



Научная статья

DOI: 10.15593/RZhBiomeh/2022.2.06

УДК 531/534: [57+61]

## ОЦЕНКА ПЛОТНОСТИ И МИКРОГЕОМЕТРИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПЛОМБ ИЗ СТЕКЛОИОНОМЕРНОГО ЦЕМЕНТА И КОМПОЗИТНОГО МАТЕРИАЛА: БИОМЕХАНИЧЕСКОЕ *EX VIVO* ИССЛЕДОВАНИЕ

Е.В. Садырин<sup>1</sup>, Д.В. Ёгина<sup>2</sup>, С.С. Волков<sup>1</sup>, С.М. Айзикович<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Донской государственный технический университет, Ростов-на-Дону, Россия,

<sup>2</sup> Ростовский государственный медицинский университет, Ростов-на-Дону, Россия

### О СТАТЬЕ

Получена: 17 июня 2022

Одобрена: 02 июля 2022

Принята к публикации: 04 июля 2022

#### Ключевые слова:

эмаль, кариес, стеклоиономерный цемент, композит, пломба, микрофотографирование, атомно-силовая микроскопия.

### АННОТАЦИЯ

Современные фотополимерные пломбировочные (реставрационные) материалы являются важными инструментами практикующих стоматологов, когда лечение не может ограничиться методами неинвазивной или малоинвазивной стоматологии. В настоящей работе с использованием рентгеновской компьютерной микрофотографии проведено *ex vivo* неразрушающее исследование плотности пломб из стеклоиономерного цемента и композитного материала на зубах человека. Используя технику сегментирования регионов интереса на микрофотограммах зуба до и после стоматологического вмешательства, выявлены преимущества композитного материала перед стеклоиономерным цементом, а также исследованы особенности микроструктуры каждого материала. Плотность композитной пломбы оказалась ближе к природной эмали по сравнению с плотностью пломбы из стеклоиономерного цемента, также в ней содержится меньшее число артефактов, а сами артефакты меньше по размеру. Обнаружено разделение пломбы из композитного материала на внешний и внутренний слой в ходе стоматологического вмешательства. На поверхности пломбы из стеклоиономерного цемента обнаружено несколько регионов нарушения целостности в виде крупных каверн. После подготовки продольных шлифов образцов зубов проведено исследование микрогеометрических характеристик пломб с использованием атомно-силовой микроскопии. Анализ результатов показал близость как значений средней шероховатости, так и максимальной высоты шероховатости для пломбы из композитного материала к таковым значениям для естественной здоровой эмали.

© ПНИПУ

### Введение

Кариес зубов – сложный патологический процесс, вызванный воздействием кислот (преимущественно молочной), возникающих в полости рта как побочных продуктов метаболизма бактерий зубного налета (в первую

очередь групп *Streptococcus mutans* и *Lactobacillus*) [24; 25]. Кислоты снижают уровень *pH* локально в окрестности зубного налета и проникают внутрь эмали зуба, растворяя основные её структурные компоненты – кристаллы гидроксиапатита [12]. Этот процесс называется

© Садырин Евгений Валерьевич – м.н.с. лаборатории механики биосовместимых материалов, e-mail:

[e.sadyrin@sci.donstu.ru](mailto:e.sadyrin@sci.donstu.ru) ID: 0000-0002-5395-3310

© Ёгина Диана Вячеславовна – аспирантка кафедры стоматология № 2, e-mail: [dianaturbina@mail.ru](mailto:dianaturbina@mail.ru)

ID: 0000-0003-1716-8953

© Волков Сергей Сергеевич – к.т.н., с.н.с. лаборатории механики биосовместимых материалов,

e-mail: [fenix\\_rsu@mail.ru](mailto:fenix_rsu@mail.ru) ID: 0000-0001-7252-4522

© Айзикович Сергей Михайлович – д.ф.-м.н., заведующий лаборатории функционально-градиентных материа-

лов, e-mail: [saizikovich@gmail.com](mailto:saizikovich@gmail.com) ID: 0000-0002-2756-5752



Эта статья доступна в соответствии с условиями лицензии Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License (CC BY-NC 4.0)

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License (CC BY-NC 4.0)

деминерализацией. Деминерализация может начаться двумя путями: либо растворяются центры кристаллов, либо участки на их периферии [29] (показано [6], что данный процесс сопровождается изменением формы микропор в эмали), что впоследствии при недостаточной реминерализации – восстановлении и появлении новых кристаллов [26] – может привести к разрушению тканей зуба.

Стратегия лечения пациента стоматологом строится исходя из ряда факторов, таких как размер области кариеса, её локализация, наличие / отсутствие кавитации, а также степень активности. При ранних проявлениях кариеса лечение может ограничиться неинвазивными подходами: остановкой процесса деминерализации (в том числе при антибактериальной терапии [3; 15]), восстановлением оптимального минерального состава патологических тканей путем применения реминерализующих препаратов [4; 5], а также методами малоинвазивного лечения без применения анестезии и удаления тканей [9; 17].

Однако часто врачи сталкиваются с необходимостью лечения более поздних стадий кариеса, когда подобных методов недостаточно. Возникает необходимость применения фотополимерных стоматологических пломбировочных (реставрационных) материалов. Лечение кариеса при этом сопряжено с вероятностью потери адгезии между эмалью и пломбой, связанных с последствиями постполимеризационных напряжений, микроподтеканием материала, значительной разницей механических свойств пломбы и эмали [14; 18]. Кроме того, ряд материалов обладает невысокими прочностными характеристиками [1]. В связи с этим особую важность приобретает близость пломб по своим физико-механическим свойствам к свойствам естественной здоровой эмали.

В настоящей работе с использованием рентгеновской компьютерной микротомографии (микро-КТ) проведено *ex vivo* неразрушающее исследование плотности пломб из стеклоиономерного цемента и композитного материала на зубах человека. После подготовки продольных шлифов образцов зубов проведено исследование микрогеометрических характеристик пломб с использованием атомно-силовой микроскопии (АСМ).

## Материалы и методы

Два зуба человека (моляра) были удалены у пациентов по ортодонтическим показаниям в стоматологическом отделении клиники Ростовского государственного медицинского университета (РостГМУ), г. Ростов-на-Дону, Россия. Локальный независимый этический комитет РостГМУ одобрил исследование (выписка 14/21 от 23.09.2021), пациенты предоставили информированное согласие. Области кариеса (очаги в стадии белого пятна, СБП) на каждом из образцов были обнаружены стомато-

логами в соответствии с критериями Всемирной стоматологической федерации [11]. После извлечения каждый из образцов выдерживался в 1% растворе  $NaClO$  (по массе) в течение 10 мин. Затем образцы были помещены в стерильные контейнеры с сбалансированным солевым раствором Хэнкса при 4 °С с гранулами тимола («Унифарм», г. Славянск-на-Кубани, Россия), добавленными для предотвращения роста грибов и дезинфекции. Отношение тимола к раствору Хэнкса составило 1:1000.

В качестве стеклоиономерного цемента использован *Vitremer (3M ESPE, Сент-Пол, США)* на образце согласно протоколу, рекомендуемому производителем: чистка зуба, препарирование, травление ортофосфорной кислотой (30 с), нанесение адгезивной системы, пломбирование, полировка бором и диском-энхенс, применение полировочной пасты «Полирен 1».

В качестве композитного материала использован рентгенконтрастный препарат *Estelite (Tokuyama dental, Токио, Япония)* согласно протоколу, рекомендуемому производителем: чистка зуба, препарирование, селективное травление эмали (30 с), нанесение адгезивной системы, пломбирование, полировка бором и диском-энхенс, применение полировочной пасты «Полирен 1».

Для обоих образцов выполнено микротомографирование до и после стоматологического вмешательства с последующим сопоставлением трехмерных карт плотности образцов по областям, представляющим собой пары «пломба – здоровая эмаль». Для обоих образцов применялись одинаковые параметры микро-КТ сканирования на установке *Xradia Versa 520 (Carl Zeiss Microscopy, Плэзантаон, США)*: напряжение рентгеновской трубки 110 кВ, мощность 9,5 В, размер пикселя 14,7 мкм, вращение образца на 360°, время экспозиции 1 с, фильтр на рентгеновской трубке НЕб. В процессе сканирования получена 1601 проекция образца. Реконструкция набора проекций в набор виртуальных сечений проведена в программном обеспечении *XRMReconstructor 12.0.8086.19558* со значениями смещения центра, определёнными в автоматическом режиме, использован фильтр размытия Гаусса (0,5) и сдвиг спектра пучка в более жёсткую (высокоэнергетическую) область. Для коррекции дрейфа образца в процессе сканирования использовалась опция дополнительных компенсирующих перемещений. Для количественного определения плотности была проведена калибровка зависимости значения серого от плотности изучаемого образца для конкретных условий проведения томографии [7] (эффективность данного подхода была ранее продемонстрирована для исследования искусственной деминерализации тканей зуба [16]). С этой целью непосредственно над эмалью исследуемых образцов был помещён калибровочный фантом, который представляет собой эталон с известными значениями плотности его составляющих: полиэтилен-терефталат (1,35 г/см<sup>3</sup>), сплав на основе магния *Ma2-1M* (1,78 г/см<sup>3</sup>), сплав на основе алюминия *SAC1-400* (2,69 г/см<sup>3</sup>), минерал флюорит (3,09 г/см<sup>3</sup>).

Обработка результатов микро-КТ проведена с использованием программного обеспечения *VGSTUDIO Max 3.5 (Volume Graphics GmbH, Хайдельберг, Германия)*. Сегментирование областей интереса (кариес эмали в СБП, здоровая эмаль, пломба) выполнялось при помощи инструмента *Region growing*.

После микро-КТ-исследования выполнялся продольный разрез областей, содержащих пломбы с помощью прецизионной пилы *Isomet 4000 (Buehler, Лэйк Блафф, США)*. Поверхность разреза была тщательно отшлифована с использованием абразивной бумаги на основе SiC. После была проведена полировка поверхности суспензиями с абразивными частицами от 6 до 0,05 мкм. После каждого шага шлифовки и полировки образец очищался в ультразвуковой ванне.

Для исследования микрогеометрических характеристик поверхности пар «пломба – здоровая эмаль» использовался *ACM Nanoeducator (NT-MDT, г. Зеленоград, Россия)*, оснащенный вольфрамовым зондом. Сканирование проводилось в полуконтактном режиме со скоростью 10,05 мкм/с, разрешение составило 256×256 точек.

## Результаты и обсуждение

Экспериментальные измерения плотности минерализации здоровой эмали и эмали в СБП для обоих образцов хорошо соотносятся с имеющимися в литературе результатами [8; 15; 19–23]. На рис. 1 представлен виртуальный срез образца, проходящий через пломбу из стеклоиономерного цемента. Результаты измерений плотности для данного образца представлены в табл. 1.

В ходе исследования были обнаружены две области кариеса в СБП, соединенные слабо деминерализованной эмалью (одна ближе к медиальной поверхности жевательного бугорка, другая примерно по центру эмали, также на медиальной стороне зуба). Благодаря сегментированию эмали с использованием программных средств удалось выделить патологическую эмаль сразу в двух областях инструментом *Region Growing*.

Значение плотности минерализации патологической эмали оказалось на 11,63 % ниже, чем у здоровой эмали, а объёмная плотность стеклоиономерного цемента на 16,3 % ниже, чем у здоровой эмали, и на 5,6 % ниже плотности минерализации кариозной эмали. С позиции микроструктуры стоматологической пломбы было обнаружено большое число включений низкой и высокой плотности (более ста, часть из них показана на рис. 2, в–д, диаметры наиболее крупных измерены с использованием инструмента «*Distance*») с некоторой периодичностью по всей её глубине. Диаметр самого большого включения составил 0,39 мм (рис. 2, д), при этом значение плотности данного включения составило  $1,35 \pm 0,13$  г/см<sup>3</sup>, что соответствует спаду на 46,4 % по сравнению с плотностью тела пломбы. Включения повышенной плотности часто имеют форму эллипсоида. Диаметры самого большого такого включения составили 149 и 93 мкм (рис. 2, е, отмечено сиреневой стрелкой), при

этом значение плотности данного включения составило  $3,28 \pm 0,18$  г/см<sup>3</sup>, что в 1,3 раза выше значения плотности тела пломбы. *Tian* и соавт. [27] ранее экспериментально продемонстрировали, что такие артефакты часто являются причиной образования трещин в стеклоиономерных пломбах. По поверхности пломбы обнаружено несколько регионов нарушения целостности в виде крупных каверн глубиной до 110 мкм (что на несколько порядков выше самых больших микронеровностей, образованных в ходе многократных процедур отбеливания [2]), которые в последствие могут выступить в виде искусственных концентраторов напряжений с последующим разрушением материала [28]. Типичная каверна отмечена оранжевой стрелкой на рис. 2, г.

На рис. 3 представлен виртуальный срез образца, проходящий через пломбу из композитного материала. Результаты измерений плотности для данного образца представлены в табл. 2.

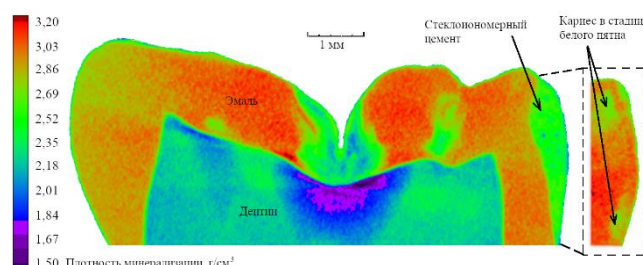


Рис. 1. Виртуальный срез на трехмерной карте плотности образца после применения стеклоиономерного цемента. На врезке справа – эмаль до применения стоматологического препарата на той же области

Таблица 1  
Значения плотности до и после применения стеклоиономерного цемента на участке кариеса в СБП

Исследуемая область	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Стандартное отклонение, г/см <sup>3</sup>
Кариес в СБП	2,66	0,09
Здоровая эмаль	3,01	0,14
Стеклоиономерный цемент	2,52	0,13

Таблица 2  
Значения плотности до и после применения композитного материала на участке кариеса в СБП

Исследуемая область	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Стандартное отклонение, г/см <sup>3</sup>
Кариес в СБП	2,59	0,12
Здоровая эмаль	2,89	0,10
Композитный материал (эф-фективные свойства)	2,80	0,10
Композитный материал (внешний слой)	2,86	0,06

Композитный материал (внутренний слой)	2,68	0,07
--	------	------

тельно представляет собой сплошную среду, образовавшуюся из-за кислотной деминерализации (во время из-

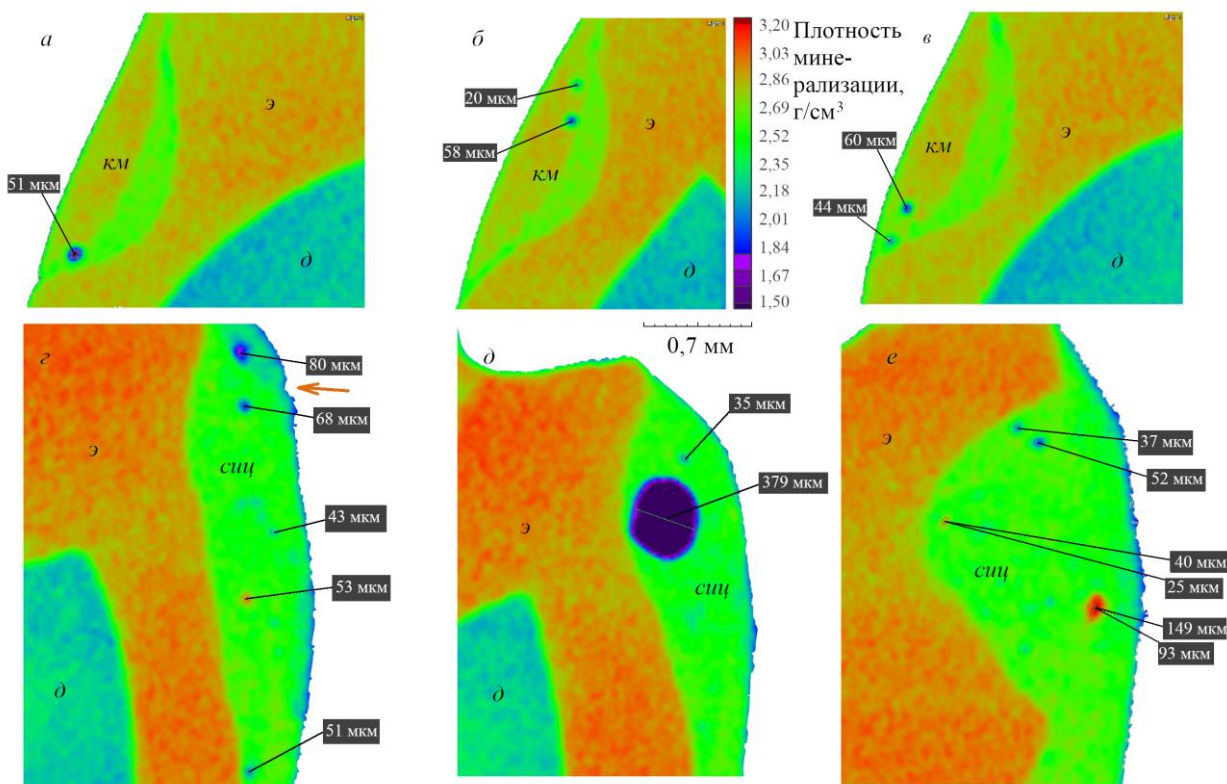


Рис. 2. Артефакты тела пломб из: *a – в* – композитного материала, *г – е* – стеклоиономерного цемента; *э* – эмаль, *д* – дентин, *км* – композитный материал, *сиц* – стеклоиономерный цемент, оранжевая стрелка – каверна на поверхности пломбы; сиреневая стрелка – включение высокой плотности

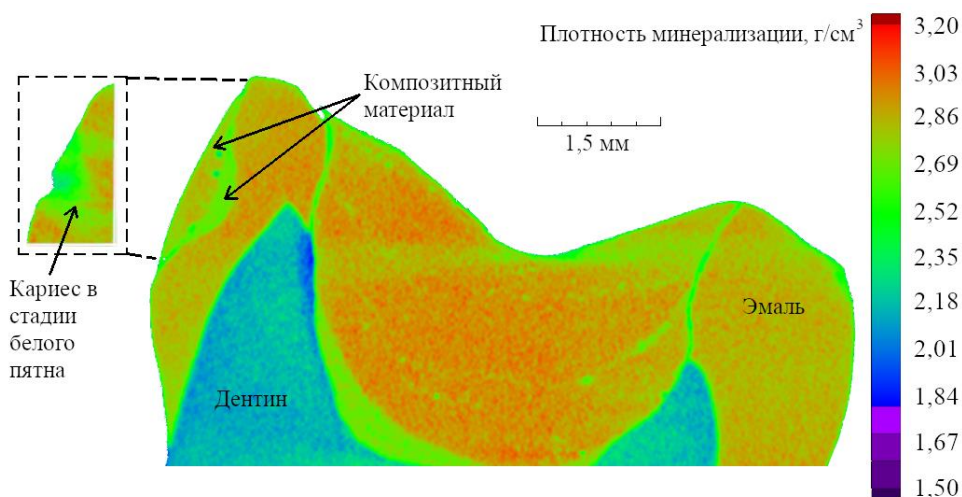


Рис. 3. Виртуальный срез на трехмерной карте плотности образца после применения композитного материала. На врезке слева сверху – эмаль до применения стоматологического препарата на той же области

Отметим тот факт, что композитная пломба в ходе стоматологического вмешательства «распалась» на внутренний и внешний слой (рис. 3). В связи с этим было решено оценивать как его плотность в целом, получив эффективное значение, так и получить отдельные значения для каждого слоя. Внутренний слой предположи-

бирательного травления в ходе медицинского вмешательства) и нанесения праймера перед нанесением композита. Значение плотности минерализации патологической эмали для данного образца оказалось на 10,4 % ниже, чем у здоровой эмали, а объёмная плотность композитной пломбы (эффективное значение) на 3,11 % ниже, чем у здоровой эмали, и на 7,5 % выше



плотности минерализации кариозной эмали. При этом плотность внешнего слоя практически соответствует таковой для здоровой эмали, значение плотности внутреннего слоя на 7,3 % ниже, чем у здоровой эмали. В объеме композитной пломбы обнаружено менее 25 сферических включения пониженной плотности, часть из них показана на рис. 2, а – в. Диаметр самого большого из них составил 84 мкм, при этом значение плотности данного включения составило  $1,54 \pm 0,16 \text{ г/см}^3$ , что соответствует спаду на 45 % по сравнению с эффективной плотностью тела пломбы.

В целом метод сегментирования областей интереса показал высокую эффективность. Единственная сложность возникла с сегментированием области пломбы из композитного материала ввиду близости значений плотности её внешнего слоя и эмали зуба в её окрестности. При этом, в отличие от измерения плотности по специфическим объемам на трехмерной карте плотности (например, по эллиптическим цилиндрам [22]), в исследуемый сегмент попадает минимум «паразитных» вокселей, что снижает погрешность измерений.

На рис. 4 представлены снимки топографии поверхности шлифов для пар «пломба – здоровая эмаль» для каждого из образцов. Средняя шероховатость поверхности  $R_a$  для каждого из изображений была измерена с помощью программного обеспечения *Gwyddion 2.52* (Чешский метрологический институт, Брно, Чешская Республика). Из-за большого числа нерегулярных неровностей на поверхности образца измерение шероховатости по одному направлению представляется недостаточно репрезентативным. Таким образом, средняя шероховатость  $R_a$  измерялась по трём направлениям: горизонтальному, вертикальному и диагональному. По каждому из направлений было построено по пять профилей. После этого было рассчитано среднее значение (из 15 профилей) со стандартным отклонением. Максимальная высота шероховатости обозначена как  $R_t$ . Результаты измерений представлены в табл. 3. Отметим, что для случая здоровой эмали на образце, для которого проводилось стоматологическое вмешательство с использованием композитного материала, для измерения профиля брался участок вне артефактов поверхности (агломераты кристаллов гидроксиапатита, левый нижний угол на рис. 4, б).

Анализ результатов измерений микрогеометрических характеристик образца после вмешательства с использованием стеклоиономерного цемента позволяет отметить разницу почти в 2 раза для значений как средней шероховатости поверхности  $R_a$ , так и максимальной высоты  $R_t$ . При этом очевидна схожесть характера рельефа эмали и пломбы, по крайней мере для эмалевых призм в данной части зуба человека: визуализированы крупные веретенообразные образования, в случае эмали – с более резкими очертаниями (выходы эмалевых призм).

Была обнаружена близость значений средней шероховатости  $R_a$  поверхности пломбы из композитного ма-

териала и естественной здоровой эмали (разница составила 7,95 %). Большая разница в значениях  $R_t$  вызвана наличием агломератов кристаллов гидроксиапатита на снимке здоровой эмали, анализ части изображения без данных артефактов поверхности позволяет получить величину  $R_t = 177 \text{ нм}$ . При этом, если микрорельеф природной эмали демонстрирует слегка волнистый однородный характер, вызванный наличием тонкого смазанного слоя, образованного в ходе полировки поверхности, то в рельефе пломбы имеет место ряд пор (отмечены стрелками на рис. 4, а) диаметром  $0,77 \pm 0,2 \text{ мкм}$ , что согласуется с результатами *Haugen* и соавт. [13], исследовавшим размеры пор различных коммерческих композитных пломбировочных материалов с использованием сканирующей электронной микроскопии и нанотомографии.

### Заключение

В настоящей работе проведено сравнение плотности и микрогеометрических характеристик двух пломбировочных материалов, применяемых в стоматологической практике: стеклоиономерного цемента и композитного материала (между собой и по сравнению со здоровой эмалью зуба). Используя технику сегментирования регионов интереса на микротомограммах зуба до и после стоматологического вмешательства, выявлены преимущества композитного материала перед стеклоиономерным

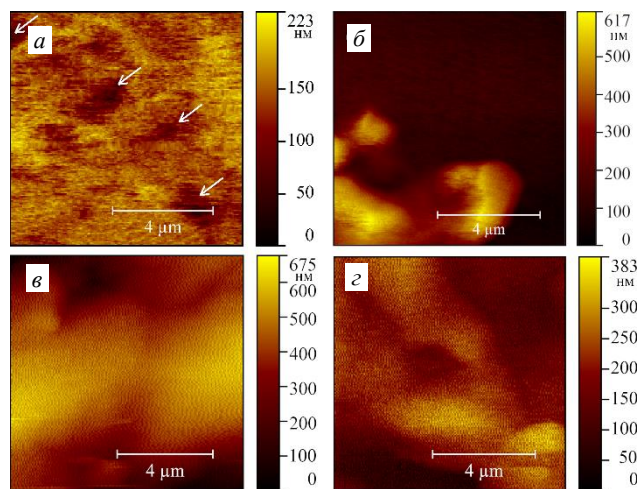


Рис. 4. Топография поверхности шлифа: а – композитной пломбы (белыми стрелками показаны поры); б – область здоровой эмали на противоположной от композитной пломбы медиальной стороне зуба; в – стеклоиономерный цемент; г – область здоровой эмали на противоположной от стеклоиономерного цемента медиальной стороне зуба

Таблица 3

Микрогеометрические характеристики пар «пломба – здоровая эмаль» для образцов

Вид вмешательства	Область	Средняя $R_a$ по 15 профилям, нм	Стандартное отклонение, нм	$R_t$ , нм
Стеклоионо-	Здоровая эмаль	38,0	16,6	675

мерный цемент	Пломба	75,6	31,3	383
Композитный материал	Здоровая эмаль	13,9	5,83	617
	Пломба	15,1	4,3	223

цементом: его плотность ближе к природной эмали (на 3,11 % ниже природной эмали против 16,3 % у стеклоиономерного цемента), также в нём содержится меньшее число артефактов, а сами артефакты меньше по размеру.

Обнаружено разделение пломбы из композитного материала на внешний и внутренний слои в ходе стоматологического вмешательства. Анализ топографии поверхности шлифов пломбировочных материалов показал близость как значений средней шероховатости, так и максимальной высоты шероховатости для пломбы из

композитного материала к таковым значениям для естественной здоровой эмали. В дальнейшем представляет интерес выявление особенностей микроструктуры каждого из изученных реставрационных материалов на меньших полях сканирования (для этого планируется прибегнуть к методологии Дрозд и соавт. [10]), в том числе для углубленного изучения структуры пор и включений и прогнозирования их влияния на механизм сопротивления нагрузкам на пломбы пациентов.

## Список литературы

1. Власова М.И., Мандра, Ю.В., Вотяков С.Л., Главатских С. П. Структура гибридной зоны при пломбировании кариозных полостей пришеечной локализации в зависимости от реставрационного материала // Проблемы стоматологии. – 2011. – №. 3 – С. 14–16.
2. Ерофеева Е. С., Ляпунова Е.А., Оборин В.А., Гилева О.С., Наймарк О.Б. Структурно-функциональный анализ твёрдых тканей зубов в оценке качества технологий отбеливания // Российский журнал биомеханики. – 2010. – №. 2 – С. 47–55.
3. Макеева И.М., Парамонов Ю. О. Оценка клинической эффективности применения газообразного озона при лечении кариеса в стадии белого пятна // Российский стоматологический журнал. – 2016. – Т. 20. – №. 3. – С. 131–136.
4. Соловьева Ж.В., Адамчик А.А. Клиническое обоснование использования средств на основе наногидроксипатита и фтора при лечении кариеса в стадии белого пятна // Российский стоматологический журнал. – 2017. – Т. 21. – №. 2. – С. 89–92.
5. Шаковец Н.В., Жилевич А.В. Применение кальций-фосфатсодержащих средств для профилактики неинвазивного лечения кариеса зубов // Международные обзоры: клиническая практика и здоровье. – 2019. – №. 2. – С. 25–30.
6. Русаков С.В., Изюмов Р.И., Свистков А.Л., Гилева О.С., Муравьева М.А. Математическое моделирование кариозных процессов, протекающих в зубной эмали, и процесса лечения начального кариеса по технологии Icon // Российский журнал биомеханики. – 2013. – №. 2. – С. 93–106.
7. Alyahya A., Alqareer A., Swain M. Microcomputed tomography calibration using polymers and minerals for enamel mineral content quantitation // Medical Principles and Practice. – 2019. – Vol. 28. – №. 3. – P. 247–255.
8. Belyaev A. Y., Gileva O. S., Muravyova M. A., Svistkov A. L., Skachkov A. P. The study of the mechanical properties of healthy and decayed tooth enamel using microindentation // Russian Journal of Biomechanics. – 2012. – Vol. 16. – №. 3. – P. 57–64.
9. Chatzimarkou S., Koletsi D., Kavvadia K. The effect of resin infiltration on proximal caries lesions in primary and permanent teeth. A systematic review and meta-analysis of clinical trials // Journal of Dentistry. – 2018. – Vol. 77. – P. 8–17.
10. Drozd E. S., Chizhik S. A., Konstantionva E. E. Atomic force microscopy of the structural and mechanical properties of erythrocyte membranes // Russian Journal of Biomechanics, 13(4), 46. – 2009. – Vol. 13. – №. 4. – P. 46.
11. Fisher J., Glick M. A new model for caries classification and management: the FDI World Dental Federation caries matrix // The Journal of the American Dental Association. – 2012. – Vol. 143. – №. 6. – P. 546–551.
12. Hannig M., Hannig C. Nanomaterials in preventive dentistry // Nature nanotechnology. – 2010. – Vol. 5. – №. 8. – P. 565–569.
13. Haugen H. J., Qasim S. B., Matinlinna J. P., Vallittu P., Nogueira L. P. Nano-CT as tool for characterization of dental resin composites // Scientific reports. – 2020. – Vol. 10. – №. 1. – P. 1–12.
14. Hikita K., Van Meerbeek B., De Munck J., Ikeda T., Van Landuyt K., Maida T., Lambrechts P., Peumans M. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin // Dental materials. – 2007. – Vol. 23. – №. 1. – P. 71–80.
15. Huang T. T. Y., He L. H., Darendeliler M. A., Swain M. V. Correlation of mineral density and elastic modulus of natural enamel white spot lesions using X-ray microtomography and nanoindentation // Acta biomaterialia. – 2010. – Vol. 6. – №. 12. – P. 4553–4559.
16. Levitskaya A. D., Syutkina E. S., Gileva O. S., Galkin S. V., Efimov A. A., Savitskiy Y. V. (2018). The evaluation of microstructure and mineral density of the focus of artificial enamel caries using X-ray computer microtomography // Russian Journal of Biomechanics. – 2018. – Vol. 22. – №. 4. – P. 485–502.
17. Knight G. M., McIntyre J. M., Craig G. G., Zilm P. S. The inability of Streptococcus mutans and Lactobacillus acidophilus to form a biofilm in vitro on dentine pretreated with ozone // Australian dental journal. – 2008. – Vol. 53. – №. 4. – P. 349–353.
18. Prasada K. L., Penta P. K., Ramya K. M. Spectrophotometric evaluation of white spot lesion treatment using novel resin infiltration material (ICON®) // Journal of conservative dentistry: JCD. – 2018. – Vol. 21. – №. 5. – P. 531.
19. Silveira de Araújo C., Incerti da Silva T., Ogliari F. A., Meireles S. S., Piva E., Demarco F. F. Microleakage of seven adhesive systems in enamel and dentin // J Contemp Dent Pract. – 2006. – Vol. 7. – №. 5. – P. 26–33.

20. Sadyrin E. V. Correlating the Mechanical Properties to the Mineral Density of Brown Spot Lesion in Dentine Using Nanoindentation and X-ray Micro-tomography // *Advanced Materials Modelling for Mechanical, Medical and Biological Applications*. – Springer, Cham, 2022. – P. 389–398.
21. Sadyrin E., Swain M., Mitrin B., Rzhepakovsky I., Nikolaev A., Irkha V., Yogina D., Lyanguzov N., Maksyukov S., Aizikovich S. Characterization of enamel and dentine about a white spot lesion: mechanical properties, mineral density, microstructure and molecular composition // *Nanomaterials*. – 2020. – Vol. 10. – №. 9. – P. 1889.
22. Sadyrin E. V., Mitrin B. I., Yogina D. V., Swain M. V. Preliminary study of distribution of mechanical properties and mineral density by depth of liquid saturated carious dentine // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – IOP Publishing, 2021. – Vol. 1029. – №. 1. – P. 012056.
23. Shahmoradi M., Swain M. V. Quantitative characterization and micro-CT mineral mapping of natural fissural enamel lesions // *Journal of dentistry*. – 2016. – Vol. 46. – P. 23–29.
24. Takahashi N., Nyvad B. The role of bacteria in the caries process: ecological perspectives // *Journal of dental research*. – 2011. – Vol. 90, № 3 – P. 294–303.
25. Tanner A. C. R., Kressirer C. A., Rothmiller S., Johansson I., Chalmers N. I. The caries microbiome: implications for reversing dysbiosis // *Advances in dental research*. – 2018. – Vol. 29. – №. 1. – P. 78–85.
26. Tohda H., Yanagisawa T., Tanaka N., Takuma S. Growth and fusion of apatite crystals in the remineralized enamel // *Microscopy*. – 1990. – Vol. 39. – №. 4. – P. 238–244.
27. Tian K. V., Nagy P. M., Chass G. A., Fejerdy P., Nicholson J. W., Csizmadia I. G., Dobó-Nagy C. Qualitative assessment of microstructure and Hertzian indentation failure in biocompatible glass ionomer cements // *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. – 2012. – Vol. 23. – №. 3. – P. 677–685.
28. Wan B., Shahmoradi M., Zhang Z., Shibata Y., Sarrafpour B., Swain M., Li Q. Modelling of stress distribution and fracture in dental occlusal fissures // *Scientific reports*, 9(1), 1–10. – 2019. – Vol. 9. – №. 1. – P. 1–10.
29. Yanagisawa T., Miake Y. High-resolution electron microscopy of enamel-crystal demineralization and remineralization in carious lesions // *Microscopy*. – 2003. – Vol. 52. – №. 6. – P. 605–613.

**Финансирование.** Работа выполнена при финансовой поддержке РФФ, грант № 22-19-00732. Эксперименты осуществлены в ресурсном центре коллективного пользования НОЦ «Материалы» ДГТУ.

**Конфликт интересов.** Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

## EVALUATION OF DENSITY AND MICROGEOMETRICAL CHARACTERISTICS OF GLASS-IONOMER CEMENT AND COMPOSITE RESIN FILLINGS: A BIOMECHANICAL *EX VIVO* STUDY

E.V. Sadyrin<sup>1</sup>, D.V. Yogina<sup>2</sup>, S.S. Volkov<sup>1</sup>, S.M. Aizikovich<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Don State Technical University, Rostov-on-Don, Russia,

<sup>2</sup> Rostov State Medical University, Rostov-on-Don, Russia

### ARTICLE INFO

Received: 17 June 2021

Approved: 02 July 2022

Accepted for publication: 04 July 2022

#### Keywords:

enamel, caries, glass ionomer cement, composite, filling, microtomography, atomic force microscopy.

### ABSTRACT

Modern photopolymer filling (restorative) materials are important tools for practicing dental clinicians when treatment cannot be limited to non-invasive or minimally invasive dentistry methods. In this work, using X-ray computed microtomography (micro-CT), an *ex vivo* non-destructive study of the density of fillings from glass ionomer cement and composite resin on human teeth was carried out. Using the technique of segmenting regions of interest on tooth microtomograms before and after dental intervention, the advantages of a composite material over glass ionomer cement were revealed, and the microstructure features of each material were studied. The density of the composite filling turned out to be closer to natural enamel compared to the density of the glass ionomer cement filling, it also contains a smaller number of artifacts, and the artifacts themselves are smaller in size. A separation of a filling from a composite resin into an outer and an inner layer was found during dental intervention. On the surface of a filling made of glass ionomer cement, several regions of integrity violations in the form of large cavities were found. After the preparation of longitudinal sections of tooth samples, a study of the microgeometrical characteristics of fillings was carried out using atomic force microscopy (AFM). Analysis of the results showed the closeness of both the average roughness values and the maximum roughness height for a composite filling to those for natural sound enamel.

© PNRPU