorsque le pH = 3, le potentiel de corrosion devient négatif à -55 mV contre l'électrode au calomel saturé (SCE). Le Ti, par conséquent, ne peut conserver sa couche protectrice de TiO₂ et subit une dégradation continue. Néanmoins, comme l'ont montré Harzer et al. [25], même une solution fluorée acidifiée (pH = 3,2) ne pouvait déclencher une corrosion importante sur le Ti quand celui-ci était exposé à des applications de courte durée. Le gel fluoré utilisé dans cette étude avait un pH de 6, le plaçant dans la zone de sécurité des solutions fluorées acidifiées.

En ce qui concerne la mécanique de glissement, il existe peu d'informations concernant la résistance à la friction des attaches en Ti. Kapur et al. [18] ont comparé la résistance

resistance of Ti and SS brackets coupled with SS wires and found that Ti brackets exhibited lower static and kinetic friction forces as the wire size increased, whereas SS brackets showed higher static and kinetic frictional forces as the wire size increased. Whitley and Kusy [2] studied the resistance to sliding of Ti brackets tested against SS and β -Ti wires with second-order angulation in the dry and wet states and found that in the passive region, where only surface effects dominate, β -Ti wires have higher frictional coefficient compared to SS. As for the active region, where surface and bulk properties are important, SS and β -Ti wires have similar friction resistance.

To our knowledge this study is the first to use fluoride gel with high concentration in fluoride ions, to treat Ti brackets, and evaluate the frictional effect when coupled to SS wires. However, resistance to sliding between wire and bracket is due to several variables, such as bracket material and surface, wire material and section, and type of ligatures. The $.019 \times .025$ " SS wire section was chosen with the $.022 \times .028$ " bracket slot because this gives good torque control while allowing free sliding. SS wire material was chosen because it is rigid enough for sliding. The elastomeric ligatures were used as they produce the same amount of pressure on the wire while SS ligatures produce variable ligation forces even if put by one operator [45].

Iwasaki et al. [45], using an intraoral device, calculated that 31 to 54% of the total friction generated by a $.022 \times .028$ " SS premolar bracket traveling along a $.019 \times .025$ " SS wire was due to the friction of ligation, the remaining was due to elastic binding.

In this study, we have aligned the bracket slot with the sliding wire and we used the same elastomeric ligature in order to obtain a unified ligation friction, so the difference in friction force between the groups should be due to a change in the bracket surface caused by corrosion. The result showed no significant difference between any of the groups even for the 4 corroded brackets of Group 4. This is explained by the fact that the amount of corrosion is too small to create a difference compared to the ligation friction force.

We suggest that further investigations should be done in order to detect the effect of pH decrease of fluoride gel on Ti bracket corrosion, as well as the effect of combining different fluoride solutions (toothpaste, mouthwash and fluoride gel) on the corrosion of Ti brackets for a whole orthodontic treatment time.

à la friction des attaches en Ti et en SS couplées à des fils en SS et ont trouvé que les attaches en Ti montraient des forces cinétiques et statiques plus faibles au fur et à mesure de l'augmentation du calibre du fil alors que les attaches en SS montraient des forces frictionnelles cinétiques et statiques plus élevées avec l'augmentation de la section du fil. Whitley et Kusy [2] ont étudié la résistance au glissement des attaches en Ti testées avec des fils en SS et en β -Ti avec une angulation de second ordre, à l'état sec et à l'état humide, et a trouvé que, dans la région passive où prévalent uniquement des effets de surface, les fils en β -Ti ont un coefficient frictionnel plus élevé que les fils en SS. Quant à la région active, où les propriétés de surface et de volume sont importantes, les fils en SS et en β -Ti ont une résistance similaire à la friction.

À notre connaissance, cette étude est la première à utiliser du gel fluoré à haute teneur en ions fluor pour traiter des attaches orthodontiques en Ti afin d'évaluer l'effet frictionnel de ces attaches couplées à des fils en SS. Toutefois, la résistance au glissement entre un fil et une attache orthodontiques est le résultat de plusieurs variables, telles que le matériau de l'attache et son état de surface, le matériau du fil et sa section, et le type de ligature utilisé. Nous avons choisi le fil en SS de section $0,019 \times 0,025$ " avec une gorge d'attache de $0,022 \times 0,028$ " puisque cette combinaison donne cliniquement un bon contrôle de torque tout en permettant à l'attache de glisser librement. Un fil en SS a été adopté puisqu'il est assez rigide pour glisser sans entrave. Des ligatures élastomériques ont été utilisées puisqu'elles exercent la même quantité de pression sur le fil tandis que les ligatures en SS produisent des forces de ligature variables même lorsqu'elles sont placées par le même opérateur [45].

Iwasaki et al. [45] ont trouvé, en utilisant un appareil intra-oral, que 31 à 54 % de la friction totale générée par une attache de prémolaire en SS de $0,022 \times 0,028$ " se déplaçant le long d'un fil en SS de $0,019 \times 0,025$ " étaient dû à la friction causée par la ligature, le reste étant provoqué par la torsion du fil.

Dans cette étude, nous avons parallélisé le fil et la gorge de l'attache afin d'éliminer la torsion du fil, et utilisé les mêmes ligatures élastomériques afin d'obtenir une friction de ligature unifiée, ce qui garantit que la différence de forces de friction soit imputable aux changements de l'état de surface de l'attache dû à la corrosion. Les résultats n'ont montré aucune différence significative entre les différents groupes, même pour les quatre attaches corrodées du G4. Cela s'explique par le fait que la quantité de corrosion était trop petite pour engendrer une différence par rapport à la force de friction de la ligature.

Nous suggérons que de nouvelles recherches soient entreprises afin de détecter, d'une part, l'impact de la diminution du pH du gel fluoré sur la corrosion des attaches en Ti et, d'autre part, l'effet de la combinaison de différentes solutions fluorées (dentifrice, bain de bouche et gel fluorés) sur la corrosion des attaches en Ti pendant toute la durée du traitement orthodontique.

Conclusions

The main observations of this study are:

- no Ti corrosion was detected for one application of concentrated fluoride gel as indicated by the manufacturer;
- four of 20 brackets showed pitting corrosion for three applications of fluoride gel under manufacturer instructions;
- fluoride gel applications did not affect the sliding resistance of Ti brackets even for the four corroded ones;
- the rinsing of residual fluoride gel after application eliminates completely the risk of bracket corrosion as the gel is mostly concentrated in the retention zones in and around the brackets, and not on the teeth surfaces which it designed to protect.

Disclosure of interest

The authors declare that they have no conflicts of interest concerning this article.

Acknowledgment

The authors thank Mr Lou Ross, senior electron microscope specialist at the University of Missouri Columbia, for his help in SEM realization and analysis.

Conclusions

Les observations principales de cette étude sont les suivantes :

- aucune corrosion du Ti n'a été relevée lors d'une seule application d'un gel fluoré concentré, selon les recommandations du fabricant ;
- quatre attaches sur vingt ont montré des signes de puits de corrosion après trois applications de gel fluoré, selon les recommandations du fabricant ;
- les applications de gel fluoré n'ont pas affecté la résistance au glissement des attaches en Ti, même pour les quatre unités corrodées ;
- un rinçage du gel fluoré résiduel après l'application élimine complètement les risques de corrosion des attaches sachant que le gel résiduel se concentre généralement sur les attaches au niveau des zones de rétention et non pas sur les surfaces dentaires, afin de les protéger des caries.

Déclaration d'intérêts

Les auteurs déclarent ne pas avoir de conflits d'intérêts en relation avec cet article.

Remerciements

Les auteurs voudraient remercier M. Lou Ross, responsable de la microscopie électronique à balayage à l'université de Missouri Columbia pour son aide lors des réalisations et analyses MEB.

References/Références

1. Zinelis S, Annousaki O, Eliades T, Makou M. Elemental composition of brazing alloys in metallic orthodontic brackets. *Angle Orthod* 2004;74:394–9.
2. Whitley JQ, Kusy RP. Resistance to sliding of titanium brackets tested against stainless steel and beta-titanium archwires with second-order angulation in the dry and wet states. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2007;131:400–11.
3. Eliades T, Pratsinis H, Kletsas D, Eliades G, Makou M. Characterization and cytotoxicity of ions released from stainless steel and nickel-titanium orthodontic alloys. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2004;125:24–9.
4. House K, Sernetz F, Dymock D, Sandy JR, Ireland AJ. Corrosion of orthodontic appliances—should we care? *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2008;133:584–92.
5. Staerkjaer L, Menné T. Nickel allergy and orthodontic treatment. *Eur J Orthod* 1990;12:284–9.
6. Linden C. Legislative and preventive measures related to contact dermatitis. *Contact Dermatitis* 2001;44:65–9.
7. Linden C, Johnson S. Nickel on Swedish market before the nickel directive. *Contact Dermatitis* 2001;44:7–11.

8. European parliament and council directive 94/27/EEC. Official J Eur Communities 1994; L188:1-2 .
9. Hamula DW, Hamula W, Sernetz F. Pure titanium orthodontic brackets. J Clin Orthod 1996;30:140-4.
10. Zinelis S, Annousaki O, Eliades T, Makou M. Metallographic structure and hardness of titanium orthodontic brackets. J Orofac Orthop 2003;64:426-33.
11. Gioka C, Bourauel C, Zinelis S, Eliades T, Silikas N, Eliadis G. Titanium orthodontic brackets: structure, composition, hardness and ionic release. Dent Mater 2004;20:693-700.
12. Pourbaix M. Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solution. Pergamon Press, Oxford, United Kingdom [80,213-222] 1966.
13. Elagli K, Traisnel M, Hildebrand HF. Electrochemical behavior of titanium and dental alloys in artificial saliva. Electrochimica Acta 1993;38:1769-74.
14. Elagli K, Traisnel M, Breme J, Hildebrand HF. Electrochemical and in vitro behavior of titanium and its alloys. Report Twentieth Annual Meeting of the Society for Biomaterials 1994;4:5-9.
15. Chen G, Wen X, Zhang N. Corrosion resistance and ion dissolution of titanium with different surface microroughness. Biomed Mater Eng 1998;8(2):61-74.
16. Grosgeat B, Boinet M, Dalard F, Lissac M. Electrochemical studies of the corrosion behaviour of titanium and the Ti-6Al-4V alloy using electrochemical impedance spectroscopy. Biomed Mater Eng 2004;14(3):323-31.
17. Krupa D, Baszkiewicz J, Kozubowski JA, et al. Effect of calcium and phosphorus ion implantation on the corrosion resistance and biocompatibility of titanium. Biomed Mater Eng 2004;14(4):525-36.
18. Kapur R, Sinha P, Nanda R. Comparison of frictional resistance in titanium and stainless steel brackets. Am J Orthod Dentofacial Orthop 1999;116:271-4.
19. Kapur R, Sinha P, Nanda R. Comparison of load transmission and bracket deformities between titanium and stainless steel brackets. Am J Orthod Dentofacial Orthop 1999;116:275-8.
20. Kusy RP, Whitley JQ, Ambrose WW, Newman JG. Evaluation of titanium brackets for orthodontic treatment: part I the passive configuration. Am J Orthod Dentofacial Orthop 1998;114:558-72.
21. Kusy RP, Whitley JQ, Ambrose WW, Newman JG. Evaluation of titanium brackets for orthodontic treatment: part II the active configuration. Am J Orthod Dentofacial Orthop 2000;118:675-864.
22. Boere G. Influence of fluoride on titanium in an acidic environment measured by polarization resistance technique. J Appl Biomater 1995;6:283-8.
23. Toumelin-Chemla F, Rouelle F, Burdairon G. Corrosive properties of fluoride containing odontologic gels against titanium. J Dent 1996;24:109-15.
24. Reclaru L, Meyer JM. Effects of fluoride on titanium and other dental alloys in dentistry. Biomaterials 1998;19:85-92.
25. Harzer w, Schröter A, Gedrange T, Muschter F. Sensitivity of titanium brackets to the corrosive influence of fluoride-containing toothpaste and tea. Angle Orthod 2001;71(4):318-23.
26. Schiff N, Dallard 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(6):541-9.
27. Walker M, White R, Kula K. Effect of fluoride prophylactic agents on the mechanical properties of nickel-titanium-based orthodontic wires. Am J Orthod Dentofacial Orthop 2005;127(6):662-9.
28. Schiff N, Boinet M, Morgon L, Lissac M, Dallard F, Grosgeat B. Galvanic corrosion between orthodontic wires and brackets in fluoride mouthwashes. Eur J Orthod 2006;28(3):298-304.
29. Rosenbloom R, Tinanoff N. Salivary *Streptococcus mutans* levels in patients before, during and after orthodontic treatment. Am J Orthod Dentofacial Orthop 1991;100:35-7.
30. Opsahl-Vital S, Haignere-Rubinstein C, Lasfargues JJ, Chaussain C. Caries risk and orthodontic treatment. Int Orthod 2010;8:28-45.

31. Centers for Disease Control. Recommendations for using fluoride to prevent and control dental caries in the United States. *CDC Recommendations and Reports* 2001;50(RR14):1–42 .
32. Marinho VCC, Higgins JPT, Logan S, Sheiham A. Fluoride gels for preventing dental caries in children and adolescents. *Cochrane Database Syst Rev* 2002;1:CD002280.
33. Marinho VCC, Higgins JPT, Sheiham A, Logan S. combinations of topical fluoride (tooth-paste, mouthrinses, gels, varnishes) versus single topical fluoride for preventing dental caries in children and adolescents. *Cochrane Database Syst Rev* 2004;1:CD002781.
34. Benson PE, Parkin N, Millett DT, Dyer FE, Vine S, Shah A. Fluorides for the prevention of white spots on teeth during fixed brace treatment. *Cochrane Database Syst Rev* 2004;3:CD003809.
35. American Dental Association Division of Communications. Fluoride treatment in the dental office. *J Am Dent Assoc* 2007;138:420–1.
36. Evidence Based Dentistry. Professionally applied topical fluoride: evidence-based clinical recommendations. *J Dent Educ* 2007;71(3):393-402.
37. American Dental Association Council on Scientific Affairs. Professionally applied topical fluoride: evidence-based clinical recommendations. *J Am Dent Assoc* 2006;137:1151–9.
38. Haute Autorité de santé (HAS). Recommandation en santé publique : stratégies de la prévention de la carie dentaire, mars 2010 .
39. Agence française de sécurité sanitaire des produits de santé (Afssaps). Fluor et prévention de la carie dentaire. Utilisation du fluor dans la prévention de la carie dentaire avant l'âge de 18 ans, octobre 2008 .
40. 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(2):253–62.
41. Jorgenson D, Mayer M, Ellenbogen R, Centeno J, Johnson F, Mullick F, et al. Detection of titanium in human tissues after craniofacial surgery. *Plast Reconstr Surg* 1997;99(4):976–81.
42. Watanabe I, Watanabe E. Surface changes induced by fluoride prophylactic agents on titanium-based orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2003;123(6):653–6.
43. Kao CT, Ding SJ, Wang CK, He H, Chou MY, Huang TH. Comparison of frictional resistance after immersion of metal brackets and orthodontic wires in fluoride-containing prophylactic agent. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2006;130:568 [e1–9].
44. Nakagawa M, Matsuya S, Shiraishi T, Ohta M. Effect of fluoride concentration and pH on corrosion behavior of titanium for dental use. *J Dent Res* 1999;78:1568–72.
45. Iwaki LR, Beatty MW, Randall CJ, Nickel JC. Clinical ligation forces and intraoral friction during sliding on a stainless steel archwire. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2003;123:408–15.