

*ANNA SZUFNARA¹, SYLWIA MAJEWSKA-BEŚKA², AGATA SZCZESIO-WŁODARCZYK³,
JOANNA NOWAK³, JOANNA SZCZEPAŃSKA²

Ocena wytrzymałości połączenia materiału Equia Forte z powierzchnią szkliwa i zębiny zębów stałych z niezakończonym rozwojem – badania *in vitro*

Shear bond strength of Equia Forte with enamel and dentin of permanent immature teeth – *in vitro* study

¹Doctoral studies, Department of Paediatric Dentistry, Medical University of Lodz, Poland

Head of Department: Professor Joanna Szczepańska, MD, PhD

²Department of Paediatric Dentistry, Medical University of Lodz, Poland

Head of Department: Professor Joanna Szczepańska, MD, PhD

³University Material Research Laboratory, Medical University of Lodz, Poland

Head of Laboratory: Professor Jerzy Sokołowski, MD, PhD

SŁOWA KLUCZOWE

Equia Forte, Bioglass, zęby stałe niedojrzałe, wytrzymałość połączenia, termocykle

STRESZCZENIE

Wstęp. Rozwój nowych materiałów szkło-jonomerowych pozwala leczyć głębokie ubytki próchnicowe w sposób minimalnie inwazyjny. Zastosowanie w praktyce znajdują również bioaktywne materiały, które poprzez swoje właściwości remineralizujące regenerują tkanki zęba. Przykład stanowi bioaktywne szkło – preparat Sylc.

Cel pracy. Celem pracy była ocena wytrzymałości połączenia szkło-jonomeru Equia Forte z powierzchnią szkliwa i zębiny zębów stałych z niezakończonym rozwojem. Analizie został poddany również wpływ piaskowania preparatem Sylc oraz starzenia termicznego na jakość adhezji materiału względem tkanek zęba.

Materiał i metody. Badania przeprowadzono na zębach stałych niedojrzałych. Materiał szkło-jonomerowy do wypełnień stanowiła Equia Forte (GC), a bioaktywne szkło – preparat Sylc (GlaxoSmithKline). Wyróżniono 8 grup badanych, uwzględniając: typ tkanki zęba – szkliwo/zębina, przygotowanie powierzchni ubytku – piaskowanie/brak piaskowania, szoki termiczne w postaci 500 termocykli w przedziale temperatur 5-55°C. Otrzymane wyniki zostały ukazane jako średnia i odchylenie standardowe. Oceniano normalność rozkładu danych, jednorodność wariacji, istotność różnic między dwiema niezależnymi grupami zmiennych dyskretnych lub zmiennych odbiegających od normalności. Określano również prawdopodobieństwo ujawnionych różnic między danymi wynikami, przez czysty przypadek.

Wyniki. Wartości średnich naprężeń dla poszczególnych tkanek wynosiły odpowiednio dla szkliwa i zębiny: 7,57 MPa ± 2,72 i 6,74 MPa ± 1,63, natomiast po wypiaaskowaniu powierzchni szkliwa i zębiny preparatem Sylc: 7,53 MPa ± 1,88 i 5,74 MPa ± 2,03. Wypiaaskowanie preparatem Sylc powierzchni zębiny zęba stałego z niezakończonym rozwojem istotnie statystycznie osłabiło wytrzymałość połączenia materiału szkło-jonomerowego Equia Forte z tą tkanką, w warunkach wytworzonych poprzez zadanie 500 termocykli (6,91 MPa ± 1,94 vs 4,34 MPa ± 2,00, $P_{2\text{-stz. bootstrap}} < 0,004$).

Wnioski. W badaniach doświadczalnych piaskowanie ubytku preparatem Sylc osłabia wytrzymałość połączenia materiału Equia Forte względem szkliwa i zębiny zębów stałych z niezakończonym rozwojem. Szoki termiczne wpływają na osłabienie adhezji materiału do powierzchni badanych tkanek.

KEYWORDS

Equia Forte, Bioglass, permanent immature teeth, shear bond strength, thermocycle

SUMMARY

Introduction. Development of new glass-ionomer materials allows to treat deep caries lesions in a minimally invasive manner. Bioactive materials, which regenerate tooth tissue

through their remineralising properties, are also used in practice. The Sylc preparation is an example of bioactive glass.

Aim. The aim of this study was to evaluate the shear bond strength of glass-ionomer Equia Forte with enamel and dentine surfaces of permanent immature teeth. The effect of sandblasting with Sylc as well as thermal ageing on the quality of material adhesion in relation to tooth tissues was also analysed.

Material and methods. The study was conducted on immature permanent teeth. Equia Forte (GC) was used as glass-ionomer filling material whereas the Sylc (GlaxoSmith-Kline) preparation served as bioactive glass. The subjects of the study were classified into eight study groups according to: the type of tooth tissue – enamel/dentin, cavity surface preparation: sandblasting/no sandblasting, thermal shocks including 500 thermocycles at a temperature ranging 5-55°C. The obtained results are shown as mean and standard deviation. The normality of data distribution, homogeneity of variations, significance of differences between two independent groups of discrete variables or variables deviating from normality were assessed. The probability of revealed differences between the given results was also determined by pure chance.

Results. The mean values of shear bond stresses for individual tissues were 7.57 MPa \pm 2.72 for enamel and 6.74 MPa \pm 1.63 for dentin. After sandblasting the enamel and dentin surfaces with the Sylc preparation, the values were 7.53 MPa \pm 1.88 and 5.74 MPa \pm 2.03, respectively. Sanding with Sylc of the dentin surface of a permanent tooth with incomplete development statistically significantly weakened the strength of the bond of the Equia Forte glass ionomer material with this tissue under the conditions created by applying 500 thermocycles (6.91 MPa \pm 1.94 vs. 4.34 MPa \pm 2.00, $P_{2\text{-str. bootstrap}} < 0.004$).

Conclusions. The experimental study shows that sandblasting with the Sylc preparation weakens the shear bond strength of the Equia Forte material against enamel and dentin of permanent immature teeth. Thermal shocks weaken adhesion of the material to the surface of the studied tissues.

WSTĘP

Postęp w dziedzinie materiałoznawstwa spowodował, że materiały szkło-jonomerowe stały się popularnym wypełnieniem zarówno w uzębieniu stałym, jak i mlecznym. W stomatologii dziecięcej niezwykle ważny jest wybór materiału, który umożliwi wypełnienie ubytku w sposób zachowujący jak najwięcej tkanek twardych zęba oraz zapewniający możliwość remineralizacji. Szkło-jonomery posiadają zdolność do uwalniania jonów fluoru w dłuższym czasie od aplikacji, dzięki czemu możliwe jest zastosowanie ich w leczeniu głębokich ubytków próchnicowych. Podczas pracy z dzieckiem niezwykle istotne jest podejmowanie procedur terapeutycznych, które ograniczą czas leczenia oraz ilość niezbędnych wizyt w gabinecie. W przypadku ograniczonej współpracy z pacjentem zdolność szkło-jonomerów do wiązania w środowisku wilgotnym, coraz szybszy proces polimeryzacji i prosta procedura aplikacji sprawiają, iż stają się one materiałem z wyboru (1-3).

Materiał do wypełnień ubytków w zębach stałych z niezakończonym rozwojem powinien charakteryzować się dobrym przyleganiem do tkanek zęba, które pozwoli pozostać wypełnieniu w jamie ustnej długotrwale, bez konieczności jego wymiany. Należy dążyć do wykorzystywania potencjału bioaktywnych materiałów o zdolnościach remineralizacyjnych celem regeneracji tkanek zęba. W przypadku leczenia głębokich ubytków próchnicowych pożądanym działaniem jest podwyższenie pH środowiska, które wpływa pozytywnie na uzyskane efekty terapii (4).

INTRODUCTION

Advances in materials science have made glass ionomer materials a popular filling in both permanent and deciduous dentition. In paediatric dentistry, it is extremely important to choose appropriate material that will enable to fill the cavity, allow to preserve as much hard tooth tissue as possible and provide remineralisation. Glass ionomers have an ability to release fluoride ions over a longer period of time after application. Hence, they can be used in treatment of deep caries lesions. When treating a child, it is extremely important to introduce therapeutic procedures that will reduce treatment duration and the number of necessary medical appointments. The ability of glass ionomers to bond in humid environments, increasingly quicker polymerisation process and simple application procedure make them material of choice in cases of limited patient cooperation (1-3).

The material used for filling cavities in permanent immature teeth should be characterised by good adhesion to tooth tissue, which will enable it to stay in the oral cavity for a long time without having to be replaced. The potential of bioactive materials which are characterized with remineralisation abilities should be used in tooth tissue regeneration. An increase in the environmental pH value has a beneficial effect so it is recommended in treatment of deep caries lesions (4).

Do grupy bioaktywnych materiałów zaliczamy, łączące się trwale z tkanką kostną, bioaktywne szkła. Ich wynalezienie przypisuje się Henchowi, który w 1969 roku wytworzył szkło o numerze 45S5 (SiO_2 [45%], P_2O_5 [6%], CaO [24,5%], Na_2O [24,5%]). Nazwa odnosi się do składu chemicznego – SiO_2 stanowi 45% wagi, natomiast stosunek molowy Ca:P wynosi 5 (5). Bioaktywność w stomatologii przekłada się na zdolność materiału do wytworzenia warstwy hydroksyapatytu (HA) na powierzchni szkliwa i zębiny. Przykładem takiego preparatu jest proszek Sylc z grupy Bioglass. W kontakcie ze zdemineralizowaną powierzchnią zęba preparat ten indukuje wytworzenie się związków HA i fosforanu B-trójwapiowego (B-TCP), co w konsekwencji powoduje jego remineralizację. Aplikacja bioaktywnego szkła na powierzchnię zębiny skutkuje alkalizacją jej powierzchni. Alkalizacja jest jednakże niższa niż w przypadku zastosowania materiału MTA (ang. *mineral trioxide aggregate*) (Medcem, Weinfelden, Szwajcaria) lub wodorotlenku wapnia (Pulpdent, Oakland, Kalifornia) (4). Cecha ta ma bezpośrednie przełożenie na dobre właściwości przeciwbakteryjne Bioglassu wobec szczepów *Streptococcus mutans* i *Porphyromonas gingivalis* (6).

W dostępnym piśmiennictwie brak jest doniesień o wpływie piaskowania bioszklami szkliwa i zębiny zębów stałych niedojrzałych na wytrzymałość połączenia wypełnienia szkło-jonomerowego z tkankami zęba. Badacze analizowali wpływ piaskowania powierzchni zębiny bioaktywnym szkłem na jakość adhezji cementu kompozytowego. Analiza Carvalho i wsp. wykazała, iż procedura ta nie zaburza jakości wiązania wypełnienia z tkankami zęba (7). Jednakże, badania Ballal i wsp. (4) wskazują, iż alkalizacja środowiska powodowana przez aplikację bioszklema negatywnie wpływa na siłę wiązania materiałów kompozytowych zarówno wymagających trawienia, jak i samotrawiących.

CEL PRACY

Celem pracy była ocena wytrzymałości połączenia szkło-jonomeru Equia Forte z powierzchnią szkliwa i zębiny zębów stałych z niezakończonym rozwojem. Analizie został poddany również wpływ piaskowania preparatem Sylc oraz starzenia termicznego na jakość adhezji względem tkanek zęba.

MATERIAŁ I METODY

Badania uzyskały zgodę Komisji Bioetycznej przy Uniwersytecie Medycznym w Łodzi o numerze RNN/154/19/KE z dnia 12 marca 2019 roku. Do badań wykorzystano 132 próbki zębów stałych trzonowych (pierwszych, drugich i trzecich) z niezakończonym rozwojem usuniętych z przyczyn chirurgicznych, ortodontycznych lub zmian zapalnych. Zęby po ekstrakcji przechowywane były do czasu badania w 2% roztworze azydki sodu, w temperaturze pokojowej. Celem przygotowania zębów do testów odcięto ich korzenie, a koronę przecięto mezjalno-dystalnie na dwie części za pomocą przecinarki precyzyjnej Presi-Mecatome T 201 (Presi, Francja) z wykorzystaniem tarczy z nasypem diamentowym (ryc. 1). Zęby umieszczone zostały w pierścieniach PCV o wymiarach: wysokość 2 cm i średnica wewnętrzna

A group of bioactive materials includes bioactive glasses which permanently bond to bone tissue. Their invention is attributed to Hench, who in 1969 produced glass which is marked with number 45S5 (SiO_2 [45%], P_2O_5 [6%], CaO [24.5%], Na_2O [24.5%]). The name refers to the chemical composition – SiO_2 accounts for 45% of weight, while the molar ratio of Ca:P is 5 (5). In dentistry, bioactivity translates into the material's ability to form a hydroxyapatite (HA) layer on the enamel and dentin surface. The Sylc powder from the Bioglass group is an example of such a preparation. In contact with demineralised tooth surface, this preparation induces formation of HA and B-tricalcium phosphate (B-TCP) compounds, which leads to tooth remineralisation. Application of bioactive glass on the surface of dentine results in alkalisation of its surface. However, the alkalisation is weaker than that observed after application of the MTA (mineral trioxide aggregate) material (Medcem, Weinfelden, Switzerland) or calcium hydroxide (PULPODENT Corporation, Oakland, CA) (4). This feature is directly reflected in good antimicrobial properties of Bioglass acting against *Streptococcus mutans* and *Porphyromonas gingivalis* (6).

The effect of bio-glass sandblasting of enamel and dentine of permanent immature teeth on the shear bond strength of glass-ionomer filling with tooth tissue is not reported in professional literature. Researchers analysed the effect of sandblasting dentin surface with bioactive glass on the adhesion quality of composite cement. An analysis conducted by Carvalho showed that this procedure does not weaken the bond between the filling and tooth tissue (7). However, studies conducted by Ballal et al. (4) indicate that alkalisation of the environment induced by application of bio-glass has a negative effect on shear bond strength of both etching and self-etching composite materials.

AIM

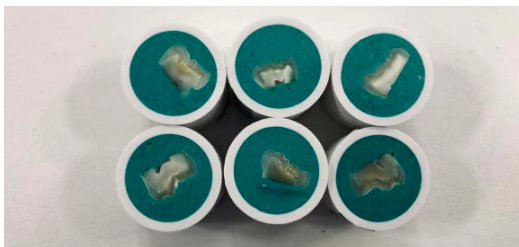
The aim of the study was to evaluate shear bond strength of Equia Forte glass-ionomer with enamel and dentine surfaces of permanent immature teeth. Effects of sandblasting with the Sylc powder and thermal ageing on the quality of adhesion to tooth tissue were also analysed.

MATERIAL AND METHODS

The study was approved by the Bioethics Committee of the Medical University of Lodz (number RNN/154/19/KE as of 12 March 2019). 132 samples of permanent immature molars (first, second and third), removed for surgical, orthodontic or inflammatory reasons, were used in the study. The extracted teeth were stored in 2% sodium azide solution at room temperature until the experiment. To prepare the teeth for the study, their roots were cut off, whereas the crown was cut mesio-distally into two parts using Presi-Mecatome T 201 precision cutting machine (Presi, France), equipped with a diamond-cutting disc (fig. 1). The teeth were placed in PVC rings (fig. 2). The teeth were



Ryc. 1. Piła z nasypem diamentowym Presi-Mecatome T 201
Fig. 1. Presi-Mecatome T 201 diamond-cutting disc



Ryc. 3. Przygotowane próbki zębinowe
Fig. 3. Prepared dentine samples

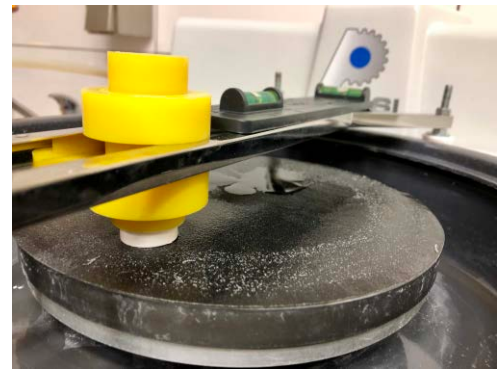
18 mm. Wnętrze pierścienia wypełniono akrylem (ryc. 2, 3). Powierzchnię zębów, celem uzyskania gładkiej i równoległej struktury, szlifowano papierem ściernym z nasypem z węgliku krzemu o ziarnistości 180, 240, 400, 600, korzystając ze szlifierko-polerki Presi Minitech 233 (Presi, Francja) (ryc. 4). Szybkość obrotów wynosiła 320 rpm, zastosowano chłodzenie wodne. Próbki zębów podzielono losowo na 8 grup badanych (tab. 1):

1. zębina,
2. zębina + piaskowanie,
3. zębina + termocykler,
4. zębina + piaskowanie + termocykler,
5. szkliwo,
6. szkliwo + piaskowanie,
7. szkliwo + termocykler,
8. szkliwo + piaskowanie + termocykler.

Zgodnie z zaleceniami producenta, na przygotowane próbki zębów po delikatnym osuszeniu powierzchni nałożono Dentin Conditioner (GC). Kondycjonowanie trwało 20 s. Następnie preparat płukano przez 20 s pod strumieniem wody. Powierzchnię zęba osuszono powietrzem dmuchawki, kierując strumień powietrza na próbkę przez 5 s. Tkanki zęba nie były przesuszone. Grupy badane (2, 4, 6, 8), które uwzględniły piaskowanie powierzchni, wypiaskowano piaskiem Sylc (GlaxoSmithKline, Londyn, Wielka Brytania) za pomocą Minipiaskarki PS-01 (Pol-Intech, Łódź, Polska)



Ryc. 2. Przygotowanie próbek
Fig. 2. Sample preparation



Ryc. 4. Polerka Presi Minitech 233
Fig. 4. Presi Minitech 233 polishing-grinding machine

placed in PVC rings of the following size: height – 2 cm and internal diameter – 18 mm. The inside of the ring was filled with acrylic (fig. 2, 3). In order to obtain a smooth and parallel structure, tooth surfaces were wet ground at a speed of 320 rpm with SiC paper (grit 180, 240, 400, 600) with the use of grinding-polishing machine Presi Minitech 233 (Presi, France) (fig. 4). The tooth samples were randomly divided into 8 study groups (tab. 1):

1. tooth,
2. tooth + sandblasting,
3. dentine + thermocycler,
4. dentine + sandblasting + thermocycler,
5. enamel,
6. enamel + sandblasting,
7. enamel + thermocycler,
8. enamel + sandblasting + thermocycler.

According to the manufacturer's instructions, Dentin Conditioner GC was applied to the prepared tooth samples, after gently drying the surface. The conditioning procedure lasted 20 s. Then, the preparation was rinsed for 20 s under a stream of water. The tooth surface was air-dried by directing an air stream at the sample for 5 s. The tooth tissues were not over-dried. The study groups (2, 4, 6, 8), which were subject to surface sandblasting, were sandblasted with Sylc (GlaxoSmithKline, London, United

Tab. 1. Średnie wartości naprężeń w teście ścinania z podziałem na szkliwo i zębiny
 Tab. 1. Mean stress values in the shear test for enamel and dentine

Lp./No	Grupa badana	n	Średnia Mean (MPa)	SD	Max (MPa)	Min (MPa)
1	Zębina Dentine	27	6,74	1,63	10,00	3,55
2	Zębina + piaskowanie Dentine + sandblasting	29	5,74	2,03	9,34	1,42
3	Zębina + termocykler Dentine + thermocycler	11	6,91	1,94	7,79	5,25
4	Zębina + piaskowanie + termocykler Dentine + sandblasting + thermocycler	11	4,34	2,0	7,63	0,29
5	Szkliwo Enamel	15	7,57	2,72	9,53	5,90
6	Szkliwo + piaskowanie Enamel + sandblasting	15	7,53	1,88	10,20	4,24
7	Szkliwo + termocykler Enamel + thermocycler	12	6,38	3,3	7,90	3,50
8	Szkliwo + piaskowanie + termocykler Enamel + sandblasting + thermocycler	12	5,27	1,77	7,38	2,73

SD – odchylenie standardowe



Ryc. 5. Piaskowanie powierzchni zęba proszkiem Sylc
 Fig. 5. Sandblasting tooth surface with the Sylc powder



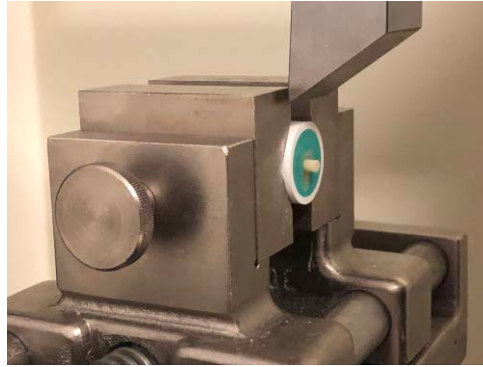
Ryc. 6. Silikonowy pierścień
 Fig. 6. Silicone ring



Ryc. 7. Próbką materiału Equia Forte na powierzchni zęba
 Fig. 7. Sample of Equia Forte on the tooth surface

(ryc. 5). Dysza piaskarki ustawiona została pod kątem prostym, 5 mm od powierzchni zęba. Piaskowanie trwało 4 s, pod ciśnieniem wody 0,05-0,5 MPa i powietrza 0,2-0,4 MPa. Próbkę przez 2 s delikatnie osuszano strumieniem powietrza dmuchawki. Na wszystkie próbki zaaplikowano materiał Equia Forte (GC, Tokio, Japonia), który został wymieszany przez 10 s we wstrząsarce Silmat S6 (Ivoclar Vivadent, Austria). Aplikacja na powierzchnię szkliwa/zębiny odbyła się z wykorzystaniem silikonowego pierścienia o średnicy 3 mm. Wysokość wykonanych próbek wynosiła 3 mm (ryc. 6, 7).

Kingdom) using Mini-Sandblaster PS-01 (Pol-Intech, Lodz, Poland) (fig. 5). The sandblaster nozzle was set at the right angle, 5 mm from the tooth surface. Sandblasting lasted 4 seconds, under water pressure of 0.05-0.5 MPa and air pressure of 0.2-0.4 MPa. The samples were gently air-dried for 2 s. The Equia Forte (GC, Tokyo, Japan) material was applied to all samples and mixed for 10 s in Silmat S6 mixer (Ivoclar Vivadent, Austria). The application procedure was carried out to the enamel/dentin surface using a silicone



Ryc. 8. Ścinarka Zwick Roell Z020
Fig. 8. Zwick Roell Z020 universal testing machine

Po wstępnym związaniu zdjęto pierścień, za pomocą microbrusha nałożono kroplę Equia Forte Coat (GC), następnie całość naświetlono 20 s lampą polimeryzacyjną Demi Plus (Kerr Corporation, Stany Zjednoczone) o natężeniu światła 1200 mW/cm². Grupy badane (3, 4, 7, 8), które uwzględniały analizę wpływu czasu, umieszczono w urządzeniu Termocykler THE-1100 (SD Mechatronik, Niemcy). Badanie przeprowadzono przy zadaniu 500 cykli zmian temperatury (odpowiednio 5°C i 55°C) zgodnie z normą ISO/TS 11405:2015 (8). Pozostałe grupy (1, 2, 5, 6) włożono na 24 godz. do cieplarki, której temperatura wynosiła 37°C.

Przez cały czas trwania badań utrzymywano stałą wilgotność powierzchni zęba poprzez zanurzenie wykonanych próbek w 2% roztworze azydki sodu. Osuszanie odbywało się z wykorzystaniem dmuchawki z unitu, utrzymując dyszę pod kątem prostym, w odległości 40 mm od próbki. Materiał był łączony z powierzchnią zębów, które nie wykazywały oznak próchnicy.

Badanie wytrzymałości połączenia materiału Equia Forte z tkankami zęba przeprowadzono na uniwersalnej maszynie wytrzymałościowej Zwick/Roell Z020 (Zwick/Roell, Ulm, Niemcy) za pomocą testu na ścinanie technologiczne (ryc. 8). Prędkość przesuwu trawersy wynosiła 2,0 mm/min. Nóż tnący umieszczony równoległe do osi łączenia materiałów znajdował się w odległości poniżej 1 mm od linii połączenia tkanek zęba i szkło-jonomeru. Odnotowywano siłę maksymalną, potrzebną do zniszczenia połączenia materiału Equia Fortez tkanką zęba. Następnie, wartość siły dzielono przez pole powierzchni połączenia materiału Equia Forte z badaną tkanką. Otrzymany wynik stanowił wytrzymałość połączenia szkło-jonomeru Equia Forte z badaną tkanką zęba na ścinanie.

Analiza statystyczna została przeprowadzona przy użyciu programu Statistica v. 12.5, „nakładki” do programu Excel: Resampling Stats Add-in for Excel v.4 oraz programu StudSize3. Otrzymane wyniki zostały ukazane jako średnia i odchylenie standardowe. Do oceny normalności rozkładu danych użyto testu Shapiro-Wilka, jednorodność wariancji przeanalizowano testem Browna-Forsythe’a, a sferyczność testem Mauchly’ego. Do oceny istotności różnic między dwiema niezależnymi grupami zmiennych dyskretnych lub zmiennych odbiegających od normalności zastosowano test *U* Manna-Whitneya.

ring measuring 3 mm in diameter. The height of the samples was 3 mm (fig. 6, 7). After initial curing, the ring was removed, a drop of EQUIA Forte Coat was applied using a microbrush. Then, then the whole material was light-cured for 20 s with a LED lamp Demi Plus (Kerr Corporation, USA) (1200 mW/cm²). The study groups (3, 4, 7, 8), which were subject to a time-dependent analysis, were placed in Thermocycler THE-1100 (SD Mechatronik, Germany). The test was carried out for 500 cycles of temperature change (5°C and 55°C, respectively) according to ISO/TS 11405:2015 (8). The remaining groups (1, 2, 5, 6) were put into a laboratory incubator with a temperature of 37°C for 24 h.

Constant humidity of tooth surface was maintained throughout the study by immersing the made samples in 2% sodium azide solution. The samples were dried using a blower from the unit. The nozzle was kept at the right angle, at a distance of 40 mm from the sample. The material was bonded to the tooth surfaces that showed no signs of caries.

The shear bond strength of the Equia Forte material to tooth tissue was tested with the use of Zwick/Roell Z020 universal testing machine (Zwick/Roell, Ulm, Germany) (fig. 8). The crosshead travel rate was 2.0 mm/min. A cutting knife, positioned parallelly to the material joining axis, was less than 1 mm from the junction line of the tooth tissue and glass-ionomer. The maximum force needed to destroy the bond of Equia Fortez with the tooth tissue was recorded. Then, the force value was divided by the area of connection of Equia Forte material with the examined tissue. The obtained result was the shear strength of the Equia Forte glass ionomer bond with the tested tooth tissue.

A statistical analysis was performed using Statistica v. 12.5, an “overlay” for Excel: Resampling Stats Add-in for Excel v.4 and StudSize3. Obtained results were shown as mean and standard deviation. The Shapiro-Wilk test was used to assess normality of data distribution, homogeneity of variance was analysed with the Brown-Forsythe test and sphericity with the Mauchly test. The Mann-Whitney U test was used to assess significance of differences between two independent groups of discrete variables or variables deviating from normality.

Poza tym, do porównania dwóch grup zastosowano test t-Studenta dla prób niezależnych. Jedno- lub dwukierunkowa blokowa ANOVA (z odpowiednim testem wielokrotnych porównań *post-hoc* Tukeya) została użyta do porównania wielu zestawów danych, natomiast do danych niespełniających warunku normalności rozkładu/homogenności wariancji zastosowano test Kruskala-Wallisa, a następnie test porównań wielokrotnych *post-hoc* Conovera-Inmana. Do określenia prawdopodobieństwa uzyskania ujawnionych różnic przez czysty przypadek wykorzystano technikę losowania ze zwracaniem (ang. *resampling bootstrap*, 10 000 iteracji).

WYNIKI

W przeprowadzonym teście ścinania uzyskane złamania miały charakter adhezyjny. Wypełnienie charakteryzuje się lepszym przyleganiem do szkliwa niż do zębiny. Wartości średnich naprężeń dla poszczególnych tkanek wynosiły odpowiednio dla szkliwa i zębiny: 7,57 MPa ± 2,72 i 6,74 MPa ± 1,63.

Szkliwo

W grupach badanych, gdzie materiał Equia Forte łączył się ze szkliwem, istotny efekt główny zaobserwowano tylko w próbkach z wykorzystaniem termocyklera ($P_{2\text{-str. ANOVA int}} < 0,02$). Badane naprężenie pod wpływem termocyklera obniżyło się z 7,57 MPa (grupa badana 5 – szkliwo) do 6,38 MPa (grupa badana 7 – szkliwo + termocykler). Średnie naprężenie potrzebne do przerwania połączenia materiału z powierzchnią szkliwa wynosiło: po piaskowaniu 7,53 MPa, a po upływie 500 termocykli wypiaszkowanych próbek 5,27 MPa. Wykonana analiza ujawniła spośród efektów szczegółowych istotny statystycznie wpływ użycia termocyklera w przypadku grup objętych piaskowaniem (7,53 MPa ± 1,88 vs. 5,27 MPa ± 1,77, $P_{2\text{-str. bootstrap}} < 0,003$) (tab. 1, 2, ryc. 9).

Tab. 2. Porównanie wszystkich efektów cząstkowych

Czynnik grupujący	Stałe szkliwo	Stałe zębina
piaskowanie t0		
piaskowanie t1		
termocykler p0		
termocykler p2		

kolor żółty – zmiany istotne statystycznie; kolor zielony – zmiany nieistotne statystycznie

Zębina

W grupach badanych, gdzie materiał Equia Forte łączył się z zębina, istotny efekt główny zaobserwowano w przypadku piaskowania powierzchni ($P_{2\text{-str. ANOVA int}} < 0,001$). Badane naprężenie pod wpływem piaskowania obniżyło się z 6,74 MPa (grupa badana 1 – zębina) do 5,74 MPa (grupa badana 2 – zębina + piaskowanie). Wykonana analiza wykazała istotny statystycznie, spośród efektów szczegółowych, wpływ piaskowania – jedynie w grupach badanych z wykorzystaniem termocyklera (6,91 MPa ± 1,94 vs. 4,34 MPa

Otherwise, Student's t-test for independent samples was used to compare two groups. Univariate or multivariate ANOVA models (with the appropriate Tukey post-hoc multiple comparison test) were used to compare multiple data sets, while for data which did not meet the normality of distribution/homogeneity of variance, the Kruskal-Wallis test was used, followed by the post-hoc Conover-Inman test. The resampling bootstrap technique (10,000 iterations) was used to determine the probability of obtaining revealed differences by pure chance.

RESULTS

Fractures obtained in the shear test were adhesive. The filling adhered more efficiently to the enamel than to dentin. The mean values of shear bond stresses for individual tissues were 7.57 MPa ± 2.72 for enamel and 6.74 MPa ± 1.63 for dentine.

Enamel

In the study groups where the Equia Forte material bonded to enamel, a significant main effect was observed only in samples placed into a thermocycler ($P_{2\text{-str. ANOVA int}} < 0,02$). The stress tested in the thermocycler decreased from 7.57 MPa (study group 5 – enamel) to 6.38 MPa (study group 7 – enamel + thermocycler). The mean stress needed to break the bond between the material and the enamel surface was 7.53 MPa after sandblasting and 5.27 MPa after 500 thermocycles of sandblasted samples. A conducted analysis revealed, among detailed effects, a statistically significant influence of a thermocycler in groups subjected to sandblasting (7.53 MPa ± 1.88 vs. 5.27 MPa ± 1.77, $P_{2\text{-str. bootstrap}} < 0,003$). (tab. 1, 2) (fig. 9).

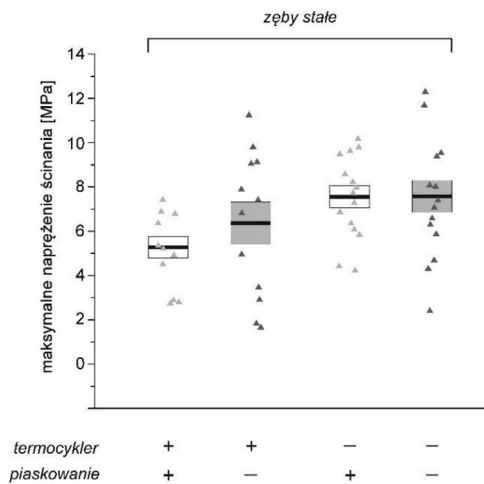
Tab. 2. Comparison of all sub-effects

Group factor	Permanent enamel	Permanent dentine
sandblasting t0		
sandblasting t1		
thermocycler p0		
thermocycler p2		

yellow – statistically significant changes; green – changes not statistically significant

Dentin

In the study groups where Equia Forte material bonded to dentin, a significant main effect was observed for surface sandblasting ($P_{2\text{-str. ANOVA int}} < 0,001$). The tested stress after sandblasting decreased from 6.74 MPa (study group 1 – dentine) to 5.74 MPa (study group 2 – dentine + sandblasting). A conducted analysis revealed, among detailed effects, a statistically significant effect of sandblasting – only in groups using a thermocycler



Ryc. 9. Wpływ procedury piaskowania i stosowania termocyklera na maksymalne naprężenie ścinania (Tmax) w próbkach szkliviwa zębów stałych

$\pm 2,00$, $P_{2\text{-str. bootstrap}} < 0,004$). Co więcej efekt ten zaobserwano również dla badanych próbek z wykorzystaniem termocyklera – jedynie w grupach z piaskowaniem (5,74 MPa $\pm 2,03$ vs. 4,34 MPa $\pm 2,00$, $P_{2\text{-str. bootstrap}} < 0,05$) (tab. 1, 2) (ryc. 10).

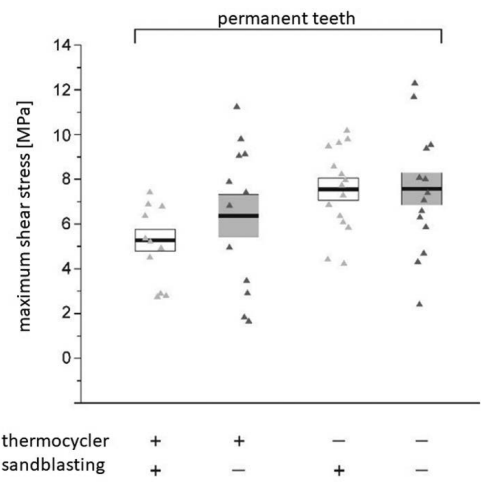
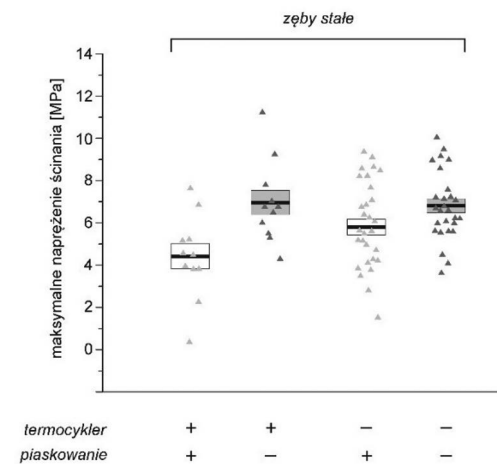


Fig. 9. Effect of sandblasting procedure and use of thermocycler on maximum shear stress (Tmax) in enamel samples of permanent teeth

(6.91 MPa ± 1.94 vs. 4.34 MPa ± 2.00 , $P_{2\text{-str. bootstrap}} < 0.004$). Furthermore, this effect was also observed for the samples tested with a thermocycler - only in groups subjected to sandblasting (5.74 MPa ± 2.03 vs. 4.34 MPa ± 2.00 , $P_{2\text{-str. bootstrap}} < 0.05$) (tab. 1, 2) (fig. 10).



Ryc. 10. Wpływ procedury piaskowania i stosowania termocyklera na maksymalne naprężenie ścinania (Tmax) w próbkach zębiny zębów stałych

DYSKUSJA

Przeprowadzone badania i wykonana analiza wyników wykazały, iż procedura piaskowania obniża wytrzymałość połączenia materiału Equia Forte względem zębiny (6,74 MPa $\pm 1,63$ vs 5,74 MPa $\pm 2,03$). Efekt ten zaobserwowano również w próbach czasu w grupach objętych piaskowaniem 5,74 MPa ($\pm 2,03$) vs. 4,34 MPa ($\pm 2,00$), $P_{2\text{-str. bootstrap}} < 0,05$ (tab. 1, 2) (ryc. 10). W badaniach własnych wykazano istotny wpływ starzenia termicznego przy zastosowaniu już 500 termocykli. Oddziaływanie tej procedury na wytrzymałość

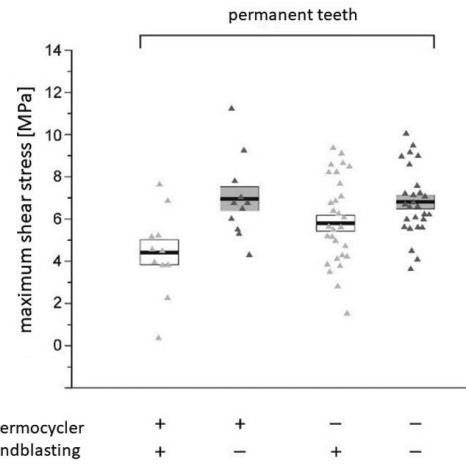


Fig. 10. Effect of sandblasting procedure and use of thermocycler on maximum shear stress (Tmax) in dentine samples of permanent teeth

DISCUSSION

The study and analysis of results showed that the sandblasting procedure decreases the shear bond strength of Equia Forte in relation to dentin (6.74 MPa ± 1.63 vs 5.74 MPa ± 2.03). This effect was also observed in time trials in the sandblasted groups 5.74 MPa (± 2.03) vs. 4.34 MPa (± 2.00), $P_{2\text{-str. bootstrap}} < 0.05$ (tab. 1, 2) (fig. 10). In our study, we demonstrated a significant effect of thermal ageing after application of as few as 500 thermocycles. The effect of this procedure on

połączenia z materiałami szkło-jonomerowymi wykazali również inni autorzy – w badaniach Karadas i Atici (9) próbki zębiny poddano 5000 termocyklom w temperaturze 5-55°C. W teście ścinania materiału Equia Forte z powierzchnią zębiny uzyskano średnie wartości naprężeń 5,05 MPa.

W przeprowadzonych badaniach powierzchnie wszystkich próbek były kondycjonowane preparatem dedykowanym przez producenta przed adaptacją materiału. François i wsp. (10) uzyskali podobne wyniki w testach ścinania materiału Equia Forte z powierzchnią zębiny bez modyfikacji chemicznej oraz po 10 s aplikacji kwasu polialkenowego (ang. *polyalkenoic acid*), zaobserwowali odpowiednio wartości 6,9 MPa ($\pm 3,3$) i 7,3 MPa ($\pm 2,5$) przy poziomie istotności $P < 0,05$. Zbliżone wartości odnotowali również Meral i Baseren (11). Podczas badania materiału Equia wartość naprężeń potrzebna do złamania połączeń z próbkami zębiny wynosiła 7,13 MPa ($\pm 3,35$). Sheikh Hasani i wsp. (12) w grupie próbek zębiny poddanych modyfikacji kwasem polialkenowym (ang. *polyalkenoic acid*) przed połączeniem z materiałem Equia i poddanych 500 termocyklom w temperaturze 5-55°C uzyskali średnie wartości 2,33 MPa ($\pm 1,60$). Natomiast po dodatkowej aplikacji na powierzchnię zębiny roztworu 2% chlorheksydyny przez 60 s wyniki wzrosły do 4,24 MPa ($\pm 1,44$). Cebe i wsp. (13) w trakcie badania materiału Equia i próbek niezmodyfikowanej zębiny, podczas ścinania zaobserwowali wyższe wartości średnich naprężeń: 25,19 MPa ($\pm 6,12$). Latta i wsp. (14) uzyskali średnie naprężenia w testach ścinania materiału Equia Forte z powierzchnią zębiny wynoszące 27,2 MPa ($\pm 6,6$). Natomiast po upływie 50,000 cykli (ElectroPuls E1000 machine, Instron; Norwood, MA, USA) w warunkach 20 Hz w stałej temperaturze 23°C wartości spadły do poziomu 10,6 MPa ($\pm 1,2$). Badania przeprowadzone na próbkach szkliwa w podobnych warunkach wykazały odpowiednio: 17,1 MPa ($\pm 3,5$) oraz 8,4 MPa ($\pm 1,8$).

W badaniach Latta i Radniecki (15) siła wiązania materiału Equia Forte do powierzchni szkliwa była wyższa dla wysuszonych próbek strumieniem powietrza (ang. *air drying*) niż w przypadku próbek szkliwa przygotowanych według zasady nieprzesuszania powierzchni (ang. *blot-drying technique*), co z kolei pozwala na pozostawienie częściowo wilgotnej zębiny, jednak w obu przypadkach uzyskano wartości poniżej 10 MPa. Dla próbek zębiny przygotowanych w ten sam sposób wyższe wartości naprężeń potrzebne do przerwania połączenia z materiałem osiągnęła część próbek przygotowanych według blot-drying technique – powyżej 10 MPa. Próbkę zębiny przesuszonej osiągały wartości poniżej 10 MPa. Przesuszenie zębiny spowodowało zapadnięcie włókien kolagenowych i osłabienie adhezji materiału z badaną strukturą. W przypadku szkliwa tkanki wysoce zmineralizowanej, przesuszenie wpłynęło na poprawę parametrów połączenia.

Wyniki przeprowadzonych badań własnych wykazały niższe wartości wytrzymałości połączenia materiału Equia Forte względem szkliwa – 7,57 MPa $\pm 2,72$, a po upływie 500 termocykli 6,38 MPa $\pm 3,3$ (tab. 1, 2, ryc. 9). Wykonane badania w innych ośrodkach są trudne do porównania ze

the shear bond strength of glass ionomer materials has also been demonstrated by Karadas and Atici (9), dentin samples were subjected to 5,000 thermocycles at a temperature of 5-55°C. In a shear test of the Equia Forte material with dentin surface, the mean value of bond stress was 5.05 MPa.

In performed tests, surfaces of all samples were conditioned with a preparation dedicated by the manufacturer before material application. François et al. (10) obtained similar results in shear tests of the Equia Forte material with dentine surface without chemical modification and after a-10 s application of polyalkenoic acid. They observed values of 6.9 MPa (± 3.3) and 7.3 MPa (± 2.5) respectively at a significance level of $P < 0.05$. Similar values were also reported by Meral and Baseren (11). While testing the Equia material, the stress value needed to break the bonds to dentin samples was 7.13 MPa (± 3.35). In a study conducted by Sheikh Hasani et al. (12), mean values obtained in a group of dentin samples modified with polyalkenoic acid before bonding to the Equia material and subjected to 500 thermocycles at 5-55°C, appeared to be 2.33 MPa (± 1.60). However, after additional application of 2% chlorhexidine solution to the dentin surface for 60 s, the results increased to 4.24 MPa (± 1.44). Cebe et al. (13) analysed the Equia material and unmodified dentin samples while performing a shear test. The observed results were the following: 25.19 MPa (± 6.12). The mean value of stress obtained by Latta et al. (14) in shear tests on the Equia Forte material with dentin surface was 27.2 MPa (± 6.6). In contrast, after 50,000 cycles (ElectroPuls E1000 machine, Instron; Norwood, MA, USA) under 20 Hz at a constant temperature of 23°C, the values decreased to 10.6 MPa (± 1.2). Results of tests conducted on enamel samples under similar conditions were similar: 17.1 MPa (± 3.5) and 8.4 MPa (± 1.8), respectively.

In a study by Latta and Radniecki (15), the shear bond strength of Equia Forte to the enamel surface was higher for air dried samples than for enamel samples prepared according to the “blot-drying technique”, but in both cases the values were below 10 MPa. For dentin samples prepared in the same way, higher stress values needed to break the bond with the material were observed for some samples prepared according to the “blot-drying technique”, i.e. above 10 MPa. Values obtained for overdried dentin samples were below 10 MPa. Overdrying of the dentin resulted in a collapse of collagen fibres and weakened adhesion of the material to the studied structure. In the case of enamel, a highly mineralised tissue, drying improved the bond parameters.

Results received by the authors of the study indicated lower values of the shear bond strength of the Equia Forte material in relation to enamel – 7.57 MPa ± 2.72 , and after 500 thermocycles 6.38 MPa ± 3.3 . (tab. 1, 2) (fig. 9).

względu na odmienności w metodyce pracy. Wpływ na różnice wartości maksymalnych naprężeń podczas testu ścinania materiału z powierzchnią substratu mają wcześniejsze modyfikacje podłoża, jak: zastosowanie kondycjonera, przesuszenie powierzchni, zastosowanie piaskowania przed aplikacją materiału. Na trwałość połączenia oddziałuje również poddanie próbek starzeniu z zastosowaniem szoków termicznych w różnych zakresach temperatur, przed procedurą ścinania. Taka procedura jest wykorzystywana do określenia stabilności połączeń adhezyjnych między tkankami zęba a materiałami stosowanymi do wypełnień. Zmiany temperatur i zmienne współczynniki przewodnictwa cieplnego mogą powodować generowanie się naprężeń resztkowych na granicy zęb-wypełnienie, które w konsekwencji może wpłynąć na mniejsze wartości wytrzymałości połączenia. Dodatkowo w środowisku wodnym mogą zachodzić procesy degradacji w wyniku hydrolizy. W przeprowadzonych badaniach zaobserwowano negatywny wpływ piaskowania preparatem Bioglass na proces adhezji badanego materiału z próbkami twardych tkanek zębów. W warunkach klinicznych powstawanie warstwy hydroksyapatytu może być korzystnym zjawiskiem, sprzyjającym remineralizacji powierzchni.

W badaniach Latta i wsp. (14) materiał był „ścinany” z prędkością 1,0 mm/min, szerokość próbki materiału wynosiła 2,4 mm, a wysokość 2 mm. W badaniach własnych aplikacja na powierzchnię szkliwa/zębiny odbyła się z wykorzystaniem silikonowego pierścienia o średnicy 3 mm i wysokości 3 mm, prędkość ścinania wyniosła 2 mm/min. W przeprowadzonym teście ścinania uzyskane złamania miały charakter adhezyjny. Również w badaniach Karadas i Atici (9) uzyskane złamania miały charakter adhezyjny (80%), obserwowano również mieszane adhezyjno-kohezyjne (14%). Meral i Baseren (11) w większości analizowanych próbek obserwowali złamania o charakterze kohezyjnym. Natomiast w badaniach Sheikh Hasani i wsp. (12) w obu grupach, gdzie zębina była tylko kondycjonowana, jak również dodatkowo przemywana 2% chlorheksydyną, złamania materiału z powierzchnią zębiny w większości miały charakter mieszany.

WNIOSKI

Materiał Equia Forte może stanowić wypełnienie ostateczne w zębach stałych z niezakończonym rozwojem ze względu na jego dobrą siłę łączenia z powierzchnią zęba. Z powodu osłabienia siły przylegania do ścian ubytku wypełnienia materiału Equia Forte po wcześniejszym piaskowaniu preparatem Sylc warto byłoby sprawdzić w kolejnych badaniach, czy korzyści płynące z właściwości remineralizacyjnych bioszklą przewyższą gorsze przyleganie wypełnienia. Wraz z upływem czasu siła połączenia wypełnienia z powierzchnią zęba słabnie, dlatego konieczne są systematyczne wizyty kontrolne celem oceny jego retencji.

Tests carried out at other research centres are difficult to compare due to differences in working methods. Previous modifications of medium, such as: using a conditioner, overdrying the surface, performing a sandblasting procedure before application of the material contribute to differences in maximum stress values during a shear test. Bond durability is also influenced by ageing of samples using thermal shocks in different temperature ranges prior to a shearing procedure. Such procedure is used to determine stability of adhesive bonds between tooth tissues and materials used for filling cavities. Temperature changes and various thermal conductivity coefficients can generate residual stresses at the tooth-fill interface, which, in consequence, may reduce the shear bond strength. Additionally, degradation processes – hydrolysis – may occur in water environment. In our study, we observed a negative effect of sandblasting with Bioglass on the process of adhesion of the tested material with dental hard tissue samples. In clinical conditions, formation of a hydroxyapatite layer may be a beneficial phenomenon, favouring surface remineralisation.

In a study by Latta et al. (14), the material was “sheared” at a speed of 1.0 mm/min; the width of the material sample was 2.4 mm, whereas its height was 2 mm. In our study, the material was applied on the enamel/dentin surface with the use of a silicone ring 3 mm in diameter and 3-mm high; the shear rate was 2 mm/min. Fractures obtained in the shear test were adhesive. Fractures obtained by Karadas and Atici (9) in their study also appeared to be adhesive (80%). However, mixed adhesive/cohesive (14%) fractures were also observed. Meral and Baseren (11) observed cohesive fractures in most of the analysed samples. However, in a study of Sheikh Hasani et al. (12), in both groups, in which the dentin was only conditioned as well as additionally rinsed with 2% chlorhexidine, fractures of the material with the dentin surface were mostly of mixed nature.

CONCLUSIONS

The Equia Forte material, characterised with good shear bond strength with tooth surface, can be used as final filling in permanent immature teeth. However, due to weakened adhesive strength of the material after prior sandblasting with Sylc, it is worth checking in subsequent studies whether benefits of remineralisation properties of the bio-glass outweigh the inferior adhesion of the filling. As the bond between the filling and the tooth surface weakens over time, regular check-ups are necessary to assess retention of the filling.

KONFLIKT INTERESÓW
CONFLICT OF INTEREST

Brak konfliktu interesów
None

ADRES DO KORESPONDENCJI
CORRESPONDENCE

*Anna Szufnara
Zakład Stomatologii Wieku Rozwojowego
Uniwersytet Medyczny w Łodzi
ul. Pomorska 251, 92-216 Łódź,
tel.: +48 (42) 675-75-16
anna.szufnara@umed.lodz.pl

To cite this article:

Szufnara A, Majewska-Beśka S, Szczesio-Włodarczyk A, et al.: Ocena wytrzymałości połączenia materiału Equia Forte z powierzchnią szkliwa i zębiny zębów stałych z niezakończonym rozwojem – badania *in vitro*. Shear bond strength of Equia Forte with enamel and dentin of permanent immature teeth – *in vitro* study. *Nowa Stomatol* 2022;27(1):15-25. DOI: 10.25121/NS.2022.27.1.15

To link to this article:

<https://doi.org/10.25121/NS.2022.27.1.15>

nadesłano/submitted:

20.01.2022

zaakceptowano do druku/accepted:

10.02.2022

PIŚMIENICTWO/REFERENCES

1. Santamaría RM, Abudrya MH, Gül G et al.: How to Intervene in the Caries Process: Dentin Caries in Primary Teeth. *Caries Res* 2020; 54(4): 306-323.
2. Iaculli F, Salucci A, Di Giorgio G et al.: Bond strength of self-adhesive flowable composites and glass ionomer cements to primary teeth: A systematic review and meta-analysis of *in vitro* studies. *Materials (Basel)* 2021; 14(21). Epub ahead of print.
3. Peric T, Markovic E, Markovic D et al.: Meta-analysis of *in-vitro* bonding of glass-ionomer restorative materials to primary teeth. *Materials (Basel)* 2021; 14(14): 1-11.
4. Ballal NV, Gandhi P, Kashyap NN: Influence of particulate alkaline biomaterial remnants in dentin on the adhesion of two resin-based bonding systems. *Microsc Res Tech* 2021; 84(5): 1036-1041.
5. Mocquot C, Attik N, Pradelle-Plasse N et al.: Bioactivity assessment of bioactive glasses for dental applications: A critical review. *Dent Mater* 2020; 36(9): 1116-1143.
6. Palza Cordero H, Castro Cid R, Diaz Dosque M et al.: Li-doped bioglass® 45S5 for potential treatment of prevalent oral diseases. *J Dent* 2021; 105. Epub ahead of print.
7. Carvalho EM, Lima DM, Carvalho CN et al.: Effect of airborne-particle abrasion on dentin with experimental niobophosphate bioactive glass on the microtensile bond strength of resin cements. *J Prosthodont Res* 2015; 59(2): 129-135.
8. Szczesio-Włodarczyk A, Sokolowski J, Kleczewska J et al.: Ageing of dental composites based on methacrylate resins – A critical review of the causes and method of assessment. *Polymers (Basel)* 2020; 12(4): 1-18.
9. Karadas M, Atıcı MG: Bond strength and adaptation of pulp capping materials to dentin. *Microsc Res Tech* 2020; 83(5): 514-522.
10. François P, Greenwall-Cohen J, Goff S Le et al.: Shear bond strength and interfacial analysis of high-viscosity glass ionomer cement bonded to dentin with protocols including silver diammine fluoride. *J Oral Sci* 2020; 62(4): 444-448.
11. Meral E, Baseren N: Shear bond strength and microleakage of novel glass-ionomer cements: An *In vitro* Study. *Niger J Clin Pract* 2019; 22(4): 566-572.
12. Sheikh Hasani Y, Paryab M, Saffarpour A et al.: The Effect of Disinfection with Chlorhexidine on the Shear Bond Strength of Equia Resin-Modified Glass Ionomer Cement to Dentin in Permanent Teeth after Two Thermocycling Protocols. *J Dent (Shiraz, Iran)* 2017; 18(4): 265-271.
13. Cebe MA, Polat S, Cebe F et al.: Bonding performance of two newly developed self-adhering materials between zirconium and dentin. *Niger J Clin Pract* 2015; 18(2): 221-226.
14. Latta MA, Tsujimoto A, Takamizawa T et al.: Enamel and dentin bond durability of self-adhesive restorative materials. *J Adhes Dent* 2020; 22(1): 99-105.
15. Latta MA, Radniecki SM: Bond strength of self-adhesive restorative materials affected by smear layer thickness but not dentin desiccation. *J Adhes Dent* 2020; 22(1): 79-84.