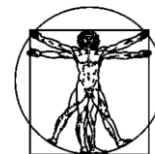


DOI: 10.15593/RZhBiomech/2020.4.05

УДК 531/534: [57+61]



**Российский  
Журнал  
Биомеханики**  
www.biomech.ru

## ИЗУЧЕНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ЦИРКОНИЕВОГО ЗУБНОГО ИМПЛАНТАТА В НАНОМАСШТАБЕ АТОМНО-СИЛОВЫМ МИКРОСКОПОМ

**М.В. Джалалова<sup>1</sup>, А.Г. Степанов<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Российская Федерация, 119192, Москва, Мичуринский проспект, 1, e-mail: margarita-vd@mail.ru

<sup>2</sup> Общество с ограниченной ответственностью «Марти Дент», Российская Федерация, 115114, Москва, 3-й Павелецкий проезд, 3, e-mail: stepanovmd@list.ru

**Аннотация.** Исследовано влияние различных обработок поверхности циркониевых имплантатов на прочность сцепления в соединении «индивидуальный фрезерованный трансдентальный имплантат – цемент – твердые ткани зуба». В качестве аналогов таких имплантатов использовались штифты из диоксида циркония, индивидуально изготовленные под препарированные ранее удаленные зубы, в сочетании с наиболее эффективными цементами *Fuji-1* и *Multilink-N*. Для оценки качества формируемой «чистоты» поверхности эксперименты проводились в два этапа. На первом этапе образцы обрабатывались пескоструйной машиной под давлением 2 атмосферы порошком оксида алюминия с размером зерен 50, 100 и 250 мкм; при этом обработка проводилась однократно в одном направлении, продольно оси имплантата. На втором этапе те же образцы обрабатывались повторно в прежнем режиме, но в двух направлениях. Обработанные образцы изучались в зондовой нанолaborатории (Троицк, Россия) с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ). Параметры шероховатости измерялись в нанометрах на каждом образце по трем изображениям сканирующего зондового микроскопа (СЗМ). Анализ СЗМ-изображений обнаружил, что шероховатость образцов выше при обработке зернами большего размера. Результаты проведенного исследования показали, что однократной пескоструйной обработки диоксида циркония вполне достаточно для улучшения адгезивных свойств имплантатов как к фиксирующим цементам, так и к костной ткани пациента.

**Ключевые слова:** атомно-силовой микроскоп, стоматологические цементы, индивидуальный фрезерованный трансдентальный имплантат, диоксид циркония.

### ВВЕДЕНИЕ

В стоматологии на процесс остеоинтеграции – непосредственный контакт костной ткани с поверхностью имплантата – влияют многие факторы, такие как материал, состав и структура поверхности, первичная стабильность, нагрузки и др. Известно, что для хорошей остеоинтеграции при имплантации, а также для улучшения адгезии сопрягаемых частей реставрации специально создают шероховатую поверхность имплантата [1] с помощью пескоструйной обработки – широко используемой техники обработки поверхности зубных коронок и имплантатов. Так, в работах [9, 10, 16] изучалось влияние различных условий пескоструйной обработки на механические свойства диоксида циркония, прочность на сдвиг между диоксидом циркония и облицовочными керамикой/фарфором, цементом/композитной смолой [15],

---

© Джалалова М.В., Степанов А.Г., 2020

Джалалова Маргарита Васильевна, к.ф.-м.н., с.н.с. Научно-исследовательского института механики, Москва

Степанов Александр Геннадьевич, д.м.н., доцент, врач-стоматолог, Москва

адгезионные свойства поверхности [14]. В [6, 13] исследовались микроструктурированные поверхности имплантатов из диоксида циркония на предмет остеоинтеграции в головках бедренной кости кролика. В [11] изучалась пескоструйная обработка под углом  $75^\circ$  и  $90^\circ$ .

Однако при изучении данного вопроса в специальной литературе нами не была найдена информация о технике пескоструйной обработки, а именно размере частиц песка, параметрах давления воздействия, их числа, направлении потока воздушной струи.

Целью проводимых лабораторно-экспериментальных исследований настоящей работы было решение следующих задач:

– разработать технику избирательного формирования поверхности усовершенствованных индивидуальных фрезерованных трансдентальных имплантатов (ТДИ) для повышения эффективности их фиксации в зубах с резецированными (ампутированными) корнями;

– определить в эксперименте при статических нагрузках на разрыв оптимальную «чистоту» искусственно созданной поверхности индивидуальных ТДИ в соединении «индивидуальный фрезерованный трансдентальный имплантат–цемент–твёрдые ткани зуба».

#### МАТЕРИАЛЫ, ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ

В экспериментах исследовались образцы конструкций фрезерованных трансдентальных имплантатов из диоксида циркония (обладающих хорошей биосовместимостью и снижающих нагрузку на кости [1, 3]), вставленных в канальное отверстие удаленных зубов с резецированной верхушкой корня и фиксированных наилучшими цементами *Fuji-1* и *Multilink-N*, обеспечивающими наибольшую адгезионную прочность соединения. В процессе эксперимента регистрировались растягивающие усилия, относительное перемещение захватов и время.

Испытания проводились на экспериментальной установке *Instron 5900* (Великобритания). Для изучения и определения влияния искусственной шероховатости поверхности имплантата на адгезионные свойства цементного соединения «ТДИ–цемент–зуб» мы использовали атомно-силовой микроскоп (АСМ). Принцип работы атомно-силового микроскопа, методика и техника измерений подробно изложены в [2, 4, 5, 12].

На первом этапе образцы были обработаны пескоструйной машиной *Basic classic (Renfert, Германия)* под давлением 2 атмосферы порошком оксида алюминия с размером зерен 50, 100 и 250 мкм; при этом обработка проводилась однократно в одном направлении, продольно оси имплантата. На втором этапе те же образцы были обработаны пескоструйной машиной повторно в прежнем режиме в двух направлениях.

Обработанные образцы изучались в зондовой нанолаборатории (Троицк, Россия) с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) «Интегра Прима» (Россия). Параметры шероховатости измерялись на каждом образце по трем изображениям сканирующего зондового микроскопа (СЗМ). Поле сканирования составляло квадрат  $30 \times 30$  мкм. Параметры шероховатости указывались в нанометрах.

Изобрели СЗМ сотрудники исследовательского центра *IBM* Герд Бинниг и Генрих Рорер [7]. В 1986 г. они были награждены Нобелевской премией по физике за данное изобретение. В 1986 г. Бинниг, Квейт и Гербер изобрели новую модификацию СЗМ – АСМ, где главную роль играла сила взаимодействия двух тел [8]. Полученные результаты легли в основу определения несущей способности склейки стоматологических цементов между аналогом фрезерованного трансдентального имплантата и твердыми тканями зуба.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для оценки качества формируемой поверхности аналогов индивидуальных трансдентальных имплантатов использовалась атомно-силовая микроскопия (АСМ). Образцы были обработаны порошком оксида алюминия в два этапа, описанных выше. Были получены графические результаты (рис. 1 и 2).

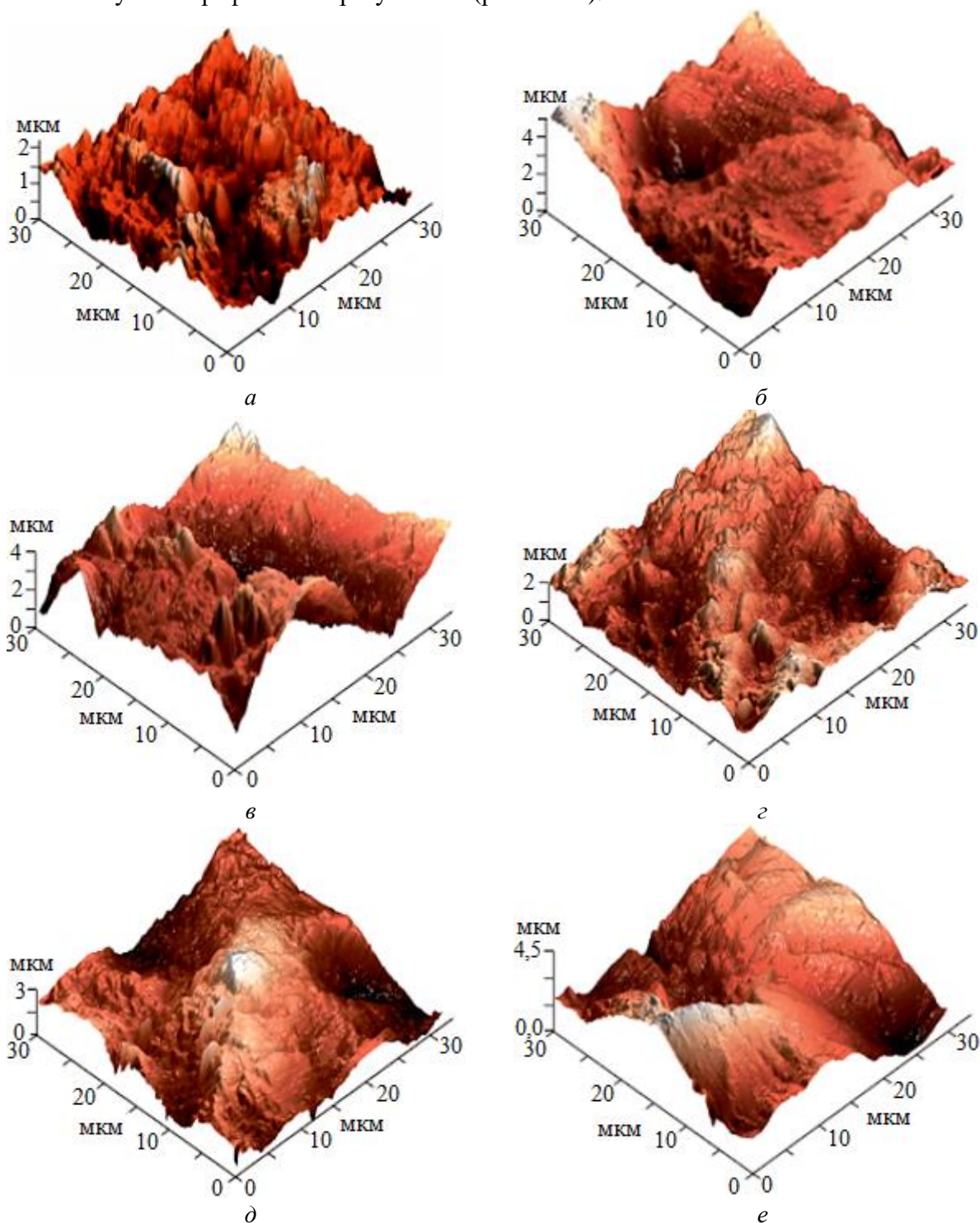


Рис 1. Трехмерное АСМ-изображение индивидуального трансдентального имплантата при неоднородной пескоструйной обработке: *а* – частицами размером 50 мкм, 1-й этап; *б* – частицами размером 100 мкм, 1-й этап; *в* – частицами размером 250 мкм, 1-й этап; *г* – частицами размером 50 мкм, 2-й этап; *д* – частицами размером 100 мкм, 2-й этап; *е* – частицами размером 250 мкм, 2-й этап

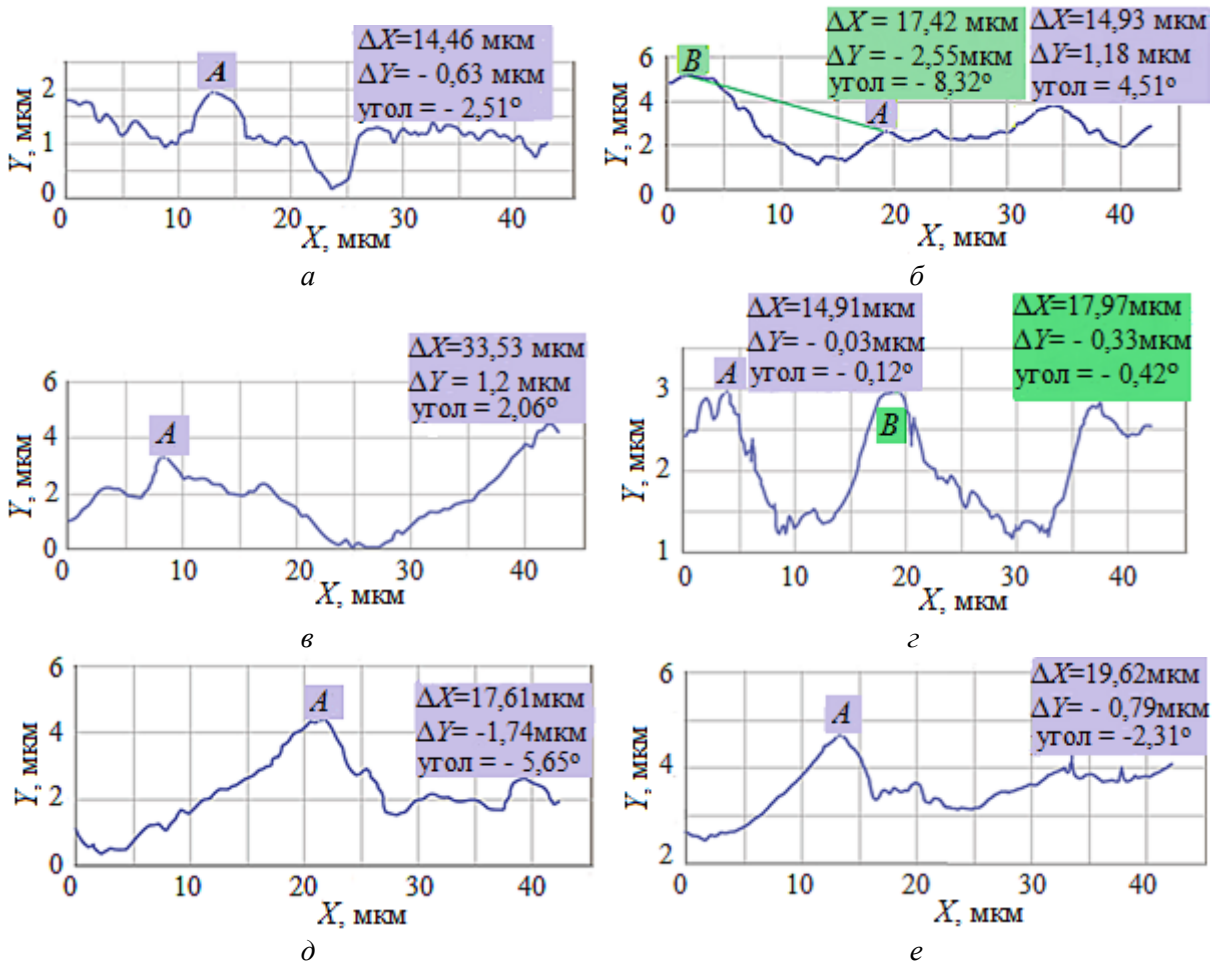


Рис. 2. Профиль рельефа поверхности индивидуального трансдентального имплантата при пескоструйной обработке: а – частицами размером 50 мкм, 1-й этап; б – частицами размером 100 мкм, 1-й этап; в – частицами размером 250 мкм, 1-й этап; г – частицами размером 50 мкм, 2-й этап; д – частицами размером 100 мкм, 2-й этап; е – частицами размером 250 мкм, 2-й этап

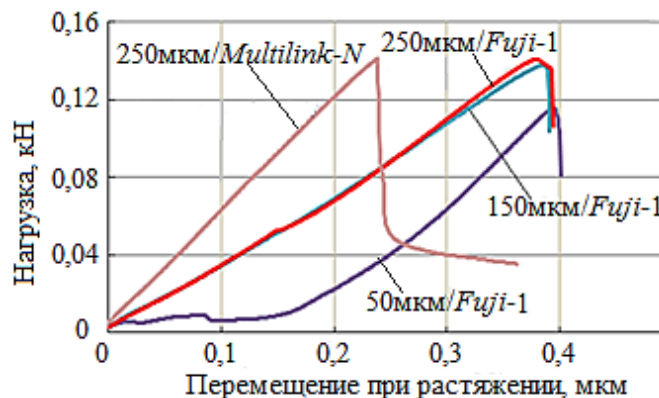


Рис. 3. Влияние искусственной шероховатости трансдентальных имплантатов на адгезионные свойства цементного соединения «трансдентальный имплантат – зуб»

При контактом взаимодействии тел ключевую роль играет микрорельеф поверхности, который влияет на износостойкость при истирании, прочность, плотность (герметичность соединений), внешний вид. Основной характеристикой

микрogeометрии поверхности является ее шероховатость – совокупность неровностей с относительно малыми шагами на базовой площади.

Анализ СЗМ-изображений показал, что шероховатость образцов выше при обработке зернами бóльшего размера, который увеличивает расстояние между неровностями рельефа и их глубину. Также увеличивается количество плоских участков на поверхности, что говорит о сколах материала при обработке. На рис. 2 значениями  $\Delta X$  и  $\Delta Y$  обозначены расстояния (в мкм) между соседними пиками по горизонтали и вертикали, и углы между ними.

На рис. 3 показаны зависимости величин перемещений от нагрузок для образцов с двумя цементами – увеличение размеров гранул оксида алюминия с 50 до 250 мкм значительно повышает нагрузку.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Адгезионную прочность цементного соединения улучшают увеличение размера зерна при пескоструйной обработке с 50 до 250 мкм и использование пары «диоксид циркония 250 мкм/*Multilink-N*». Наличие бóльшей шероховатости имплантата позволяет образцу выдерживать значительно бóльшую нагрузку по сравнению с имплантатом, обладающим меньшей шероховатостью.

Для достижения поставленной цели вполне достаточно однократной пескоструйной обработки диоксида циркония, так как неоднократное применение порошка оксида алюминия в разных направлениях конструкции имплантата ведет к снижению не только адгезивных характеристик, но и прочностных – ввиду увеличения хрупкости.

Армирование зубов с резецированными корнями трансдентальными имплантатами значительно повышает их биомеханические характеристики, обеспечивая снижение подвижности в костной ткани, о чем свидетельствует приближение показателей периостеометрии оперируемого зуба к аналогичным значениям одноименных зубов противоположной стороны.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Джалалова М.В., Арутюнов С.Д., Степанов А.Г. Исследование свойств стоматологических цемента в эксперименте на удаленных зубах, армированных индивидуальными трансдентальными имплантатами // Российский журнал биомеханики. – 2019. – Т. 23, № 2. – С. 231–241. DOI: 10.15593/RZhBiomeh/2019.2.05
2. Конев В.П., Московский С.Н., Шестель И.Л., Шишкина Ю.О., Коршунов А.С. Исследование минерального компонента и органического матрикса костной ткани с использованием метода атомно-силовой микроскопии // Практическая медицина. – 2018. – № 1. – С. 168–171.
3. Няшин Ю.И., Рогожников Г.И., Рогожников А.Г., Никитин В.Н., Асташина Н.Б. Биомеханический анализ зубных имплантатов из сплава титана и диоксида циркония // Российский журнал биомеханики. – 2012. – Т. 16, № 1 (55). – С. 102–109.
4. Толстихина А.Л. Атомно-силовая микроскопия кристаллов и пленок со сложной морфологией поверхности: автореф. дис. ... д-ра физ.-мат. наук. – М., 2013. – 36 с.
5. Усанов Д.А., Яфаров Р.К. Исследование поверхности материалов методом сканирующей атомно-силовой микроскопии: учеб. пособие для студ. фак. нано- и биомедицинских технологий. – Саратов: Изд-во Саратов. ун-та, 2006. – 23 с.
6. Aboushelib M.N., Noha A. Salem, Ahmed L. Abo Taleb, Naglaa M. Abd El Moniem. Influence of surface nano-roughness on osseointegration of zirconia implants in rabbit femur heads using selective infiltration etching technique // J. Oral Implantol. – 2013. – Vol. 39, no. 5. – P. 583–590. DOI: 10.1563/AAID-JOI-D-11-00075
7. Binning G., Rohrer H. Scanning tunneling microscopy // Helv. Phys. Acta. – 1982. – Vol. 55, no. 6. – P. 726.
8. Binning G., Quate C.F., Gerber Ch.. Atomic force microscopy // Phys. Rev. Lett. – 1986. – Vol. 56, no. 9. – P. 930–933.

9. Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites // *Dental Materials Journal*. – 2008. – Vol. 27, no. 3. – P. 448–454. DOI: 10.4012/dmj.27.448
10. He M., Zhang Z., Zheng D., Ding N., Liu Y. Effect of sandblasting on surface roughness of zirconia-based ceramics and shear bond strength of veneering porcelain // *Dental Materials Journal*. – 2014. – Vol. 33, no. 6. – P. 778–785.
11. Ho B.J., Tsoi J.K.-H., Liu D., Lung C.Y.-K., Wong H.-M., Matinlinna J.P. Effects of sandblasting distance and angles on resin cement bonding to zirconia and titanium // *International Journal of Adhesion and Adhesives*. – 2015. – Vol. 62. – P. 25–31. DOI: 10.1016/j.ijadhadh.2015.06.009
12. Kubby J.A., Boland J.J. Scanning tunneling microscopy of semiconductor surfaces // *Surface Science Reports*. – 1996. – Vol. 26. – P. 61–204. DOI: 10.1016/S0167-5729(97)80001-5
13. Lee J., Sieweke J.H., Rodriguez N.A., Schüpbach P., Lindström H., Susin C., Wikesjö U.M.E. Evaluation of nano-technology-modified zirconia oral implants: a study in rabbits // *J. Clin. Periodontol.* – 2009. – Vol. 36, no. 7. – P. 610–617. DOI: 10.1111/j.1600-051X.2009.01423.x
14. Rudawska A., Danczak I., Müller M., Valasek P. The effect of sandblasting on surface properties for adhesion // *International Journal of Adhesion and Adhesives*. – 2016. – Vol. 70. – P. 176–190. DOI: 10.1016/j.ijadhadh.2016.06.010
15. Su N., Yue L., Liao Y., Liu W., Zhang H., Li X., Wang H., Shen J. The effect of various sandblasting conditions on surface changes of dental zirconia and shear bond strength between zirconia core and indirect composite resin // *The Journal of Advanced Prosthodontics*. – 2015. – Vol. 7, no. 3. – P. 214–223.
16. Zhang Y., Lawn B.R., Rekow E.D., Thompson V.P. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics // *J. Biomed. Mater. Res. Part B. Appl. Biomater.* – 2004. – Vol. 71. – P. 381–386. DOI:10.1002/jbm.b.30097

## STUDY OF THE DENTAL ZIRCONIUM IMPLANT SURFACE IN A NANO-SCALE USING AN ATOMIC-FORCE MICROSCOPE

**M.V. Dzhahalova, A.G. Stepanov (Moscow, Russian Federation)**

The influence of various surface treatments of zirconium implants on the adhesion strength in the connection “individual milled transdental implant – cement – hard tooth tissues” was investigated. As analogs of such implants, we used pins made of zirconium dioxide, individually made for prepared previously extracted teeth, in combination with the most effective *Fuji-1* and *Multilink-N* cements. To assess the quality of the formed “cleanliness” of the surface, the experiments were carried out in two stages. At the first stage, the samples were processed by a sandblasting machine under a pressure of 2 atmospheres by aluminum oxide powder with a grain size of 50, 100 and 250  $\mu\text{m}$ . The treatment was carried out once in one direction, longitudinally to the axis of the implant. At the second stage, the same samples were processed again in the same mode, but in two directions. The processed samples were studied in a probe nanolaboratory (Troitsk, Russia) using an atomic force microscope (AFM). Roughness parameters were measured in nanometers on each sample from three images of a scanning probe microscope (SPM). Analysis of the SPM images revealed that the roughness of the samples is higher when processed with larger grains. The results of the study showed that a single sandblasting by zirconium dioxide is quite enough to improve the adhesive properties of the implants both to the fixing cements and to the patient's bone tissue.

**Key words:** atomic force microscope, dental cements, customized milled transdental implant, zirconium dioxide.

*Получено 31 октября 2020*