

Aus der Poliklinik für Kieferorthopädie
Westdeutsche Kieferklinik
Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf
Direktor: Univ.-Prof. Dr. Dieter Drescher

Der Effekt von in-vitro-Alterung durch Thermozyklierung und Immersion in Wasser
auf die mechanischen Eigenschaften von PETG-Alignermaterial

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnmedizin
der Medizinischen Fakultät der Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf

vorgelegt von

Benjamin Alexander Ihssen

2024

Als Inauguraldissertation gedruckt mit Genehmigung der
Medizinischen Fakultät der Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf

gez.:

Dekan: Prof. Dr. med. Nikolaj Klöcker

Erstgutachter: Prof. Dr. Dieter Drescher

Zweitgutachter: Prof. Dr. Dr. Jörg Handschel

Meiner wundervollen Frau in Liebe,
meiner Mutter in Dankbarkeit
und meinen Schwiegereltern mit Stolz
gewidmet.

Teile dieser Arbeit wurden veröffentlicht:

Ihssen B.A., Willmann J.H., Nimer A., Drescher D., (2019), Effect of *in-vitro* aging by water immersion and thermocycling on the mechanical properties of PETG aligner material. Journal of Orofacial Orthopedics / Fortschritte der Kieferorthopädie, (6) 1-12
doi:10.1007/s00056-019-00192-8

Abstract

This dissertation was written cumulatively to the publication “Effect of *in-vitro* aging by water immersion and thermocycling on the mechanical properties of PETG aligner material” published in the Journal of Orofacial Orthopedics / Fortschritte der Kieferorthopädie” in 2019 [1].

The *in-vitro* study aimed to investigate the influence of the intraoral milieu on aligner braces made from the thermoplastic polymer Polyethyleneterephthalate-Glycol (PETG). Mechanical properties of most polymers depend on environmental factors. Nevertheless, current literature only provides insufficient or controversial data regarding their intraoral application. Therefore, the time-dependent impact of the oral cavity’s temperature in combination with water absorption from saliva as well as intraoral temperature changes on the mechanical properties of PETG should be simulated and investigated *in-vitro*. In total, 66 specimens, divided into six groups, underwent hygrothermal aging and uniaxial tensile testing: two groups were thermocycled to simulate intraoral temperature changes; two groups were immersed in distilled water at 37 °C for the combined influence of the oral cavity’s temperature and water absorption from saliva; two groups served as untreated controls. The immediate effect of warming the PETG after placement in the mouth was simulated through the ambient temperature during tensile testing.

Water absorption was determined for the treated groups using an analytical scale. Half the specimens of the immersed, thermocycled and control groups were tensile tested at 22 °C ambient temperature and the other half at 37 °C. Young’s modulus (*YM*), 0.2 % offset yield strength (*Rp0.2*), and ultimate tensile strength (*UTS*) were determined for each group. Variance analysis was carried out for all determined values.

All treatment groups showed water absorption, while the thermocycled specimens absorbed 48 % more water. Thermocycled and immersed groups showed a statistically significantly lower Young’s modulus and ultimate tensile strength, as well as the ones tested at 37 °C compared to the ones tested at 22 °C

The results of this study add to the understanding of the clinically well-known degradation of orthodontic aligners and the reduction of initial orthodontic forces, which was found in *in-vitro* studies. Over time the temperature of the oral cavity in combination with water absorption as well as alternating intraoral temperatures, can modify the elastic properties of PETG aligner material and therefore promote a decay of initial orthodontic forces. Additionally, the immediate warming of the aligner material after insertion into the mouth can promote these effects.

Zusammenfassung

Diese Dissertation wurde kumulativ zu der Veröffentlichung "Effect of *in-vitro* aging by water immersion and thermocycling on the mechanical properties of PETG aligner material" verfasst, die 2019 im Journal of Orofacial Orthopedics / Fortschritte der Kieferorthopädie" publiziert wurde [1].

Das Ziel dieser materialwissenschaftlichen *in-vitro* Studie war, den Einfluss des Mundhöhlenmilieus auf Aligner-Zahnspangen aus dem thermoplastischen Polymer Polyethyleneterephthalate-Glycol (PETG) zu untersuchen. Die mechanischen Eigenschaften der meisten Polymere sind von Umgebungsfaktoren abhängig und die aktuelle Literatur bietet bezüglich ihres Einsatzes in der Mundhöhle nur unzureichende und kontroverse Informationen. Deshalb sollte die zeitabhängige Wirkung der Mundhöhlentemperatur in Kombination mit Wasseraufnahme aus dem Speichel sowie die thermischer Wechsellasten auf die mechanischen Eigenschaften des PETG *in vitro* simuliert und ermittelt werden.

Insgesamt wurden 66 Probekörper, aufgeteilt in 6 Gruppen einer hygrothermischen Alterung gefolgt von uniaxialen Zugversuchen unterzogen. Intraorale Temperatur-Wechsellasten wurden durch Thermozyklierung zweier Gruppen simuliert. Die Immersion zweier Gruppen in destilliertem Wasser bei 37 °C diente als Modell für den kombinierten Einfluss der Mundhöhlentemperatur in Verbindung mit Wasseraufnahme aus dem Speichel. Zwei unbehandelte Kontrollgruppen dienten als Vergleich. Der unmittelbare Effekt durch Erwärmung des PETG nach dem Einsetzen der Aligner in den Mund wurde durch die Umgebungstemperatur während der Zugversuche simuliert. Die Wasserabsorption der behandelten Gruppen wurde mittels Analysewaage ermittelt. Mit allen Gruppen wurden Zugtests durchgeführt, wobei je eine Immersions-, eine thermozyklierte und eine Kontrollgruppe bei 22°C und jeweils eine bei 37°C Umgebungstemperatur getestet wurden. Für jede Gruppe wurden der Elastizitätsmodul (YM), die 0,2%-Dehngrenze ($Rp0.2$) und die nominelle Zugfestigkeit (UTS) bestimmt. Für alle bestimmten Werte wurde eine Varianzanalyse durchgeführt. Alle behandelten Gruppen zeigten eine Wasseraufnahme, wobei thermozyklierte Probekörper im Mittel 48% mehr Wasser aufnahmen. Die Thermozyklir- und Immersionsgruppen hatten statistisch signifikant geringere Elastizitätsmoduli und nominelle Zugfestigkeiten. So auch die drei bei 37°C getesteten Gruppen im Vergleich zu den bei 22°C getesteten.

Die Ergebnisse dieser Studie tragen zum Verständnis der klinisch wohl bekannten Degradation von Alignern und dem experimentell festgestellten schnellen Abfall initialer orthodontischer Kräfte bei. Zeitabhängig beeinflussen die Mundhöhlentemperatur in Verbindung mit Wasserabsorption sowie intraorale thermische Wechsellasten die elastischen Eigenschaften von PETG-Alignermaterial und können ein Absinken initialer orthodontischer Kräfte fördern. Zusätzlich kann dieser Effekt durch die unmittelbare Erwärmung des Alignermaterials nach dem Einsetzen in den Mund verstärkt werden.

Abkürzungen

C22	Kontrollgruppe, Zugtests bei 22°C
C37	Kontrollgruppe, Zugtests bei 37°C
DIN	Deutsches Institut für Normung
EN	Europäische Norm
Gruppe C	Unbehandelte Kontrollgruppe
Gruppe I	Immersions-Versuchsgruppe
Gruppe T	thermozyklierte Versuchsgruppe
Hz	hertz
I22	Immersionsgruppe, Zugtests bei 22°C
I37	Immersionsgruppe, Zugtests bei 37°C
ISO	International Organization for Standardization
kN	kilonewton
min	minute
mm	millimetre
pa	pascal
PE	Polyethylene
PET	Polyethyleneterephthalate
PETG	Polyethyleneterephthalate-Glycol
PP	Polypropylene
PU	Polyurethane
<i>Rp0.2</i>	0.2% offset yield strength
T	Temperatur
T22	Thermozyklirgruppe, Zugtests bei 22°C
T37	Thermozyklirgruppe, Zugtests bei 37°C
<i>UTS</i>	ultimate tensile strength
<i>YM</i>	Elastizitätsmodul / Young´s modulus

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Hintergrund	1
1.1.1	Orthodontische Kräfte und Momente	2
1.1.2	Alignermaterialien	3
1.1.2.1	PETG – Polyethyleneterephthalate-Glycol	3
1.1.3	Wechselwirkungen zwischen Alignermaterial und Mundhöhle	3
1.1.3.1	Mundhöhlentemperatur	4
1.1.3.2	Wasseraufnahme aus dem Speichel	4
1.1.3.3	Annealing – zeit- und temperaturabhängige Kristallisation	5
1.2	Ziele dieser Arbeit	5
1.2.1	Nullhypothesen	5
1.3	Ethikvotum	6
2	Publikation	7
3	Diskussion	8
3.1	Versuchsaufbau	8
3.2	Wasseraufnahme	12
3.3	Bestimmung des Elastizitätsmoduls YM	12
3.4	Einfluss der Probekörperbehandlung auf die elastischen Eigenschaften des PETGs	16
3.5	Temperaturabhängigkeit elastischer Eigenschaften von PETG	17
3.6	Fehlerbetrachtung	18
3.6.1	Probekörper-Vorspannung	18
3.6.2	Heizstromabhängige Schwankung der Probekörperspannung	19
3.6.3	Artefakte in der Messung der relativen Probekördehnung ε	19
3.6.4	Bestimmung der 0,2%-Dehngrenze $Rp_{0,2}$	20
3.6.5	Messfehler Wasseraufnahme	20
3.6.6	Fehlerrechnung Elastizitätsmodul YM	20
3.7	Limitationen der vorliegenden Arbeit	21
3.7.1	Kombinierter Effekt von Wasseraufnahme und Lagerung bei 37°C	21
3.7.2	Andere Speichel- und Speisebestandteile als Wasser	21
3.8	Einordnung in den wissenschaftlichen Gesamtzusammenhang	22

3.8.1	Zusammenfassung der Ergebnisse	22
3.8.2	Relation zu den Ergebnissen anderer Autoren	22
3.8.3	Klinische Relevanz	23
4	Literatur- und Quellenverzeichnis	24
5	Anhang	29
6	Danksagung	32

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Aligner und Zahnbogenmodell	1
Abb. 2: Probekörperträger des Thermozyklrier-Aufbaus	8
Abb. 3: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe 1mm/min	9
Abb. 4: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe 2mm/min	10
Abb. 5: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe 5mm/min	10
Abb. 6: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe 10mm/min	11
Abb. 7: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe C22	13
Abb. 8: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe C37	13
Abb. 9: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe I22	14
Abb. 10: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe I37	14
Abb. 11: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe T22	15
Abb. 12: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe T37	15
Abb. 13: Universalprüfmaschine mit temperierter Prüfkammer	18
Abb. 14: Foto eines Probekörpers mit Krümmung über Längsachse	19

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Ergebnisse Vorversuch zur Dehnungsgeschwindigkeit	11
Tabelle 2: Mittlere Fehler Elastizitätsmoduli $\bar{F}_{YM} \pm$ Standardabweichung SD	21

1 Einleitung

1.1 Hintergrund

Aligner sind orthodontische Behandlungsapparaturen, die im Tiefziehverfahren aus transparenten thermoplastischen Polymerfolien hergestellt werden. Besonders aufgrund ästhetischer Vorteile haben sie in der Kieferorthopädie seit Ihrer Einführung im Jahr 1945 eine sehr große Verbreitung erlangt. Im Jahr 2018 hat allein der Marktführer für die Behandlung von über einer Million Patienten Aligner produziert [2], wobei die Anzahl der für jeden behandelten Kiefer benötigten Aligner im hohen zweistelligen Bereich liegen kann. Trotz ihrer mittlerweile weiten Verbreitung sind Wechselwirkungen zwischen dem Alignermaterial und dem Milieu ihrer Anwendung, der Mundhöhle, bisher nur unzureichend erforscht oder es liegen kontroverse Daten vor [3].

Für die Herstellung jedes einzelnen Aligners wird ein Setup-Modell eines Zahnbogens erstellt. Mit jedem hinzukommenden Setup wird die Zahnstellung inkrementell geändert, bis schließlich schrittweise - ausgehend von der initialen Zahnfehlstellung - die gewünschte Zielzahnstellung erreicht wird. Für jeden einzelnen Setup-Schritt wird ein zugehöriges Zahnbogenmodell produziert, über das einer oder mehrere Aligner unterschiedlicher Folienstärke tiefgezogen werden.



Abb. 1: **Aligner und Zahnbogenmodell** (Quelle: [iStock.com/ayo888](https://www.iStock.com/ayo888))

1.1.1 Orthodontische Kräfte und Momente

Die geplanten orthodontischen Zahnbewegungen werden durch den sequenziellen Einsatz der hergestellten Aligner realisiert: jeder eingesetzte Aligner weist initial graduelle Formabweichungen zum Zahnbogen des Patienten auf. Durch diese Abweichungen wird der Aligner deformiert. Die auftretenden elastischen Rückstellkräfte des Alignermaterials induzieren schließlich eine Stellungskorrektur der Zähne durch orthodontische Zahnbewegung.

Die Höhe und der zeitliche Verlauf der auftretenden orthodontischen Kräfte bestimmen die resultierenden Spannungen im Parodont und damit auch die folgenden Zahnbewegungen. Es konnte gezeigt werden, dass dünneres Alignermaterial in kleineren Kräften resultiert als dickeres [4, 5]. Kleine orthodontische Kräfte werden hinsichtlich nebenwirkungsarmer Zahnbewegungen als vorteilhaft angesehen [6]. Der aktuellen Literatur kann man entnehmen, dass orthodontische Kräftesysteme von Alignern eher inkonstanter Natur zu sein scheinen und initiale Kräfte deutlich zu hoch sein können. Einige Autoren konnten sogar feststellen, dass die initialen Kräfte das bis zu sechsfache der empfohlenen Werte betragen können [7-10], wobei initiale Kräfte bereits kurz nach dem Einsetzen in Form eines nichtlinearen Absinkens nachzulassen scheinen [11, 12]. In *in-vitro* Versuchen aufgezeichnete Kraft-Zeit Kurven orthodontischer Kräfte von Alignern haben eher einen intermittierenden als konstanten Charakter [12]. Wie effektiv sich die oben beschriebenen orthodontischen Kräfte und Momente in Zahnbewegung umsetzen lassen, ist noch nicht vollständig geklärt. Im Vergleich von Setup und klinischem Ergebnis zeigen Untersuchungen zur Umsetzung der programmierten Zahnbewegungen durch Kravitz et al. und Simon et al. eine mittlere Effektivität von nur 41% bzw. 59% [13, 14].

Dennoch – ungeachtet zu hoher initialer Kräfte – haben einige Autoren klinisch festgestellt, dass das Risiko für Wurzelresorptionen bei Zahnstellungskorrekturen mit Alignern nicht größer zu sein scheint als bei Therapien mit Multibracketapparaturen [15, 16]. Eine Begründung hierfür könnte in der eingangs beschriebenen eher intermittierenden Wirkweise und einem raschen Absinken von Initialkräften liegen.

1.1.2 Alignermaterialien

Die mittels Alignern applizierten orthodontischen Kräfte sind von mehreren Faktoren abhängig, wie der Alignergeometrie, der Größe der Formabweichung zwischen Aligner und tatsächlicher Zahnstellung und ganz besonders von den mechanischen Eigenschaften des Alignermaterials. Für die Herstellung von Alignern eingesetzten Polymeren ist gemeinsam, dass Sie thermoplastisch, transparent, elastisch und biokompatibel sind. Als gängige Alignermaterialien finden Polyethylene (PE), Polyethyleneterephthalate (PET), Polyethyleneterephthalate-Glycol (PETG), Polyurethane (PU) und Polypropylene (PP) Anwendung [17, 18].

1.1.2.1 PETG – Polyethyleneterephthalate-Glycol

PETG ist ein PET-Copolymer, das Cyclohexan Dimethanol an Stelle von Ethylen Glykol besitzt. Dadurch ist PETG weniger kristallin und mehr amorpher Struktur verglichen mit PET [19, 20].

1.1.3 Wechselwirkungen zwischen Alignermaterial und Mundhöhle

Die mechanische Wirkung von Alignermaterialien wird durch den Tiefziehprozess selbst und besonders durch eine Vielzahl von physikalischen und chemischen Wechselwirkungen mit der Mundhöhle beeinflusst [3]. Physikalische Einflussfaktoren sind die intraorale (Körper-) Temperatur sowie Mastikationskräfte und thermische Wechsellasten durch Nahrungs- oder Genussmittelverzehr.

Chemische Einflüsse sind u.a. das wässrige Millieu des Speichels, Ionen, Proteine, Lipide und Saccharide im Speichel bzw. ggf. in Nahrungs- und Genussmitteln sowie ein fluktuierender pH. Wie oben ausgeführt, werden die entstehenden orthodontischen Kräfte und Momente entscheidend durch die mechanischen Eigenschaften des Alignermaterials bestimmt. Letztere werden wiederum vom umgebenden Millieu beeinflusst. Um diese Wechselwirkungen mit dem Mundhöhlenmillieu zu minimieren und die Wirkung von Alignern möglichst vorhersagbar zu machen, werden Patienten angewiesen, während des Tragens von Alignern eine strikte Nahrungskarenz einzuhalten.

Bisher besteht also noch keine vollständige Klarheit über Art und Umfang aller Wechselwirkungen zwischen Alignermaterial und Mundhöhlenmilieu [3], insbesondere welchen Einfluss thermische Wechsellasten, wie sie bei Nichtbeachtung der empfohlenen Nahrungskarenz denkbar sind, haben. Ein genaueres Verständnis dieser Vorgänge ist aber notwendig, um Alignertherapien noch zuverlässiger bzw. vorhersagbarer zu machen.

1.1.3.1 Mundhöhlentemperatur

Sämtliche elastischen Eigenschaften von Polymeren sind temperaturabhängig [19]. Mit der bereits beschriebenen amorphen Struktur des PETG im Vergleich zu PET geht auch eine niedrigere Glasübergangstemperatur von ca. 77°C [19, 21] einher. Unterhalb seiner Glasübergangstemperatur zeigt PETG ein weniger elastisches, spröderes mechanisches Verhalten. Das heißt, dass mechanische Lasten größere elastische Rückstellkräfte bedingen und früher zu Materialversagen führen. Oberhalb der Glasübergangstemperatur hat PETG elastischeres und duktileres mechanisches Verhalten. Das heißt, dass mechanische Lasten relativ kleinere elastische Rückstellkräfte bedingen und das Material plastisch verformbar ist. Durch die unmittelbare Erwärmung des Alignermaterials auf die Mundhöhlentemperatur von 37°C kann folglich auch mit einer unmittelbaren Änderung der mechanischen Eigenschaften gerechnet werden.

1.1.3.2 Wasseraufnahme aus dem Speichel

Es ist bekannt, dass manche Polymere, auch PETG, zeit- und temperaturabhängig Wasser aus Ihrer Umgebung aufnehmen [22, 23]. Die Absorption von Wasser hat bei vielen Polymeren einen abflachenden Effekt auf die Spannungs-Dehnungskurve aufgrund einer Einlagerung von Wassermolekülen in die Polymermatrix, wodurch deren intermolekulare Beweglichkeit erhöht wird. Hierdurch kommt es zum Abbau mechanischer Spannungen, was eine Verkleinerung des Elastizitätsmoduls bewirkt [24-26]. Außerdem erfahren Polymere, wie PETG, durch Wasseraufnahme eine Quellung bzw. Volumenzunahme [23, 27]. Da Speichel eine wässrige Lösung ist, die zu ca. 99% aus Wasser besteht [28], kann davon ausgegangen werden, dass in der Mundhöhle eingesetztes PETG ebenfalls einer Wasseraufnahme unterliegt, die

wiederum einen Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften des Materials hat [24-26].

1.1.3.3 Annealing – zeit- und temperaturabhängige Kristallisation

PETG soll aufgrund seiner relativ amorphen Struktur weniger temperatur- und zeitabhängiger Kristallisation, sogenanntem Annealing, unterliegen [20]. Dennoch zeigen auch überwiegend amorphe Polymere, wie PETG, eine Kristallwachstumsbedingte Änderung ihrer mechanischen Materialeigenschaften. Die Zunahme kristalliner Bereiche bzw. die Bildung größerer Kristalle kann in Polymeren zu einer Erhöhung des Elastizitätsmoduls, der Fließspannung und der Zugfestigkeit führen [29]. Außerdem kann Annealing eine Verkürzung von Polymerketten und damit eine Volumenschrumpfung bedingen [29].

1.2 Ziele dieser Arbeit

Die vorliegende Arbeit hatte das Ziel, den zeitabhängigen kombinierten Einfluss des wässrigen Mundhöhlenmilieus und seiner Temperatur von 37°C bzw. seiner möglichen Temperaturwechsel, wie sie bei Nichteinhaltung der empfohlenen Nahrungskarenz während des Tragens von Alignern denkbar sind, auf die elastischen Eigenschaften von PETG zu untersuchen. Diese untersuchten Eigenschaften sind der Elastizitätsmodul, die 0,2%-Dehngrenze und die nominelle Zugfestigkeit.

1.2.1 Nullhypothesen

Folgende Nullhypothesen sollten zur Untersuchung der unter Punkt 1.2 genannten Einflussfaktoren auf die mechanischen Eigenschaften von PETG-Alignermaterial getestet werden:

- 1) Thermozyklieren in destilliertem Wasser hat keinen Einfluss auf die elastischen Eigenschaften von PETG-Probekörpern.
- 2) Immersion in destilliertem Wasser bei 37°C hat keinen Einfluss auf die elastischen Eigenschaften von PETG-Probekörpern.
- 3) Die Umgebungstemperatur von 37°C hat keinen Einfluss auf die elastischen Eigenschaften von PETG-Probekörpern.

1.3 Ethikvotum

In der vorliegenden Arbeit wurden keine Versuche an Probanden oder Tieren durchgeführt oder personenbezogene Daten verwendet. Ein Ethikvotum liegt deshalb nicht vor.

2 Publikation

Diese Dissertation wurde kumulativ zu folgender Literaturstelle verfasst:

Ihssen B.A., Willmann J.H., Nimer A., Drescher D., (2019), Effect of *in-vitro* aging by water immersion and thermocycling on the mechanical properties of PETG aligner material. Journal of Orofacial Orthopedics / Fortschritte der Kieferorthopädie, (6) 1-12. doi:10.1007/s00056-019-00192-8

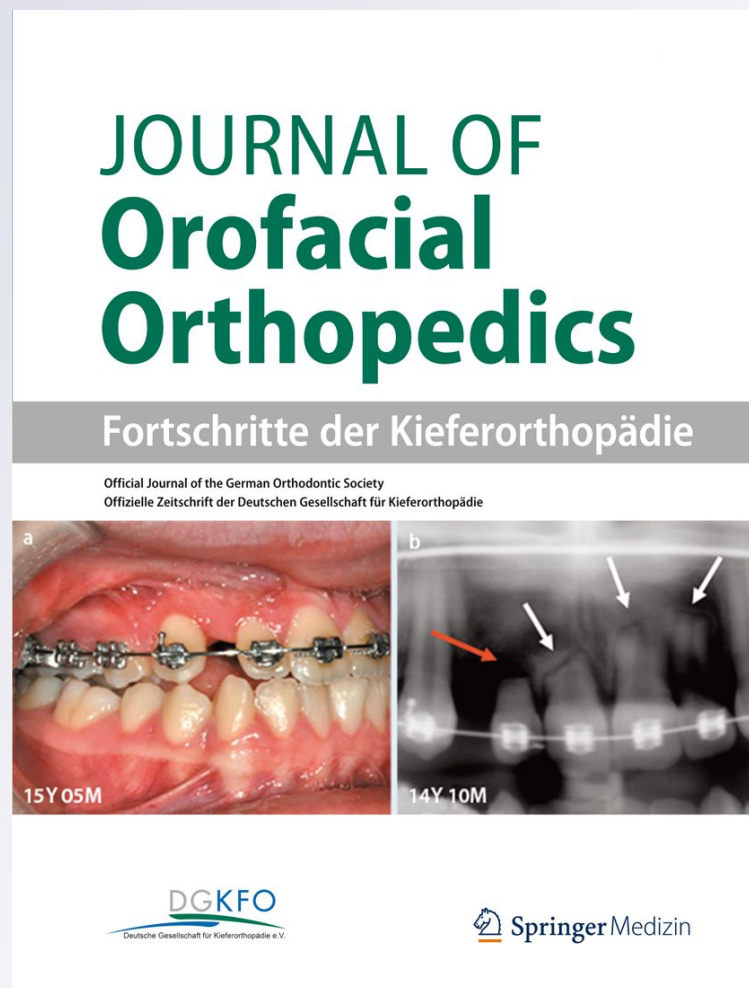
Effect of in vitro aging by water immersion and thermocycling on the mechanical properties of PETG aligner material

**Benjamin A. Ihssen, Jan H. Willmann,
Amr Nimer & Dieter Drescher**

**Journal of Orofacial Orthopedics /
Fortschritte der Kieferorthopädie**
Official Journal of the German
Orthodontic Society / Offizielle
Zeitschrift der Deutschen Gesellschaft
für Kieferorthopädie

ISSN 1434-5293
Volume 80
Number 6

J Orofac Orthop (2019) 80:292-303
DOI 10.1007/s00056-019-00192-8





Effect of in vitro aging by water immersion and thermocycling on the mechanical properties of PETG aligner material

Benjamin A. Ihssen¹ · Jan H. Willmann¹ · Amr Nimer² · Dieter Drescher¹

Received: 21 January 2019 / Accepted: 27 June 2019 / Published online: 2 October 2019
 © Springer Medizin Verlag GmbH, ein Teil von Springer Nature 2019

Abstract

Purpose The mechanical properties of orthodontic aligners made from thermoplastic polymers decrease over time in the intraoral milieu. However, there is a lack of information on this topic in the literature. Thus, the elastic properties of polyethylene terephthalate glycol (PETG) aligner films were investigated in vitro under extreme temperature changes simulated by thermocycling, environmental temperature and water absorption.

Materials and methods A total of 60 specimens made from PETG aligner films (CA Clear Aligner, Scheu Dental, Iserlohn, Germany) were divided into three groups (immersed in distilled water, subjected to accelerated ageing by thermocycling, control). These groups were again divided and tensile testing was performed for all groups at 22 and at 37 °C. Young's modulus (E), 0.2% offset yield strength ($R_{p0.2}$) and ultimate tensile strength (UTS) were evaluated. Water absorption was determined using an analytical scale.

Results All treated specimens showed water absorption, whereby specimens that were thermocycled absorbed 48% more water than the immersed ones. Young's modulus and UTS were significantly lower for all three groups at 37 °C compared to the corresponding groups tested at 22 °C. Thermocycled and immersed groups showed a significantly lower Young's modulus compared to the control group tested at the same temperature. The mean $R_{p0.2}$ was statistically different when comparing the control group tested at 22 °C to the one tested at 37 °C.

Conclusions The results of this study add to the understanding of the clinically well-known degradation of orthodontic aligners during wear time. Extreme alternating temperatures along with warming up to intraoral temperature and water absorption can reduce the material's Young's modulus and may therefore promote a decrease of resulting orthodontic forces.

Keywords Orthodontic tooth movement · Elastic modulus · Artificial ageing · Tensile strength · Mechanical phenomena

Der Effekt von In-vitro-Alterung durch Thermozyklisierung und Wasserimmersion auf die mechanischen Eigenschaften von PETG-Alignermaterial

Zusammenfassung

Ziel Die mechanischen Eigenschaften von kieferorthopädischen Alignern aus thermoplastischen Polymeren unterliegen einer zeitabhängigen Degradation im intraoralen Milieu. Diesbezüglich bietet die aktuelle Literatur nur unzureichende und kontroverse Informationen. Insbesondere betrifft dies die Frage, inwieweit die Materialdegradation von extremen Temperaturwechseln und Wasseraufnahme abhängt. Die elastischen Eigenschaften von Polyethyleneterephthalate-Glycol(PETG)-Alignerfolien wurde in einem In-vitro-Setup untersucht, unter dem Einfluss von extremen intraoralen Temperaturwechseln, simuliert durch Thermozyklisierung, Umgebungstemperatur und Wasserimmersion.

✉ Jan H. Willmann
 Jan.willmann@med.uni-duesseldorf.de

¹ Department of Orthodontics, University of Duesseldorf, Moorenstraße 5, 40225 Duesseldorf, Germany

² Division of Surgery, Imperial College London, South Kensington, London, SW7 2AZ, UK

Material und Methoden Insgesamt 60 Probekörper aus PETG-Alignerfolie (CA Clear Aligner, Scheu Dental, Iserlohn, Deutschland) wurden in 3 Gruppen geteilt (Immersion in destilliertem Wasser, beschleunigte Alterung durch Thermozyklieren, Kontrolle). Diese Gruppen wurden wieder unterteilt und alle Gruppen wurden Zugtests unterzogen, bei 22 und bei 37 °C. Für jede Gruppe wurden der Elastizitätsmodul, die 0,2 %-Dehngrenze sowie die nominelle Zugfestigkeit ermittelt. Die Wasserabsorption wurde mittels Analysewaage ermittelt.

Ergebnisse Während alle behandelten Gruppen eine Wasseraufnahme zeigten, nahmen die thermozyklierten Probekörper im Mittel 48 % mehr Wasser auf als die in Wasser eingelegten. Alle 3 bei 37 °C getesteten Gruppen zeigten signifikant kleinere Elastizitätsmoduli und nominelle Zugfestigkeiten als ihre korrespondierenden bei 22 °C getesteten Gruppen. Die thermozyklierten und Immersionsgruppen hatten statistisch signifikant geringere Elastizitätsmoduli als die Kontrollgruppen, die bei gleicher Temperatur getestet wurden. Statistisch signifikant unterschiedlich war die mittlere 0,2 %-Dehngrenze nur beim Vergleich der bei 22 °C getesteten Kontrollgruppe mit der bei 37 °C getesteten Kontrollgruppe.

Schlussfolgerung Die Ergebnisse dieser Studie tragen zum Verständnis der klinisch wohlbekannteren Degradation von kieferorthopädischen Alignern während ihrer Tragezeit bei. Extreme wechselnde Temperaturen gemeinsam mit der Erwärmung auf Mundhöhlentemperatur und Wasserabsorption können den Elastizitätsmodul von PETG-Alignermaterial erniedrigen und deshalb einen Abfall orthodontischer Kräfte begünstigen.

Schlüsselwörter Kieferorthopädische Zahnbewegung · Elastizitätsmodul · Künstliche Alterung · Zugfestigkeit · Mechanische Phänomene

Introduction

Thermoformed clear aligners were introduced by Kesling in 1945 for minor tooth corrections [22, 33]. Since the introduction of computer aided design–computer aided manufacturing (CAD-CAM) procedures, this technology has gained widespread clinical use and today is also considered for more complex tooth movements [20, 21, 25, 29, 47]. Since their popularity has grown enormously, aligners have gained profound relevance in modern orthodontics. In 2018 one of the leading suppliers in the market alone produced aligners for the treatment of over one million patients [39, 40], while per case up to high two-figure numbers of aligners are necessary.

Biomechanics and force delivery characteristics of aligners depend on the appliance's geometry, its setup, staging and strongly on the physical characteristics of the material it is made of [2, 27, 36]. Commonly used aligner materials are polyethylene (PE), polyethylene terephthalate (PET), polyethylene terephthalate glycol (PETG), polyurethane (PU) and polypropylene (PP) [2, 22].

Several studies investigated the mechanical properties of thermoplastic materials in a simulated intraoral environment [22, 44]. Hygrothermal ageing promotes material ageing under laboratory conditions by consecutive immersion into distilled water of different temperatures and has been widely used in dental research [1, 5, 6, 14, 19].

Polymers are not only exposed to temperature changes and water immersion, but are also subject to various other environmental effects within the oral cavity, such as calcification, lipid absorption, mastication and the effect of plaque metabolites [19]. Moreover, it is assumed that aligner materials undergo complex structural changes through ther-

moforming, which may result in changes in the material's mechanical properties [44].

To avoid mechanical degradation of the aligner materials, patients are recommended to refrain from consuming food and drink while wearing aligners. Currently, there is not enough data on how environmental factors, especially extreme temperature changes, affect the mechanical performance of the aligner which is crucial for treatment success.

The purpose of this study was to investigate the elastic properties of PETG aligner material under the influence of extreme temperature changes which may occur through food and drink consumption.

Materials and methods

Specimens

For the purpose of this study, PETG (CA Clear Aligner, Scheu Dental, Iserlohn, Germany) was chosen, as it is one of the commonly used materials for thermoforming aligners. According to ISO-Norm ISO 20753:2014-07, modified specimens (Type A2) of 0.5 mm thickness were cut out using a computer controlled milling machine (Fig. 1). To fulfill the requirements of ISO Norms EN ISO 527-1:2012 and 527-2:2012 [15, 16], the specimens were produced with a tolerance of ± 0.1 mm in width and thickness.

Groups

The specimens were divided into three groups of 20 specimens each: one untreated control group (Group C), and two groups treated for accelerated ageing: Group I was solely

Fig. 1 Schematic of modified specimen type A2 with locations of dimension measurements indicated (dimensions in mm)

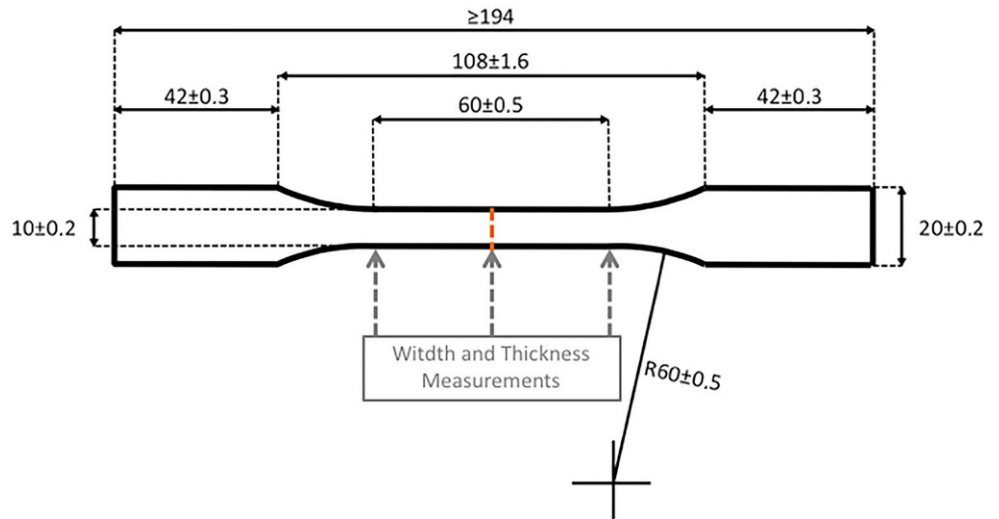


Abb. 1 Schema modifizierter Probekörper Typ A2 mit Positionen der Dimensionsmessungen (Abmessungen in mm)

Table 1 Treatment group and subgroup description; descriptive statistics for specimen's weights, fracture behavior, Young's modulus, 0.2% offset yield strength and ultimate tensile strength

Tab. 1 Beschreibung von Behandlungs- und Untergruppen; deskriptive Statistik für Probekörpergewicht, Frakturverhalten, Elastizitätsmodul, 0,2%-Dehngrenze und nominelle Zugfestigkeit

Variable	SI	Value	
Group name	–	Control	Immersion
Treatment	–	Untreated	Thermocycling
			Immersion
			Thermocycling
Mean weight pre treatment	g	n. a.	1.8905 ± 0.0076
Mean weight post treatment	g	n. a.	1.8955 ± 0.0076
Mean delta weight	g	n. a.	0.005 ± 0.0023
Mean relative delta weight	%	n. a.	0.2638 ± 0.123
Subgroup name abbreviation	–	C22	C37
Tensile testing temperature	°C	22	37
Fracture behavior brittle/ductile	%	90/10	50/50
Young's modulus	GPa	2.05 ± 0.08	1.95 ± 0.11
0.2% offset yield strength	MPa	38.85 ± 2.66	34.28 ± 2.08
Ultimate tensile strength	MPa	49.83 ± 0.43	42.6 ± 1.85

C22, C37 control sugroups tensile tested at 22 or 37 °C; I22, I37 immersed sugroups tensile tested at 22 or 37 °C; T22, T37 thermocycled sugroups tensile tested at 22 or 37 °C

n.a. not applicable, SI Système international (d'unités)

immersed in distilled water, while Group T was thermocycled after previous immersion in distilled water (Table 1).

Groups C, I and T were further each divided into subgroups of 10 specimens: Three of the resulting six subgroups were tensile tested at 22 °C (Groups C22, I22, T22) and three were tested at 37 °C (Groups C37, I37, T37). This

allowed simulation of the intraoral temperature's influence on the material properties (Table 1).

Immersion and thermocycling

The aim was to detect any possible effect of simulated intraoral extreme temperature changes [3, 9, 11, 12, 26, 42,

46, 48, 49], if quantifiable at all. Thus, the applied treatment protocol was designed to simulate a possible worst-case scenario of extreme intraoral temperature changes caused by food and drink consumption while wearing aligners for a maximum long wear time: In accordance to the wear time recommendations per single aligner in the treatment process description of one of the leading suppliers for PETG aligners [8], two weeks of 24h aligner wear time per day, were chosen as minimum simulated wear time. The highest number of thermocycles that might simulate one day of normal food and drink consumption and that could be acquired from literature, namely 50 thermocycles, was used [23].

To ensure high reproducibility and methodological conformity, the resulting treatment protocol for thermocycling was based on ISO Norm TS 11405:2015 [31] which is a standard procedure in dental materials science [3, 9, 11, 12, 26, 42, 46, 48, 49]. It requires immersion of the specimens for 24h in distilled water followed by thermocycling by 500 times cyclic immersion at 5 °C for 20s and at 55 °C for 20s. Different studies with thermocycling protocols guided by ISO Norm TS 11405:2015 [31] used 500 or its multiples as number of thermocycles [3, 9, 11, 12, 26, 42, 46, 48, 49].

For reasons of comparability the smallest multiple of 500 that is larger than 50 thermocycles per day times 14 days, namely 1000 thermocycles, was chosen for this study. With the given parameters for cyclic immersion at 5 °C for 20s and at 55 °C for 20s, and a transfer time of 11.8s, 1000 thermocycles took 17h and 40min.

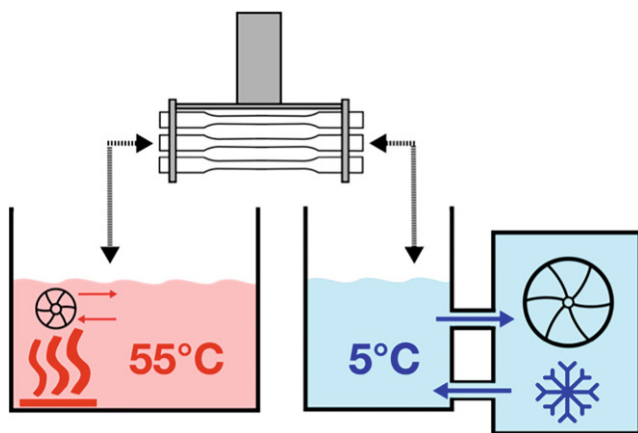


Fig. 2 Schematic of thermocycling setup: basins with heating (red) or cooling (blue) units and circulating pumps (propeller symbol) to provide even tempering of each whole basin. Specimen-loaded mounting (grey) for automated alternating immersion

Abb. 2 Schema des Thermozyklieren-Set-up: Becken mit Heizung (rot) bzw. Kühlung (blau) und Umwälzpumpen (Propellersymbol) für eine gleichmäßige Temperierung jedes gesamten Beckens. Probekörper beladener Träger (grau) für automatische Wechselbäder

Group T was immersed in distilled water for 24h at 37 °C prior to thermocycling in accordance to ISO Norm TS 11405:2015 [31]. This resulted in a total time of treatment in aqueous milieu of 41 h, 40 min for group T.

Group I was immersed solely in distilled water for 41 h and 40 min at 37 °C continuously to match Group T's total treatment time in the aqueous milieu. This allowed for differentiation of the effects caused by immersion and the ones caused by temperature changes.

As immersion bath for the treated groups (Group I, Group T), a temperature-controlled (37 °C) seven-liter tank (Type MP, Julabo, Seelbach, Germany; Thermomix BM-S and Frigomix U, B. Braun Biotech International, Melsungen, Germany) filled with distilled water was used. Two temperature-controlled (5 °C, 55 °C) water tanks (Type MP, Julabo, Seelbach, Germany; Thermomix BM-S and Frigomix U, B. Braun Biotech International, Melsungen, Germany) were used for thermocycling. The actual thermocycling was performed through automated alternating placement of a specimen loaded mounting, held by a cantilever, into the previously mentioned water tanks by two computer-controlled motorized linear stages (Type 2111342110 and 2111325046, Isel-Automation, Eichenzell, Germany) (Fig. 2).

Assessment of elastic material parameters

The materials Young's modulus, 0.2% offset yield strength and its ultimate tensile strength were assessed. In general, these three elastic material parameters can be taken directly from stress strain diagrams of any material (Fig. 3).

The relationship between applied force and resulting deformation, or—more precisely—the relationship of proportional uniaxial strain as a consequence of applied stress is defined by Young's modulus (YM). The smaller the Young's modulus, the smaller are resulting elastic forces at the same deflection range. Elastic orthodontic materials with a small Young's modulus can produce smaller orthodontic forces or act on greater deflection ranges, which is accepted as favorable for risk reduction for root resorption [35, 43].

The 0.2% offset yield strength ($R_{p0.2}$) is defined as the applied stress that will result in a material's irreversible, i.e., plastic, strain of 0.2%. By convention, it marks the transition from fully elastic, i.e., fully reversible deformation, to (partly) plastic, i.e., (partly) irreversible deformation. A material with a high 0.2% offset yield strength is less prone to deactivation caused by plastic deformation and therefore favorable for mechanics relying on elastic forces [43].

Ultimate tensile strength (UTS) is a material's capacity to withstand straining loads without material failure. It is defined as the highest recorded stress when uniaxial traction is applied. Materials with high ultimate tensile strength are less likely to fracture under load [43].

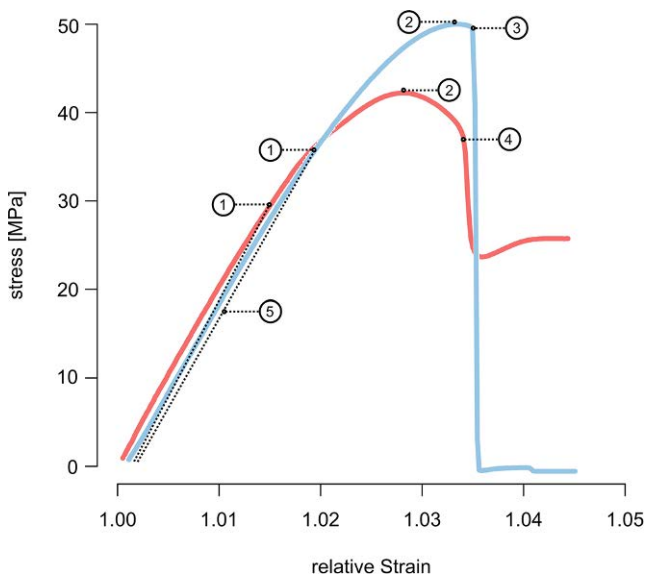


Fig. 3 Stress strain curves: *blue*=specimen C22.02; *red*=specimen C37.02; 1=0.2% offset yield strength; 2=ultimate tensile strength; 3=sudden fracture; 4=necking; 5=slope parallel shifted to 0.2% strain

Abb. 3 Spannungsdehnungskurven: *blau*=Probekörper C22.02; *rot*=Probekörper C37.02; 1=0,2%-Dehngrenze; 2=nominelle Zugfestigkeit; 3=plötzliche Fraktur; 4=Einschnürung; 5=Steigungsgrade parallelverschoben bis 0,2% Dehnung

Assessment of dimensions

To quantify the precision of the specimens' dimensions, the middle sections of ten specimens were measured for width and thickness using a digital caliper (500-181U, Mitutoyo, Kawasaki, Japan; range=0–150 mm; error= ± 0.02 mm). For reasons of feasibility three representative locations were picked for measurement: one in the very center and two at 30 mm distance from the center to both outer ends of the specimens' middle sections (Fig. 1).

Assessment of water absorption

For assessment of possible water absorption during immersion and thermocycling, the specimens were weighed before and immediately after immersion and thermocycling. For this purpose, an analytical scale (XS204 Deltarange, Mettler Toledo, Columbus, OH, USA; range=10 mg–81 g; error= ± 0.1 mg) was used. For each specimen, the relative weight increase was calculated. A comparison of the mean relative weight increase (referred to as “relative delta weight”) for both treatment groups was carried out.

Tensile testing

All specimens were tensile tested with a universal testing machine (106.2 KN, Test GmbH, Erkrath, Germany). The

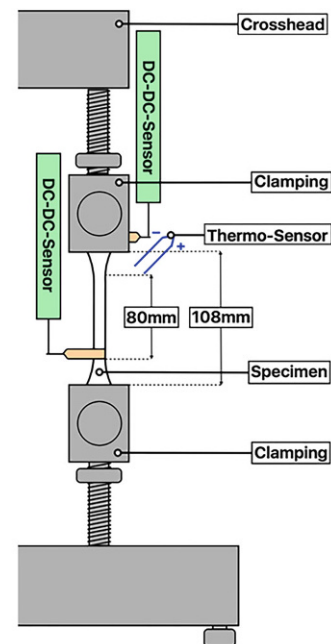


Fig. 4 Schematic of setup of the universal testing machine: specimen (*white*) mounted into the clamping tools. Upper DC-DC-sensor (*green*) attached to the crosshead for direct registration of its trajectory, i.e., nominal specimen strain. Lower DC-DC-sensor (*green*) for slippage control and assessment of full specimen-straightening

Abb. 4 Schema Set-up der Universalprüfmaschine: Probekörper (*weiß*) in Klemmhalterung befestigt. Oberer DC-DC-Sensor (*grün*) am Traversenkopf befestigt für direkte Aufzeichnung des Traversenwegs, d.h. der nominellen Probekörperdehnung. Unterer DC-DC-Sensor (*grün*) zur Schlupfkontrolle und zur Feststellung der vollständigen Probekörperstreckung

testing machine was equipped with a 2 kN force sensor (Type 307, Test GmbH, Germany; error= $\pm 0.5\%$, respectively 1%) and spring clips as clamping tool. All measurements were performed at a strain rate of 5 mm per second in a temperature-controlled chamber. Two DC-DC-distance-sensors (Type 87245-000, Burster, Gernsbach, Germany; error= $\pm 0.5\%$) were employed as extensometer (Fig. 4). Digital data acquisition was performed at a sampling frequency of 5 Hz. For each specimen individual stress strain diagrams were obtained.

In the initial setup both DC-DC-distance-sensors were fixed to both ends of the specimens' testing part to achieve maximum accuracy in measurement. For geometric reasons the mechanical transmission of the specimens' straightening to the sensors led to increased measurement error. That is why the mounting of the upper sensor was relocated to the crosshead, as other authors did before and in accordance to DIN EN ISO 527-1 [3, 5]. This way the crosshead trajectory, i.e., nominal strain of the tested specimen, was recorded directly without the bias of the testing machine's play or distortion. The Sensor on the lower end of the specimen was left in its original position and served for assessment of the specimens full straightening as well as control

of slippage in the lower clamping. All measurements were performed with this modified setup. The authors are aware, that slippage in the clamping and minor strain of the transition part between the specimen's testing part and the one in the clamping contribute to measurement error.

The range of linear elastic deformation was determined graphically. To minimize system immanent initial measurement errors, the data range from 0–0.5% relative strain was excluded from regression analysis and only the data within 0.5–1% relative strain was used. Young's modulus was determined as the slope of the obtained regression graphs. Nevertheless, for the display of stress strain curves all data were included.

Furthermore, for each individual stress strain diagram, a regression graph was fitted manually. By parallel shifting of this regression graph along the x-axis until intersection with the stress strain curve at 0.2% relative strain the 0.2% offset yield strength was determined.

Ultimate tensile strength was determined as the highest retrieved stress value for each tested specimen.

Statistics

Statistical analysis was performed with R-Studio (Version 1.0.153, RStudio Inc., Boston, MA, USA) and Excel for Mac 2011 (Version 14.1.2, Microsoft, Redmond, CA, USA). To quantify the reliability of weight assessment the intraclass correlation coefficients were determined. For estimation of the slope of the plotted graphs a regression analysis was carried out. Since the number of specimens was ten per group, non-parametric statistics were employed for hypothesis testing (Wilcoxon rank sum test and Kruskal–Wallis test). The level of significance was set to 0.05. For performance of multiple comparisons, a Bonferroni correction was conducted, and the level of significance was adjusted accordingly.

Results

Specimen dimensions

The mean specimen width was found to be $1.002\text{ mm} \pm 0.02\text{ mm}$. Measured thicknesses were $0.5\text{ mm} \pm 0\text{ mm}$ at all locations. Deviations in thickness were smaller than the resolution of the applied method of measurement.

Water absorption

Before treatment, both group I and group T had a mean weight of 1.89 g per specimen with a standard deviation of 0.008 g in group I, and 0.005 g in group T. Both groups showed no statistically significant difference in weight be-

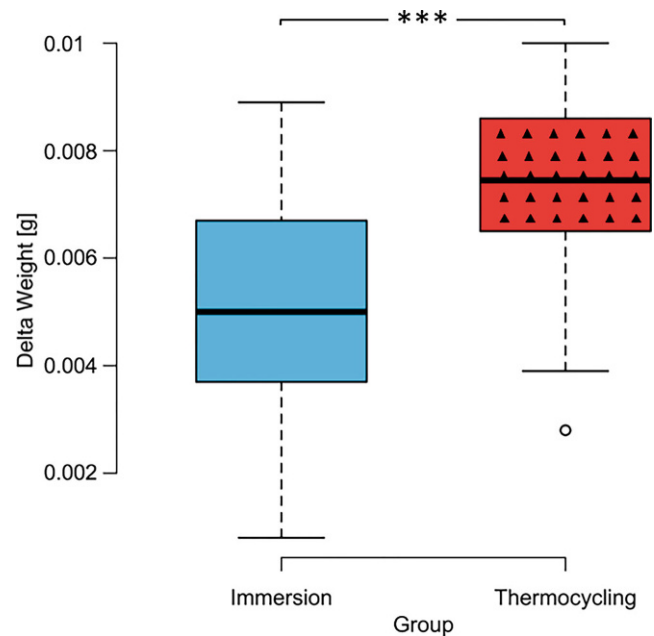


Fig. 5 Boxplot of mean delta weight by groups; group comparison with Wilcoxon rank sum test (* $p < 0.05$, ** $p < 0.01$, *** $p < 0.001$)

Abb. 5 Boxplot des mittleren Delta-Gewichts nach Gruppen: Gruppenvergleich mit Wilcoxon-Rangsummentest (* $p < 0,05$, ** $p < 0,01$, *** $p < 0,001$)

fore treatment ($p = 0.162$). Group I had a mean relative weight increase through treatment by 0.26%, i.e., 0.005 g, which was statistically significant ($p = 0.033$). In group T, a statistically significant ($p < 0.001$) mean relative weight increase of 0.39%, i.e., 0.0074 g, was found. As shown in Fig. 5, comparison of the mean relative delta weight revealed that the thermocycled group T had a mean absolute weight increase through treatment, which was 48% larger than that of the immersed group I. This finding was statistically significant ($p < 0.001$) (Table 2). ICC for weighing group I before and after treatment was 0.98 and for group T 0.97.

Young's modulus

The highest mean Young's modulus was found for group C22 with 2.05 GPa, whereas the lowest was found for I37 with 1.85 GPa (Table 3; Fig. 6). Young's modulus was significantly higher for groups tested at 22 °C compared to their corresponding groups measured at 37 °C. Pairwise comparison of the three groups that were measured at the same temperature C22, I22 and T22 or C37, I37 and T37, respectively, revealed that Young's moduli of the control groups were significantly higher than the ones of the immersed and thermocycled groups, whereas there was no statistically significant difference between the Young's moduli of the immersed groups, compared to the thermocycled ones (Table 3; Fig. 6).

Table 2 Group comparison of treated specimens' mean weight (Wilcoxon rank sum test): Specimens were weighed before and after treatment. Absolute and relative weight difference (delta weight) was calculated
Tab. 2 Gruppenvergleich des mittleren Gewichtes behandelter Probekörper (Wilcoxon-Rangsummentest): Probekörper wurden vor und nach Behandlung gewogen. Der absolute und relative Gewichtsunterschied (Delta-Gewicht) wurden berechnet

Compared mean weights of groups		P-values	
Weight before immersion I22, I37	–	Weight after immersion I22, I37	0.034*
Weight before thermocycling T22, T37	–	Weight after thermocycling T22, T37	<0.001***
Weight before immersion I22, I37	–	Weight before thermocycling T22, T37	0.162
Weight after immersion I22, I37	–	Weight after thermocycling T22, T37	0.86
Delta weight I22, I37	–	Delta weight T22, T37	<0.001***
Relative delta weight I22, I37	–	Relative delta weight T22, T37	<0.001***

C22, C37 control sugroups tensile tested at 22 or 37 °C; I22, I37 immersed sugroups tensile tested at 22 or 37 °C; T22, T37 thermocycled sugroups tensile tested at 22 or 37 °C

* $p < 0.05$, ** $p < 0.01$, *** $p < 0.001$

Table 3 Group comparisons of elastic parameters: Young's modulus, ultimate tensile strength, 0.2% offset yield strength
Tab. 3 Gruppenvergleiche der elastischen Materialparameter: Elastizitätsmodul, nominelle Zugfestigkeit, 0,2%-Dehngrenze

Elastic parameter	Groups	C37	I22	I37	T22	T37
Young's modulus	C22	0.0288*	0.0155 [#]	n. a.	0.0011 ^{##}	n. a.
0.2% offset yield strength	C22	0.0011**	0.0283		0.1505	
Ultimate tensile strength	C22	0***	0.0005 ^{##}		0.0017 ^{##}	
Young's modulus	C37	n. a.	n. a.	0.0115 [#]	n. a.	0.0021 ^{##}
0.2% offset yield strength	C37			0.2883		0.8793
Ultimate tensile strength	C37			0.6500		0 ^{###}
Young's modulus	I22	n. a.	n. a.	0.0068**	0.1431	n. a.
0.2% offset yield strength	I22			0.1976	0.4956	
Ultimate tensile strength	I22			0***	0.0002 ^{##}	
Young's modulus	I37	n. a.	n. a.	n. a.	n. a.	0.9118
0.2% offset yield strength	I37					0.2113
Ultimate tensile strength	I37					0.0081 [#]
Young's modulus	T22	n. a.	n. a.	n. a.	n. a.	0.0115*
0.2% offset yield strength	T22					0.2725
Ultimate tensile strength	T22					0.0002***

n.a. not applicable

C22, C37 control sugroups tensile tested at 22 or 37 °C; I22, I37 immersed sugroups tensile tested at 22 or 37 °C; T22, T37 thermocycled sugroups tensile tested at 22 or 37 °C

Paired group comparison with Wilcoxon rank sum test: * $p < 0.05$, ** $p < 0.01$, *** $p < 0.001$; multiple comparisons with Wilcoxon rank sum test and Bonferroni correction: [#] $p < 0.0177$, ^{##} $p < 0.0033$, ^{###} $p < 0.0003$

0.2% offset yield strength

Mean 0.2% offset yield strength was highest at group C22, with 38.85 MPa (± 2.66 MPa) and lowest at group I37 with 33.7 N/mm² (± 1.77 MPa). The only statistically significant difference for the mean 0.2% offset yield strength could be found comparing group C22 to group C37 ($p < 0.01$; Table 3; Fig. 7).

Ultimate tensile strength

The overall highest mean ultimate tensile strength was found in group T22 with 51 MPa, while the overall lowest was retrieved from group I37 with 42.2 MPa. There was a statistically significant difference in mean ultimate tensile

strength comparing groups of the same treatment that were tensile tested at different temperatures. Within the three groups that were tensile tested at the same temperature, the thermocycled group had the highest and the immersed group had the lowest mean ultimate tensile strength. These differences were only statistically significant when comparing mean ultimate tensile strength of I37 to T37 (Table 3; Fig. 8).

Fracture behavior

Nearly all specimens tensile tested at 22 °C showed brittle fracture behavior, i.e., they fractured suddenly. In contrast, only half of those tested at 37 °C showed brittle fracture behavior, while the other half showed ductile fracture behav-

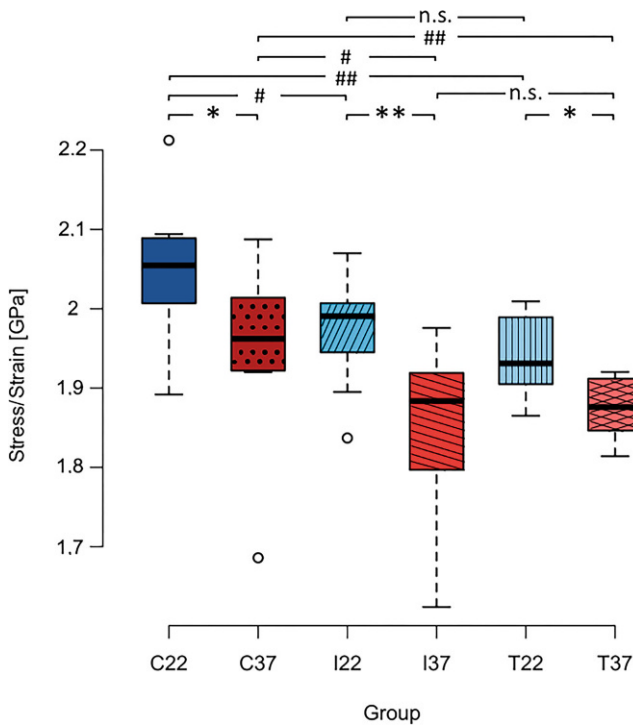


Fig. 6 Boxplot of mean Young's modulus by groups; Paired group comparison with Wilcoxon rank sum test (* $p < 0.05$, ** $p < 0.01$, *** $p < 0.001$) and multiple comparisons with Wilcoxon rank sum test and Bonferroni correction (# $p < 0.0177$, ## $p < 0.0033$, ### $p < 0.0003$)

Abb. 6 Boxplot der mittleren Elastizitätsmoduli nach Gruppen; paarweiser Gruppenvergleich mit Wilcoxon-Rangsummentest (* $p < 0,05$, ** $p < 0,01$, *** $p < 0,001$) sowie multiple Vergleiche mit Wilcoxon-Rangsummentest und Bonferroni-Korrektur (# $p < 0,0177$, ## $p < 0,0033$, ### $p < 0,0003$)

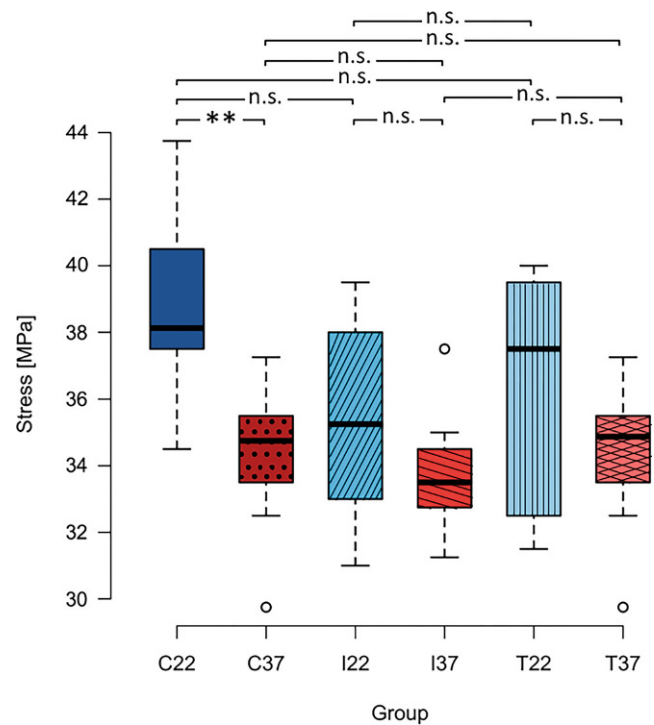


Fig. 7 Boxplot of mean 0.2% offset yield strength by groups; paired group comparison with Wilcoxon rank sum test (* $p < 0.05$, ** $p < 0.01$, *** $p < 0.001$) and multiple comparisons with Wilcoxon rank sum test and Bonferroni correction (# $p < 0.0177$, ## $p < 0.0033$, ### $p < 0.0003$)

Abb. 7 Boxplot der mittleren 0,2%-Dehngrenzen nach Gruppen; paarweiser Gruppenvergleich mit Wilcoxon-Rangsummentest (* $p < 0,05$, ** $p < 0,01$, *** $p < 0,001$) sowie multiple Vergleiche mit Wilcoxon-Rangsummentest und Bonferroni-Korrektur (# $p < 0,0177$, ## $p < 0,0033$, ### $p < 0,0003$)

ior. The ductile specimens showed severe material necking with specimen elongation of several centimeters. Simultaneous to material necking, the tensile force dropped to a relative minimum and increased again by a few newtons before it stayed at a relatively constant level, as the specimens elongated for up to several centimeters. A picture of a representative example of both fracture behaviors is shown in Fig. 9, as well as two representative stress strain curves in Fig. 3.

Discussion

Dental materials underlie a variety of potential interactions with the oral cavity, such as temperature changes, water absorption, calcification, lipid ad- or absorption, biofilm, pH, etc. [13, 19, 45]. Therefore, testing of dental materials in their actual field of application necessarily investigates the combined effects of multiple factors. Furthermore, standardizing the oral cavity's interaction with dental materials is impossible due to interindividual and time-dependent differences between patients [13]. To ensure differentiation of

only the one specific factor of interest—extreme temperature changes—and to achieve a high degree of reproducibility, the above-mentioned in vitro setup was chosen.

With the presented thermocycling setup for simulation of extreme intraoral temperature changes, the mechanical performance of the tested material underlies the combined effects of extreme temperature changes, storage at 37 °C and water absorption. For differentiation of only the extreme temperature changes impact, one treatment group, which was solely immersed in distilled water at 37 °C for a time span corresponding to the thermocycled group's total treatment time, had to be tensile tested.

The temperature conditions for tensile testing were chosen considering that all elastic parameters of polymers are temperature dependent. PETG's characteristic glass transition temperature T_g is around 77 °C [4]. Below the glass transition temperature, PETG shows a more brittle mechanical behavior, while above T_g it is in a rubbery, more ductile state. Since 37 °C, the temperature of the actual field of aligner application, is closer to PETG's glass transition temperature than 22 °C, the temperature of ambient air, tensile testing was performed at 22 °C as well as 37 °C [17,

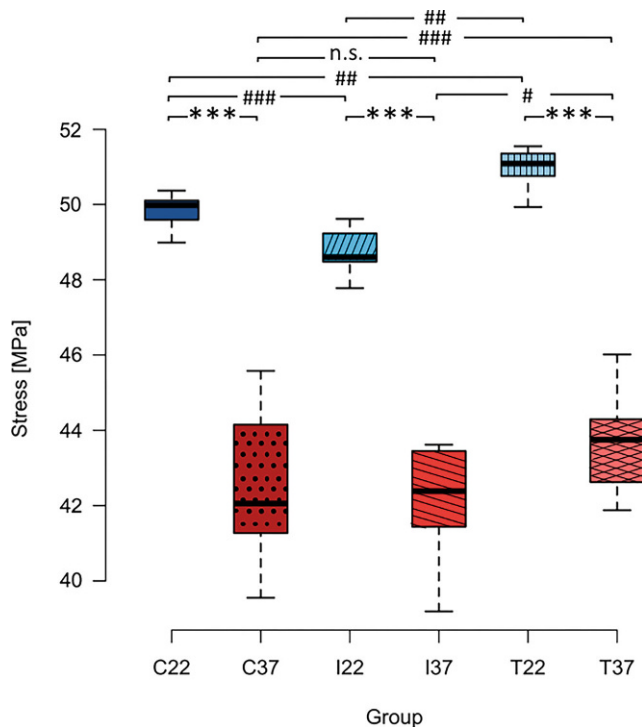


Fig. 8 Boxplot of mean ultimate tensile strength by groups; paired group comparison with Wilcoxon rank sum test (* $p < 0.05$, ** $p < 0.01$, *** $p < 0.001$) and multiple comparisons with Wilcoxon rank sum test and Bonferroni correction (# $p < 0.0177$, ## $p < 0.0033$, ### $p < 0.0003$)

Abb. 8 Boxplot der mittleren nominellen Zugfestigkeiten nach Gruppen; paarweiser Gruppenvergleich mit Wilcoxon-Rangsummentest (* $p < 0,05$, ** $p < 0,01$, *** $p < 0,001$) sowie multiple Vergleiche mit Wilcoxon-Rangsummentest und Bonferroni-Korrektur (# $p < 0,0177$, ## $p < 0,0033$, ### $p < 0,0003$)

41]. This allowed for differentiation of the intraoral temperature's immediate effect. Furthermore, Young's modulus and 0.2% offset yield strength are also strain rate dependent. The latter two material properties show an increase at higher strain rates [17, 30, 41]. Thus, for comparability reasons of materials science studies, which employ tensile testing, specification of the used strain rate is mandatory. Because the authors found an acceptable match with the data given in the investigated material's data sheet, all tests were performed at a strain rate of 5 mm per second [38].

In many polymers water absorption has an effect on the mechanical properties: it flattens the stress strain curve, i.e., it reduces the Young's modulus by interposition of water molecules into the polymer matrix. This increases intermolecular mobility in amorphous areas and leads to stress relaxation [5, 10, 37]. As Engelke already proposed in his thesis at the University of Goettingen, hygrothermal aging of PETG aligner material is likely to add to the fast decay of delivered orthodontic forces. The latter corresponds well to this study's observation of the lower Young's moduli, 0.2% yield strengths and ultimate tensile strengths comparing the treated groups (Groups T22, T37, I22, I37) to their



Fig. 9 Specimen after tensile testing (left to right: sudden fracture, i.e., brittle fracture behavior; necking, i.e., ductile fracture behavior; finger-printed specimen with streaking and multiple locations of necking)

Abb. 9 Probekörper nach Zugtest (von links nach rechts: plötzliche Fraktur, d.h. sprödes Bruchverhalten; Einschnürung, d.h. duktiles Frakturverhalten; durch Fingerabdruck verunreinigter Probekörper mit Streifung und multiplen Einschnürungen)

corresponding control groups (Groups C22, C37) measured at the same temperature. However, differences in 0.2% offset yield strength were not statistically significant. Groups T22 and T37 absorbed 30% more water than groups I22 and I37. Not regarding statistical significance, groups T22 and T37 showed the lowest mean Young's modulus comparing groups tested at the same temperature. This could be related to the thermocycled specimens greater water absorption through treatment [4, 10, 37].

As a PET-copolymer, which is produced by addition of cyclohexane dimethanol (CHDM) in place of ethylene glycol, PETG is a glassy, less crystalline, more amorphous polymer with reduced melting temperature [17]. Tensile tests at 37 °C showed statistically significant lower mean Young's moduli and mean ultimate tensile strengths than the equivalent groups tested at 22 °C. Furthermore, lower mean 0.2% offset yield strengths were found in the groups tensile tested at 37 °C compared to the corresponding ones tested at 22 °C, although differences were only statistically significant for the comparison of groups C22 to C37. Due to its amorphous character, some authors state that PETG should only be affected by temperature-induced crystallization to a very small extent, i.e., it is less likely to undergo annealing [32]. Nonetheless, it is likely that during immersion and thermocycling annealing takes place. This could be the reason for the observed highest ultimate tensile strength in groups T22 and T37 compared to the other groups tested at the same temperature [32].

Depending on the type of polymer, the temperature and on the strain rate aligner materials can show brittle or ductile fracture behavior. Brittle materials show abrupt yield stress, whereas in ductile ones yield stress is smooth. In the latter case, the stress strain curve slowly rolls over while the material begins to flow [17] instead of sudden specimen fracture.

In the early phase of this study, one of the examiners accidentally touched the center parts of several specimens and left fingerprints. These specimens showed a significantly different mechanical behavior: the stained samples more frequently underwent flow with multiple locations of necking and developed a streaky aspect at their center parts once tensile tested (Fig. 9). Human skin is covered with a complex mixture of lipids, proteins, and ions, and has a negative pH. These qualities of fingerprints may have caused the change in mechanical behavior of the stained specimens which indicates that not only water and temperature affect the physical properties of PETG. Since human saliva also contains a complex composition of minerals, lipids, proteins and has as fluctuating pH, it may be speculated that saliva might have an even more profound impact on PETG's and maybe other polymers' mechanical performance. This assumption is in line with the demand from Eliades and Bourauel [19] for further research regarding this aspect. Consequently all of the compromised specimens were excluded from data analysis and from that time on specimens were only handled with examination gloves.

Several studies suggest that initial forces and moments in aligner treatment can exceed the recommended magnitude for orthodontic tooth movement by the factor of six [20, 21, 28, 34], which is suspected to increase the risk for root resorption [7]. The decrease of Young's modulus by temperature increase and water absorption indicates a reduction of the initial forces applied by aligners in the early phase after intraoral placement. This supports the findings of Ryokawa et al. as well as Simon et al. [44, 47]. Furthermore, this study's findings back the results of other in vitro studies that found an exponential decay of initial forces over time immediately after aligner placement [47]. Alterations in the material's properties caused by extreme intraoral temperature changes may even promote the force decay further. This may partially explain why orthodontic tooth movement seems to be possible with similarly low or even lower risk for root resorption compared to multi-bracket appliances despite high initial forces [18, 24].

To advance our understanding of aligner materials' properties and to confirm the findings of this study further research into the aging of aligner materials and their stress relaxation behavior within the oral environment is needed. Treatment with PETG aligners produced with a smaller aligner staging in order to compensate for material degradation might result in more constant forces. As a consequence,

the number of aligners used for one treatment would increase.

Conclusions

The findings of this study can add to the understanding of aligner biomechanics and the way they are influenced by the intraoral environment, especially extreme temperature changes that might be caused by food and drink consumption during aligner wear. In accordance with other authors [19], this study showed that warming up to intraoral temperature instantly reduces PETG's Young's modulus and ultimate tensile strength. Over time, water absorption and storage at 37 °C can further decrease Young's modulus and ultimate tensile strength. Extreme intraoral temperature changes may lead to even more accelerated physical aging of the PETG aligner material. This promotes even greater reduction of Young's modulus which may add to a decrease of acting orthodontic forces and moments over time. Food and drink consumption should be avoided during aligner wear to prevent alteration of the physical properties of the aligner material and to increase predictability of the resulting force systems.

Funding This research did not receive any specific grant from funding agencies in the public, commercial or not-for-profit sectors. Aligner raw material for specimen fabrication was provided by Scheu Dental, Iserlohn, Germany.

Compliance with ethical guidelines

Conflict of interest B.A. Ihssen, J.H. Willmann, A. Nimer and D. Drescher declare that they have no competing interests.

Ethical standards This article does not contain any studies with human participants or animals by any of the authors.

References

- Ahn HW, Ha HR, Lim HN, Choi S (2015) Effects of aging procedures on the molecular, biochemical, morphological, and mechanical properties of vacuum-formed retainers. *J Mech Behav Biomed Mater* 51:356–366. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.07.026>
- Alexandropoulos A, Al Jabbari YS, Zinelis S, Eliades T (2015) Chemical and mechanical characteristics of contemporary thermoplastic orthodontic materials. *Aust Orthod J* 31(2):165–170
- Arici S, Arici N (2003) Effects of thermocycling on the bond strength of a resin-modified glass ionomer cement: an in vitro comparative study. *Angle Orthod* 73(6):692–696. [https://doi.org/10.1043/0003-3219\(2003\)073](https://doi.org/10.1043/0003-3219(2003)073)
- Barany TTC (2003) Effect of thermal ageing on fracture characteristics of an amorphous copolyester (PETG). *Int J Polym Sci* 31(1):381–385
- Barany T, Földes E, Czigany T (2007) Effect of thermal and hygrothermal aging on plane stress toughness of polyethylene terephthalate sheets. *Express Polym Lett* 1(3):180–187

6. Boubakri A, Elleuch K, Guermazi N, Ayedi HF (2009) Investigations on hygrothermal aging of thermoplastic polyurethane material. *Mater Des* 30(10):3958–3965. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.05.038>
7. Brezniak N, Wasserstein A (2016) Orthodontic root resorption: a new perspective. *Angle Orthod* 86(6):1056–1057. <https://doi.org/10.2319/0003-3219-86.6.1056>
8. Scheu-Dental GmbH (2019) CA Clear Aligner Treatment Process. <https://www.ca-clear-aligner.com/b2c/index.html>. Accessed 10 Mar 2019
9. Canbek K, Karbach M, Gottschalk F, Erbe C, Wehrbein H (2013) Evaluation of bovine and human teeth exposed to thermocycling for microleakage under bonded metal brackets. *J Orofac Orthop* 74(2):102–112. <https://doi.org/10.1007/s00056-012-0123-y>
10. Chen Y, Lin Z, Yang S (1998) Plasticization and crystallization of Polyethylene Terephthalate induced by water. *J Therm Anal Calorim* 52:565–568
11. Daub J, Berzins DW, Linn BJ, Bradley TG (2006) Bond strength of direct and indirect bonded brackets after thermocycling. *Angle Orthod* 76(2):295–300. [https://doi.org/10.1043/0003-3219\(2006\)076](https://doi.org/10.1043/0003-3219(2006)076)
12. De Abreu Neto HF, Costa AR, Correr AB et al (2015) Influence of light source, Thermocycling and Silane on the shear bond strength of metallic brackets to ceramic. *Braz Dent J* 26(6):685–688. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201300416>
13. de Almeida Pdel V, Gregio AM, Machado MA, de Lima AA, Azevedo LR (2008) Saliva composition and functions: a comprehensive review. *J Contemp Dent Pract* 9(3):72–80
14. Dhakal HN, Zhang ZY, Richardson MOW (2007) Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Compos Sci Technol* 67(7):1674–1683. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.06.019>
15. Deutsches Institut für Normung (2012) Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften – Teil 1: Allgemeine Grundsätze (ISO 527-1:2012). Beuth Verlag GmbH, Berlin (Deutsche Fassung EN ISO 527-1:2012 (Polymers—Determination of tensile properties—Part 1: General principals (ISO 527-1:2012); German Version EN ISO 527-1:2012))
16. DIN Deutsches Institut für Normung e.V. (2012) Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften – Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen (ISO 527-2:2012). Beuth Verlag GmbH, Berlin (Deutsche Fassung EN ISO 527-2:2012 (Polymers—Determination of tensile properties—Part 2: Testing conditions for moulding and extrusion materials (ISO 527-2:2012); German version EN ISO 527-2:2012))
17. Dupaux RB, Boyce MC (2005) Finite strain behavior of poly(ethylene terephthalate) (PET) and poly(ethylene terephthalate)-glycol (PETG). *Polymer (Guildf)* 46(13):4827–4838. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2005.03.083>
18. Elhaddaoui R, Qoraich HS, Bahije L, Zaoui F (2017) Orthodontic aligners and root resorption: a systematic review. *Int Orthod* 15(1):1–12. <https://doi.org/10.1016/j.ortho.2016.12.019>
19. Eliades T, Bourauel C (2005) Intraoral aging of orthodontic materials: the picture we miss and its clinical relevance. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 127(4):403–412. <https://doi.org/10.1016/j.ajodo.2004.09.015>
20. Elkholy F, Panchaphongsaphak T, Kilic F, Schmidt F, Lapatki BG (2015) Forces and moments delivered by PET-G aligners to an upper central incisor for labial and palatal translation. *J Orofac Orthop* 76(6):460–475. <https://doi.org/10.1007/s00056-015-0307-3>
21. Elkholy F, Schmidt F, Jager R, Lapatki BG (2016) Forces and moments delivered by novel, thinner PET-G aligners during labiopalatal bodily movement of a maxillary central incisor: an in vitro study. *Angle Orthod* 86(6):883–890. <https://doi.org/10.2319/011316-37r.1>
22. Fang D, Zhang N, Chen H, Bai Y (2013) Dynamic stress relaxation of orthodontic thermoplastic materials in a simulated oral environment. *Dent Mater J* 32(6):946–951
23. Gale MS, Darvell BW (1999) Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 27(2):89–99
24. Gay G, Ravera S, Castroflorio T et al (2017) Root resorption during orthodontic treatment with Invisalign(R): a radiometric study. *Prog Orthod* 18(1):12. <https://doi.org/10.1186/s40510-017-0166-0>
25. Gomez JP, Pena FM, Martinez V, Giraldo DC, Cardona CI (2015) Initial force systems during bodily tooth movement with plastic aligners and composite attachments: a three-dimensional finite element analysis. *Angle Orthod* 85(3):454–460. <https://doi.org/10.2319/050714-330.1>
26. Goracci C, Margvelashvili M, Giovannetti A, Vichi A, Ferrari M (2013) Shear bond strength of orthodontic brackets bonded with a new self-adhering flowable resin composite. *Clin Oral Investig* 17(2):609–617. <https://doi.org/10.1007/s00784-012-0729-x>
27. Hahn W, Dathe H, Fialka-Fricke J et al (2009) Influence of thermoplastic appliance thickness on the magnitude of force delivered to a maxillary central incisor during tipping. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 136(1):12 e11–12 e17. <https://doi.org/10.1016/j.ajodo.2008.12.015> (discussion 12–13)
28. Hahn W, Engelke B, Jung K et al (2010) Initial forces and moments delivered by removable thermoplastic appliances during rotation of an upper central incisor. *Angle Orthod* 80(2):239–246. <https://doi.org/10.2319/033009-181.1>
29. Hahn W, Zapf A, Dathe H et al (2010) Torquing an upper central incisor with aligners—acting forces and biomechanical principles. *Eur J Orthod* 32(6):607–613. <https://doi.org/10.1093/ejo/cjq007>
30. Hussein M (2018) Effects of strain rate and temperature on the mechanical behavior of carbon black reinforced elastomers based on butyl rubber and high molecular weight polyethylene. *Results Phys* 9:511–517. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.02.043>
31. ISO International Organization for Standardization (2015) ISO/TS 11405:2015 Dentistry—Testing of adhesion to tooth structure. ISO International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland
32. Kattan M, Dargent E, Ledru J, Grenet J (2001) Strain-induced crystallization in uniaxially drawn PETG plates. *J Appl Polym Sci* 81(14):3405–3412. <https://doi.org/10.1002/app.1797>
33. Kesling HD (1945) The philosophy of the tooth positioning appliance. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 31(6):297–304. [https://doi.org/10.1016/0096-6347\(45\)90101-3](https://doi.org/10.1016/0096-6347(45)90101-3)
34. Kohda N, Iijima M, Muguruma T, Brantley WA, Ahluwalia KS, Mizoguchi I (2013) Effects of mechanical properties of thermoplastic materials on the initial force of thermoplastic appliances. *Angle Orthod* 83(3):476–483. <https://doi.org/10.2319/052512-432.1>
35. Krishnan V, Davidovich Z (2015) Biological mechanisms of tooth movement vol 2. John Wiley & Sons, Ltd, Chichester, United Kingdom
36. Lombardo L, Martines E, Mazzanti V, Arreghini A, Mollica F, Siciliani G (2016) Stress relaxation properties of four orthodontic aligner materials: a 24-hour in vitro study. *Angle Orthod*. <https://doi.org/10.2319/113015-813.1>
37. Nielsen LE, Landel RF (1994) Mechanical properties of polymers and composites, 2nd edn. Marcel Dekkar, Inc., New York.
38. Scheu Dental GmbH (2017) Produktdatenblatt CA® CLEAR-ALIGNER. https://www.scheu-dental.com/fileadmin/SCHEU-DENTAL/Downloads/08_Datenblaetter/Produktdatenblatt-CA-CLEAR-ALIGNER.pdf. Accessed 27 Sept 2017
39. Align Technology, Inc. (2018) Q4 and 2017 Corporate Fact Sheet. <http://www.aligntech.com/documents/Align%20Technology%20Corp%20Fact%20Sheet%202017%20Q4F.pdf>. Accessed 9 Feb 2018
40. Align Technology Inc. (2019) Q4 and 2018 Corporate Fact Sheet. <http://www.aligntech.com/documents/Align%20Technology>

- [%20Corp%20Fact%20Sheet%202018%20Q4.pdf](#). Accessed 3 Mar 2019
41. Richeton J, Ahzi S, Vecchio KS, Jiang FC, Adharapurapu RR (2006) Influence of temperature and strain rate on the mechanical behavior of three amorphous polymers: characterization and modeling of the compressive yield stress. *Int J Solids Struct* 43(7):2318–2335. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2005.06.040>
 42. Richter C, Jost-Brinkmann PG (2015) Shear bond strength of different adhesives tested in accordance with DIN 13990-1/-2 and using various methods of enamel conditioning. *J Orofac Orthop* 76(2):175–187. <https://doi.org/10.1007/s00056-014-0281-1>
 43. Roylance D (2008) Mechanical properties of materials. MIT Massachusetts Institute of Technology, Massachusetts, USA
 44. Ryokawa H, Miyazaki Y, Fujishima A, Miyazaki T, Maki K (2006) The mechanical properties of dental thermoplastic materials in a simulated intraoral environment. *Orthod Waves* 65(2):64–72. <https://doi.org/10.1016/j.odw.2006.03.003>
 45. Schubert MA, Wiggins MJ, Schaefer MP, Hiltner A, Anderson JM (1995) Oxidative biodegradation mechanisms of biaxially strained poly(etherurethane urea) elastomers. *J Biomed Mater Res* 29(3):337–347. <https://doi.org/10.1002/jbm.820290309>
 46. Sheibaninia A (2014) Effect of thermocycling on nickel release from orthodontic arch wires: an in vitro study. *Biol Trace Elem Res* 162(1–3):353–359. <https://doi.org/10.1007/s12011-014-0136-z>
 47. Simon M, Keilig L, Schwarze J, Jung BA, Bourauel C (2014) Forces and moments generated by removable thermoplastic aligners: incisor torque, premolar derotation, and molar distalization. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 145(6):728–736. <https://doi.org/10.1016/j.ajodo.2014.03.015>
 48. Sokucu O, Siso SH, Ozturk F, Nalcaci R (2010) Shear bond strength of orthodontic brackets cured with different light sources under Thermocycling. *Eur J Dent* 4(3):257–262
 49. Zachrisson YO, Zachrisson BU, Buyukyilmaz T (1996) Surface preparation for orthodontic bonding to porcelain. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 109(4):420–430

3 Diskussion

3.1 Versuchsaufbau

Die Untersuchung von Alignermaterialien *in-vivo* bedingt, dass verschiedene Einflussfaktoren nicht ohne Weiteres getrennt voneinander betrachtet werden können [3, 28]. Um die Betrachtung einzelner Einflussfaktoren, in diesem Fall, Umgebungstemperatur, Wasseraufnahme und thermische Wechsellasten zu ermöglichen und um einen hohen Grad an Reproduzierbarkeit zu schaffen, wurde der beschriebene *in-vitro* Aufbau unter Inkaufnahme anderer Kompromisse gewählt.

Mit dem verwendeten Thermozyklrier-Aufbau zur Simulation intraoraler Temperaturwechsel unterliegen die Probekörper der Gruppen T22 und T37 dem kombinierten Einfluss von Temperaturwechseln, der Lagerung bei 37°C für 24h und der Wasserabsorption für die Dauer der gesamten Behandlung. Um eine bessere Aussage über Änderungen, bedingt durch Temperaturwechsellasten allein, treffen zu können, wurden die Immersionsgruppen I22 und I37 im Zugversuch getestet. Für die exklusive Betrachtung des Einflusses von Temperaturwechseln wäre ein Thermozyklrierprotokoll ohne vorherige 24-stündige Probekörperimmersion bei 37°C in destilliertem Wasser vorteilhaft. Da aber andere Arbeiten auf dem in der ISO Norm ISO/TS 11405:2015 spezifizierten Thermozyklrierprotokoll aufbauen, wurde dieser Umstand zu Gunsten einer besseren Vergleichbarkeit in Kauf genommen [30-39].



Abb. 2: Probekörperträger des Thermozyklrier-Aufbaus

Einige elastische Materialeigenschaften, so auch die 0,2%-Dehngrenze und die nominelle Zugfestigkeit, sind unter anderem abhängig von der Dehnungsgeschwindigkeit und werden mit ihrem Anstieg größer [19, 40-42]. Aus Gründen der Vergleichbarkeit von materialwissenschaftlichen Studien, in denen Zugtests genutzt werden, ist eine Spezifikation der verwendeten Dehnungsgeschwindigkeit notwendig. Im Vorfeld wurden bei 22°C Zugtests mit unbehandelten Probekörpern bei unterschiedlichen Dehnungsgeschwindigkeiten durchgeführt. Je 5 Probekörper wurden bei Dehnungsgeschwindigkeiten von 1mm/min, 2mm/min, 5mm/min und 10mm/min bis zum Materialversagen zugetestet und für diese Tests Spannungs-Dehnungskurven erstellt [43].

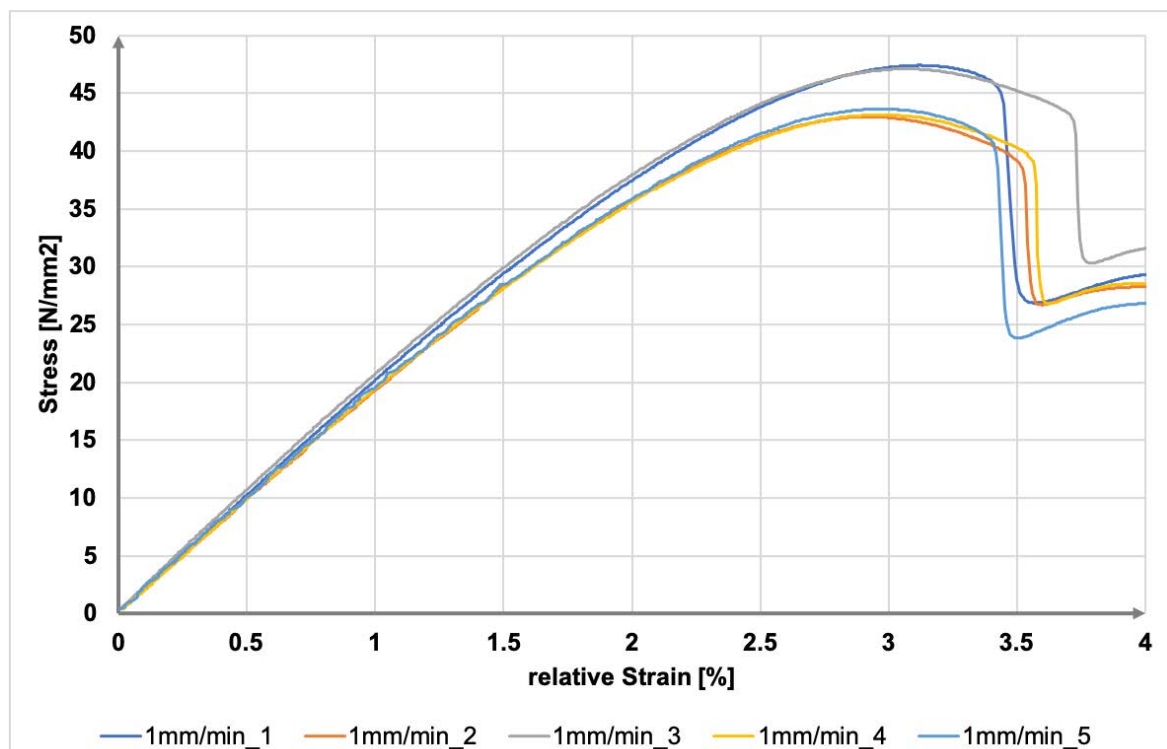


Abb. 3: **Spannungs-Dehnungskurven Gruppe 1mm/min**
Dehnungsgeschwindigkeit = 1mm/min; Mess-Temperatur = 22°C

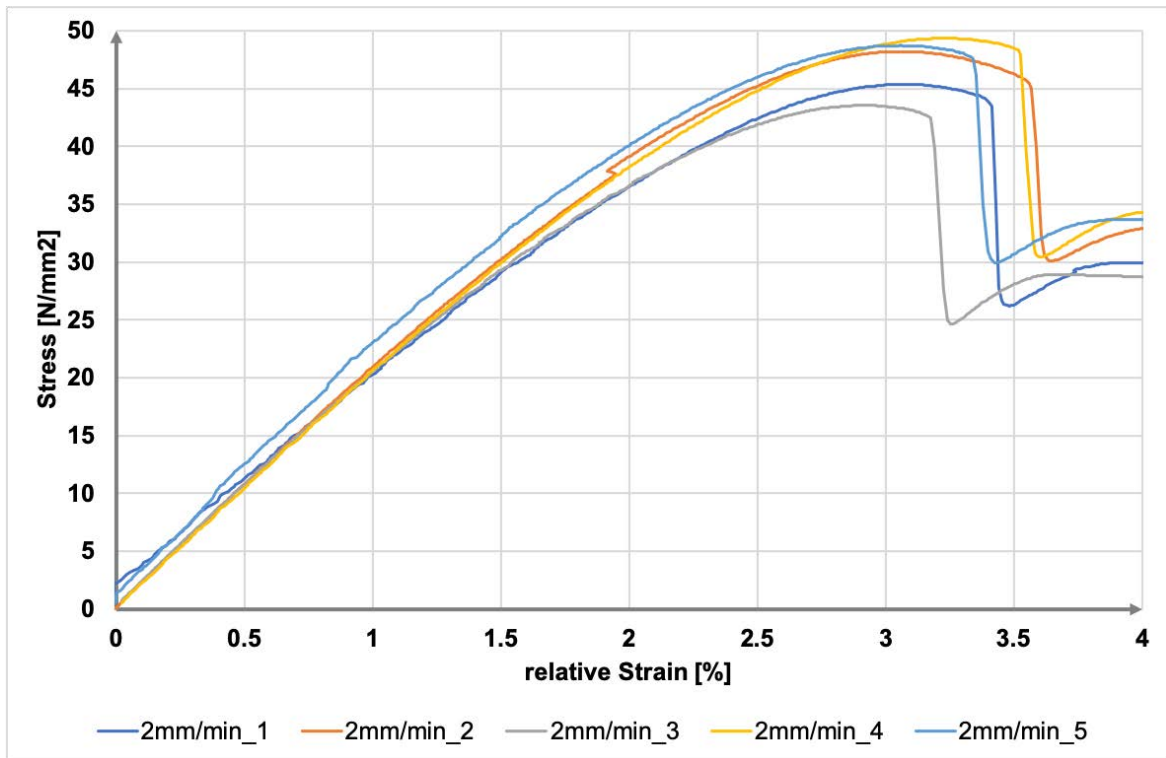


Abb. 4: **Spannungs-Dehnungskurven Gruppe 2mm/min**
 Dehnungsgeschwindigkeit = 2mm/min; Mess-Temperatur = 22°C

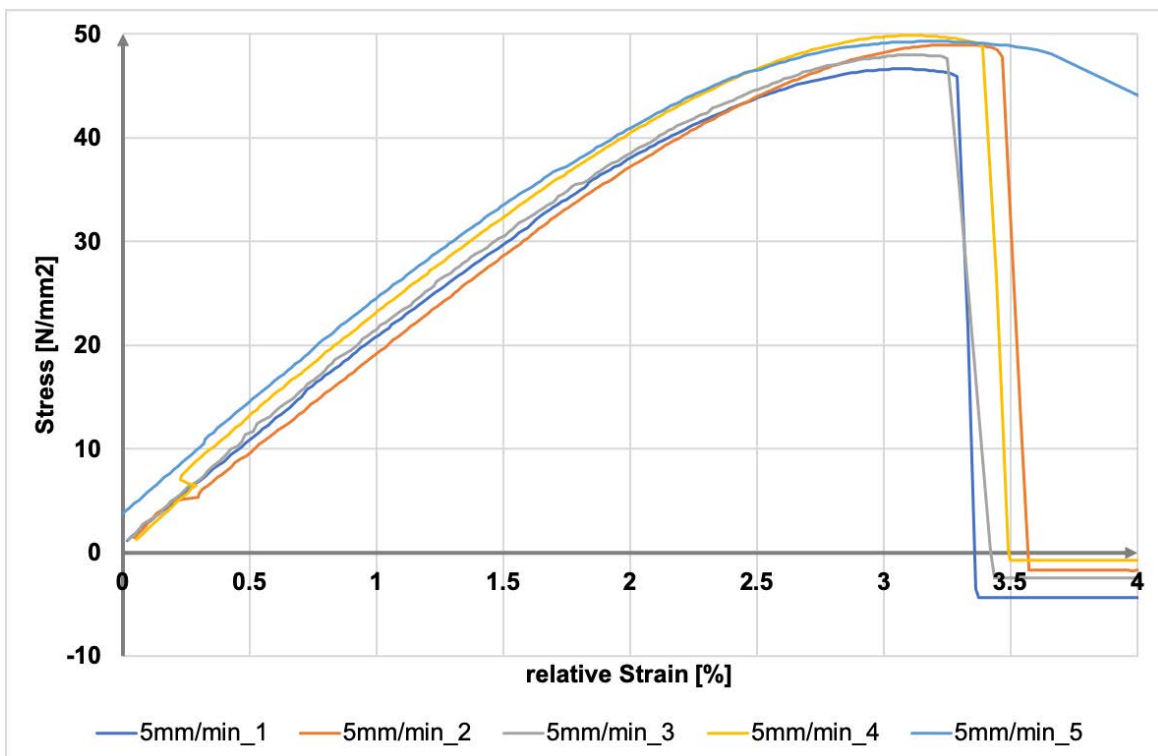


Abb. 5: **Spannungs-Dehnungskurven Gruppe 5mm/min**
 Dehnungsgeschwindigkeit = 5mm/min; Mess-Temperatur = 22°C

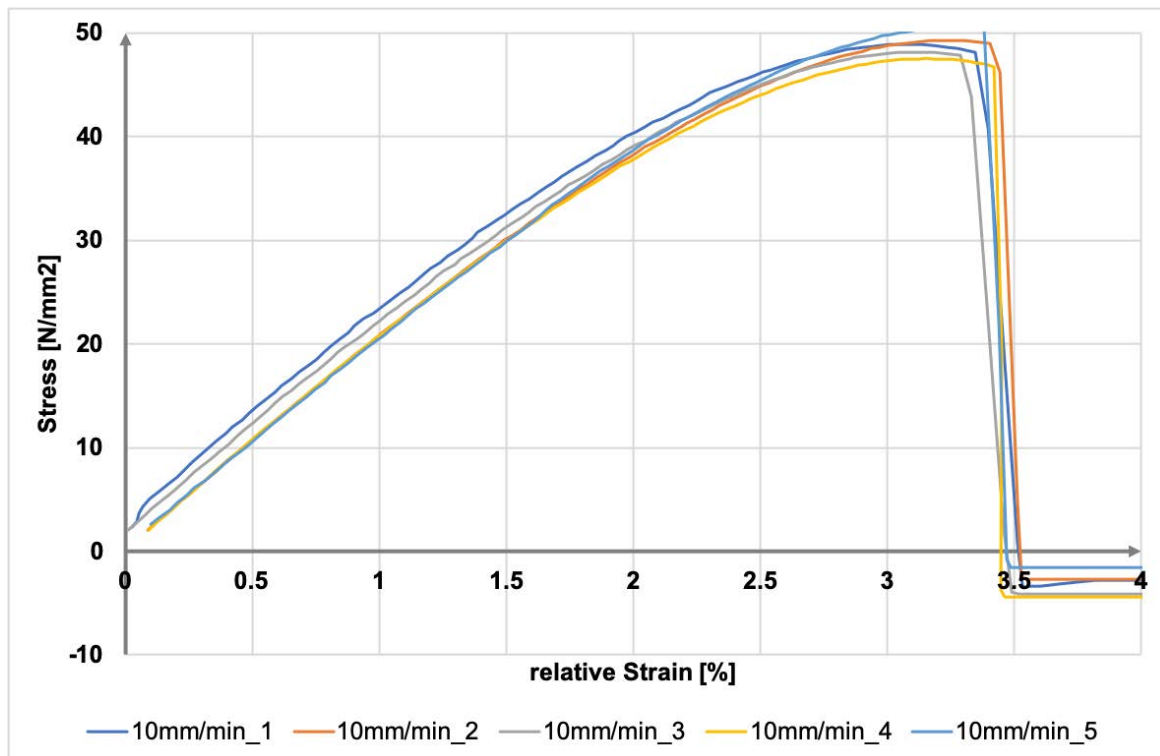


Abb. 6: **Spannungs-Dehnungskurven Gruppe 10mm/min**
 Dehnungsgeschwindigkeit = 10mm/min; Mess-Temperatur = 22°C

Die niedrigste Dehnungsgeschwindigkeit, bei der eine gute Übereinstimmung zwischen den Angaben des Materialdatenblattes [44] des verwendeten PETG-Alignermaterials und den im Vorversuch ermittelten Werten für den mittleren Elastizitätsmodul und die mittlere nominelle Zugfestigkeit festgestellt werden konnte, betrug 5mm/min. Die herstellerseitig angegebenen Werte sind für den Elastizitätsmodul $YM = 2,05\text{GPa}$ und für die nominelle Zugfestigkeit $UTS = 0,05\text{GPa}$ [44]. Aus diesem Grund wurden alle weiteren Zugtests mit dieser Dehnungsgeschwindigkeit durchgeführt.

Gruppe	Mittlere UTS ± SD [GPa]	Mittlerer YM ± SD [GPa]	Mittlerer F_{YM} ± SD [GPa]
1mm/min	44.81 ± 2.24	19.44 ± 0.5	0.03 ± 0.02
2mm/min	47.05 ± 2.47	19.89 ± 1.25	0.07 ± 0.03
5mm/min	48.56 ± 1.27	19.89 ± 1.25	0.12 ± 0.03
10mm/min	48.87 ± 1.14	19.94 ± 0.16	0.15 ± 0.02

Tabelle 1: **Ergebnisse Vorversuch zur Dehnungsgeschwindigkeit**

Mittlere Elastizitätsmoduli YM , mittlerer Fehler der Elastizitätsmoduli F_{YM} und nominelle Zugfestigkeiten UTS mit deren Standardabweichung SD (Gruppen nach Dehnungsgeschwindigkeiten)

3.2 Wasseraufnahme

Durch Wasseraufnahme zeigten die Probekörper der Thermozyklir- und der Immersionsgruppen nach der Behandlung eine statistisch signifikante Gewichtszunahme im Vergleich zu den Kontrollgruppen. Dies steht in Übereinstimmung mit den Beobachtungen von Hiller et al. [23]. Die thermozyklierten Probekörper allerdings zeigten eine im Mittel um 48% größere Wasseraufnahme als die Immersionsgruppen. Hiller et al. fanden eine Schrumpfung ihrer thermozyklierten Aligner im Vergleich zur Kontrolle, was im scheinbaren Widerspruch zu der Beobachtung dieser Untersuchung steht. Wie bereits beschrieben, haben andere Autoren festgestellt, dass Annealing in Polymeren eine Verkürzung von Polymerketten und damit eine Volumenschrumpfung zur Folge haben kann [45]. Dieser Schrumpfungsmechanismus könnte eine durch Wasseraufnahme bedingte Quellung ausgleichen oder ggf. sogar übertreffen. Eine mögliche quellungsbedingte Deaktivierung von Alignern könnte zum eingangs beschriebenen schnellen Abfall initialer orthodontischer Kräfte beitragen. Eine durch Temperaturwechsellasten bzw. Annealing-bedingte Reduktion dieser Quellung könnte dieser Deaktivierung wiederum entgegenwirken. Volumenänderungen der PETG-Probekörper waren nicht Gegenstand dieser Arbeit und ihre klinischen Auswirkungen bedürfen weiterer Untersuchungen.

3.3 Bestimmung des Elastizitätsmoduls YM

Es wurden Regressionsgraden mit der Steigung, welche dem Elastizitätsmodul YM entspricht, nach der kleinsten-Quadrate-Methode aus den Messwerten der Probekörperspannung δ , der relativen Probekörperdehnung ε und der Anzahl der Messwertpaare n errechnet [46, 47].

$$YM = \frac{\sum_{i=1}^n (\varepsilon_i - \bar{\varepsilon}) (\delta_i - \bar{\delta})}{\sum_{i=1}^n (\varepsilon_i - \bar{\varepsilon})^2}$$

Der Messbereich zwischen 0% und 0,5% relativer Probekörperdehnung enthält zum Teil technisch bedingte Artefakte, die an den aufgezeichneten Spannungsdehnungskurven grafisch ermittelt werden können (siehe Abbildungen 10-

15). Diese Messbereiche wurden deshalb für die Bestimmung des Elastizitätsmoduls exkludiert.

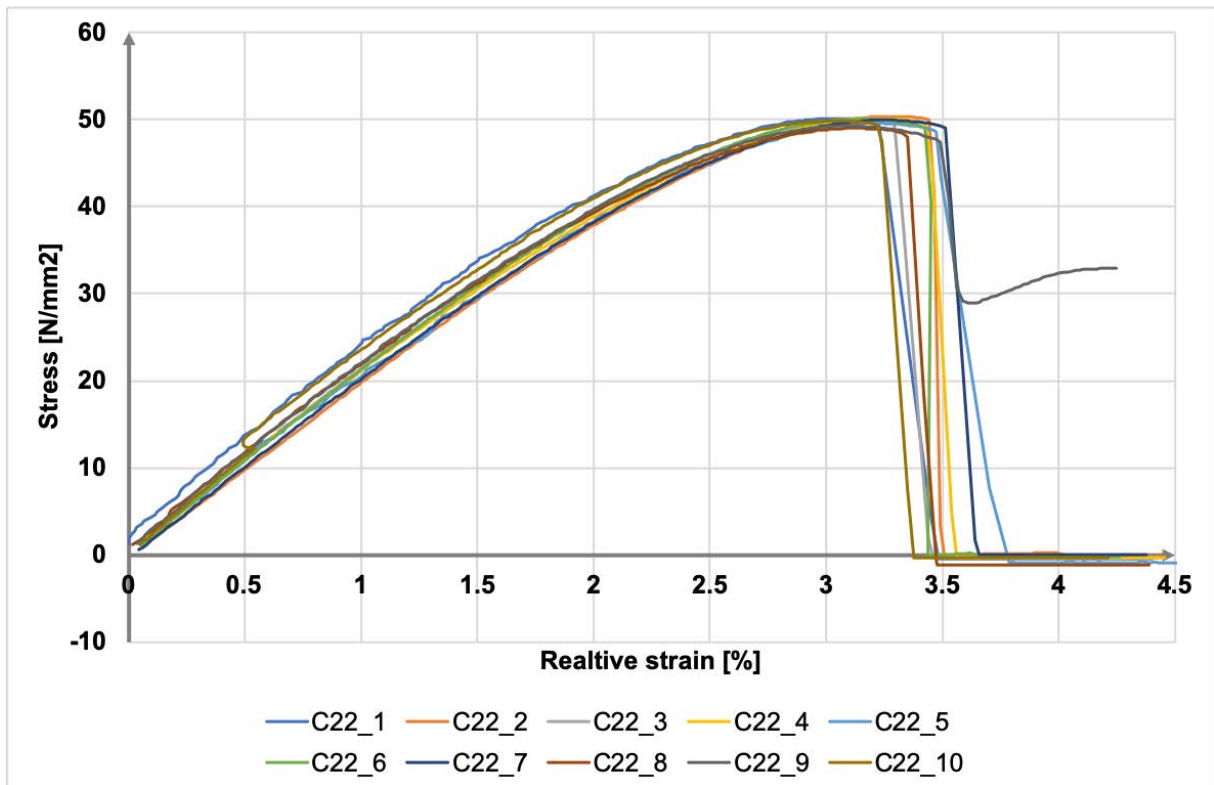


Abb. 7: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe C22

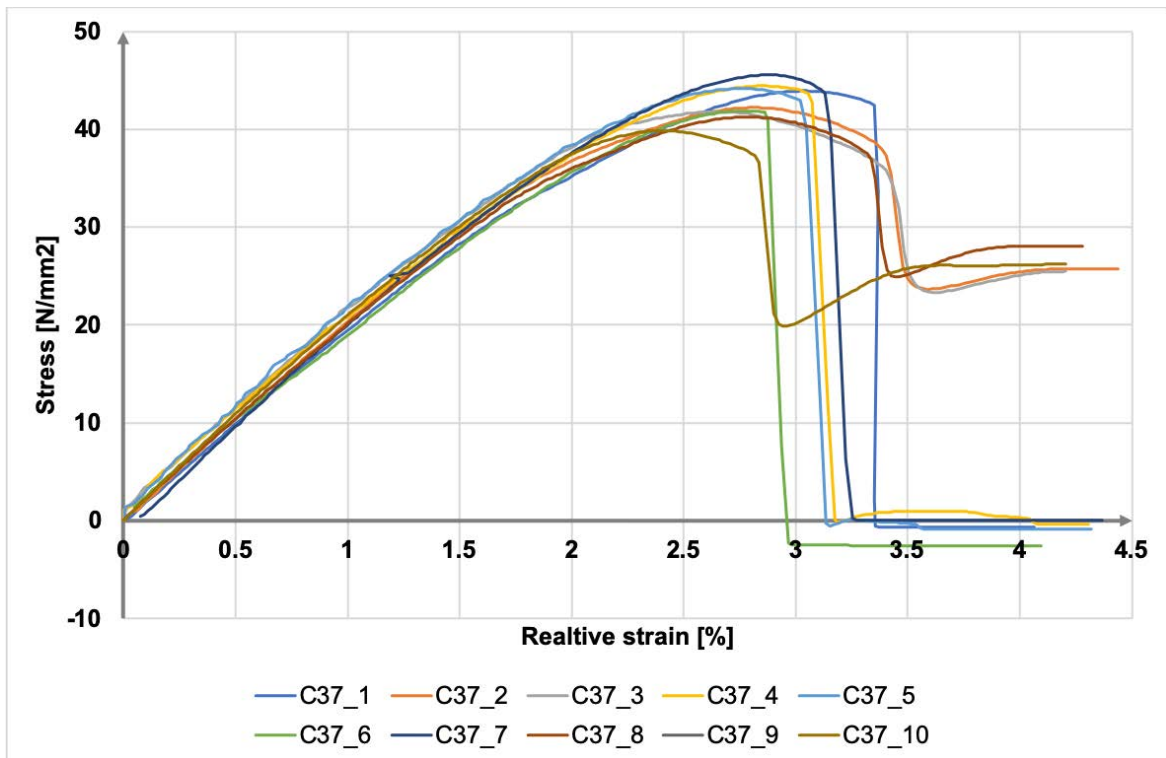


Abb. 8: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe C37

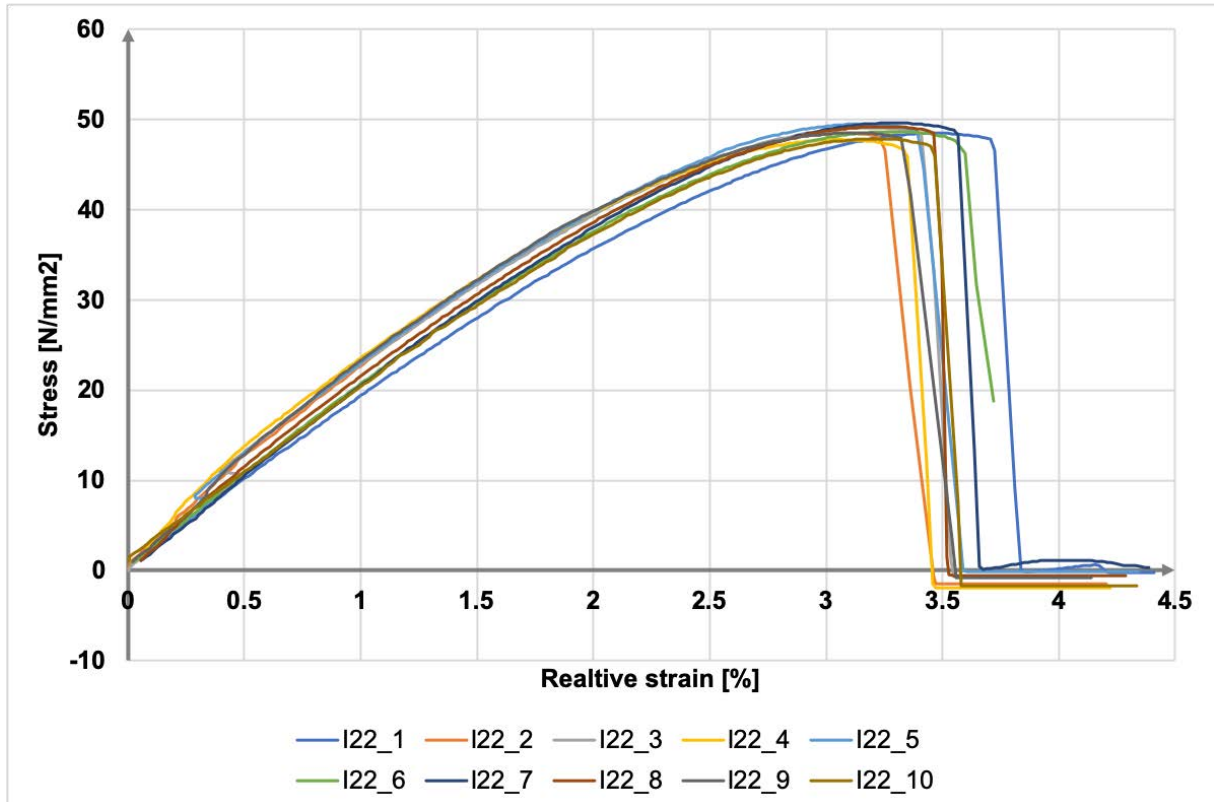


Abb. 9: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe I22

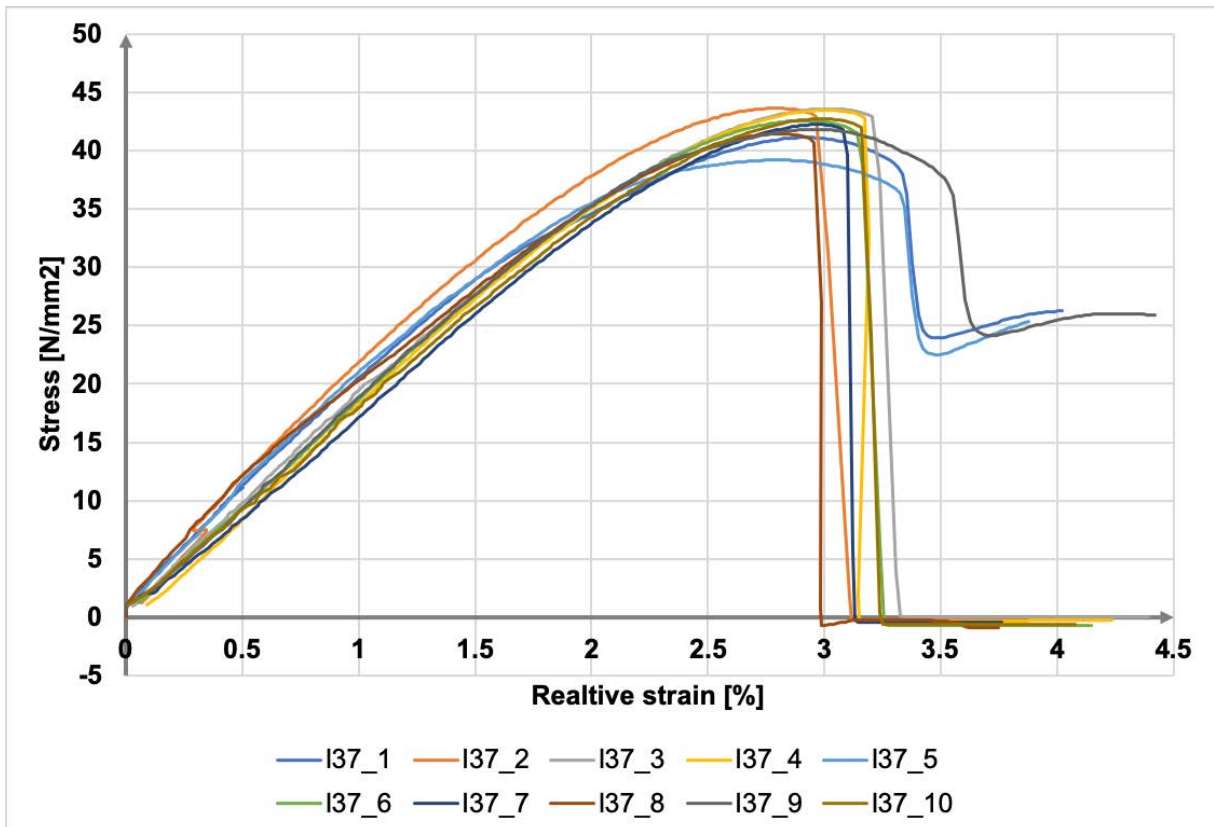


Abb. 10: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe I37

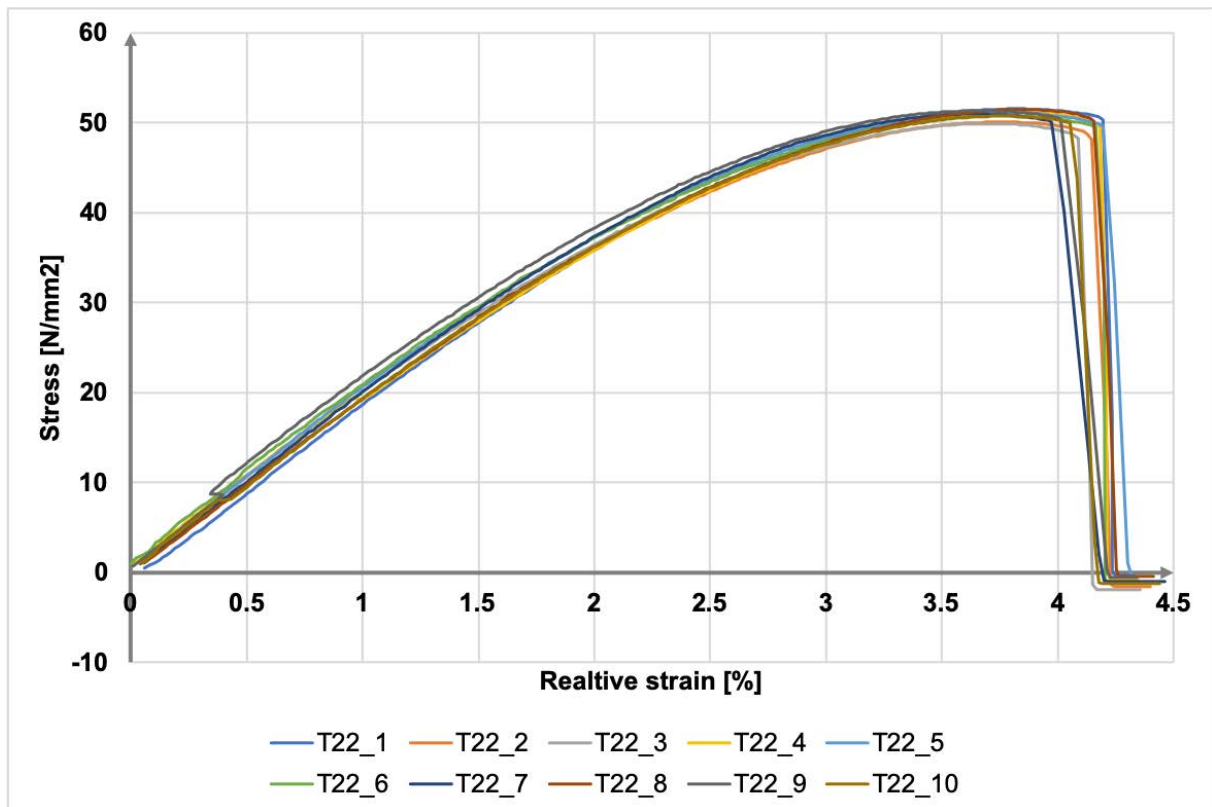


Abb. 11: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe T22

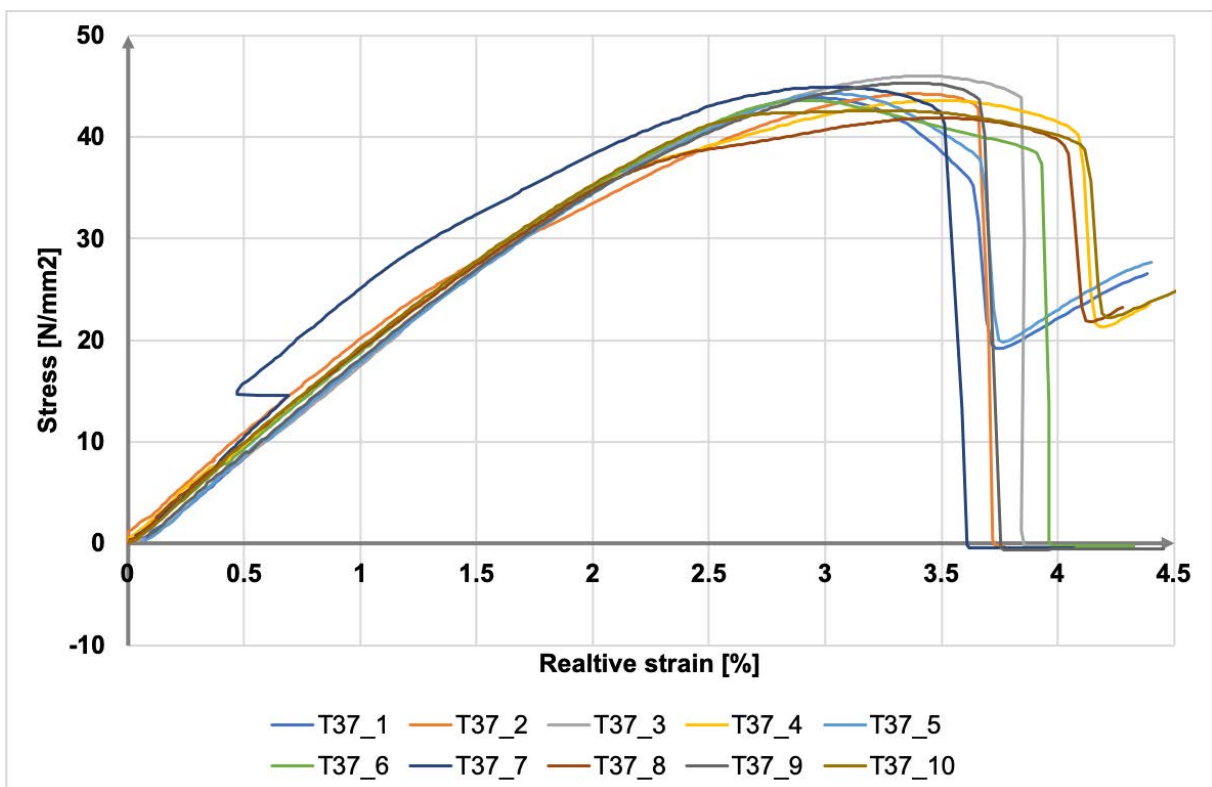


Abb. 12: Spannungs-Dehnungskurven Gruppe T37

3.4 Einfluss der Probekörperbehandlung auf die elastischen Eigenschaften des PETGs

Die mittleren Elastizitätsmoduli sowohl der Thermozykliegeruppen als auch der Immersionsgruppen waren nach der Vorbehandlung signifikant kleiner als die der korrespondierenden Kontrollgruppen. Diese signifikant reduzierten Elastizitätsmoduli der Versuchsgruppen könnten durch die oben beschriebene Wasseraufnahme während der Thermozyklierung bzw. Immersion bedingt sein.

Trotz der um 48% größeren Wasseraufnahme der thermozyklierten Probekörper im Vergleich zu denen der Immersionsgruppen unterschieden sich die Elastizitätsmoduli bei gleicher Temperatur getesteter Thermozyklieger- und Immersionsgruppen nicht signifikant voneinander. Der Effekt einer größeren Wasseraufnahme der thermozyklierten Probekörper könnte durch deren ebenfalls stärkeres Annealing im Vergleich zur Immersionsgruppe teilweise ausgeglichen werden, da beides antagonistisch zu wirken scheint. Dies würde die Beobachtung einer stärkeren Wasseraufnahme in den thermozyklierten Gruppen ohne signifikante Verringerung des Elastizitätsmoduls im Vergleich zu den korrespondierenden Immersionsgruppen erklären. Klinisch könnte dies die Relevanz von Temperaturwechsellasten im Mundhöhlenmilieu bezogen auf Änderungen des Elastizitätsmoduls von Alignermaterialien relativieren.

Die mittlere nominelle Zugfestigkeit beider Versuchsgruppen war im Zugversuch sowohl bei 22°C als auch bei 37°C statistisch signifikant größer als die der korrespondierenden Kontrollgruppen. Es liegt nahe, dass die oben genannten Unterschiede vermutlich durch Annealing bedingt sind, welches durch die Erwärmung auf 37°C während der Immersion, respektive 55°C während der Thermozyklierung, induziert wurde. Der Vergleich der thermozyklierten Gruppen mit der jeweils bei korrespondierender Temperatur gemessenen Immersionsgruppe, zeigte statistisch signifikant höhere mittlere nominelle Zugfestigkeiten für die Thermozykliegeruppen. Während des Thermozykliervorganges wurden die PETG-Probekörper periodisch auf 55°C erwärmt. Diese zeitweise höheren Temperaturen als bei der ausschließlichen Immersion könnten ein ausgeprägteres Annealing bedingt haben. Dies könnte die höheren mittleren nominellen Zugfestigkeiten der thermozyklierten Gruppen erklären [29, 45].

Die 0,2%-Dehngrenzen bei gleicher Temperatur im Zugtest untersuchter Gruppen wiesen keine statistisch signifikanten Unterschiede im Vergleich untereinander auf. Dennoch zeigten die Versuchsgruppen (mit Ausnahme von T37) jeweils niedrigere mittlere 0,2%-Dehngrenzen als die entsprechenden Kontrollgruppen.

3.5 Temperaturabhängigkeit elastischer Eigenschaften von PETG

Um der Temperaturabhängigkeit der elastischen Eigenschaften von Polymeren [19] Rechnung zu tragen, wurden zur Untersuchung des unmittelbaren Effektes der Mundhöhlentemperatur Zugtests bei 37°C und als Vergleich bei 22°C durchgeführt. Zusätzlich konnte so eine Vergleichbarkeit der ermittelten Werte mit den Angaben im Materialdatenblatt des Herstellers ermöglicht werden [44], da diese auf Tests bei Raumtemperatur beruhen. Dadurch, dass 37°C näher an der Glasübergangstemperatur von PETG liegt, ist es plausibel, dass bei Erwärmung von Raumtemperatur (22°C) auf die Mundhöhlentemperatur (37°C) signifikant niedrigere mittlere Elastizitätsmoduli, 0,2%-Dehngrenzen und nominelle Zugfestigkeiten gemessen wurden.

Aus den aufgezeichneten Spannungs-Dehnungskurven (Abbildungen 7-12) kann direkt abgelesen werden, dass bei 37°C getestete Probekörper duktileres Materialverhalten zeigten, als die bei 22°C getesteten. Etwa die Hälfte der Probekörper jeder bei 37°C getesteten Gruppe zeigte während des Zugtests ein Fließen und frakturierte nicht. Dies ist plausibel, da Polymere abhängig vom Material selbst, der Umgebungstemperatur und der Dehnungsgeschwindigkeit, ein spröderes oder duktileres Frakturverhalten zeigen. Spröde Materialien erreichen ihre Versagensgrenze eher abrupt, während duktile langsam zu fließen beginnen. Bei Letzteren flacht die Spannungs-Dehnungskurve kontinuierlich ab und nähert sich der Fließspannung an [19]. Dies ist ebenfalls den aufgezeichneten Spannungsdehnungskurven zu entnehmen (siehe Abbildungen 10-15). Aufgrund der größeren Nähe von 37°C zur Glasübergangstemperatur des PETGs von 77°C kommt es bei den bei höherer Temperatur getesteten Zugkörpern häufiger zum Fließen des Materials.

Für die Anwendung von Alignern lässt sich daraus ableiten, dass es möglicherweise früher bzw. häufiger zu plastischen Verformungen der Apparaturen kommen könnte als beim Einsatz von PETG bei Raumtemperatur. Dies könnte durch Überschreitung

der 0,2% Dehngrenze abrupt oder durch Fließen bzw. Kalt-Verformung allmählich geschehen und bedarf weiterer Forschung.



Abb. 13: Universalprüfmaschine mit temperierter Prüfkammer

3.6 Fehlerbetrachtung

3.6.1 Probekörper-Vorspannung

Da die PETG-Folien-Halbzeuge, aus denen die Probekörper hergestellt wurden, in aufgerollter Form geliefert wurden, verblieb auch nach ihrer Herstellung eine leichte Krümmung der fertigen Probekörper über deren Längsachse. Um diese Krümmung bei den Zugtests zu beseitigen und eine volle Streckung der eingespannten Probekörper zu erreichen, war eine leichte Vorspannung der Probekörper von bis zu 3 Newton durch Verfahren des Traversenkopfes notwendig [43]. Die über diese Strecke aufgezeichneten Werte für die Probekörperspannung wurden von der

Aufzeichnung der Spannungsdehnungskurven und somit von der weiteren Auswertung exkludiert.

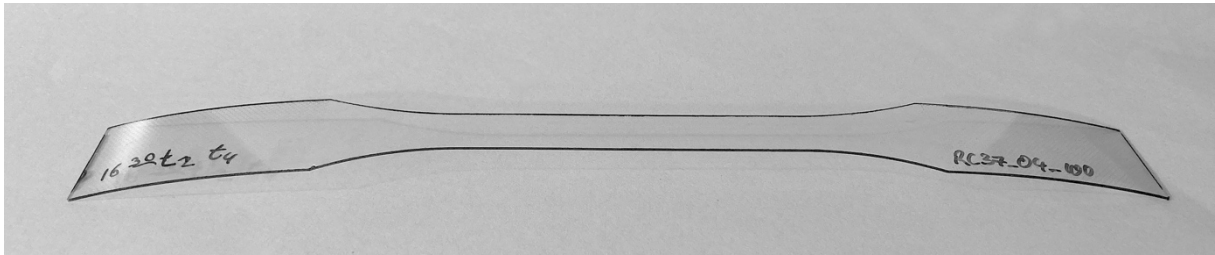


Abb. 14: Foto eines Probekörpers mit Krümmung über Längsachse

3.6.2 Heizstromabhängige Schwankung der Probekörperspannung

Die erzeugten Spannungs-Dehnungskurven der Zugtests bei 37°C zeigen im Gegensatz zu denen bei 22°C Schwankungen der registrierten Probekörperspannung. Diese Schwankungen waren synchron zu den thermostatisch bedingten Temperaturschwankungen der Prüfkammerheizung. Das Heizelement wurde innerhalb der Prüfkammer so ausgerichtet, dass die Probekörper nicht direkt im Strom erwärmter Luft angeordnet waren. Dennoch ließ sich auf Grund der Proportional-Integral-Differential-Schaltung des Heizelementes kein konstant temperierter Heizstrom realisieren. Stattdessen wurde die konstant umgewälzte Luft innerhalb der Prüfkammer stoßweise beheizt. Diese temperaturinduzierten Schwankungen der mechanischen Spannung trugen zum Messfehler bei.

3.6.3 Artefakte in der Messung der relativen Probekördehnung ε

Die Messwerte im Bereich von 0% bis 0,5% relativer Dehnung wurden, wie unter Punkt 3.3 beschrieben, von der Auswertung exkludiert, da hier technisch bedingt eindeutige Artefakte in den aufgezeichneten Kurven enthalten waren. Durch den Vergleich der errechneten Regressionsgraden mit grafisch ermittelten Steigungsgraden, welche die oben genannten Artefakte ausgleichen, konnte festgestellt werden, dass dieses Vorgehen nur gering zum systematischen Fehler bei der Bestimmung des Elastizitätsmoduls beitrug.

3.6.4 Bestimmung der 0,2%-Dehngrenze R_{p02}

Die 0,2%-Dehngrenzen der einzelnen Zugversuche wurden durch grafische Anpassung einer Steigungsgraden an den linearen Anteil jeder Spannungs-Dehnungskurve und deren manuelle Verschiebung entlang der X-Achse ermittelt. Bei Artefakten im Verlauf der Spannungsdehnungskurve wurde diese Steigungsgrade grafisch gemittelt.

3.6.5 Messfehler Wasseraufnahme

Der herstellerseitig angegebene statistische Messfehler für die verwendete Analysewaage (XS204 Deltarange, Mettler Toledo, Columbus, OH, USA) beträgt $\pm 0,0001\text{g}$. Der maximal mögliche zufällige Fehler für die ermittelten Gewichtsunterschiede der Probenkörper zur Bestimmung der Wasseraufnahme beträgt demnach $0,0002\text{g}$, was kleiner ist als die Standardabweichung der bestimmten Gewichtsunterschiede.

3.6.6 Fehlerrechnung Elastizitätsmodul Y_M

Für die Elastizitätsmoduli Y_M , die jeweils den Steigungen der mittels Kleinste Quadrate Methode bestimmten Regressionsgraden entsprechen, wurde der Fehler F_{Y_M} aus den Messwerten für die Probenkörperspannung δ , der relativen Probenkörperdehnung ε und der Anzahl Messwertpaare n errechnet [46, 47].

$$F_{Y_M} = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(a\varepsilon_i + \delta - a\bar{\varepsilon} - \delta_i)^2}{n-2}} \times \sqrt{\frac{1}{\sum_{i=1}^n (\varepsilon_i - \bar{\varepsilon})^2}}$$

Die so erhaltenen mittleren Fehler \bar{F}_{YM} für die Bestimmung der Elastizitätsmoduli betragen:

Gruppe	$\bar{F}_{YM} \pm SD$ [GPa]
C22_n	0.0154 ± 0.0172
C37_n	0.0099 ± 0.0077
I22_n	0.0055 ± 0.0012
I37_n	0.0088 ± 0.0061
T22_n	0.0054 ± 0.0016
T37_n	0.0071 ± 0.0045

Tabelle 2: Mittlere Fehler Elastizitätsmoduli $\bar{F}_{YM} \pm$ Standardabweichung SD

3.7 Limitationen der vorliegenden Arbeit

3.7.1 Kombiniertes Effekt von Wasseraufnahme und Lagerung bei 37°C

Durch die Lagerung der Immersions- und thermozyklierten Gruppen in destilliertem Wasser bei 37°C ohne Aufnahme einer weiteren Testgruppe, die trocken bei 37°C gelagert wurde, ist eine getrennte Betrachtung der Effekte von Wasseraufnahme und einer Lagerung bei 37°C in dieser Arbeit nicht möglich.

3.7.2 Andere Speichel- und Speisebestandteile als Wasser

In der frühen Phase dieser Arbeit, hat der Untersucher versehentlich Probekörper ohne Handschuhe gehandhabt und auf deren zentralem Prüfteil Fingerabdrücke hinterlassen. Diese Probekörper hatten ein deutlich abweichendes mechanisches Verhalten: sie zeigten unter den Zugtests Fließen mit Ausbildung multipler Materialeinschnürungen und entwickelten ein milchig-streifiges Aussehen. Die menschliche Haut ist mit einer komplexen Zusammensetzung von Lipiden, Proteinen und Salzen bedeckt und hat einen negativen pH-Wert [48]. Diese Eigenschaften könnten dazu geführt haben, dass die Fingerabdrücke zu einer Änderung des mechanischen Verhaltens der Probekörper geführt haben. Weil menschlicher Speichel einen fluktuierenden pH hat und sowohl Speichel als auch Speisen ebenfalls eine Zusammenstellung von Proteinen, Lipiden, Sacchariden und Ionen enthalten, kann man spekulieren, dass das Mundhöhlenmilieu einen komplexeren und stärkeren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften von Polymeren haben könnte [3]. Diese zusätzlichen Faktoren waren nicht Gegenstand der vorliegenden Arbeit, unterstützen

aber die Forderung von Eliades und Bourauel nach mehr Forschung in dieser Richtung [3].

Alle kompromittierten Probekörper wurden folglich von der Datenanalyse ausgeschlossen und im weiteren Verlauf sämtliche Probekörper mit ungepuderten Untersuchungshandschuhen gehandhabt.

3.8 Einordnung in den wissenschaftlichen Gesamtzusammenhang

3.8.1 Zusammenfassung der Ergebnisse

Innerhalb der vorliegenden Untersuchung konnten alle oben genannten Nullhypothesen (siehe 1.2.1) mit Ausnahme von 2) und 5) widerlegt werden:

Thermozyklieren in destilliertem Wasser und eine Immersion in destilliertem Wasser bei 37°C beeinflussen sowohl den mittleren Elastizitätsmodul als auch die mittlere nominelle Zugfestigkeit von PETG-Probekörpern, nicht aber deren 0,2%-Dehngrenze. Die Umgebungstemperatur der Zugversuche dagegen beeinflusst alle drei oben genannten elastischen Eigenschaften des getesteten PETG-Alignermaterials.

Der in dieser Arbeit verwendete Versuchsaufbau führte zu ähnlichen Elastizitätsmoduli der Thermozyklrier- und Immersionsgruppen. Gemessene Unterschiede in der Wasseraufnahme und der nominellen Zugfestigkeit zwischen den Gruppen lassen dennoch darauf schließen, dass trotz vergleichbarer Elastizitätsmoduli der Thermozyklrier- und Immersionsgruppen, die unterschiedlichen Vorbehandlungen auch zu strukturellen Unterschieden im Alignermaterial geführt haben. Dieser Umstand bedarf weiterer Forschung.

3.8.2 Relation zu den Ergebnissen anderer Autoren

Die vorliegenden Ergebnisse stehen in guter Übereinstimmung und Ergänzung mit der aktuellen Literatur. Engelke sowie auch Hiller et al. stellten bereits fest, dass eine hygrothermische Alterung einen nachweisbaren Einfluss auf die mechanische Wirkung von PETG hat und wahrscheinlich ein Absinken orthodontischer Kräfte und Momente begünstigt [23, 49]. Dies steht in Übereinstimmung mit den Ergebnissen dieser Arbeit. Die festgestellte Abnahme des Elastizitätsmoduls durch Erwärmung auf Mundhöhlentemperatur und durch Wasseraufnahme weist klinisch auf eine Abnahme

applizierter initialer orthodontischer Kräfte durch eine Änderung der mechanischen Materialeigenschaften des PETG hin. Dies stützt die Erkenntnisse von Ryokawa et. al. sowie Simon et al. [12, 50]. Letztere stellten sogar einen exponentiellen Abfall der Initialkräfte im Zeitverlauf unmittelbar nach dem Einsetzen von Alignern fest [12]. Änderungen der Materialeigenschaften, die durch intraorale Temperaturänderungen verursacht werden, könnten den Kraftabbau ggf. noch weiter beschleunigen. Hygrothermische Materialdegradation könnte eine teilweise Erklärung dafür liefern, warum trotz möglicher zu hoher Initialkräfte orthodontische Zahnbewegungen mittels Alignern mit einem ähnlich geringen Risiko für Wurzelresorption vergesellschaftet zu sein scheinen, wie mittels Multibracket-Apparaturen [15, 16].

3.8.3 Klinische Relevanz

Zusammenfassend tragen die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit zum Verständnis der Aligner-Biomechanik und ihrer Beeinflussung durch das Mundhöhlenmilieu bei. Die vorliegende Studie zeigt in Übereinstimmung mit anderen Autoren, dass im zeitlichen Verlauf intraorale Temperaturänderungen, die Mundhöhlentemperatur selbst und Wasseraufnahme zur physikalischen Alterung von PETG-Aligner-Material führen bzw. beitragen können. Diese kann den Elastizitätsmodul und die nominelle Zugfestigkeit, ggf. auch die 0,2% Dehngrenze von PETG reduzieren [3]. Ein Abbau orthodontischer Kräfte kann gewünscht sein, wenn diese initial zu hoch sind. Dennoch werden die applizierten Kraftsysteme durch das noch nicht vollständige Verständnis dieser Mechanismen auch weniger vorhersagbar. Eine Karenz von Nahrungs- und Genussmittelverzehr sollte deshalb weiterhin während des Tragens von Alignern eingehalten werden, um die Vorhersagbarkeit orthodontischer Kraftsysteme nicht zu kompromittieren.

4 Literatur- und Quellenverzeichnis

- [1] Ihssen BA, Willmann JH, Nimer A, Drescher D. Effect of in vitro aging by water immersion and thermocycling on the mechanical properties of PETG aligner material. *Journal of Orofacial Orthopedics / Fortschritte der Kieferorthopädie*. 2019;6:1-12. doi:10.1007/s00056-019-00192-8
- [2] Q4 and 2018 Corporate Fact Sheet. Align Technology Inc. 2019. Zugriffsdatum 03. March 2019. Verfügbar unter: <http://www.aligntech.com/documents/Align%20Technology%20Corp%20Fact%20Sheet%202018%20Q4.pdf>.
- [3] Eliades T, Bourauel C. Intraoral aging of orthodontic materials: the picture we miss and its clinical relevance. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2005;127:403-12. doi:10.1016/j.ajodo.2004.09.015
- [4] Hahn W, Dathe H, Fialka-Fricke J, Fricke-Zech S, Zapf A, Kubein-Meesenburg D, et al. Influence of thermoplastic appliance thickness on the magnitude of force delivered to a maxillary central incisor during tipping. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2009;136:1-7. doi:10.1016/j.ajodo.2008.12.015
- [5] Gao L, Wichelhaus A. Forces and moments delivered by the PET-G aligner to a maxillary central incisor for palatal tipping and intrusion. *The Angle orthodontist*. 2017;87:534-41. doi:10.2319/090216-666.1
- [6] Brezniak N, Wasserstein A. Orthodontic Root Resorption: A New Perspective. *The Angle orthodontist*. 2016;86:1056-7. doi:10.2319/0003-3219-86.6.1056
- [7] Elkholy F, Schmidt F, Jager R, Lapatki BG. Forces and moments delivered by novel, thinner PET-G aligners during labiopalatal bodily movement of a maxillary central incisor: An in vitro study. *The Angle orthodontist*. 2016;86:883-90. doi:10.2319/011316-37r.1
- [8] Hahn W, Engelke B, Jung K, Dathe H, Fialka-Fricke J, Kubein-Meesenburg D, et al. Initial forces and moments delivered by removable thermoplastic appliances during rotation of an upper central incisor. *The Angle orthodontist*. 2010;80:239-46. doi:10.2319/033009-181.1
- [9] Elkholy F, Panchaphongsaphak T, Kilic F, Schmidt F, Lapatki BG. Forces and moments delivered by PET-G aligners to an upper central incisor for labial and palatal translation. *Journal of orofacial orthopedics = Fortschritte der Kieferorthopädie : Organ/official journal Deutsche Gesellschaft für Kieferorthopädie*. 2015;76:460-75. doi:10.1007/s00056-015-0307-3
- [10] Kohda N, Iijima M, Mugeruma T, Brantley WA, Ahluwalia KS, Mizoguchi I. Effects of mechanical properties of thermoplastic materials on the initial force of thermoplastic appliances. *The Angle orthodontist*. 2013;83:476-83. doi:10.2319/052512-432.1

- [11] Barbagallo LJ, Shen G, Jones AS, Swain MV, Petocz P, Darendeliler MA. A novel pressure film approach for determining the force imparted by clear removable thermoplastic appliances. *Annals of biomedical engineering*. 2008;36:335-41. doi:10.1007/s10439-007-9424-5
- [12] Simon M, Keilig L, Schwarze J, Jung BA, Bourauel C. Forces and moments generated by removable thermoplastic aligners: incisor torque, premolar derotation, and molar distalization. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2014;145:728-36. doi:10.1016/j.ajodo.2014.03.015
- [13] Kravitz ND, Kusnoto B, BeGole E, Obrez A, Agran B. How well does Invisalign work? A prospective clinical study evaluating the efficacy of tooth movement with Invisalign. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2009;135:27-35. doi:10.1016/j.ajodo.2007.05.018
- [14] Simon M, Keilig L, Schwarze J, Jung BA, Bourauel C. Treatment outcome and efficacy of an aligner technique--regarding incisor torque, premolar derotation and molar distalization. *BMC Oral Health*. 2014;14:68. doi:10.1186/1472-6831-14-68
- [15] Elhaddaoui R, Qoraich HS, Bahije L, Zaoui F. Orthodontic aligners and root resorption: A systematic review. *International Orthodontics*. 2017;15:1-12. doi:https://doi.org/10.1016/j.ortho.2016.12.019
- [16] Gay G, Ravera S, Castroflorio T, Garino F, Rossini G, Parrini S, et al. Root resorption during orthodontic treatment with Invisalign(R): a radiometric study. *Progress in orthodontics*. 2017;18:12. doi:10.1186/s40510-017-0166-0
- [17] Fang D, Zhang N, Chen H, Bai Y. Dynamic stress relaxation of orthodontic thermoplastic materials in a simulated oral environment. *Dental materials journal*. 2013;32:946-51.
- [18] Alexandropoulos A, Al Jabbari YS, Zinelis S, Eliades T. Chemical and mechanical characteristics of contemporary thermoplastic orthodontic materials. *Australian orthodontic journal*. 2015;31:165-70.
- [19] Dupaix RB, Boyce MC. Finite strain behavior of poly(ethylene terephthalate) (PET) and poly(ethylene terephthalate)-glycol (PETG). *Polymer*. 2005;46:4827-38. doi:https://doi.org/10.1016/j.polymer.2005.03.083
- [20] Kattan M, Dargent E, Ledru J, Grenet J. Strain-induced crystallization in uniaxially drawn PETG plates. *Journal of Applied Polymer Science*. 2001;81:3405-12. doi:10.1002/app.1797
- [21] Barany T, Czigan T. Effect of thermal ageing on fracture characteristics of an amorphous copolyester (PETG). *International Polymer Science and Technology*. 2003;31:381-5.

- [22] Gawdzińska K, Gądek-Moszczak A, Bryll K, Irska I, Paszkiewicz S. Influence of water absorption on chosen strength properties of single-polymer polyester composites. *Polimery/Polymers*. 2018;63:264-9. doi:10.14314/polimery.2018.4.2
- [23] Hiller D, Engel S, Jost-Brinkmann P, Fischer S. Elastizität und Dimensionsstabilität von Druckformfolien. *Kieferorthopädie*. 2018;32:17-28.
- [24] Nielsen LE, Landel RF. Mechanical properties of polymers and composites. New York: Marcel Dekkar, Inc.; 1994.
- [25] Barany T, Földes E, Czigany T. Effect of thermal and hygrothermal aging on plane stress toughness of polyethylene terephthalate sheets. *eXPRESS Polymer Letters*. 2007;1:180-7.
- [26] Chen Y, Lin Z, Yang S. Plasticization and Crystallization of Polyethylene Terephthalate Induced by Water. *Journal of Thermal Analysis*. 1998;52:565-8.
- [27] Chuang W-Y, Young T-H, Wang D-M, Luo R-L, Sun Y-M. Swelling behavior of hydrophobic polymers in water/ethanol mixtures. *Polymer*. 2000;41:8339-47. doi:https://doi.org/10.1016/S0032-3861(00)00176-2
- [28] de Almeida Pdel V, Gregio AM, Machado MA, de Lima AA, Azevedo LR. Saliva composition and functions: a comprehensive review. *The journal of contemporary dental practice*. 2008;9:72-80.
- [29] Schotland RS. Influence of annealing on the density and tensile properties of polypropylene. *Polymer Engineering & Science*. 1966;6:244-7. doi:https://doi.org/10.1002/pen.760060312
- [30] Daub J, Berzins DW, Linn BJ, Bradley TG. Bond strength of direct and indirect bonded brackets after thermocycling. *The Angle orthodontist*. 2006;76:295-300. doi:10.1043/0003-3219(2006)076[0295:bsodai]2.0.co;2
- [31] Sheibaninia A. Effect of thermocycling on nickel release from orthodontic arch wires: an in vitro study. *Biological trace element research*. 2014;162:353-9. doi:10.1007/s12011-014-0136-z
- [32] Arici S, Arici N. Effects of thermocycling on the bond strength of a resin-modified glass ionomer cement: an in vitro comparative study. *The Angle orthodontist*. 2003;73:692-6. doi:10.1043/0003-3219(2003)073<0692:eototb>2.0.co;2
- [33] Canbek K, Karbach M, Gottschalk F, Erbe C, Wehrbein H. Evaluation of bovine and human teeth exposed to thermocycling for microleakage under bonded metal brackets. *Journal of Orofacial Orthopedics / Fortschritte der Kieferorthopädie*. 2013;74:102-12. doi:10.1007/s00056-012-0123-y
- [34] De Abreu Neto HF, Costa AR, Correr AB, Vedovello SA, Valdrighi HC, Santos EC, et al. Influence of Light Source, Thermocycling and Silane on the Shear Bond Strength of Metallic Brackets to Ceramic. *Brazilian dental journal*. 2015;26:685-8. doi:10.1590/0103-6440201300416

- [35] Richter C, Jost-Brinkmann PG. Shear bond strength of different adhesives tested in accordance with DIN 13990-1/-2 and using various methods of enamel conditioning. *Journal of orofacial orthopedics = Fortschritte der Kieferorthopädie : Organ/official journal Deutsche Gesellschaft für Kieferorthopädie*. 2015;76:175-87. doi:10.1007/s00056-014-0281-1
- [36] Goracci C, Margvelashvili M, Giovannetti A, Vichi A, Ferrari M. Shear bond strength of orthodontic brackets bonded with a new self-adhering flowable resin composite. *Clinical oral investigations*. 2013;17:609-17. doi:10.1007/s00784-012-0729-x
- [37] Sokucu O, Siso SH, Ozturk F, Nalcaci R. Shear Bond Strength of Orthodontic Brackets Cured with Different Light Sources under Thermocycling. *European Journal of Dentistry*. 2010;4:257-62.
- [38] Zachrisson YO, Zachrisson BU, Buyukyilmaz T. Surface preparation for orthodontic bonding to porcelain. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1996;109:420-30.
- [39] Standardization IIOf. ISO/TS 11405:2015 Dentistry - Testing of adhesion to tooth structure. Geneva, Switzerland: ISO International Organization for Standardization; 2015.
- [40] Richeton J, Ahzi S, Vecchio KS, Jiang FC, Adharapurapu RR. Influence of temperature and strain rate on the mechanical behavior of three amorphous polymers: Characterization and modeling of the compressive yield stress. *International Journal of Solids and Structures*. 2006;43:2318-35. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2005.06.040
- [41] Hussein M. Effects of strain rate and temperature on the mechanical behavior of carbon black reinforced elastomers based on butyl rubber and high molecular weight polyethylene. *Results in Physics*. 2018;9:511-7. doi:https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.02.043
- [42] Jacob GC, Starbuck JM, Fellers JF, Simunovic S, Boeman RG. Strain rate effects on the mechanical properties of polymer composite materials. *Journal of Applied Polymer Science*. 2004;94:296-301. doi:https://doi.org/10.1002/app.20901
- [43] DIN Deutsches Institut für Normung. *Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften – Teil 1: Allgemeine Grundsätze (ISO 527-1:2012)*. Berlin, Germany: Beuth Verlag GmbH; 2012.
- [44] Produktdatenblatt CA® CLEAR-ALIGNER (Product data sheet CA® CLEAR-ALIGNER). Scheu Dental GmbH. 2017. Zugriffsdatum 27. September 2017. Verfügbar unter:
https://www.scheu-dental.com/fileadmin/SCHEU-DENTAL/Downloads/08_Datenblaetter/Produktdatenblatt-CA-CLEAR-ALIGNER.pdf.

- [45] Abhari R, Mouthuy P-A, zargar baboldashti N, Brown C, Carr A. Effect of annealing on the mechanical properties and the degradation of electrospun polydioxanone filaments. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;67:127-34. doi:10.1016/j.jmbbm.2016.11.023
- [46] Geladi P, Kowalski BR. Partial least-squares regression: a tutorial. *Anal Chim Acta.* 1986;185:1-17. doi:https://doi.org/10.1016/0003-2670(86)80028-9
- [47] Lane D, Scott D, Hebl M, Guerra R, Osherson D, Zimmer H. *Introduction to statistics*: David Lane; 2003.
- [48] Pappas A. Epidermal surface lipids. *Dermato-endocrinology.* 2009;1:72-6. doi:10.4161/derm.1.2.7811
- [49] Engelke B. Kraft- und Drehmomentabgabe thermoplastisch geformter Schienen bei Frontzahnderotation vor und nach Alterungssimulation [Doctoral Thesis]. Goettingen, Germany: Georg-August-University of Goettingen, Goettingen, Germany; 2010.
- [50] Ryokawa H, Miyazaki Y, Fujishima A, Miyazaki T, Maki K. The mechanical properties of dental thermoplastic materials in a simulated intraoral environment. *Orthodontic Waves.* 2006;65:64-72. doi:https://doi.org/10.1016/j.odw.2006.03.003

5 Anhang

n	tested Specimen	Ultimate Tensile Strength [MPa]	Young's Modulus [GPa]	Error Young's Modulus [MPa]	0.2% Offset Yield Strength [MPa]	Fracture Behaviour (Brittle; Ductile)	Ductility Quotient (Brittle/Ductile)
1	C22.01	50.1	2.09	20.39	37.75	B	
2	C22.02	50.36	1.99	3.16	43.75	B	
3	C22.03	50.05	2.08	4.78	38.25	B	
4	C22.04	50.12	2	5.7	37.5	B	
5	C22.05	49.59	1.89	23.57	34.5	B	
6	C22.06	50.02	2.07	3.89	38	B	9/1
7	C22.07	49.93	2.03	6.74	40.5	B	
8	C22.08	48.98	2.02	14.06	40.5	B	
9	C22.09	49.25	2.07	11.61	36.5	D	
10	C22.10	49.83	2.21	60.09	41.25	B	
Mean		49.83	2.05	15.4	38.85		
SD		0.43	0.08	17.22	2.66		

Ergebnisse Zugversuche Gruppe C22

n	tested Specimen	Ultimate Tensile Strength [MPa]	Young's Modulus [GPa]	Error Young's Modulus [MPa]	0.2% Offset Yield Strength [MPa]	Fracture Behaviour (Brittle; Ductile)	Ductility Quotient (Brittle/Ductile)
1	C37.01	43.93	1.92	5.44	33.75	B	
2	C37.02	42.21	1.97	4.24	35.5	D	
3	C37.03	41.8	2.05	13.72	37.25	D	
4	C37.04	44.44	1.93	14.91	35	B	
5	C37.05	44.15	1.94	28.95	35	B	
6	C37.06	41.9	1.68	5.09	29.75	B	5/5
7	C37.07	45.57	2.08	10.25	36	B	
8	C37.08	41.27	1.92	6.42	34.5	D	
9	C37.09	41.15	1.98	5.21	32.5	D	
10	C37.10	39.55	2.01	4.73	33.5	D	
Mean		42.6	1.95	9.9	34.28		
SD		1.85	0.11	7.73	2.08		

Ergebnisse Zugversuche Gruppe C37

n	tested Specimen	Ultimate Tensile Strength [MPa]	Young's Modulus [GPa]	Error Young's Modulus [MPa]	0.2% Offset Yield Strength [MPa]	Fracture Behaviour (Brittle; Ductile)	Ductility Quotient (Brittle/Ductile)
1	I22.01	48.5	1.83	5.09	36.75	B	
2	I22.02	48.48	2.01	7.81	39.5	B	
3	I22.03	49.1	1.94	4.58	31	B	
4	I22.04	47.77	1.94	5.44	33	B	
5	I22.05	49.52	1.99	4.06	38.5	B	
6	I22.06	48.67	1.98	7.43	33.5	B	10/1
7	I22.07	49.61	1.99	4.36	35.5	B	
8	I22.08	49.23	2	4.99	38	B	
9	I22.09	48.52	2.07	6.53	32.75	B	
10	I22.10	47.87	1.89	5.63	35	B	
Mean		48.73	1.97	5.59	35.35		
SD		0.63	0.07	1.28	2.81		

Ergebnisse Zugversuche Gruppe I22

n	Specimen	Ultimate Tensile Strength [MPa]	Young's Modulus [GPa]	Error Young's Modulus [MPa]	0.2% Offset Yield Strength [MPa]	Fracture Behaviour (Brittle; Ductile)	Ductility Quotient (Brittle/Ductile)
1	I37.11	38.39	1.87	5.16	33.5	D	
2	I37.12	40.52	1.95	6.06	32.75	B	
3	I37.13	41.53	1.91	10.08	33	B	
4	I37.14	39.65	1.97	3.39	31.75	B	
5	I37.16	41.24	1.89	7.75	34.5	D	
6	I37.17	48.69	1.84	5.48	34.25	B	7/3
7	I37.18	41.15	1.72	8.22	31.25	B	
8	I37.19	40.9	1.62	9.66	35	B	
9	I37.20	42.31	1.91	7.29	33.5	D	
10	I37.21	41.75	1.79	25.21	37.5	B	
Mean		41.62	1.85	8.83	33.7		
SD		2.73	0.11	6.11	1.77		

Ergebnisse Zugversuche Gruppe I37

n	tested Specimen	Ultimate Tensile Strength [MPa]	Young's Modulus [GPa]	Error Young's Modulus [MPa]	0.2% Offset Yield Strength [MPa]	Fracture Behaviour (Brittle; Ductile)	Ductility Quotient (Brittle/Ductile)
1	T22.01	51.55	1.98	5.81	39.5	B	
2	T22.02	51.55	1.87	4.78	38	B	
3	T22.03	49.93	1.9	5.41	37	B	
4	T22.04	51.19	1.91	9.01	31.5	B	
5	T22.05	51.19	2	6.69	31.5	B	
6	T22.06	50.77	1.86	6.5	33.5	B	10/1
7	T22.07	50.97	1.99	3.43	39.75	B	
8	T22.08	51.48	1.9	4.2	39	B	
9	T22.09	51.35	1.93	3.95	40	B	
10	T22.10	50.75	1.97	4.9	32.5	B	
Mean		51.08	1.93	5.47	36.23		
SD		0.5	0.05	1.63	3.57		

Ergebnisse Zugversuche Gruppe T22

n	tested Specimen	Ultimate Tensile Strength [MPa]	Young's Modulus [GPa]	Error Young's Modulus [MPa]	0.2% Offset Yield Strength [MPa]	Fracture Behaviour (Brittle; Ductile)	Ductility Quotient (Brittle/Ductile)
1	T37.01	43.83	1.92	5.73	34.75	D	
2	T37.02	44.27	1.85	3.81	35.5	B	
3	T37.03	46.01	1.81	8.25	37.25	B	
4	T37.04	43.61	1.86	4.07	35	D	
5	T37.05	44.29	1.84	18.55	35.25	D	
6	T37.06	43.64	1.9	3.85	29.75	B	5/5
7	T37.07	44.94	1.91	9.57	36	B	
8	T37.08	41.87	1.82	4.8	34.5	D	
9	T37.09	45.31	1.91	8.4	32.5	B	
10	T37.10	42.62	1.87	4.24	33.5	D	
Mean		44.04	1.87	7.13	34.4		
SD		1.22	0.04	4.54	2.09		

Ergebnisse Zugversuche Gruppe T37

Specimen	Weight before Treatment [g]	Weight after Treatment [g]	Delta Weight [g]	Relative Delta Weight [%]
I22.01	1.901	1.9047	0.005	0.19
I22.02	1.8981	1.9047	0.0046	0.35
I22.03	1.8856	1.8945	0.0064	0.47
I22.04	1.8902	1.8966	0.0071	0.34
I22.05	1.896	1.8968	0.0037	0.04
I22.06	1.8959	1.902	0.003	0.32
I22.07	1.8765	1.8836	0.0037	0.38
I22.08	1.8969	1.9057	0.0013	0.46
I22.09	1.9012	1.9079	0.0015	0.35
I22.10	1.8852	1.892	0.005	0.36
I37.01	1.883	1.888	0.0037	0.27
I37.02	1.8924	1.897	0.0066	0.24
I37.03	1.8716	1.878	0.0089	0.34
I37.04	1.8959	1.903	0.0064	0.37
I37.05	1.8861	1.8898	0.0008	0.2
I37.06	1.8845	1.8875	0.0061	0.16
I37.07	1.8873	1.891	0.0071	0.2
I37.08	1.8885	1.8898	0.0088	0.07
I37.09	1.896	1.8975	0.0067	0.08
I37.10	1.8934	1.8984	0.0068	0.26
Mean	1.8903	1.8954	0.0051	0.27
SD	0.0079	0.008	0.0023	0.12

Ergebnisse Probekörper Gewicht Gruppen I22 und I37

Specimen	Weight before Treatment [g]	Weight after Treatment [g]	Delta Weight [g]	Relative Delta Weight [%]
T22.01	1.8928	1.8999	0.0071	0.38
T22.02	1.8863	1.8891	0.0028	0.15
T22.03	1.8914	1.8988	0.0074	0.39
T22.04	1.8927	1.8986	0.0059	0.31
T22.05	1.8813	1.8852	0.0039	0.21
T22.06	1.876	1.8834	0.0074	0.39
T22.07	1.8945	1.899	0.0045	0.24
T22.08	1.8903	1.8985	0.0082	0.43
T22.09	1.8937	1.9011	0.0074	0.39
T22.10	1.8863	1.8922	0.0059	0.31
T37.01	1.8862	1.896	0.0098	0.52
T37.02	1.891	1.901	0.01	0.53
T37.03	1.8849	1.8947	0.0098	0.52
T37.04	1.8904	1.9	0.0096	0.51
T37.05	1.8869	1.895	0.0081	0.43
T37.06	1.8934	1.8999	0.0065	0.34
T37.07	1.8873	1.8951	0.0078	0.41
T37.08	1.8833	1.8925	0.0092	0.49
T37.09	1.8848	1.8934	0.0086	0.46
T37.10	1.8955	1.9032	0.0077	0.41
Mean	1.8885	1.8958	0.0074	0.39
SD	0.005	0.0053	0.019	0.1

Ergebnisse Probekörper Gewicht Gruppen T22 und T37

6 Danksagung

Für die hervorragende Ausbildung sowie die Unterstützung bei diesem Promotionsvorhaben danke ich Herrn Prof. Dr. Dieter Drescher - „In Düsseldorf lernt man für's Leben!“.

Herrn Dr. Jan H. Willmann danke ich für die sehr gute Betreuung dieser Doktorarbeit und unser freundschaftlich-kollegiales Verhältnis während seiner Zeit in Düsseldorf.

Für sämtliche konstruktive Kritik und Unterstützung bei der Erstellung des Versuchsaufbaus bin ich Herrn Dr. Ralf Hönscheid sehr dankbar.

Herrn Professor Dr. Dr. Jörg Handschel danke ich für seine bereitwillige Übernahme der Co-Betreuung von ganzem Herzen.