

Физические свойства пяти силеров корневого канала

¹Center for Biomedical Materials and Engineering, College of Material Science and Chemical Engineering, Harbin Engineering University, Harbin, China

²Division of Endodontics, Department of Oral Biological and Medical Sciences, Faculty of Dentistry, University of British Columbia, Vancouver, British Columbia, Canada

³State Key Laboratory for Turbulence and Complex Systems and Department of Materials Science and Engineering, College of Engineering, Peking University, Beijing, China

Целью данного исследования была оценка изменения pH, вязкости и других физических свойств двух новых герметиков корневого канала (MTA Fillapex и Endosequence BC) по сравнению с двумя герметиками на основе эпоксидной смолы (AH Plus и ThermoSeal) на силиконовой основе (Gutta-Flow) и герметика на основе оксида цинк-эвгенола (Pulp Canal Sealer). **Методы:** были соблюдены спецификации по ISO 6876/2001. Изменение pH свежеприготовленных и установленных герметиков оценивали в период от одного дня до пяти недель соответственно. Вязкость исследовали при разной скорости введения (72, 10 и 5 мм/мин) и комнатной температуре с помощью шприц-системы Instron 3360 серии – универсальной системы тестирования.

Результаты. Расход, изменение размеров, растворимость и толщина пленки всех протестированных герметиков соответствовали рекомендациям по ISO 6876/2001. MTA Fillapex имел более высокий расход (объем потока), чем Endosequence BC-герметик ($P < 0,05$). MTA Fillapex и герметик Endosequence BC имели самые высокие показатели толщины пленки среди протестированных образцов. Endosequence BC-герметик имел наибольшее значение растворимости, которое составило 3 % массовой доли, рекомендованных в соответствии с ISO 6876/2001, и продемонстрировал приемлемое изменение размеров. Герметики MTA Fillapex и Endosequence BC имели щелочной pH все время. Значение pH свежих образцов герметиков AH Plus и ThermoSeal было щелочным вначале, но значительно уменьшилось через 24 часа. Вязкость тестируемых материалов повышается с уменьшением скорости инъектирования.

Выводы. Тестируемые материалы были псевдопластичными согласно их вязкости, как определено в данном исследовании. MTA Fillapex и Endosequence BC обладают сопоставимыми значениями текучести и стабильностью размеров, но более высокими значениями толщины пленки и растворимости, чем другие испытывавшиеся герметики (J. Endod. – 2013; 39: 1281–1286).

Ключевые слова: текучесть, изменение pH, физические свойства, цемент корневого канала, трикальций силикат, силер, вязкость.

Эндодонтические герметики используются для obturации системы корневого канала, достигая герметичного заполнения или герметичного уплотнения по всей длине, в том числе апикального отверстия, но иногда наблюдаются незначительные расхождения (отслоения) между дентином корневого канала и основного наполнителя [1]. Поэтому задача герметиков помочь предотвратить микроподтекания, снизить вероятность микробной инвазии, инфицирование периапикальных тканей [1, 2]. По словам Гроссмана [3], идеальный герметик корневого канала должен обладать следующими параметрами: хорошим уплотнением при установке, стабильным расширением, продолжительным временем установки для обеспечения достаточного рабочего времени, нерастворимостью в тканевых жидкостях, адекватной адгезией к стенкам канала и биосовместимостью. В настоящее время доступны различные виды эндодонтических герметиков, в том числе герметики на основе стеклоиномера, оксидцинк-эвгенол содержащие смолы, гидроксид кальция, силиконовые и биокерамические герметики корневого канала. В частности, материалы на биокерамической основе, содержащие силикатный кальций и/или фосфат кальция, привлекли большое внимание за счет своих физических и биологических свойств, таких как щелочной pH, химическая стабильность в биологической среде, а также отсутствие усадки. Они также нетоксичны и биосовместимы [4–6]. Было установлено, что предварительно смешанный биокерамический эндодонтический герметик Endosequence BC Sealer (Brasseler США, Саванна, Джорджия) [4] и минерал триоксид-агрегат на основе МТА (созданный Discipline of Endodontics, Araraquara Dental School,

UNESP, University of Estadual Paulista, Sao Paulo, Brazil) [7] имеют благоприятные физико-химические свойства для герметиков корневого канала.

Недавно на рынок был запущен еще один новый эндодонтический герметик (MTA Fillapex; Angelus Solucoes Odontologicas, Londrina, PR, Brazil), который в основном состоит из МТА, сапцилатной смолы, природных смол, висмута и диоксида кремния, как заявлено в инструкции производителя. Тем не менее для определения физико-химических свойств силера Fillapex МТА информации недостаточно.

Свойства силеров оказывают влияние на качество конечного пломбирования корневых каналов [8–11]. Основные свойства герметиков корневого канала и их клиническое поведение можно оценивать путем проведения лабораторных анализов [11–14]. Физические свойства различных видов эндодонтических герметиков были тщательно изучены в соответствии со следующими стандартами: рабочее время, время полимеризации, текучесть, толщина пленки, растворимость, изменение размеров (усадка) и рентгеноконтрастность [1, 4, 15–17]. Текучесть эндодонтических пломбировочных материалов определяет, насколько эффективно они obturируют боковые каналы с заполнением пустот между филером и силером. Возможность адекватного заполнения неровностей, высокая текучесть могут вызвать апикальную экструзию, что приводит к травме периапикальных тканей из-за цитотоксичности герметика [18]. Таким образом, характеристика текучести эндодонтических пломбировочных материалов в настоящее время привлекла особое внимание. Было предложено несколько методов оценки данной характеристики эндодонтических силеров [15, 19, 20].

Имеются лишь ограниченные данные о вязкости герметиков, которые являются важным параметром для определения характеристики текучести. Кроме того, изменение pH герметиков может играть важную роль в заживлении, так как pH связан с противомикробным действием и отложением минерализованных тканей [21–24]. Обнаружено, что щелочной pH силеров корневого канала может нейтрализовать молочную кислоту из остеокластов и предотвратить растворение минерализованных компонентов зубов, таким образом, герметики на биокерамической основе могут способствовать формированию жестких тканей путем активации щелочной фосфатазы [25].

Целью настоящего исследования была оценка физико-химических свойств 2-х новых герметиков, в сравнении с 4-мя традиционными эндодонтическими пломбирочными материалами. В частности были исследованы изменение pH и вязкость свежо смешанных и установленных герметиков в течение определенного периода времени с различной скоростью внесения.

Материалы и методы

Два новых герметика корневого канала EndoSequence BC (batch #11004SP; Brasseler USA, Savannah, GA) и MTA Fillapex (batch #L.19134; Angelus Solucoes Odontologicas, Londrina, PR, Brazil), два герметика на основе смол AN Plus (batch #1110000691; Dentsply De-Trey GmbH, Konstanz, Germany) and ThermaSeal (batch #1108000294; Dentsply Tulsa Dental, Tulsa, OK), герметик на силиконовой основе GuttaFlow 2 (batch #6107673; Coltene/Whaledent GmbH+ Co KG, Langenau, Germany) и на основе цинкоксида-эвгенола Pulp Canal Sealer EWT (PCS) (batch #9-1309; Kerr Corporation, Romulus, MI) были использованы в качестве экспериментального материала. Физические свойства, включая рабочее время, время начальной полимеризации, текучесть, растворимость и изменение размеров, были протестированы в соответствии с техническими параметрами по ISO 6876/2001 [12]. Манипуляции с герметиками проводились в соответствии с инструкциями производителя, за исключением ВС-герметика, который предназначен для установки во влажной среде. В данном исследовании был использован метод ускоренного внесения герметика в подготовленный образец для определения изменения размеров и растворимости. Два отрезка влажной ткани помещали между формой и стеклянными пластинами, стеклянные пластины были зафиксированы с помощью зажима. Всю конструкцию поместили в пакет на молнии, содержащий достаточное количество воды, которая хранилась при температуре 37°C в водяной бане в течение 24-х часов. Затем зажим был удален, и конструкция хранилась в воде в течение еще 48-и часов.

Текучесть и вязкость

Текучесть силеров была протестирована в соответствии с ISO 6876/2001 [12]; смешанный герметик в объеме $0,05 \pm 0,005$ мл был помещен в центр стеклянной пластины ($40 \times 40 \times 5$ мм³) с помощью градуированного одноразового шприца объемом 3 мл. Через три минуты две стеклянные пластины весом 20 и 100 г были установлены по центру на верхней части герметика. Через десять минут после смешивания нагрузку сняли, а минимальный и максимальный диаметры образцов в виде дисков были измерены с помощью цифрового микрометра (Cole-Parmer Canada Inc., Монреаль, Канада) с разрешением 0,01 мм. Если образцы не имели равномерно круглой формы (максимальный и минимальный диаметр не были в пределах 1 мм), испытание повторяли. Для каждого герметика было проведено пять тестов, и среднее значение, выраженное в мм, считалось значением текучести материала.

Вязкость эндодонтических герметиков оценивали при помощи шприца-вискозиметра Instron 3360 серии, универсального тестового прибора [26]. Для капиллярного вискозиметра был использован шприц диаметром 2,4 мм с иглой BD PrecisionGlide (BD регулярные конические иглы 20G 1; Becton Dickinson & Co, Franklin Lakes, N.-J.). Вязкость рассчитывалась с использованием модифицированного уравнения Хагена-Пуазейля:

$$\eta_c = (1 - \kappa) \frac{(F - F_r)r^4 t}{8R^2 LV} \quad (1-1),$$

где η_c – вязкость после калибровки, κ – константа, вычисляемая по ошибкам эталонных образцов, F_r – сопротивление плунжера, F – сила, прилагаемая при введении материала, r – радиус капиллярной трубочки, составляет 0,32 мм для иглы BD, R – радиус шприца, составляет 2,4 мм, L – длина капиллярной трубки, составляет до 29 мм для BD иглы, V – объем экструдированного материала и t – время выдавливания материала. Шприц-вискозиметр был откалиброван по Brookfield для двух типов стандартной вязкости 5,0 Па с и 12,68 Па с, исходя из которых рассчитывали константу κ . Испытания проводили при комнатной температуре ($23 \pm 2^\circ\text{C}$), а также с различной скоростью (72, 10 и 5 мм/мин). Для каждого герметика проведено пять испытаний.

Толщина пленки

Толщину пленки определяли как разность в толщине между двумя 5 мм стеклянными пластинами размером 200 ± 25 мм², с герметиком и без него, расположенными между измерительными скобами микрометра (IP65, 293–340; Mitutoyo Corporation, Kanagawa, Japan) с точностью до 1 мм методом, описанным в ISO 6876/2001 [12]. Смешанные герметики были помещены между стеклянными пластинами. После 180 ± 5 секунд от начала смешивания материалов была приложена нагрузка 150 Н вертикально на вершину стеклянной пластины с гарантией, что материал заполнит все пространство между верхней и нижней пластинами. По истечении десяти минут после начала смешивания толщина комбинированного слоя, созданного стеклянными пластинами и силером, была измерена при помощи микрометра. Для каждого герметика провели три измерения.

Рабочее время

Рабочее время измеряли от начала смешивания в течение такого промежутка времени, который позволяет проводить манипуляции с силером, не вызывая негативного влияния на его свойства. Смешанный герметик в объеме $0,05 \pm 0,005$ мл был помещен в центр стеклянной пластины ($40 \times 40 \times 5$ мм³) с использованием 3 мл одноразового шприца. Через три минуты две стеклянные пластины 20 и 100 г разместили по центру на верхней части герметика. Через десять минут после начала испытания измерили минимальный и максимальный диаметры образцов. Тест повторили со вновь смешанным материалом, увеличивая промежуток времени: с начала смешивания до получения тестового образца. Диаметр образца уменьшился на 10 % от значения, определенного в тесте на текучесть. Для каждого герметика провели три испытания.

Установочное время

Для MTA Fillapex, AN Plus, ThermaSeal, GuttaFlow 2 и PCS было использовано кольцо из нержавеющей стали с внутренним диаметром 10 мм и высотой 2 мм. Формы поместили на стеклянную пластину, а затем материалы смешали и упаковали в него. Всю конструкцию перенесли

в инкубатор (37°C, > 95 % относительной влажности). Для ВС-силера, которому необходима влажная среда, использовали гипсовые формы с полостью диаметром 10 мм и высотой 1 мм [12]. Формы хранились на водяной бане при 37°C в течение 24-х часов, после чего их заполнили герметиком ВС. Затем всю конструкцию поместили в водяную баню при 37°C.

Для определения времени начальной полимеризации использовали иглу Gilmore весом 100 г с активным кончиком диаметром 2,0 мм. Иглу опускали вертикально на горизонтальную поверхность герметика, время застывания определяли в точке, где игла индентора не могла углубиться в материал. Материалы тестировались каждые десять минут или каждый час в зависимости от характеристик, установленных производителем. Кончик иглы очищали перед каждым испытанием. Время от начала смешивания до установки определили в качестве установочного. Для каждого герметика провели три теста.

Растворимость

Растворимость силеров оценивалась в процентном соотношении массы образца, извлеченного из дистиллированной воды, по отношению к его первоначальной массе. Для каждого герметика были использованы шесть колец толщиной 1,5 мм из нержавеющей стали с внутренним диаметром 20 мм. Кольца, заполненные герметиком, устанавливали на стеклянную пластину, покрывали целлофановым листом и помещали в инкубатор (37°C, > 95 % относительной влажности) с периодом времени на 50 % больше, чем в тесте по определению «установочное время». Для силера Endosequence BC был использован ускоренный метод. Герметики извлекли из форм и трижды взвесили с точностью до 0,0001 г (Mettler AE 260 Del-range analytical balance; Mettler-Toledo International Inc, Columbus, OH). Два образца поместили в чашку Петри, содержащую 50 мл дистиллированной воды, которую взвесили перед использованием. После 24-х часов нахождения в инкубаторе (37°C, > 95% относительной влажности) образцы промыли в 2–3 мл дистиллированной воды, а промывочную жидкость обратно слили в чашку Петри. Образцы извлекли, а чашки Петри высушили в печи при 110°C, охлаждая в эксикаторе до комнатной температуры, и снова взвесили. Количество герметика, удаленного из каждого образца, рассчитывали как разницу между первоначальной и конечной массой чашки Петри.

Изменение размеров

Цилиндрические разборные модели диаметром 6 мм и высотой 12 мм изготовили, чтобы определить изменение размеров, погрузив их в воду на период тридцать дней. Формы были немного переполнены приготовленным герметиком и поддерживались тонким листом полиэтилена и стеклянной пластиной с каждой стороны. Модели и пластины прочно скрепили зажимом. Через пять минут после смешивания материала форму с зажимом поместили в инкубатор (37°C, > 95 % относительной влажности), и она находилась в нем по времени втрое дольше, чем установочное время для материала. Для герметика Endosequence BC использовали метод ускоренной программы, описанный выше. После установки концы форм зачистили мелкодисперсной (600) влажной наждачной бумагой. Затем образцы извлекли с последующим замером длины при помощи микрометра. Они хранились отдельно в полиэтиленовой пробирке, содержащей 50 мл дистиллированной воды, в инкубаторе (37°C, > 95 % относительной влажности) на протяжении тридцати дней. Затем образцы достали из дистиллированной воды, высушили при помощи салфетки и снова измерили длину. Результаты пяти тестовых образцов усреднили.

Изменение pH

Образцы герметика, смешанные сразу, обозначили как свежие образцы, а образцы, смешанные и помещенные в инкубатор (37°C, > 95 % относительной влажности) на время, в три раза превышающее «установочное время», обозначили как выдержанный набор образцов. Для каждой экспериментальной группы подготовили пять типов образцов. Резиновые пресс-формы в виде дисков диаметром 5 мм и толщиной 1 мм использовали для группы «выдержанных» образцов. Каждый образец поместили в полиэтиленовую пробирку, содержащую 10 мл дистиллированной воды, при 37°C, сохраняя в течение всего периода исследования. Объем дистиллированной воды не изменялся в течение всего периода исследования. Для свежих образцов тот же объем, что и для «выдержанных» образцов смешанного герметика (0,02 мл), помещали в плоскостонные контейнеры, содержащие 10 мл дистиллированной воды при 37°C. По истечении заданного периода (3, 20 и 60 минут, 2 и 24 часа для свежих образцов, 10, 20 и 30 мин и 1, 2, 3, 4, 5, 6, 12 и 24 часа и 2,3, 4, 5, 6 и 7 дней, а 2, 3, 4 и 5 недель – для группы «выдержанных» образцов) pH растворов измеряли, используя предварительно откалиброванный цифровой pH-метр (SB70P VWR Symphony; VWR International LLC, Radnor, PA).

Статистический анализ

Для анализа результатов физических свойств и значения pH с помощью программного обеспечения SPSS 10.0 (SPSS Inc, Chicago, IL) был использован односторонний анализ дисперсии. Уровень значимости приняли $P < 0,05$.

Результаты

Физические свойства герметиков просуммированы в таблице. В тесте на текучесть все герметики продемонстрировали текучесть выше, чем 20 мм, что соответствует рекомендациям по ISO 6876/2001. Текучесть силера MTA Fillapex была выше, чем у Endosequence BC-герметика ($P < 0,05$). Герметик GuttaFlow продемонстрировал значение текучести значительно ниже, чем другие. В значениях между герметиками AN Plus и ThermoSeal ($P > 0,05$) существенных различий не было. Значения расхождения в порядке возрастания были такими: GuttaFlow \leq AN Plus ThermoSeal $<$ PCS = BC-герметик $<$ MTA Fillapex. Герметик PCS имел самую низкую толщину пленки, а два новых герметика (Endosequence BC и MTA Fillapex) имели самый высокий показатель толщины пленки среди протестированных образцов. Порядок ранжирования толщины пленки пяти герметиков был следующим: PCS $<$ GuttaFlow $<$ AN Plus $<$ ThermoSeal $<$ BC-герметик $<$ MTA Fillapex. Рабочее время и время полимеризации герметиков совпало со значениями, заявленными производителями, за исключением времени полимеризации PCS, которое в данном исследовании было гораздо больше, чем значение, указанное в инструкции (26 по сравнению с < 2 ч.). Значения рабочего времени в порядке возрастания следующие: GuttaFlow $<$ MTA Fillapex $<$ AN Plus $<$ ThermoSeal $<$ PCS $<$ BC-герметик. Все материалы продемонстрировали растворимость в пределах допустимого лимита согласно рекомендациям по ISO 6876/2001 (массовая доля 3 %). Силер Endosequence BC продемонстрировал самое высокое значение растворимости ($2,9 \pm 0,5$ %) среди исследуемых материалов, за ним шел Fillapex MTA. Значения растворимости в порядке возрастания: ThermoSeal $<$ GuttaFlow $<$ AN Plus $<$ PCS $<$ MTA Fillapex $<$ BC-герметик.

MTA Fillapex, AN Plus, PCS и герметики демонстрировали усадку после погружения в воду на 30 дней, тогда как небольшое расширение наблюдалось у Endosequence BC-герметика, ThermoSeal и Gutta-Flow. Изменение

Физические свойства силеров (среднее±стандартное отклонение)

	BC-sealer	MTA Fillapex	AH Plus	ThermaSeal	PCS	GuttaFlow
Текущность, мм	3,1±0,69	24,9±0,54	21,2±0,27	21,3±0,47	23,1±1,21	20,5±0,32
Толщина пленки, мм	22±4,58	24,9±0,54	16,07±4,5	21,3±0,47	13,35±2,8	15,67±1,4
Рабочее время, мин.	> 1440	45±15	240±40	300±40	300±40	15±5
Установочное время, час	2,7±0,3	2,5±0,3	11,5±1,5	23,0±1,5	26,3±2,5	0,7±0,1
Растворимость*, %	2,9±0,5	1,10±0,15	0,06±0,04	0,0015±0,07	0,07±0,03	0,02±0,001
Изменение размера**, %	0,087±0,04	- 0,67±0,01	- 0,034±0,01	0,04±0,02	- 0,86±0,03	0,037±0,02

*Растворимость = (изъятая масса образца)/(первоначальная масса образца) × 100.

**Изменение размеров: минус означает усадку.

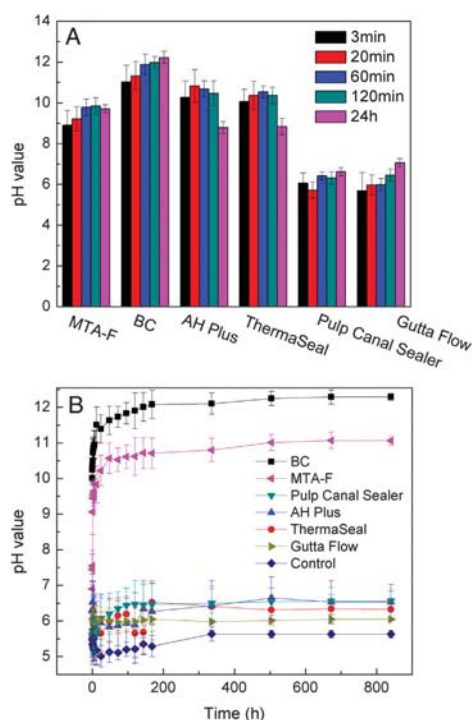


Рис. 1. Изменение pH (А) свежезамешанных образцов в течение 24-х часов и (В) выдержанные образцы в течение пяти недель.

Для набора образцов экземпляры инкубировали в три раза дольше, чем требуется времени для застывания перед началом измерений pH. MTA-F, MTA Fillapex.

размеров протестированных герметиков соответствовало спецификации ISO 6876/2001, которая допускает до 1,0 % усадки или 0,1 % расширения.

Свежезамешанные образцы силеров MTA Fillapex, Endosequence BC, AH Plus и ThermaSeal показали щелочной pH (рис. 1-А), но только у MTA Fillapex и герметика Endosequence BC pH был щелочной и после установки (рис. 1-В). Значение pH у AH Plus и ThermaSeal значительно уменьшилось от щелочного до нейтрального в течение 24-х часов. У силера Endosequence BC оказался самый высокий уровень pH во всех экспериментальных фазах.

Вязкость герметиков увеличивалась с уменьшением скорости внесения (рис. 2-Д). PCS-герметик имел самую высокую вязкость, затем шел Endosequence BC, в то время как ThermaSeal имел самую низкую вязкость.

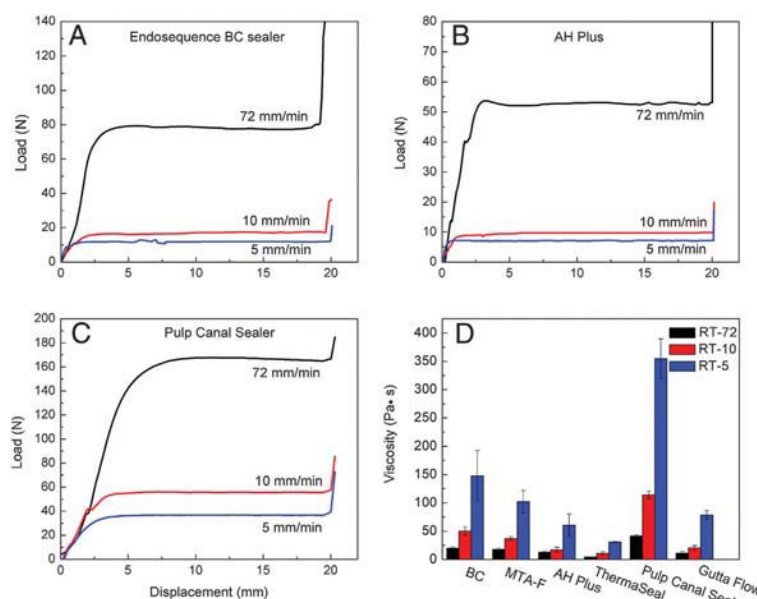


Рис. 2. Сила впрыскивания для (А) Endosequence BC, (В) AH Plus, и (С) PCS (D). Вязкость различных видов герметиков. Испытания проводились при различных скоростях (72, 10 и 5 мм/мин) при комнатной температуре (RT) (23±2°С). MTA-F, MTA Fillapex.

Обсуждение

Успешное развитие производства новых пломбирочных материалов стало важным для эндодонтов, так как дало возможность более широко понять физико-химические свойства эндодонтических герметиков.

Свойства эндогерметиков в основном определяются по типу и пропорциям основных компонентов и дают им возможность нормально функционировать в клинических условиях. Лабораторные исследования физико-химических свойств способствовали лучшему пониманию клинического поведения и практического использования эндодонтических пломбирочных силеров. Материалы, разработанные в последнее время, основаны на физико-химических свойствах биокерамических цементов с целью создания биосовместимого герметика с идеальными физическими, химическими, механическими и биологическими свойствами [7, 27, 28]. MTA Fillapex является одним из этих недавно разработанных эндодонтических пломбирочных материалов [29-31]. По информации производителя, MTA Fillapex состоит из:

салицилата смолы, смолы-разбавителя, природной смолы, оксида висмута в качестве радиоопакового агента, диоксида кремния, МТА и пигментов. Однако подробности о составе природной смолы, пигментов и разбавителей неизвестны. Поэтому необходимо исследовать физико-химические свойства новых эндодонтических пломбирочных материалов в комбинации с другими смолами и компонентами. Небольшое количество отчетов обнаружено о физико-химических свойствах и клиническом потенциале МТА Fillarex [29–31]. Таким образом, основной целью данного исследования было оценить физико-химические свойства МТА Fillarex, а также нового биокерамического герметика Endosequence BC и сравнить их с другими известными герметиками, такими как AN Plus, ThermanSeal, PCS и GuttaFlow.

По физическим свойствам двух новых герметиков МТА Fillarex продемонстрировал более высокие параметры текучести и толщины пленки, но более короткое рабочее время, установочное время и низкую растворимость, чем герметик Endosequence BC. С другой стороны, оба герметика генерируют щелочной pH при погружении в дистиллированную воду, что демонстрирует их остеогенный потенциал, биосовместимость и антибактериальную способность. В данном исследовании герметик МТА Fillarex показал более низкий pH, чем герметик Endosequence BC, для свежесмешанных образцов и установленных образцов, что, вероятно, связано с более коротким временем схватывания и сниженной растворимостью МТА Fillarex. Различия между Endosequence BC и МТА Fillarex, вероятно, отражают тот факт, что первый является сугубо биокерамическим герметиком, а второй представляет собой комбинацию биокерамических смол.

Приемлемая текучесть в течение рабочего времени является важным параметром для любого эндогерметика, так как служит для проникновения и герметизации апикального отверстия и боковых ответвлений. Состав, размер частиц, скорость внесения, температура и время смешивания являются основными факторами, которые связаны с текучестью герметиков. Американская стоматологическая ассоциация, согласно ISO, не требует измерения вязкости эндодонтических пломбирочных материалов: они измеряют диаметр пленки герметика между двумя стеклянными пластинами для оценки текучести, которая связана с вязкостью, но при этом измеряется легче. Вязкость является количественным параметром для оценки реологических свойств эндодонтических силеров, помогая достичь идеальных показателей текучести [19]. Ряд исследователей приложили усилия, чтобы изучить реологические свойства эндогерметиков с помощью капиллярного реометра [19] или экструзии через канал [15]. Однако в какой-то степени они измеряются косвенными методами, относящимися к измерению вязкости, и не в полной мере определяют параметры вязкости герметиков. В данном исследовании текучести применили метод тонких капиллярных трубок для имитации потока в корневых каналах и рассчитали вязкость выбранных, доступных в продаже эндодонтических пломбирочных материалов с помощью модифицированного уравнения Хагена-Пуазейля. По результатам теста на вязкость в настоящем исследовании материалы проявили псевдопластичность, так как их вязкость снижалась, а расход увеличивался при возрастании скорости внесения и при уплотнении.

Псевдопластичные материалы, особенно если они имеют низкую начальную вязкость, имеют преимущество, так как быстрее вносятся в канал и демонстрируют хорошие параметры текучести. С другой стороны, быстрое внесение материала увеличивает вероятность экструзии в тканях пародонта. Экструзия может привести к повреждению периапикальных тканей из-за

цитотоксичности и низкой биосовместимости герметиков, главным образом на начальной стадии. В этом аспекте герметик с хорошей биосовместимостью может быть более выгодным.

Тесты, проведенные в этом исследовании, были выбраны для характеристики физических свойств коммерческих герметиков и проводились с использованием методов согласно ISO 6876/2001. Другим часто используемым стандартом для оценки физических свойств силеров является стандарт ADA № 57. Основное различие между этими двумя стандартами – количество герметика, используемого для оценки параметра текучести и рабочего времени ($0,5 \pm 0,05$ мл), требующееся для ADA № 57 и ($0,05 \pm 0,005$ мл) для ISO 6876/2001. Физические свойства, такие как текучесть, изменение размеров, растворимость, толщина пленки, соответствовали требованиям по ISO 6876/2001 для всех тестируемых образцов. Установочное время герметиков AN Plus и PCS оказалось больше, чем значения, указанные производителями данных материалов. Этот параметр для AN Plus в данном исследовании был таким же, как и в предыдущем тесте [18], и отличался в сторону увеличения в других исследованиях [32, 33]. Вероятно увеличение установочного времени герметика PCS связано с влиянием влажности. Кроме того, стоит отметить, что герметик Endosequence BC – это материал, который требует влажной среды в процессе отверждения. Таким образом, использовали гипсовую модель, которая хранилась при температуре 37°C и $> 95\%$ относительной влажности в течение 24-х часов перед использованием. Высота полости для определения установочного времени Endosequence BC составила 1 мм в отличие от других материалов, которые не требуют влажности для установки (высота 2 мм) в соответствии с ISO 6876/2001. Установочное время для Endosequence BC-герметика, определяемое с помощью этого метода, в данном исследовании было короче, чем в предыдущем [5] из-за различных методов тестирования.

В тесте *in vitro* GuttaFlow продемонстрировал самую низкую текучесть среди выбранных герметиков. Однако, по словам производителя, GuttaFlow имеет отличные свойства текучести, потому что его вязкость уменьшается при быстром внесении материала (тиксотропность) [34]. Материал, как полагают, поступая в боковые каналы, полностью заполняет пространство между стенками корневого канала и мастер-штифтом [35]. Тиксотропные материалы имеют более высокую вязкость при перемещении на малой скорости и низкую вязкость при перемещении на более высокой скорости. В настоящем исследовании метод испытания текучести, в соответствии со спецификацией ISO 6876/2001, не может отражать зависимость между вязкостью и скоростью внесения. Таким образом, был использован способ медленного внесения материала. Хотя оба тиксотропные и псевдопластичные материалы связывают уменьшение вязкости с влажностью, тиксотропные материалы демонстрируют это изменение времени в результате постоянной скорости внесения, тогда как псевдопластичные материалы демонстрируют это изменение в результате увеличения скорости внесения. Изменение параметра вязкости при различных скоростях впрыска продемонстрировало, что GuttaFlow – псевдопластичный материал, однако это испытание не дало возможности выявить взаимосвязь между скоростью впрыска и вязкостью, поэтому не удалось также раскрыть тиксотропные свойства GuttaFlow.

В данном исследовании мы предложили новый метод ускорения процесса внесения герметика Endosequence BC. Вода необходима для окончательной полимеризации [5], поскольку неорганические и радиоопаковые компоненты герметика предварительно смешивают с дистиллированной водой для уплотнения.

Хотя растворимость Endosequence BC соответствовала спецификации ISO 6876/2001, показатель был самым высоким среди протестированных материалов с максимально допустимым пределом. Это может быть связано со свойствами наполнителей, используемых в герметике Endosequence BC, который представляет собой герметик на основе силиката фосфата кальция. Было заявлено, что Endosequence BC был разработан, чтобы полимеризация происходила под воздействием влажной среды, так как дентинные каналы содержат примерно 20 % массы воды [36]. Однако важно отметить, что общее изменение размеров Endosequence BC было небольшим, наблюдалось небольшое расширение, но в пределах согласно спецификации по ISO 6876/2001. Результаты показывают, что растворимость Endosequence BC не имеет никакого влияния на стабильность размеров, что не ухудшает способность герметика качественно герметизировать канал.

Выводы

В этом исследовании тестируемые эндодогерметики псевдопластичны, как определяет их вязкость. Все материалы отвечают основным требованиям по следующим характеристикам: текучесть, толщина пленки, растворимость и изменение размеров. Новые эндодонтические герметики MTA Fillapex и Endosequence BC обладают хорошей текучестью и стабильностью размеров и имеют лучшие показатели толщины пленки и растворимости, чем AH Plus, ThermoSeal, PCS и GuttaFlow.

Благодарность

Авторы благодарят Brasseler USA and Angelus Solicoes Odontologicas за предоставленные материалы, использованные в данном исследовании, и отрицают любые конфликты интересов, связанные с этим исследованием.

ЛИТЕРАТУРА

1. Branstetter J., von Fraunhofer J.A. The physical properties and sealing action of endodontic sealer cements: a review of the literature // J. Endod. – 1982; 8: 312–6.
2. Walton R.E., Torabinejad M. Principles and Practice of Endodontics, 3rd ed. – Philadelphia: Saunders; 2002.
3. Grossman L.I. Endodontic Practice, 10th ed. – Philadelphia: Henry Kimpton Publishers; 1981: 297.
4. Candeiro G.T., Correia F.C., Duarte M.A. et al. Evaluation of radiopacity, pH, release of calcium ions, and flow of a bioceramic root canal sealer // J. Endod. – 2012; 38: 842–5.
5. Loushine B.A., Bryan T.E., Looney S.W. et al. Setting properties and cytotoxicity evaluation of a premixed bioceramic root canal sealer // J. Endod. – 2011; 37: 673–7.
6. Zhang H., Shen Y., Ruse N.D., Haapasalo M. Antibacterial activity of endodontic sealers by modified direct contact test against *Enterococcus faecalis* // J. Endod. – 2009; 35: 1051–5.
7. Massi S., Tanomaru-Filho M., Silva G.F. et al. pH, calcium ion release, and setting time of an experimental mineral trioxide aggregate-based root canal sealer // J. Endod. – 2011; 37: 844–6.
8. Orstavik D., Eriksen H.M., Beyer-Olsen E.M. Adhesive properties and leakage of root canal sealers in vitro // Int. Endod. J. – 1983; 16: 59–63.
9. Eriksen H.M., Bjertness E., Orstavik D. Root canal obturations and periapical conditions in a group of Norwegian adults // Nor. Tannlaegeforen Tid. – 1988; 98: 642–5.
10. Orstavik D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing // Endod. Topics. – 2005; 12: 25–38.
11. Orstavik D., Kerekes K., Eriksen H.M. Clinical performance of three endodontic sealers // Endod. Dent. Traumatol. – 1987; 3: 178–86.
12. International Organization for Standardization. ISO 6876: Dental Root Canal Sealing Materials. – Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2001.
13. American National Standards/American Dental Association. ANSI/ADA Specification no. 57: Endodontic Sealing Material. – Chicago: American National Standards/American Dental Association; 2000.
14. British Standards Institution. British Standard BS 6934: Specification for Dental Root Canal Sealing Materials. – London: British Standards Institution; 1988.
15. McMichen F.R., Pearson G., Rahbaran S., Gulabivala K. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers // Int. Endod. J. – 2003; 36: 629–35.
16. Camilleri J. Evaluation of selected properties of mineral trioxide aggregate sealer cement // J. Endod. – 2009; 35: 1412–7.
17. Marciano M.A., Guimaraes B.M., Ordinola-Zapata R. et al. Physical properties and interfacial adaptation of three epoxy resin-based sealers // J. Endod. – 2011; 37: 1417–21.
18. Duarte M.A., Ordinola-Zapata R., Bernardes R.A. et al. Influence of calcium hydroxide association on the physical properties of AH Plus // J. Endod. – 2010; 36: 1048–51.
19. Lacey S., Pitt Ford T.R., Watson T.F., Sherriff M. A study of the rheological properties of endodontic sealers // Int. Endod. J. – 2005; 38: 499–504.
20. Grossman L.I. Physical properties of root canal cements // J. Endod. – 1976; 2: 166–75.
21. McHugh C.P., Zhang P., Michalek S., Eleazer P.D. pH required to kill *Enterococcus faecalis* in vitro // J. Endod. – 2004; 30: 218–9.
22. Stuart C.H., Schwartz S.A., Beeson T.J., Owat C.B. *Enterococcus faecalis*: its role in root canal treatment failure and current concepts in retreatment // J. Endod. 2006; 32: 93–8.
23. Okabe T., Sakamoto M., Takeuchi H., Matsushima K. Effects of pH on mineralization ability of human dental pulp cells // J. Endod. – 2006; 32: 198–201.
24. Desai S., Chandler N. Calcium hydroxide-based root canal sealers: a review // J. Endod. – 2009; 35: 475–80.
25. Stock C.J. Calcium hydroxide: root resorption and perio-endo lesions // Br. Dent. J. – 1985; 158: 325–34.
26. Chae T. Processing and Characterization of Hydroxyapatite-based Bioceramic Pastes. Master's thesis. – Vancouver, Canada: University of British Columbia; 2007. 38–41, 44–5.
27. Tanomaru J.M., Tanomaru-Filho M., Hotta J. et al. Antimicrobial activity of endodontic sealers based on calcium hydroxide and MTA // Acta Odontol. Latinoam. – 2008; 21: 147–51.
28. Santos A.D., Moraes J.C., Ara ujo E.B. et al. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement // Int. Endod. J. – 2005; 38: 443–7.
29. Salles L.P., Gomes-Cornelio A.L., Guimaraes F.C. et al. Mineral trioxide aggregate-based endodontic sealer stimulates hydroxyapatite nucleation in human osteoblast-like cell culture // J. Endod. – 2012; 38: 971–6.
30. Bin C.V., Valera M.C., Camargo S.E. et al. Cytotoxicity and genotoxicity of root canal sealers based on mineral trioxide aggregate // J. Endod. – 2012; 38: 495–500.
31. Morgental R.D., Vier-Pelisser F.V., Oliveira S.D. et al. Antibacterial activity of two MTA-based root canal sealers // Int. Endod. J. – 2011; 44: 1128–33.
32. Marin-Bauza G.A., Rached-Junior F.J., Souza-Gabriel A.E. et al. Physicochemical properties of methacrylate resin-based root canal sealers // J. Endod. – 2010; 36: 1531–6.
33. Versiani M.A., Carvalho-Junior J.R., Padilha M.I. et al. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus and Epiphany root canal sealants // Int. Endod. J. – 2006; 39: 464–71.
34. Ђозок A.R., van der Sluis L.W., Wu M.K., Wesselink P.R. Sealing ability of a new polydimethylsiloxane-based root canal filling material // J. Endod. – 2008; 34: 204–7.
35. Kandaswamy D., Venkateshbabu N., Krishna R.G. et al. Comparison of laterally condensed, vertically compacted thermoplasticized, cold free-flow GP obturations: a volumetric analysis using spiral CT // J. Conserv. Dent. – 2009; 12: 145–9.
36. Pashley D.H. Dynamics of the pulpo-dentin complex // Crit. Rev. Oral Biol. Med. – 1996; 7: 104–33.

Фізичні властивості п'яти силерів кореневого каналу

Hui-min Zhou, Ya Shen, Wei Zheng, Li Li, Yu-feng Zheng, Markus Haapasalo

Метою даного дослідження була оцінка зміни pH, в'язкості та інших фізичних властивостей двох нових герметиків кореневого каналу (MTA Fillapex і Endosequence BC) в порівнянні з двома герметиками на основі епоксидної смоли (AH Plus і ThermoSeal) на силіконовій основі (Gutta-flow) та герметика на основі оксиду цинку-евгенолу (Pulp Canal Sealer).

Методи: були дотримані специфікації по ISO 6876/2001. Зміни pH свіжоприготованих і встановлених герметиків оцінювали в період 1 день – 5 тижнів відповідно. В'язкість досліджували при різних швидкості введення (72, 10 і 5 мм/мін) і кімнатній температурі за допомогою шприц-системи Instron 3360 серії – універсальної системи тестування.

Результати. Витрата, зміна розмірів, розчинність і товщина плівки всіх протестованих герметиків відповідали рекомендаціям по ISO 6876/2001. MTA Fillapex мав вищу витрату (об'єм потоку), ніж Endosequence BC-герметик ($P < 0,05$). MTA Fillapex і герметик Endosequence BC мали найвищі показники товщини плівки серед протестованих зразків. Endosequence BC-герметик мав найбільше значення розчинності, яке склало 3% масової долі, рекомендованих у відповідності ISO 6876/2001, і продемонстрував прийнятну зміну розмірів. Герметики MTA Fillapex і Endosequence BC мали лужний pH весь час. Значення pH свіжих зразків герметиків AH Plus і ThermoSeal було лужним спочатку, але значно зменшилося після 24-х годин. В'язкість тестованих матеріалів підвищується із зменшенням швидкості інжектування.

Висновки. Тестовані матеріали були псевдопластичними згідно їх в'язкості, як визначено в даному дослідженні. MTA Fillapex і Endosequence BC володіють порівняними значеннями текучості і стабільністю розмірів, але вищими значеннями товщини плівки і розчинності, ніж інші герметики, що випробувалися (J.Endod. – 2013; 39: 1281–1286)

Ключові слова: текучість, зміна pH, фізичні властивості, цемент кореневого каналу, трикальцій силікат, силер, в'язкість.

Physical properties of 5 root canal sealers

Hui-min Zhou, Ya Shen, Wei Zheng, Li Li, Yu-feng Zheng, Markus Haapasalo

Introduction: the aim of this study was to evaluate the pH change, viscosity and other physical properties of 2 novel root canal sealers (MTA Fillapex and Endosequence BC) in comparison with 2 epoxy resin-based sealers (AH Plus and ThermoSeal), a silicone-based sealer (Gutta-Flow), and a zinc oxide-eugenol-based sealer (Pulp Canal Sealer).

Methods. ISO 6876/2001 specifications were followed. The pH change of freshly mixed and set sealers was evaluated during periods of 1 day and 5 weeks, respectively. The viscosity was investigated at different injection rates (72, 10, and 5 mm/min) at room temperature by using a syringe-based system that was based on the Instron 3360 series universal testing system.

Results. The flow, dimensional change, solubility, and film thickness of all the tested sealers were in agreement with ISO 6876/2001 recommendations. The MTA Fillapex sealer exhibited a higher flow than the Endosequence BC sealer ($P < 0.05$). The MTA Fillapex and Endosequence BC sealers showed the highest film thicknesses among the tested samples. The Endosequence BC sealer exhibited the highest value of solubility, which was in accordance with 3 % mass fraction recommended by the ISO 6876/2001, and showed an acceptable dimensional change. The MTA Fillapex and Endosequence BC sealers presented an alkaline pH at all times. The pH of fresh samples of the AH Plus and ThermoSeal sealers was alkaline at first but decreased significantly after 24 hours. The viscosity of the tested sealers increased with the decreased injection rates.

Conclusions. The tested sealers were pseudoplastic according to their viscosities as determined in this study. The MTA Fillapex and Endosequence BC sealers each possessed comparable flow and dimensional stability but higher film thickness and solubility than the other sealers tested. (J Endod 2013;39:1281–1286)

Key words: flow, pH change, physical properties, root canal cements, tricalcium silicate sealer, viscosity.

Hui-min Zhou, PhD –

Center for Biomedical Materials and Engineering, College of Material Science and Chemical Engineering, Harbin Engineering University, Harbin, China.

Division of Endodontics, Department of Oral Biological and Medical Sciences, Faculty of Dentistry, University of British Columbia, Vancouver, British Columbia, Canada.

Ya Shen, DDS, PhD –

Division of Endodontics, Department of Oral Biological and Medical Sciences, Faculty of Dentistry, University of British Columbia, Vancouver, British Columbia, Canada.

Wei Zheng, PhD –

Center for Biomedical Materials and Engineering, College of Material Science and Chemical Engineering, Harbin Engineering University, Harbin, China.

Li Li, PhD –

Center for Biomedical Materials and Engineering, College of Material Science and Chemical Engineering, Harbin Engineering University, Harbin, China.

Yu-feng Zheng, PhD –

Center for Biomedical Materials and Engineering, College of Material Science and Chemical Engineering, Harbin Engineering University, Harbin, China.

State Key Laboratory for Turbulence and Complex Systems and Department of Materials Science and Engineering, College of Engineering, Peking University, Beijing, China

Markus Haapasalo, DDS –

Division of Endodontics, Department of Oral Biological and Medical Sciences, Faculty of Dentistry, University of British Columbia, Vancouver, British Columbia, Canada.

Источник публикации: Zhou et al. // JOE. – Volume 39, number 10, October 2013.

66-й КИЇВСЬКИЙ МІЖНАРОДНИЙ СТОМАТОЛОГІЧНИЙ ФОРУМ ТА ВИСТАВКА

МЕДВІН:
Стоматологічні виставки
№1 в Україні

СТОМАТОЛОГІЯ `2014

УКРАЇНА, КИЇВ,
вул. САЛЮТНА, 2-Б,
ст. м. "НИВКИ"

 КИЇВ Е К С П О П Л А З А

**3-6
вересня**



4 вересня ПЕРШИЙ З'ЇЗД СТОМАТОЛОГІВ УКРАЇНИ

В ПРОГРАМІ ФОРУМУ:
Міжнародний лекторій АСУ
"Сучасні технології лікування та
профілактики в практичній стоматології".
Демонстрації на стендах учасників
та виставковому майдані.

**План стоматологічних
виставок на 2014 рік**

КИЇВ 3 - 6 вересня

66-й Київський міжнародний стоматологічний форум та виставка
МЕДВІН: СТОМАТОЛОГІЯ
КиївЕкспоПлаза (вул. Салютна, 2б)

ОДЕСА 23 - 25 жовтня

виставка національного виробника
при VI (XIII) З'їзді Асоціації Стоматологів
України
в приміщенні готелю "Чорне море"
(парк Шевченка, вул. Маразлівська, 1/20)

18-й Одеський міжнародний стоматологічний форум та виставка

МЕДВІН: СТОМАТЕКСПО
Одеський Національний медичний
університет (вул. Ольгівська, 2)

КИЇВ 3 - 5 грудня

67-й Київський міжнародний стоматологічний форум та виставка
МЕДВІН: ЕКСПОДЕНТАЛ - 2014
Підсумкова виставка АСУ 2014 року
КиївЕкспоПлаза (вул. Салютна, 2б)

**УПОРЯДНИК
ВИСТАВКОВА КОМПАНІЯ
"МЕДВІН":**

Тел./факс: + 380 44 501-03-42,
+ 380 44 501-03-44,
+ 380 44 501-03-66

E-mail: mail@medvin.kiev.ua
www.medvin.kiev.ua

 **АСОЦІАЦІЯ
СТОМАТОЛОГІВ
УКРАЇНИ**
ЗАРЕЄСТРОВАНО В FDI

ЗА ПІДТРИМКИ:
 КОМІТЕТ ВЕРХОВНОЇ РАДИ УКРАЇНИ
з питань ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я,
МАТЕРИНСТВА ТА ДИТИНСТВА;
МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ.

**ВИСТАВКИ
МЕДВІН**