*На правах рукописи*

**НАРУШАК**
**Надежда Сергеевна**

# РАЗРАБОТКА И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНО-ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОСНОВАНИЕ МЕТОДА УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ГОМОГЕНИЗАЦИИ НАНОНАПОЛНЕННОГО КОМПОЗИЦИОННОГО СТОМАТОЛОГИЧЕСКОГО ПЛОМБИРОВОЧНОГО МАТЕРИАЛА

14.01.14 – Стоматология

**АВТОРЕФЕРАТ**
диссертации на соискание ученой степени
кандидата медицинских наук

Санкт-Петербург – 2021

Работа выполнена на кафедре стоматологии терапевтической и пародонтологии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Первый Санкт-Петербургский государственный медицинский университет им. акад. И.П. Павлова» Министерства здравоохранения Российской Федерации.

**Научный руководитель:**
**Орехова Людмила Юрьевна** – доктор медицинских наук, профессор.

**Официальные оппоненты:**
**Мандра Юлия Владимировна** – доктор медицинских наук, профессор, директор Института стоматологии, профессор кафедры терапевтической стоматологии и пропедевтики стоматологических заболеваний федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уральский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации.

**Шумилович Богдан Романович** – доктор медицинских наук, профессор, заведующий кафедрой стоматологии института дополнительного профессионального образования федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Воронежский государственный медицинский университет имени Н.Н. Бурденко» Министерства здравоохранения Российской Федерации.

**Ведущая организация:**
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Саратовский государственный медицинский университет имени В.И. Разумовского» Министерства здравоохранения Российской Федерации (ФГБОУ ВО Саратовский ГМУ им. В. И. Разумовского Минздрава России).

Защита диссертации состоится «____» _____2021 г. в ____ часов на заседании диссертационного совета Д 208. 090. 07 на базе ФГБОУ ВО «Первый Санкт-Петербургский государственный медицинский университет им. акад. И.П. Павлова» МЗ РФ (197002, Санкт-Петербург, ул. Льва Толстого, 6-8, тел.: 8 (812) 3387104, e-mail.: usovet@spb-gmu.ru) в зале заседаний Ученого Совета.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке и на официальном сайте федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Первый Санкт-Петербургский государственный медицинский университет им. акад. И.П. Павлова» Министерства здравоохранения Российской Федерации (197002, Санкт-Петербург, ул. Льва Толстого, 6-8; https://www.1spbgmu.ru/ru/).

Автореферат разослан «____» _____ 2021 г.

Учёный секретарь диссертационного совета,
кандидат медицинских наук **Кутукова Светлана Игоревна**

# ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

## Актуальность темы диссертации

В современной стоматологии широко применяются нанонаполненные композиционные стоматологические пломбировочные материалы (НКСПМ), обладающие значительными преимуществами перед другими композиционными материалами.

Применение материалов, содержащих наночастицы, сталкивается с определёнными трудностями. Из-за процесса агломерации, возникающего в наноразмерных объектах под действием сил Ван-дер-Ваальса, НКСПМ приобретают неоднородную структуру, вследствие чего изменяются свойства композитов и ухудшается качество будущих пломб. При обработке их поверхностей остаются неоднородности, в которых могут накапливаться бактерии. Этим объясняется пародонтопатогенный эффект агломерации, что существенно ухудшает эстетику реставраций.

Разрушить агломераты наночастиц возможно под действием ультразвуковых колебаний, создавая в объёме материала кавитационные каверны, вблизи которых создаётся градиент давления, способный разрушить агломераты и равномерно распределить наночастицы по всему объёму пломбировочного материла.

## Степень разработанности темы исследования

Существует несколько способов разрушения агломератов и предотвращения возникновения феномена агрегации частиц. Они применяются не только фирмами производителями при изготовлении материала, но и самими врачами, непосредственно перед реставрацией (силанизация, процесс размола, предварительное нагревание, не только имеют ограниченное воздействие, но и носят временный характер).

В литературе имеются немногочисленные исследования о методиках и способах предотвращения феномена агломерации частиц, однако отсутствуют данные о разрушении агломератов в нанокомпозиционных материалах, применяемых в стоматологии для реставраций, что делает данную тему важной для более детального изучения.

## Цель исследования

Целью исследования является улучшение физических и эстетических свойств нанонаполненного композиционного стоматологического пломбировочного материала для повышения качества пломбирования зубов.

## Задачи исследования

1) Разработать метод ультразвукового воздействия на НКСПМ с целью предотвращения агломерации.
2) Провести лабораторное исследование НКСПМ до и после применения ультразвукового воздействия с помощью атомно-силового микроскопа.
3) Провести лабораторное исследование физических и эстетических свойств НКСПМ до и после применения ультразвукового воздействия.
4) Сравнить влияние ультразвукового воздействия на качество образцов из НКСПМ по результатам лабораторных исследований.
5) Сравнить влияние режимов хранения на образцы НКСПМ до и после ультразвукового воздействия.
6) Разработать практические рекомендации по использованию ультразвукового воздействия на НКСПМ в практике врача-стоматолога.

## Научная новизна результатов исследования

Разработан метод ультразвуковой гомогенизации НКСПМ с целью разрушения агломератов.

Впервые изучено в лабораторных условиях, методом фазового контраста атомно-силовой микроскопии (АСМ) влияние ультразвукового воздействия на НКСПМ и визуализировано наличие агломератов.

Доказано, что обработка НКСПМ с помощью мощного ультразвукового воздействия непосредственно перед пломбированием (реставрацией) разрушает агломераты ультрадисперсных частиц материалов.

Проведенное лабораторное исследование физических и эстетических свойств образцов из НКСПМ, необработанных и обработанных ультразвуком, демонстрирует изменение текучести и глубины полимеризации, также однородность структуры этих материалов.

Показано, что ультразвуковая обработка НКСПМ снижает степень адгезии Streptococcus mutans к поверхности образцов из этих материалов.

Исследование по хранению НКСПМ, необработанных и обработанных ультразвуком, показало сохранение вновь приобретенных свойств материала в течение одного месяца.

Разработаны и предложены практические рекомендации по использованию ультразвуковой обработки НКСПМ в практике врача-стоматолога.

**Теоретическая и практическая значимость работы**

С помощью АСМ обнаружены агломераты различного размера во всех образцах исследуемых материалов. Анализ образцов подтвердил, что воздействие ультразвука (УЗ) на неполимеризованный материал в течение 300 секунд способно разрушить агломераты, таким образом улучшая физические и эстетические свойства материала.

Изучение материалов, обработанных ультразвуком находившихся на хранении показало возобновление процесса агломерации. Получены данные о том, что структура материалов, обработанных ультразвуком стремится к исходному состоянию по истечении 1 месяца.

Установлено фактическое уменьшение адгезии колоний S. mutans на образцах материалов, обработанных ультразвуком, в следствие формирования более однородной поверхности, что имеет значение в практике врача стоматолога и положено в основу разработки практических рекомендаций для клинических специалистов.

**Методология и методы исследования**

В ходе написания диссертационной работы использована классическая методологическая база, основанная на последовательном применении методов научного познания. Она реализована в виде сравнительного рандомизированного открытого лабораторного исследования, с применением экспериментальных, аналитических и статистических методов.

На начальных этапах выбранный НКСПМ подвергали ультразвуковому воздействию (с заданными параметрами ультразвука). Далее изготовили образцы и разделили на группы. Контрольную группу составили образцы из необработанного материала. Поверхность образцов из необработанного и обработанного ультразвуком НКСПМ оценивали с помощью атомно-силового микроскопа, регистрировали изменения структур поверхности, тем самым определяли эффект от воздействия

ультразвука. Подобрав оптимальные параметры для деагломерации, провели сравнительную оценку физических и эстетических свойств НКСПМ с помощью атомно-силового микроскопа, микрометра «ТЕХРИМ» (Россия) и определили степень адгезии S. mutans к поверхности образцов.

**Положения, выносимые на защиту**

1) Предложенный способ ультразвукового воздействия (ультразвуковая гомогенизация) позволяет разрушить агломераты в НКСПМ и приводит к улучшению их физических и эстетических свойств.

2) Определение оптимальных параметров воздействия ультразвуком для групп НКСПМ (Filtek™ Ultimate и ДентЛайт): время воздействия 300 секунд, мощность 400 Вт, в импульсно-периодическом режиме, однократно и непосредственно перед проведением стоматологического пломбирования и/или реставрации.

3) Применение метода фазового контраста АСМ позволяет визуализировать наличие агломератов наночастиц на поверхности образцов из НКСПМ.

4) Применение метода АСМ и программного обеспечения «Gwyddion» позволяет оценить неоднородность поверхности образцов из НКСПМ.

5) Ультразвуковое воздействие на НКСПМ обеспечивает увеличение глубины полимеризации и изменение его текучести. При этом, хранение обработанного материала в течение 1 месяца не оказывает значительного влияния на приобретенные свойства и не ухудшает первоначальные характеристики материала.

**Степень достоверности и апробация результатов**

Достоверность полученных результатов исследования подтверждена достаточным количеством лабораторного материала (n=800), объемом экспериментально-лабораторных исследований (n=880) и проведенной статистической обработкой полученных данных.

Результаты работы внедрены в практику врачей-стоматологов терапевтического отделения Городского пародонтологического центра «ПАКС» (197198, СПб., пр. Добролюбова, 27)[1], стоматологического терапевтического отделения клиники НИИ Стоматологии и ЧЛХ ФГБОУ ВО ПСПбГМУ им. И.П. Павлова Минздрава России [2], а также в учебный процесс студентов

---

[1] Отдельно благодарим доц. Д.М. Нейсберга, главного врача Городского пародонтологического центра «ПАКС» за возможность проведения диссертационных исследований.

[2] Благодарим д.м.н., проф. И.Н. Антонову, директора НИИ стоматологии и ЧЛХ за возможность проведения диссертационных исследований.

стоматологического факультета и врачей стоматологов-терапевтов последипломного образования на кафедре стоматологии терапевтической и пародонтологии ФГБОУ ВО ПСПбГМУ им. И.П. Павлова Министерства здравоохранения Российской Федерации (197022, СПб., Петроградская наб., 44).

**Апробация работы**

Материалы диссертационного исследования представлены на конференциях: 76 ежегодной итоговой научно-практической конференции студентов и молодых ученых «Актуальные вопросы экспериментальной и клинической медицины – 2016» (Санкт-Петербург, апрель, 2016); EuroPerio 9 Amsterdam (Амстердам (Нидерланды), 20-23 июня, 2018); Международной научно-практической конференции «Стоматология Северной столицы» (Санкт-Петербург, 2019).

**Публикации**

По материалам диссертационной работы опубликовано 10 научных работ, в том числе 7 – в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК, из них 1 – в издании международной реферативной базы данных Scopus.

**Личный вклад автора в проведенное исследование**

Автором определена цель и поставлены задачи исследования, собран материал и проведен анализ как отечественной, так и иностранной литературы по изучаемой проблеме. Автор принимал участие в разработке метода ультразвуковой гомогенизации НКСПМ с целью разрушения агломератов.

Автор разработал дизайн экспериментально-лабораторного исследования; изготовил образцы материалов Filtek Ultimate и ДентЛайт; провел экспериментальное исследование образцов из этих материалов, статистическую обработку и анализ полученных результатов; подготовил научный материал для публикаций и докладов на научно-практических конференциях.

**Объем и структура диссертации**

Диссертационная работа изложена на 144 страницах, состоит из введения и четырех глав: «Обзор литературы», «Материалы и методы исследования», «Результаты экспериментально-лабораторного исследования», «Обсуждение результатов», а также выводов, заключения и практических рекомендаций, списка сокращений и условных обозначений, приложения. Список литературы представлен на страницах 126-143 и содержит 140 источников литературы: 78 –

отечественных и 62 зарубежных авторов. Работа иллюстрирована 42 рисунками и содержит 18 таблиц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

### Материал и методы исследования

Исследование проводилось на кафедре стоматологии терапевтической и пародонтологии (зав. каф., д.м.н., профессор Орехова Л.Ю.) ПСПбГМУ им. И.П. Павлова, отделении терапевтической стоматологии НИИ Стоматологии и ЧЛХ ПСПбГМУ им. И.П. Павлова, терапевтическом отделении Городского пародонтологического центра «ПАКС», лаборатории «Импульсных электротехнологий» СПбТЭГУ «ЛЭТИ» и испытательного лабораторного центра ФБУН НИИ эпидемиологии и микробиологии им. Пастера, г. Санкт-Петербург[3]. В соответствии с целью и задачами в серии экспериментально-лабораторных исследований изучены физические и эстетические свойства НКСПМ (процессы агломерации, шероховатость поверхности, глубина полимеризации, текучесть), а также адгезия S. mutans на поверхности образцов материалов, необработанных и обработанных ультразвуком (таблица 1).

Проведен выбор НКСПМ Filtek™ Ultimate («F») фирмы 3M ESPE (США) и ДентЛайт («Д») фирмы ВладМиВа (Россия). Оба материала являются представителями группы нанонаполненных композитов и наиболее популярны у клинических специалистов на территории РФ.

При проведении экспериментальных исследований изучено 800 образцов, изготовленных из композиционных стоматологических реставрационных материалов: «F» и «Д», проведено 880 исследований.

На первом, третьем и четвертом этапах исследования, отобранные НКСПМ разделили на две группы: для проведения сравнительной оценки процессов агломерации при помощи АСМ, глубины полимеризации, текучести, образования биопленки на поверхности образца.

[3] Выражаем особую благодарность директору Санкт-Петербургского НИИ эпидемиологии и микробиологии имени Пастера, академику РАН, профессору, д.м.н. А.А. Тотоляну, д.б.н. А.А. Афиногеновой, руководителю испытательного лабораторного центра ФБУН НИИ эпидемиологии и микробиологии им. Пастера за помощь в проведении микробиологического исследования.

Таблица 1 – Дизайн экспериментально-лабораторного исследования

| | | |
|---|---|---|
| Экспериментально-лабораторные исследования. | Исследование образцов композиционных материалов<br>1 группа образцов без УЗ (контрольная)<br>2 группа образцов с УЗ | АСМ |
| | | Определение текучести<br>(ГОСТ 31574-2012, ГОСТ Р 56924-2016) |
| | | Определение глубины полимеризации<br>(ГОСТ 31574- 2012, ГОСТ Р 56924-2016) |
| | | Определение адгезии S. mutans |
| | Исследование образцов с УЗ при разных режимах хранения:<br>1 месяц:<br>3 группа (t=+3-5 °С)<br>4 группа (t =+22-24 °С)<br>2 месяц:<br>5 группа (t =+3-5 °С)<br>6 группа (t =+22-24 °С) | АСМ |
| | | Определение текучести<br>(ГОСТ 31574- 2012, ГОСТ Р 56924-2016) |
| | | Определение глубины полимеризации<br>(ГОСТ 31574- 2012, ГОСТ Р 56924-2016) |

На втором этапе работы отобранные материалы разделили на несколько групп для исследования и сравнительной оценки их физических и эстетических свойств (оценка процессов агломерации с помощью АСМ, глубина полимеризации, текучесть) при разных режимах хранения. Таблицы 2, 3 демонстрируют распределение образцов НКСПМ и исследований.

Таблица 2 – Распределение количества исследований и объектов

| Вид исследования | Экспериментально-лабораторные | | | |
|---|---|---|---|---|
| Исследуемые объекты (образцы материалов) | n=800 | | | |
| | n=320 | n=240 | n=240 | n=80 |
| Общее количество исследований и их наименование | АСМ | Глубина полимеризации | Определение текучести | Адгезия S. mutans |
| Всего | n=880 исследований | | | |

Таблица 3 – Распределение образцов на группы необработанных и обработанных ультразвуком и при разных режимах хранения

| Материалы | | | «F» | «Д» |
|---|---|---|---|---|
| 1 группа, без УЗ (контрольная) | | | n=60 | n=60 |
| 2 группа, с УЗ | | | n=100 | n=100 |
| Режим хранения | 1 месяц | 3 группа. t=+3-5 °C | n=60 | n=60 |
| | | 4 группа. t=+22-24 °C | n=60 | n=60 |
| | 2 месяца | 5 группа. t=+3-5 °C | n=60 | n=60 |
| | | 6 группа. t=+22-24 °C | n=60 | n=60 |

Для разработки метода ультразвуковой гомогенизации использовали специализированную установку «DEUS» [4], мощностью 400 Вт. Предварительному воздействию УЗ колебаний, интенсивность которых составляла 166,66 Вт/см$^2$, подвергался неполимеризованный материал в заводской упаковке. Время воздействия – 1 с, время паузы – 1 с. Полное время воздействия – 300 с, полное время работы установки – 600 с. Обрабатывалась ультразвуком вся поверхность шприца. Воздействие проводили в режиме «импульсно-периодический», но время воздействия увеличивали в зависимости от результатов исследования. Из обработанного и необработанного УЗ материала изготавливался исследуемый образец, отверждался светом полимеризационной лампы в течение 20 секунд.

Качество поверхности образцов оценивали сканирующим зондовым микроскопом (СЗМ) Certus (Россия), работающим в режиме атомно-силового микроскопа с программным обеспечением NSpec (Россия). Для полной обработки результатов сканирования использовали специализированное программное обеспечение «Gwyddion». При проведении АСМ-исследований измеряли параметры «Высота» и «Фаза». «Высота» позволяет исследовать трехмерную картину распределения частиц на поверхности материала. «Фаза» обладает повышенной чувствительностью к физическим свойствам отдельных частиц, составляющих материал. Статистический анализ и построение диаграмм проводились с помощью программ Prism® версия 8.4 и XMind 2020.

[4] Выражаем особую благодарность д.т.н., проф. В.Д. Гончарову, профессору кафедры теоретических основ электротехники, руководителю лаборатории «Импульсных электротехнологий» СПбТЭГУ «ЛЭТИ» за предоставленную возможность проводить экспериментально-лабораторные исследования для диссертационной работы.

Для детального изучения физических и эстетических свойств НКСПМ после ультразвукового воздействия проведены исследования определения глубины полимеризации и текучести (ГОСТ 31574-2012, ГОСТ Р 56924-2016). Инструментальное измерение проводилось с помощью микрометра «ТЕХРИМ» (ГОСТ 6507-90). Также проведены исследования адгезии S. mutans на поверхности образцов из материалов, обработанных и необработанных ультразвуком.

**Результаты исследований и их обсуждение**

Атомно-силовая микроскопия показывает значительные изменения микроструктуры материалов «F» и «Д» в результате ультразвукового воздействия на них (рисунки 1, 2).

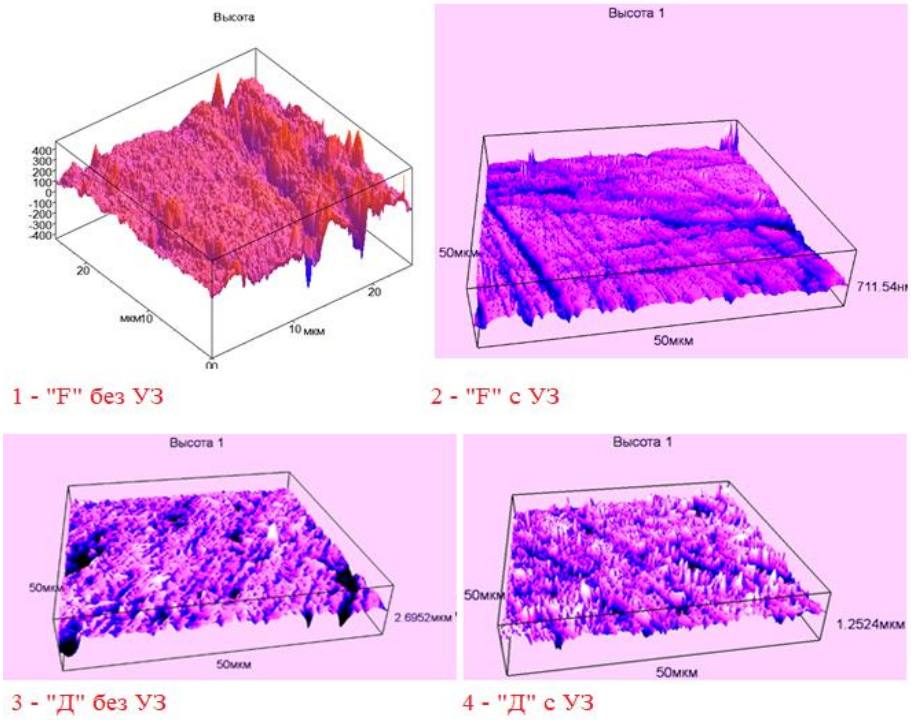


Рисунок 1 – Результаты АСМ-исследования по «Высоте» материалов, без и с УЗ воздействием (300 сек)

Под действием УЗ в течение 300 секунд поверхность материалов «F» и «Д» становится более однородной и перепад высот значительно уменьшается (рисунок 1). В материалах наблюдается разрушение агломератов наночастиц и значительное уменьшение их количества, более равномерное их распределение. Областей, свободных от агломератов, стало значительно меньше. Появились

ультрадисперсные частицы, неразличимые при разрешении 50×50 мкм (рисунок 2).

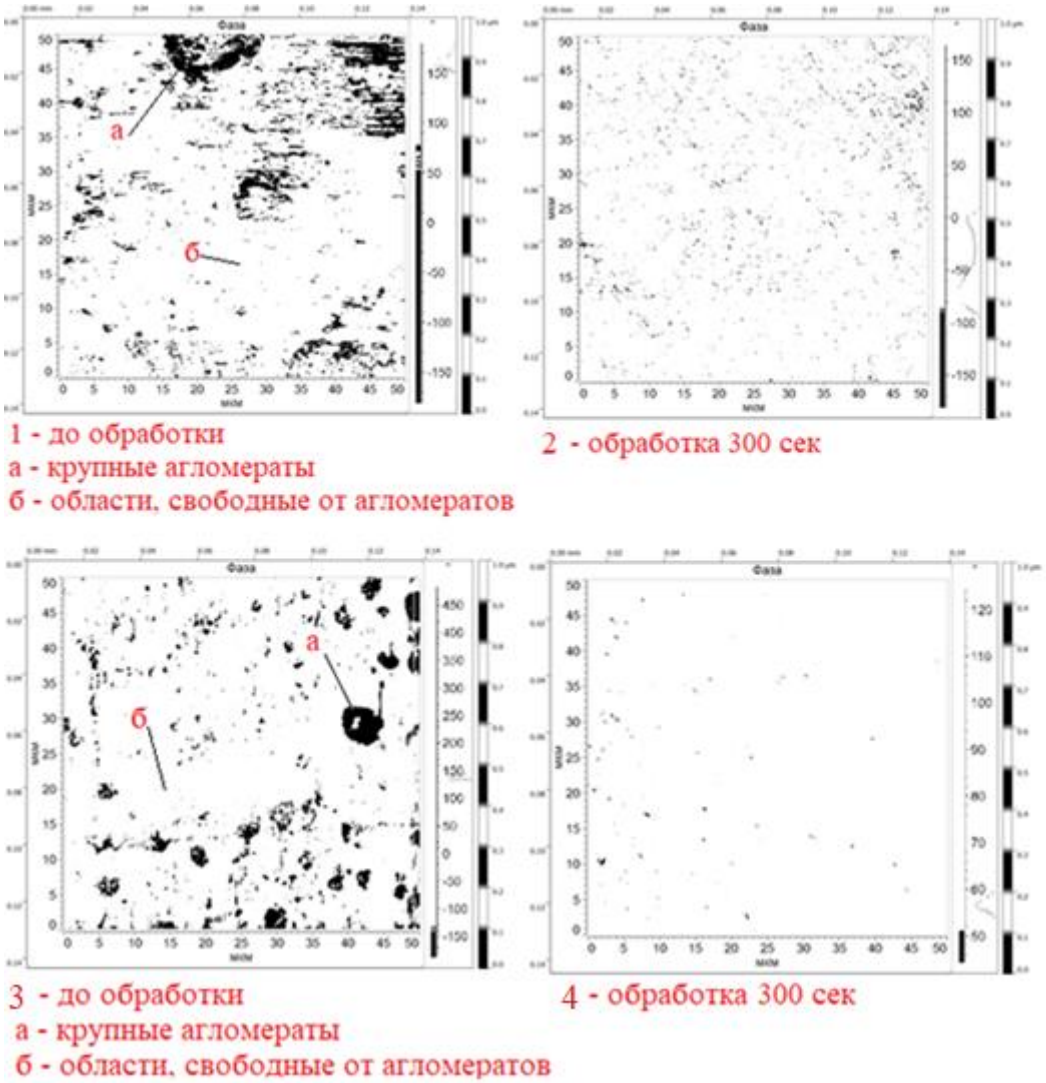


Рисунок 2 – Результаты АСМ-исследования по «Фазе» материалов «F» (1, 2) и «Д» (3, 4) до и после УЗ-воздействия (50×50 мкм)

Результаты, полученные с помощью АСМ, в дальнейшем интерпретированы программным продуктом «Gwyddion» и оценены параметры структуры поверхности – $R_a$, $W_a$, $\lambda_a$. Создание метода ультразвуковой гомогенизации диктует необходимость исследовать процессы агломерации в композиционных материалах при разных режимах хранения для дальнейших практических рекомендаций. В приведенных далее диаграммах показан процесс агломерации в обработанных УЗ материалах в течение 300 секунд, непосредственно после обработки УЗ, в режиме хранения 1, 2 месяца; t +3-5 °С, t +22-24 °С (рисунки 3, 4).

В результате воздействия на материал УЗ в течение 300 секунд, параметр $R_a$ в материале «F» изменился с 23,6 нм до 7,1 нм (уменьшился в 3,3 раза), в материале «Д» – с 25,3 нм до 14,2 нм (уменьшился в 1,8 раза). Параметр $W_a$ в материале «F» изменился с 911,6 нм до 550,8 нм (уменьшился в 1,7 раза), а в материале «Д» – с 1843,0 нм до 723,2 нм (уменьшился в 2,5 раза). Практически не изменился параметр $\lambda_a$: в материале «F» уменьшился с 987,2 нм до 812,2 нм и в материале «Д» – с 955,0 нм до 882,4 нм соответственно ($p<0,0001$).

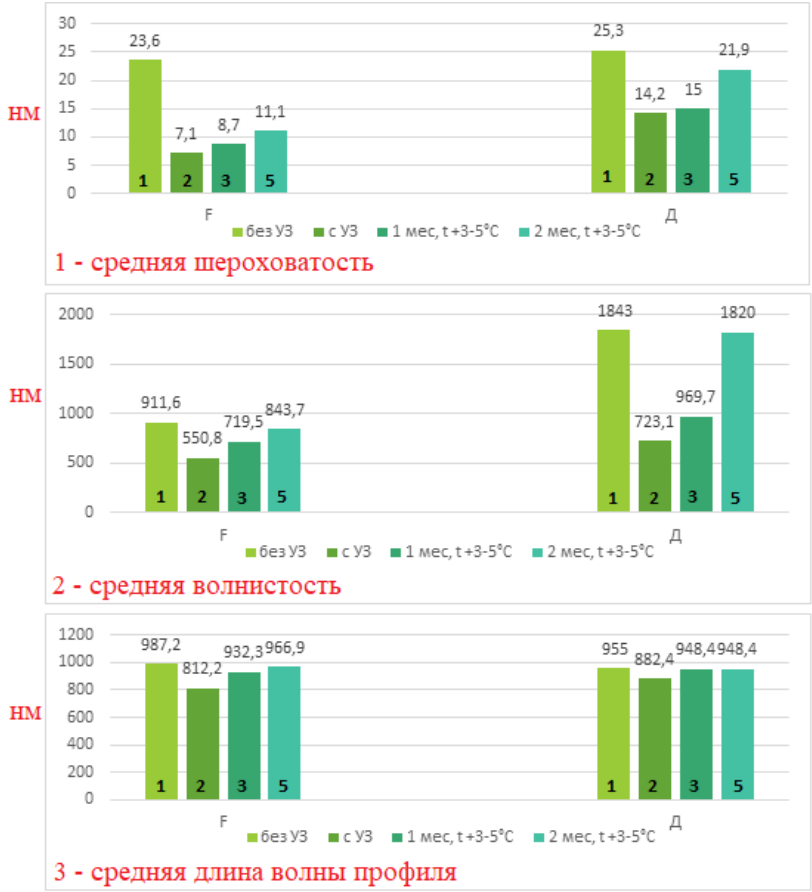


Рисунок 3 – Сравнение параметров необработанных и обработанных УЗ материалов в зависимости от сроков хранения при t+3-5 °C. $p<0,0001$

Рисунки 3, 4, наглядно демонстрируют, что по истечении 1 месяца хранения в материалах появляется тенденция к повторной агломерации частиц. Непосредственно после ультразвуковой обработки параметры $R_a$, $W_a$, $\lambda_a$ снижаются значительно. Это свидетельствует о разрушении агломератов частиц. При хранении материалов значения увеличиваются, особенно после двух месяцев, не зависимо от температуры хранения. При этом следует учитывать, что при

хранении материалов до 1 месяца при t +3-5 °C значения параметров $R_a$ и $W_a$ практически не изменяются, что свидетельствует о незначительном агломерировании. По истечении 2 месяцев хранения характеристики материалов возвращаются к значениям контрольной группы (группа без обработки УЗ), особенно у материала «Д».

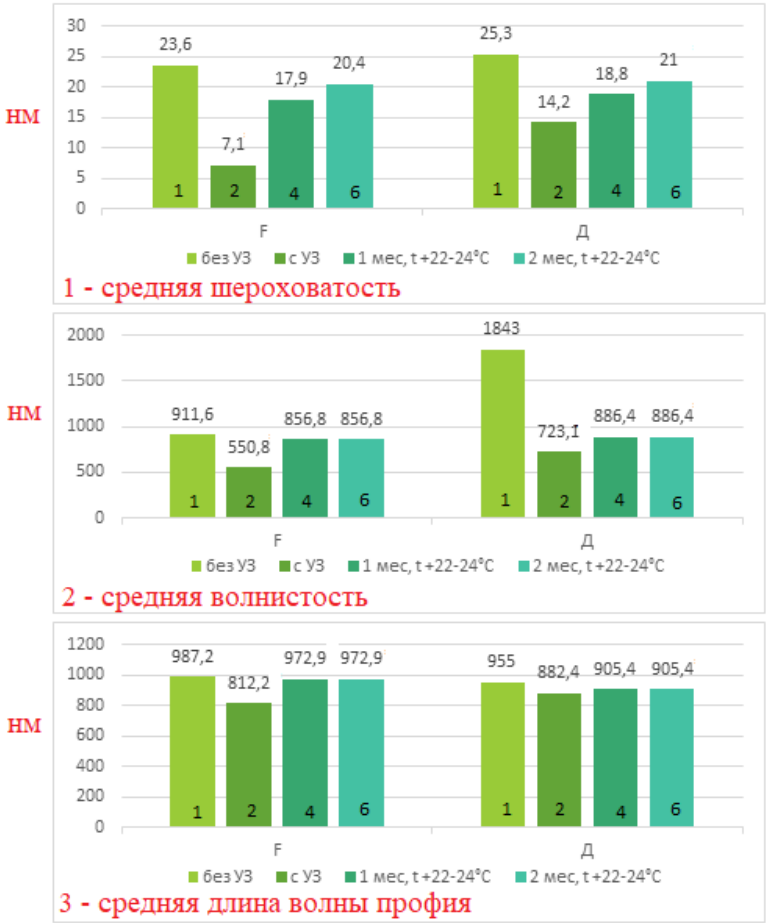


Рисунок 4 – Сравнение параметров необработанных и обработанных УЗ материалов в зависимости от сроков хранения при t +22-24 °C. $p<0,0001$

Определение глубины полимеризации и текучести обработанного УЗ НКСПМ продиктовано необходимостью исследования его физических свойств. Для более наглядного сравнения результатов определения глубины полимеризации необработанных и обработанных ультразвуком НКСПМ, время воздействия 300 секунд, в результате хранения (1, 2 месяца: t +3-5 °C, t +22-24 °C) их значения представлены на диаграммах (рисунок 5).

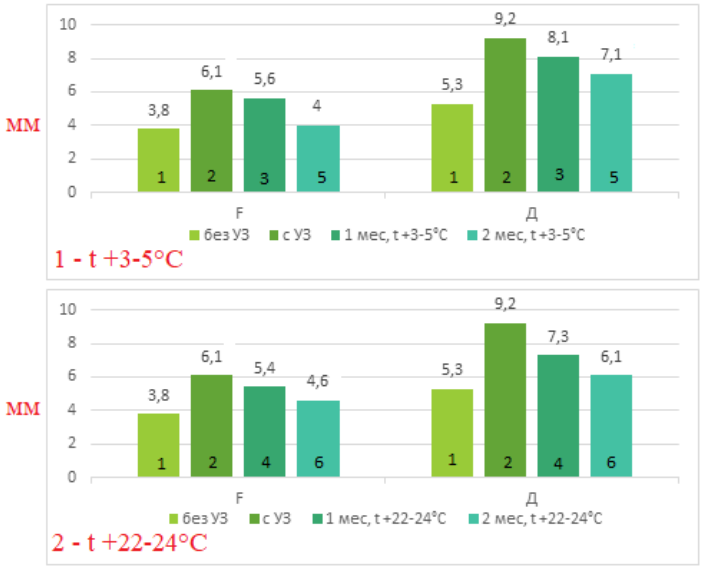


Рисунок 5 – Значения глубины полимеризации необработанных и обработанных УЗ материалов при разной температуре и сроках хранения. $p<0,0001$

По данным рисунка 5 у материала «F» непосредственно после УЗ обработки значения глубины полимеризации значительно повышаются с 3,8 мм до 6,1 мм (в 1,6 раза, или на 60,5% больше, чем у группы 1); у материала «Д» – с 5,3 мм до 9,2 мм (увеличение в 1,7 раза, или на 73,6%) соответственно.

В результате хранения материалов при температуре +3-5 °С в течение 1 месяца: у материала «F» наблюдается снижение показателя до 5,6 (на 47% больше показателя 1 группы); у материала «Д» показатель снижается, но выше на 52,8% по сравнению с 1 группой. По истечении 2 месяцев хранения значение у материала «F» – на 5,7% выше, чем у 1 группы; у материала «Д» – выше на 34% при сравнении с 1 группой. В результате хранения материалов при температуре +22-24 °С в течение 1 месяца наблюдается снижение показателя – у материала «F» до 5,4 (на 42,1% больше значения материала 1 группы); у материала «Д» – больше значения 1 группы на 37,7%. После 2 месяцев хранения значения: у материала «F» на 21.1% больше 1 группы; а у материала «Д» – значение на 15,1%выше в сравнении с 1 группой. Различия статистически значимы при $p<0,0001$.

Глубина полимеризации у обоих материалов в результате хранения даже при разных температурах остается выше, чем у материалов без обработки УЗ. При этом повышение температуры не оказывает существенного влияния на этот процесс. Эта особенность сильнее выражена у материала «Д».

Текучесть материалов определялась по показателю коэффициента остаточной деформации Ɛ. Для сравнения результатов определения текучести необработанных и обработанных НКСПМ в течение 300 секунд, в результате хранения длительностью 1 и 2 месяца при t=+3-5 °С, t=+22-24 °С их значения представили на диаграммах (рисунок 6). По показателю Ɛ оценивали текучесть материалов. Чем больше Ɛ, тем больше текучесть.

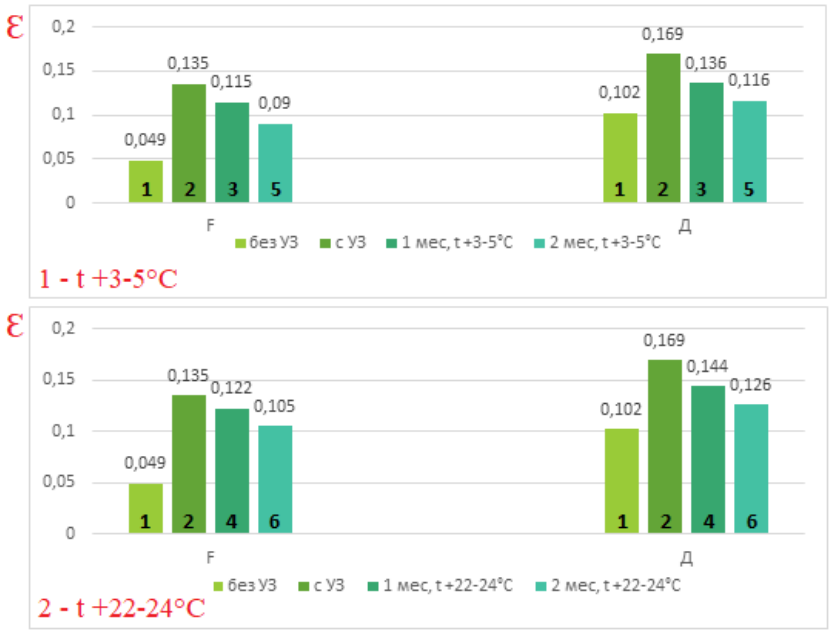


Рисунок 6 – Значения коэффициента остаточной деформации (Ɛ) у материалов с УЗ и без УЗ в зависимости от температуры их хранения. p<0,0001

Значение коэффициента Ɛ материала «F» в результате воздействия УЗ – 0,135 в сравнении с материалом 1 группы – 0,049, что больше в 2,8 раза или на 175,5%, это свидетельствует о значительном увеличении текучести. Хранение в течение 1 месяца при t +3-5 °С – значение снизилось до 0,115, но осталось больше на 134,7%, чем у 1 группы; при t +22-24 °С снижается до 0,122, что на 149% больше в сравнении с 1 группой. У материала «Д» в результате воздействия УЗ изменяется значение с 0,102 до 0,169 (текучесть увеличилась в 1,7 раза или на 65,7%). Хранение в течение 1 месяца при t +3-5 °С показывает снижение до 0,136, но больше на 33,3%, чем у 1 группы; при t +22-24 °С значение снизилось до 0,144, но осталось больше на 41,2% при сравнении со значением 1 группы (p<0,0001).

Значения текучести у обоих материалов в результате хранения даже при разных температурах остается выше, чем у материалов без обработки

ультразвуком. При этом повышение температуры не оказывает существенного влияния на этот процесс. Эта особенность сильнее выражена у материала «F».

В соответствии с целью исследования - улучшение эстетических свойств НКСПМ и поставленными задачами исследования - разработать практические рекомендации по использованию ультразвукового воздействия на НКСПМ в практике врача-стоматолога - нами изучена адгезия Streptococcus mutans на поверхности образцов из НКСПМ, необработанных и обработанных УЗ и отполированных по выбранной методике.

Таблица 4 демонстрирует результаты выращивания биопленочных культур Streptococcus mutans на образцах из материалов «F» и «Д», необработанных и обработанных УЗ в течение 300 секунд.

Таблица 4 – Результаты статистического обсчета колоний Streptococcus mutans на поверхности образцов из композиционного материала

| Значения параметра (КОЕ/мл) t =300 с | Материал | 1 группа (без УЗ – контрольная), $\bar{x}\pm\sigma$ | 2 группа (с УЗ), $\bar{x}\pm\sigma$ |
|---|---|---|---|
| | «F» (n=40) | 205,0±5,77 | 173,0±6,32 |
| | «Д» (n=40) | 234,0±9,06 | 209,0±2,10 |
| Примечание – $p<0,0001$. | | | |

Значения выращенных биопленочных культур S. mutans на образцах материалов «F» и «Д», необработанных и обработанных УЗ уменьшаются с 205 КОЕ/мл до 173 КОЕ/мл (в 1,2 раза или на 18,4%); у материала «Д» – с 234 КОЕ/мл до 209 КОЕ/мл (в 1,2 раза или на 11,9%).

Способ УЗ гомогенизации позволяет разрушить агломераты в НКСПМ. Расстояние между частицами материала уменьшается, упорядочивается их расположение, что приводит к более однородной структуре композиционного стоматологического материала, а значит к лучшей его полируемости. Это и подтверждают результаты исследования. Определяется значительное снижение образования колоний микроорганизмов на образцах из НКСПМ после ультразвукового воздействия.

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Возрастающий запрос пациентов к эстетике проведённой реставрации формирует требование клинических специалистов на использование материалов, обеспечивающих необходимый результат и отвечающих требованиям по пластичности, глубине полимеризации, полируемости, цвету будущих реставраций. В современной стоматологии широко применяются НКСПМ, которые обладают значительными преимуществами перед другими композиционными материалами Применение материалов, содержащих наночастицы, сталкивается с процессом агломерации, возникающего под действием сил Ван-дер-Ваальса. НКСПМ приобретают неоднородную структуру, вследствие чего изменяются свойства композитов, что ухудшает качество будущих пломб.

В результате нашего исследования установлено, что разрушение агломератов в материале возможно под воздействием УЗ колебаний в режиме импульсно-периодическом. Проведено изучение УЗ воздействия на материалы «F» и «Д» в разных временных экспозициях. Также рассмотрена принципиальная возможность и длительность хранения НКСПМ, предварительно обработанных УЗ. Для изучения поверхностной структуры образцов использован СЗМ в режиме атомно-силового микроскопа (полуконтактный режим). Оценивались параметры «Высота» и «Фаза». Благодаря полученным данным при помощи АСМ, можно утверждать, что расстояние между отдельными частицами уменьшилось, что свидетельствует о разрушении агломератов. Длительность воздействия УЗ в 300 секунд на НКСПМ обеспечила значительные изменения в структуре поверхности материалов.

Необходимо отметить, что тенденция к повторному формированию агломератов в ранее обработанных УЗ образцах, наблюдалась после их хранения (через 2 месяца). Следует учитывать, что хранение при комнатной температуре (+22-24 °С) приводит к более ускоренному образованию агломератов в структуре обоих материалов.

Изучение глубины полимеризации и текучести НКСПМ показывает, что данные параметры могут значительно изменяться непосредственно после воздействия на материал УЗ. Глубина полимеризации увеличивается в обоих материалах (60,5% – «F» и 73,6% – «Д»), а текучесть увеличивается на 175,5% – «F» и 65,7% – «Д», соответственно. У обоих материалов улучшились физические

свойства: они приобрели свойства пакуемых и текучих одновременно. Следует отметить, что «отклик» на УЗ воздействие материала «Д» по сравнению с материалом «F» более выраженный. На практике это дает ему дополнительные преимущества в сравнении с импортными аналогами, в дополнение к более низкой стоимости и доступности. По истечении заданного срока хранения (1 и 2 месяца) обработанных УЗ материалов значения вышеуказанных свойств материалов не сохраняются, а значит не являются актуальными для клинического применения. Однако при сроках хранения до 1 месяца при температуре (t=+3-24 °C) приобретенные под воздействием УЗ свойства материалов практически не ухудшаются, а значит могут быть использованы в текущей практической деятельности клинического специалиста.

Из-за разрушения агломератов, распределение частиц в материале становится более равномерным, что приводит к формированию более однородной структуры внутри самого материала и, как следствие, к лучшей полируемости и блеску, к улучшению эстетических свойств стоматологической реставрации.

В работе использовали количественный метод оценки полируемости, основанный на сравнении показателей образования S. mutans на поверхности НКСПМ, модифицированного ультразвуком, после финишной обработки образца. В результате анализа полученных данных, связанных с выращенными культурами Streptococcus mutans на образцах материала «F» и «Д» (без и с УЗ) установлено фактическое уменьшение адгезии колоний Streptococcus mutans в среднем в 1,2 раза на образцах, обработанных УЗ.

Полученные результаты исследования дают основания утверждать, что метод УЗ воздействия эффективен при гомогенизации НКСПМ, актуален и базируется на принципах доказательной медицины. При воздействии УЗ, в значительной степени улучшаются физические и эстетические свойства НКСПМ Доказано, что ультразвуковая гомогенизация является профилактической составляющей стоматологических заболеваний, таких как рецидивирующий кариес, заболевания пародонта и слизистой оболочки полости рта.

## ВЫВОДЫ

1. Разработанный метод ультразвуковой гомогенизации нанонаполненного композиционного стоматологического пломбировочного материала с использованием ультразвука (режим «импульсно-периодический», интенсивность

166,6 Вт/см$^2$, мощность 400 Вт, время воздействия 300 секунд), позволяет разрушать и предотвращать образование агломератов наночастиц на временной период (1 месяц).

2. Исследования, проведенные методом АСМ, образцов нанонаполненного композиционного стоматологического пломбировочного материала до ультразвуковой гомогенизации установили наличие большого скопления агломератов в структуре материала. После ультразвукового воздействия наблюдается однородность структуры материала при равномерном распределении наночастиц, что свидетельствует о разрушении агломератов на поверхности образцов.

3. В рамках исследования физических и эстетических свойств нанонаполненного композиционного стоматологического пломбировочного материала до и после применения ультразвукового воздействия доказаны изменения глубины полимеризации (на 60,5% – Filtek™ Ultimate и 73,6% – ДентЛайт) и текучести (увеличивается на 175,5% – Filtek™ Ultimate и 65,7% – ДентЛайт). Достигнутая однородность структуры обеспечивает снижение шероховатости, улучшение полируемости и увеличение гладкости поверхности образцов.

4. При сравнении результатов лабораторных исследований влияния ультразвукового воздействия на образцы из нанонаполненного композиционного стоматологического пломбировочного материала установлено изменение критериев: «средняя шероховатость» в материале Filtek™ Ultimate уменьшился в 3,3 раза, а в материале ДентЛайт – в 1,8 раза; «средняя волнистость» в материале Filtek™ Ultimate уменьшился в 1,7 раза, а в материале ДентЛайт – уменьшился в 2,5 раза и практически не изменился параметр «средняя длина волны профиля» (расстояние между крупными частицами).

5. Сравнение режимов хранения установило, что приобретённые под воздействием ультразвука свойства сохраняются в течение 1 месяца.

6. Разработанный и представленный в практических рекомендациях алгоритм воздействия ультразвуком на нанонаполненный композиционный стоматологический пломбировочный материал возможно использовать для повышения качества пломбирования и реставрации зубов.

## ПРАКТИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

1. В целях повышения качества реставраций и пломбирования зубов рекомендуется применять метод ультразвуковой гомогенизации для нанонаполненных стоматологических пломбировочных материалов ультразвуковым аппаратом с использованными в работе параметрами воздействия – интенсивностью 166,6 Вт/см$^2$, мощностью 400 Вт, в режиме – «импульсно-периодический», с временем воздействия 5 минут.

2. Метод ультразвуковой гомогенизации для получения модифицированного нанонаполненного стоматологического материала рекомендовано проводить однократно, непосредственно перед пломбированием и/или реставрацией зубов.

3. Полученные данные исследований глубины полимеризации и текучести обработанного ультразвуком нанонаполненного композиционного стоматологического пломбировочного материала, в дальнейшем позволят врачу-стоматологу получить возможность нового подхода к лечению патологии твердых тканей зуба без применения текучих материалов для заполнения полостей малых размеров и сложных форм. Рекомендовано использовать модифицированный композиционный стоматологический материал для пломбирования всех групп зубов и классов полостей.

4. Модифицированный ультразвуковым воздействием нанонаполненный композиционный стоматологический пломбировочный материал может применяться в полном соответствии с инструкциями (рекомендациями) производителя материала, без дополнительной специальной подготовки.

5. Учитывая доказанную сохранность приобретенных свойств, рекомендовано хранить модифицированный нанонаполненный композиционный стоматологический пломбировочный материал, подвергшийся ультразвуковой гомогенизации, в течение 1 месяца при температуре от +3 °С до +24 °С.

## СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. **Гончаров, В.Д. Использование сканирующей зондовой микроскопии для исследования структуры гибридных композиционных стоматологических пломбировочных материалов / В.Д. Гончаров, Л.Ю. Орехова, К.С. Сорокин, Н.С. Нарушак // Пародонтология. – 2015. – Т. 76, № 3. – С. 18-23. – ISSN 1683- 3759.**

2. **Гончаров, В.Д. Методика АСМ исследований распределения частиц неорганических наполнителей в композиционных стоматологических пломбировочных материалов / В.Д. Гончаров, Л.Ю. Орехова, Н.С. Нарушак, А.А. Новак // Стоматолог. – 2016. – Т. 23, № 4. – С. 34-37. – ISSN 2221-7088.**
3. Нарушак, Н.С. Перспективы использования атомно-силовой микроскопии в исследовании структуры композиционных стоматологических пломбировочных материалов / Н.С. Нарушак // Актуальные вопросы экспериментальной и клинической медицины – 2016 : Тезисы LXXVII научно-практической конференции. – Санкт-Петербург, 2016. – С. 156-157.
4. **Гончаров, В.Д. Атомно-силовое микроскопическое исследование поверхности эмали резцов / В.Д. Гончаров, Л.Ю. Орехова, А.А. Лукавенко, А.В. Лукавенко, Н.С. Нарушак, А.И. Ерисковская // Пародонтология. – 2018. – Т. 88, № 3. – С. 52-57. – ISSN 1683-3759.**
5. **Гончаров, В.Д. Возможность применения метода атомно-силовой микроскопии для исследования твердых тканей зубов как фактора прогнозирования развития кариеса и заболеваний пародонта / В.Д. Гончаров, Л.Ю. Орехова, А.А. Лукавенко, Н.С. Нарушак // Пародонтология. – 2018. – Т. 87, № 2. – С. 71-74. – ISSN 1683-3759.**
6. Кузьмина, Д.А. Спектроскопия отражения тканей зубов in vitro и наногибридных реставрационных материалов / Д.А. Кузьмина, Е.Ю. Мендоса, Е.Е. Майоров, Н.С. Нарушак, Л.И. Шаламай // Medicus. Международный медицинский научный журнал. – 2020. – Т. 35, № 5. – С. 68-72. – ISSN 2409-563X.
7. **Майоров, Е.Е. Спектральный анализ стоматологического реставрационного материала и зубной ткани пациентов разных возрастных групп in vitro / Е.Е. Майоров, Л.И. Шаламай, Д.А. Кузьмина, Е.Ю. Мендоса, Н.С. Нарушак, А.И. Сакерина // Известия ТГУ. – 2020. – Вып. 8. – С. 105-114. – ISSN 2071-6168.**
8. **Шаламай, Л.И. Исследование оптических свойств твердых тканей зуба и композитных материалов по средствам фотометрического анализа / Л.И. Шаламай, Д.А. Кузьмина, Е.Е. Майоров, Е.Ю. Мендоса, А.И. Сакерина, Н.С. Нарушак // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика. –2020. – № 8. – С. 11-17. – ISSN 2409-563X.**

9. **Кузьмина, Д.А. Использование метода спектроскопии отражения для распознавания подлинности стоматологических реставрационных материалов / Д.А. Кузьмина, Е.Е. Майоров, Л.И. Шаламай, Е.Ю. Мендоса, Н.С. Нарушак // Известия ВУЗов. Приборостроение. – 2021. – Т. 64, №1. – С. 63-70. – ISSN 0021-3454, DOI: 10.17586/0021-3454-2021-64-1-63-70.**
10. Narushak, N.S. Surface heterogeneity of the dental filling material is a major factor leading to inflammation of parodontium / N.S. Narushak, L.U. Orekhova, I.N. Antonova, V.D. Goncharov //J. Clinical Periodontology. – 2018. – Vol. 45, Iss. S19. – P 195-195.

## СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

| | | |
|---|---|---|
| АСМ | – | атомно-силовая микроскопия |
| Вт | – | Ватт |
| Вт/см$^2$ | – | количество ватт воздействующих на один квадратный сантиметр, единица измерения плотности потока |
| «Д» | – | ДентЛайт |
| КОЕ/мл | – | количество колониеобразующих единиц в одном миллилитре |
| мкм | – | микрометр (единица измерения) |
| НКСПМ | – | нанонаполненный композиционный стоматологический пломбировочный материал |
| нм | – | нанометр |
| сек | – | секунда |
| СЗМ | – | сканирующий зондовый микроскоп |
| УЗ | – | ультразвук |
| °С | – | градусы Цельсия |
| «F» | – | Filtek™ Ultimate |
| n | – | количество |
| p | – | P-значение, вероятность получить для данной вероятностной модели распределения значений случайной величины |
| $R_a$ | – | средняя шероховатость |
| t | – | время, если значение дано в секундах, или температура, если значение дано в градусах Цельсия |
| $\bar{x}$ | – | среднее значение |
| $W_a$ | – | средняя волнистость |
| $\varepsilon$ | – | коэффициент остаточной деформации |
| $\lambda_a$ | – | средняя длина волны профиля |
| $\sigma$ | – | стандартное отклонение |