Изучение адгезии в системе дентин – фиксирующий материал – стекловолоконный штифт

с помощью сканирующей электронной микроскопии



КРУШИНИНА Т.В., ассистент кафедры ортопедической стоматологии БГМУ

В стоматологии для фиксации стекловолоконных штифтов (СВШ) применяются различные группы фиксирующих материалов. Надежность фиксации штифтов во многом зависит от состава и свойств фиксирующего материала [7, 8]. Материалы, которые используются для фиксации штифтов, должны отвечать следующим требованиям:

- быть достаточно стойкими к воздействию среды полости рта;
- обеспечивать прочную механическую или химическую связь посредством специальных адгезивов между поверхностью дентина и штифтом;
- обладать высокой прочностью на различные механические виды нагрузок (растяжение, сдвиг, сжатие и кручение);
- быть биосовместимыми;
- быть высокотекучими [2].

Следует отметить, что одними из наиболее частых причин неудач применения штифтовых конструкций являются перелом штифта или зуба, а также расцементирование штифта [6]. Поэтому актуальным является вопрос выбора надежного фиксирующего материала, обеспечивающего надежную фиксацию эластичных СВІІІ.

Все вышеперечисленное определило *цель исследования*, которая состояла в определении материала для фиксации СВШ, позволяющего получить лучшую адгезию в системе «дентин-фиксирующий материал-СВШ». Для этого было проведено исследование с использованием сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

Материалы и методы. Сканирующий электронный микроскоп является одним из наиболее универсальных приборов для исследования и анализа микроструктурных характеристик

твердых тел. Основной причиной широкого использования СЭМ является высокое разрешение при исследованиях массивных объектов, достигающее на сегодня 5–7 нм (50–70 Å). Изображение в СЭМ формируется тонким пучком электронов, который сканирует поверхность образца, вызывая вторичную эмиссию. В результате взаимодействия возникают вторичные электроны, отраженные электроны, характеристическое рентгеновское излучение, оже-электроны и фотоны различных энергий. Они рождаются в определенных объемах (областях генерации внутри образца) и используются для измерения многих его характеристик (состава, топографии поверхности, кристаллографической ориентации и т.д.). Вторичные электроны улавливаются специальными датчиками, сигнал от которых подается после усиления на модулятор электронно-лучевой трубки. Величина сигнала зависит прежде всего от особенностей рельефа поверхности, которую обегает электронный луч. Изменение силы сигнала приводит к изменению яркости свечения экрана и формированию изображения изучаемой поверхности. Разрешение 5–7 нм и большая глубина резкости позволяет выявить структурные элементы размером 0,2–1 мкм [1, 3–5].

Следует отметить, что диэлектрические материалы представляют особую сложность при исследовании в СЭМ. Когда электронный зонд попадает на диэлектрик, на его поверхности изза отсутствия «стекания» заряда на землю накапливаются поглощенные электроны. Накопление электронов приводит к появлению на поверхности образца заряженных областей, которые при последующем сканировании могут нерегулярным образом отклонять первичный пучок, приводя к серьезным

THE STUDY OF ADHESION IN SYSTEM DENTIN-MATERIAL FOR FIXATION- GLASS FIBER POST WITH SCANNER ELECTRONIC MICROSCOPIC

T. Krushinina

This study presents the effect of post adaptation in the root canal on retention of glass fiber posts cemented with various cements on the basis scanner electronic microscopic.



Рис. 1. Удаленный зуб



Рис. 2. Набор стекловолоконных штифтов



Рис. 3. Зуб после эндодонтической обработки



Рис. 4. Зуб после фиксации СВШ на жидкотекучий композит



Рис. 5. Распиленный зуб с СВШ, зафиксированным на СИЦ



Рис. 6. Шлиф зуба, погруженный в эпоксидную смолу



Рис. 7. Шлиф зуба с золотым покрытием

искажениям. Кроме того, наличие поверхностного заряда сильно изменяет вторичную электронную эмиссию. От эффекта зарядки можно избавиться нанесением на поверхность образца токопроводящего покрытия. Критерием выбора материала для напыления обычно является получение максимального количества вторичных электронов. Основываясь на рассмотрении физических

аспектов вторичной электронной эмиссии, был сделан вывод, что покрытие из золота толщиной 15 нм должно дать оптимальную вторичную электронную эмиссию. В установке «Sputter coater» токопроводящий слой создавался катодным распылением золота. Также в исследовании использовался метод микрорентгеноспектрального анализа, основанный на возникновении характеристического рентгеновского излучения при взаимодействии сфокусированного электронного пучка с образцом. Для каждого химического элемента характеристическое рентгеновское излучение имеет строго определенную длину волны и энергию. При регистрации спектр рентгеновского излучения может раскладываться по длинам волн (спектрометр волновой дисперсии), либо по энергиям (спектрометр энергетической дисперсии) [1, 5].

Объектом исследования были удаленные по ортодонтическим показаниям 12 однокорневых зубов (первые премоляры нижней челюсти) (рис. 1). Для унификации условий и повышения чистоты опыта корневые каналы удаленных зубов распломбировывались калибровочными развертками одного (одинакового) диаметра.

В исследовании использовался набор силанизированных СВШ (LuxaPost, DMG), состоящий из штифтов диаметром 1,25 мм и калибровочной развертки соответствующего диаметра (рис. 2).

Материалы для фиксации СВШ были разделены на три группы:

- стеклоиономерный цемент (СИЦ) (СХ Plus, Shofu);
- жидкотекучий композит светового отверждения (LuxaFlow, DMG) и бонд светового отверждения 5 поколения (Teco, DMG);
- композитный материал двойного отверждения (LuxaCore Z dual, DMG) и бонд двойного отверждения (LuxaBond, DMG).

12 зубов были разделены на три группы в зависимости от фиксирующего материала, в каждой группе было по 4 зуба соответственно.

Для получения образцов корневые каналы удаленных зубов подвергались эндодонтической механической обработке ручными и машинными инструментами с последующей калибровкой разверткой соответствующего штифту диаметра (рис. 3).

Далее в корневых каналах фиксиро-

вались СВШ на три различных фиксирующих материала согласно инструкции (рис. 4). Затем зубы распиливались в продольном направлении вдоль оси на две равные части (рис. 5).

Затем изготавливались шлифы зубов толщиной 1мм, которые помещались в эпоксидную смолу (рис. 6). Далее в установке «Sputter coater» создавали токопроводящий слой катодным распылением золота толщиной 15 нм (рис. 7).

Исследование морфологии поверхности и поперечной структуры шлифов зубов проводили на аттестованном сканирующем электронном микроскопе «Mira» фирмы «Tescan» (Чехия). В комплекте с СЭМ в данной работе применялся спектрометр энергетической дисперсии. При использовании его для элементного анализа структуры можно проводить качественную и полуколичественную идентификацию структурных составляющих материала. Объем области генерации рентгеновского излучения в значительной мере определяется рассеиванием и глубиной проникновения электронов. Область генерации на порядок превышает диаметр зонда и имеет размер порядка 0,1-0,5 мкм при напряжении 20 кВ в зависимости от материала образца. В работе использовался рентгеновский энергодисперсионный спектрометр «INCA 350» («Oxford Instruments», Великобритания), который позволяет регистрировать рентгеновское излучение элементов, начиная с z = 5 (бор). Минимальный предел обнаружения элемента —0,5%. Относительная погрешность при работе в режиме количественного анализа составляла 3-5%. Ошибка определения элементов с атомным номером 30 и больше составляет 1%, с атомным номером от 12 до 30 — соответственно 4-8%. Область возбуждения рентгеновского излучения 0,5 мкм. Съемка проводилась при ускоряющем напряжении 20 кВ.

Результаты исследования в сканирующем электронном микроскопе показали, что СИЦ «CX Plus» соединяется со структурами зуба и с СВШ, но четко видны границы материалов штифт — цемент — дентин, а также множественные поры и трещины в цементе (рис. 8). На рис. 9 мы видим, что цемент не проникает в дентинные трубочки.

Полученные результаты свидетельствуют о неудовлетворительной адгезии между СИЦ, СВШ и дентином, что может приводить к расцементировке штифта и неудовлетворительном результате ортопедического лечения в целом.

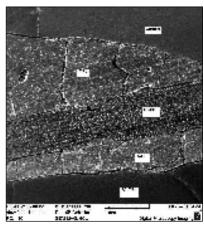
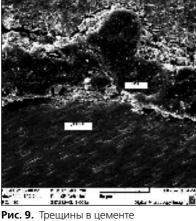


Рис. 8. Трещины в фиксирующем слое цемента



на границе с дентином

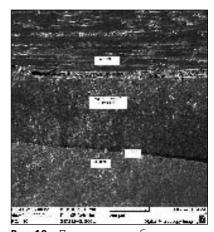


Рис. 10. Проникновение бонда в дентинные канальцы

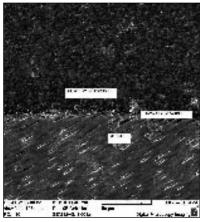


Рис. 11. Неравномерная толщина слоя бонда



Рис. 12. Участок с хорошей адгезией жидкотекучего композита к СВШ

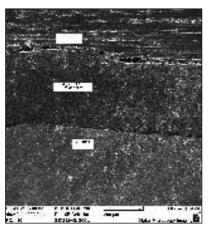


Рис. 13. Участок с неравномерной адгезией жидкотекучего композита к СВШ

При проведении СЭМ на микрофотографиях спилов зубов с СВШ, фиксированными на жидкотекучий композит светового отверждения «LuxaFlow» с применением бонда светового отверждения 5 поколения «Тесо», было обнаружено, что бонд хорошо проникает в

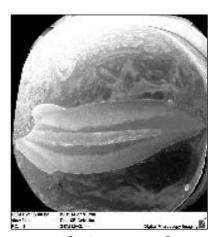


Рис. 14. Общий вид шлифа зуба с СВШ, зафиксированным на композитный материал двойного отверждения

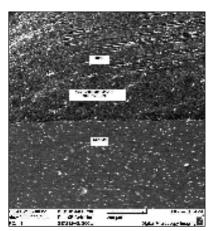


Рис. 15. Плотное краевое прилегание композитного материала двойного отверждения к дентину и СВШ

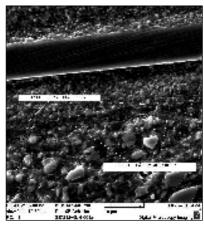


Рис. 16. Схожая структура композитной матрицы СВШ и композитного материала двойного отверждения

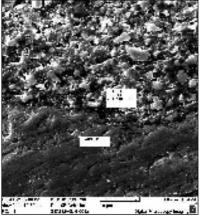


Рис. 17. Адгезия композитного материала двойного отверждения к дентину

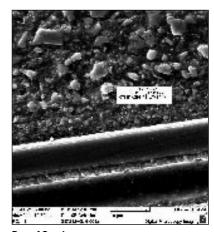


Рис. 18. Адгезия композитного материала двойного отверждения к СВШ

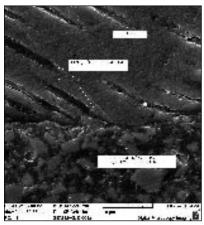


Рис. 19. Проникновение бонда двойного отверждения в дентинные канальцы

дентинные трубочки (рис. 10), но есть участки, где слой бонда имеет неравномерную толщину (рис. 11).

Следует отметить, что на границе штифт — жидкотекучий композит есть участки, где четко видна хорошая адгезия композита к СВШ (рис. 12), но встречаются и участки (в глубине корневого канала), где видна граница между жидкотекучим композитом и СВШ и равномерная адгезия отсутствует (рис. 11, 13). Также встречаются единичные микропоры в толще фиксирующего слоя жидкотекучего композита.

Полученные результаты свидетельствуют о нецелесообразности применения жидкотекучего композита светового отверждения для фиксации СВШ. Несмотря на хорошую адгезию бонда светового отверждения 5 поколения к дентину, в корневом канале невозможно контролировать толщину его слоя, что может приводить к расцементировке штифта. Также необходимость проведения световой полимеризации бонда зачастую не позволяет позиционировать СВШ в корневом канале на предварительно созданную глубину. Следует отметить, что проведение полноценной световой полимеризации жидкотекучего композита не всегда представляется возможным, особенно в глубине корневого канала.

В случаях использования композитного материала двойного отверждения «LuxaCore Z dual» и бонда двойного отверждения «LuxaBond» с помощью СЭМ было обнаружено равномерное плотное заполнение фиксирующим материалом корневого канала и хорошее краевое прилегание к дентину и к СВШ (рис. 14, 15).

Волокна в СВШ однонаправлены, проходят вертикально вдоль оси зуба, равномерно погружены в композитную матрицу, по структуре схожую с композитным материалом двойного отверждения, на который фиксировали штифт (рис. 16).

Отмечается хорошая адгезия композитного материала двойного отверждения как к дентину, так и к СВШ (рис. 17, 18). Бонд хорошо проникает в дентинные канальцы стенок корневого канала (рис. 19). При большом увеличении граница штифт — фиксирующий материал не видна (рис. 20).

Полученные результаты исследования свидетельствуют о целесообразности использования композитного материала двойного отверждения и

бонда двойного отверждения, позволяющих создать моноблок в системе «дентин-фиксирующий материал — СВШ». Использование бонда двойного отверждения позволяет точно позиционировать СВШ в подготовленное в корневом канале ложе, так как полимеризация бонда происходит за счет химического компонента и проведения светового отверждения перед установкой СВШ не требуется. Использование композитного материала двойного отверждения позволяет получить надежную фиксацию даже в глубине корневого канала без световой полимеризации также за счет химического компонента материала.

выводы

Проведенные сравнительные лабораторные исследования позволяют рекомендовать для фиксации СВШ композитный материал двойного отверждения и бонд двойного отверждения, позволяющие создать монолитное соединение между дентином, фиксирующим материалом и штифтом, что обеспечивает надежный результат ортопедического лечения дефектов твердых тканей депульпированных зубов.

ЛИТЕРАТУРА

- 1. *Брандон Д*. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля / Д. Брандон, У. Каплан. // Техносфера. — М., 2006. — 384 с.
- 2. Волков В.В. Клинико-лабораторное обоснование ортопедического лечения разрушенных зубов плазмонапыленными штифтовыми

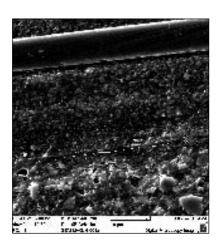


Рис. 20. Монолитное соединение композитного материала двойного отверждения и СВШ

конструкциями: Автореф. дис. ... канд. мед. наук. — М., 1999. — $18\ {
m c}$.

- 3. *Кальнер, В.Д.* Практика микрозондовых методов исследования металлов и сплавов // Металлургия. М., 1981. 216 с.
- 4. Практическая растровая электронная микроскопия. / Под ред. Дж. Гоулдстейна и Х. Яковица // Мир. М., 1978. 656 с.
- 5. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ: в 2-х книгах / Дж. Гоулдстейн и др. // Мир. М., 1984. 2 т. 296 с.
- 6. Саакян Ш.Х. Непосредственные и отдаленные результаты применения культевых коронок //Стоматология. М., 1984. №7. С. 70–71.
- 7. Caputo A.A., Standlee J.P. Biomechanics in clinical dentistry// Chicago, London, Berlin, Sao Paulo, Tokyo and Hong Kong: Quintessence Publishing Co., Inc. 1987. 224 p.
- 8. Chan P.W., Harcourt J.K., Brockhurst P.J. The effect of post adaptation in the root canal on retention of posts cemented with various cements // Austr. Dent. J. 1993. V. 38. N1. P. 39–45.

Поступило 08.01.10.