

## ВИВЧЕННЯ МЕХАНИЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ЕМАЛІ ПОСТІЙНИХ ЗУБІВ У ПЕРІОД ВТОРИННОЇ МІНЕРАЛІЗАЦІЇ МЕТОДОМ НАНОІНДЕНТУВАННЯ

ВИВЧЕННЯ МЕХАНИЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ЕМАЛІ ПОСТІЙНИХ ЗУБІВ У ПЕРІОД ВТОРИННОЇ МІНЕРАЛІЗАЦІЇ МЕТОДОМ НАНОІНДЕНТУВАННЯ – За допомогою методу наноіндентування вивчено *in vitro* основні механічні властивості 15 зразків емалі постійних зубів, які щойно прорізалися. Встановлено залежність показників мікротвердості та модуля пружності незрілої емалі постійних зубів від локалізації (зона горбка, зона екватора, пришийкова зона) та глибини дослідження.

ИЗУЧЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ЭМАЛИ ПОСТОЯННЫХ ЗУБОВ В ПЕРИОД ВТОРИЧНОЙ МИНЕРАЛИЗАЦИИ МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ – С помощью метода наноиндентирования изучено *in vitro* основные механические свойства 15 образцов эмали постоянных зубов, которые только что прорезались. Установлена зависимость показателей микротвердости и модуля упругости незрелой эмали постоянных зубов от локализации (зона бугорка, область экватора, пришийковая зона) и глубины исследования.

STUDYING OF MECHANICAL FEATURES OF ENAMEL OF PERMANENT TEETH IN THE PERIOD OF SECONDARY MINERALIZATION BY NANOINDENTATION METHOD – Basic mechanical properties of 15 samples of just erupted permanent teeth enamel were investigated *in vitro* by the method of nanoindentation. It was revealed that indexes of microhardness and tensile modulus of immature enamel of permanent teeth depends on localization (area of cusp, area of equator, precervical area) and research depth.

**Ключові слова:** емаль, постійні зуби, мікротвердість, наноіндентування.

**Ключевые слова:** эмаль, постоянные зубы, микротвердость, наноиндентирование.

**Key words:** enamel, permanent teeth, microhardness, nanoindentation.

**ВСТУП** Актуальність дослідження властивостей емалі зубів зумовлена унікальними характеристиками та функціями цієї тканини [1], високим рівнем розповсюдження та інтенсивності захворювань твердих тканин зубів, особливо у дітей в період вторинної мінералізації [2], стрімким розвитком новітніх технологій, які дозволяють проводити дослідження на сучасному науковому рівні.

Одним з показників механічної щільності та резистентності є твердість тканин зуба. Вона пов'язана з гістологічною будовою емалі та її фізико-хімічними змінами, які відбуваються в результаті впливу різних екто- та ендогенних факторів [3, 4]. Зміни значень твердості емалі визнано інформативним кількісним методом для оцінки стану твердих тканин зубів [4–7]. Дослідження цих параметрів дає можливість вивчати механічну природу здорової та ураженої емалі в різні вікові періоди та підвищення ефективності профілактичних та лікувальних заходів [3–14].

Однією з методик визначення твердості матеріалу є індентування (втиснення у поверхню зразка спеціального інструмента – індентера), яке може проводитися на різних рівнях (макро, мікро, нано). На сьогодні найбільш точним, теоретично й експериментально підтвердженим методом дослідження структурно-чутливих характеристик матеріалів є метод визначення твердості шляхом втиснення 3-гранного індентера Берковича з наступним

визначенням результату з точністю до 1 нм (наноіндентування). Даний метод є перспективним для дослідження надкрихких наноструктурних матеріалів із використанням крайового ефекту і реєстрацією крайового сколу при безперервному навантаженні індентера [15,16]. Мікро- та наноіндентування широко використовують вітчизняні та іноземні науковці в стоматології [3–15,17], однак результатів вивчення механічних властивостей незрілої емалі постійних зубів ми не знайшли.

Тому актуальним є вивчення механічних властивостей емалі постійних зубів у період вторинної мінералізації методом наноіндентування.

Метою дослідження було вивчення *in vitro* механічних властивостей емалі постійних зубів безпосередньо після їх прорізування.

**МАТЕРІАЛИ І МЕТОДИ** Для проведення дослідження було використано 15 зразків емалі постійних зубів, що прорізалися в однаковий термін.

Зразки емалі отримували з постійних зубів, які були видалені за ортодонтичними показаннями (премоляри 11–13-річних дітей, не пізніше 6 місяців після прорізування). Одразу після видалення корені зубів відрізали, відступивши 2–3 мм від рівня емалево-цементного з'єднання, та видаляли залишки м'яких тканин. Коронарні сегменти очищали за допомогою циркулярної щітки та полірувальної пасти. Усі зразки під час дослідження не обробляли ніякими лікувально-профілактичними засобами. Зразки емалі для досліджень отримували шляхом хрестоподібного розтину коронкової частини зубів за допомогою алмазного диска товщиною 0,2 мм під струменем води. Надалі отримані фрагменти фіксували в акриловій пластмасі та виготовляли шліфи шляхом полірування замшею та алмазним порошком із поступовим зниженням дисперсності останнього від 5 до 0,1 мкм. Перед дослідженням поверхню зразків обробляли 96 % етанолом для видалення забруднень.

Дослідження емалі постійних зубів методом наноіндентування проводилися на приладі "Мікрон-гамма" (рис. 1) шляхом безперервного впровадження в поверхню твердого індентера (алмазної 3-гранної піраміди Берковича) з реєстрацією в автоматизованому режимі глибини його проникнення (h) і сили втиснення (P) за методом DSI (Depth Sensing Indentation) відповідно до стандарту ISO 14577-4). Результати отримували у вигляді графічних діаграм впровадження (ДВ), що представляють залежність

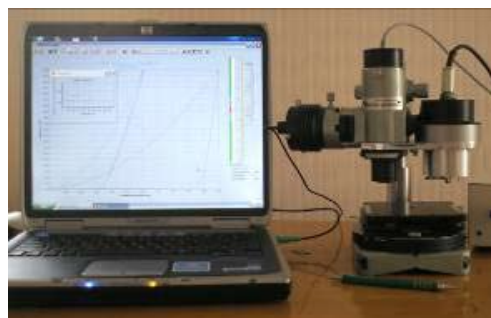


Рис. 1. Прилад для індентування "Мікрон-гамма".

сили навантаження  $P$  від глибини проникнення  $h$  (рис. 2), а також у вигляді цифрової бази даних. За характерними параметрами ДВ:  $h_{max}$ ,  $P_{max}$ ,  $S$ ,  $h_1$ ,  $h_2$  на локальній ділянці поверхні за методом Олівера та Фара визначали значення мікротвердості  $H$ , модуля пружності  $E$ , роботи пружного відновлення, коефіцієнт пластичності  $\delta$  та ін. [18].

Мікромеханічні дослідження емалі проводили в пришийковій ділянці (на відстані 1,5 мм від анатомічної шийки зуба), в ділянці екватора та у ділянці щічного горбка на усю глибину з кроком 50 мкм (рис. 3) при навантаженні на індентер в 1 г (10 мН) та 10 г (10 сН). Швидкість індентування була стандартною та становила відповідно 0,1 та 1 г/с.

Дослідження виконано у відділі фізико-хімічних досліджень матеріалів (завідувач відділу – академік НАН

України Г. М. Григоренко) Інституту електрозварювання імені Є. О. Патона НАН України. Особливу подяку висловлюють старшому науковому співробітнику, канд. тех. наук Ю. А. Хохловій.

Статистичну обробку результатів лабораторних та клінічних досліджень проводили з використанням програм МЕДСТАТ. Враховували середню арифметичну ( $M$ ) та стандартну похибку середньої арифметичної ( $m$ ). Достовірність відмінностей середніх величин оцінювали з використанням  $t$ -критерію Стьюдента.

**РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ**  
Результати дослідження мікромеханічних властивостей незрілої емалі постійних зубів методом наноіндентування представлено в таблиці 1.

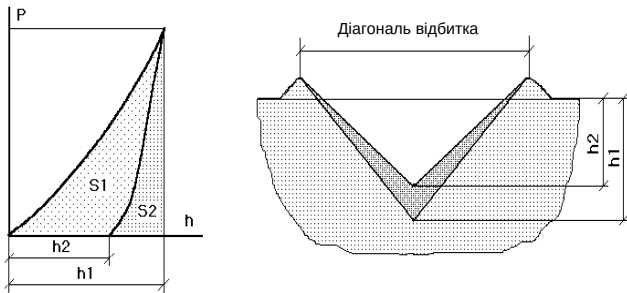


Рис. 2. Діаграма навантаження і переріз відбитка.



Рис. 3. Електронне фото поверхні шліфа емалі під час дослідження (SEM,  $\times 100$ ).

Таблиця 1. Мікротвердість та модуль пружності різних ділянок незрілої емалі постійних зубів

Ділянка дослідження	Параметр дослідження	
	H (твердість за Мейсром), ГПа	E (модуль пружності), ГПа
Пришийкова зона	$3,15 \pm 0,25$	$61,2 \pm 7,3$
Зона екватора	$3,38 \pm 0,22$	$67,5 \pm 6,8$
Зона горбка	$3,35 \pm 0,31$	$72,4 \pm 8,2$

Результати дослідження свідчать про те, що середня мікротвердість незрілої емалі постійних зубів дорівнює ( $3,3 \pm 0,41$ ) ГПа, що в цілому є нижчим за аналогічні показники мікротвердості ( $3,8-4,9$  ГПа) для емалі постійних зубів у юнацькому віці та дорослих за даними літератури [5, 8–11]. Це може підтверджувати гіпотезу про взаємозв'язок хімічного складу та механічних властивостей твердих тканин зубів [3, 4, 7, 8, 11, 15] та вказувати на недостатній рівень мінералізації емалі постійних зубів, які щойно прорізалися [19].

Товщина досліджуваної емалі в зоні горбка була найбільшою та коливалася у межах 1,45–1,81 мм, в зоні екватора – 0,67–1,3 мм, у пришийковій зоні – 0,26–0,35 мм.

Найбільше середнє значення мікротвердості емалі вздовж коронки було виявлено в ділянці екватора – ( $3,38 \pm 0,22$ ) ГПа. У ділянці горбка аналогічний показник був на 0,9 % меншим та дорівнював ( $3,35 \pm 0,31$ ) ГПа, у пришийковій зоні – ( $3,15 \pm 0,25$ ) ГПа (6,8 %). Достовірної різниці між значеннями мікротвердості незрілої емалі постійних зубів досліджуваних ділянок встановлено не було ( $p > 0,05$ ).

Також було встановлено зміни значень мікротвердості в різних зонах емалі постійних зубів, які щойно прорізалися, залежно від глибини дослідження (рис. 4).

Отримані дані свідчать, що показники мікротвердості в різних зонах емалі постійних зубів, які щойно прорізалися, змінюються залежно від глибини дослідження.

Найбільша середня мікротвердість поверхневого шару емалі постійних зубів, які щойно прорізалися, була

встановлена в зоні горбка – ( $3,76 \pm 0,42$ ) ГПа та в зоні екватора – ( $3,71 \pm 0,38$ ) ГПа.

У зоні горбка найбільші показники мікротвердості було виявлено на глибині до 450 мкм від поверхні ( $3,73-3,9$  ГПа). Починаючи з глибини 500 мкм, спостерігали поступове зниження показників мікротвердості до  $2,73-2,82$  ГПа на глибині 1200–1500 мкм.

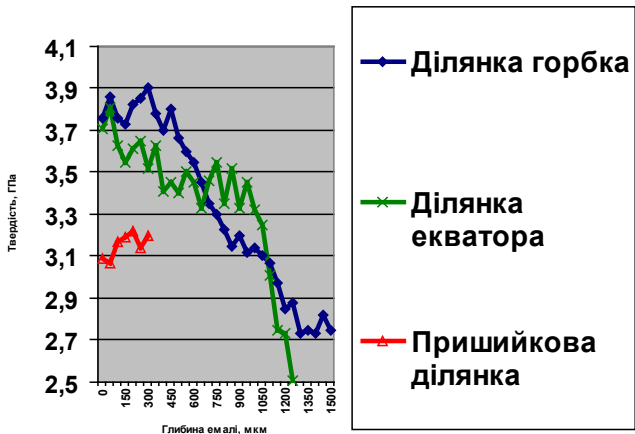


Рис. 4. Залежність мікротвердості незрілої емалі постійних зубів від глибини дослідження.

Найвищі значення мікротвердості в зоні екватора було встановлено на глибині 50 мкм від поверхні (3,76–3,86). Аналогічні показники на глибині від 100 до 1000 мкм коливалися від 3,32 ГПа до 3,65 ГПа. На глибині більше 1100 мкм спостерігали достовірне зменшення мікротвердості до 2,51–2,75 ГПа ( $p < 0,05$ ). Це може бути зумовлено локалізацією в даній зоні ділянок емалі з недостатньою мінералізацією (емалеві пучки) або глибоким проникненням дентину (мікротвердість – 1,2–1,8 ГПа) в емаль.

У пришийковій зоні незрілої емалі постійних зубів найменші показники мікротвердості було зафіксовано на поверхні ( $3,09 \pm 0,37$ ) ГПа та на глибині 50 мкм ( $3,07 \pm 0,43$ ) ГПа. Це може вказувати на те, що пришийкова зона постійних зубів у період вторинної мінералізації є однією з найменш мінералізованих, та відповідно потребує найбільшого карієспрофілактичного впливу.

Значення модуля пружності емалі постійних зубів, які щойно прорізувалися, дорівнювало ( $66,5 \pm 9,11$ ) ГПа та знаходилося в межах значень, які було отримано іншими дослідниками [9, 13, 15]. Найвищий середній показник модуля пружності було встановлено в зоні горбка – ( $72,4 \pm 8,2$ ) ГПа. Результати в зоні екватора ( $67,5 \pm 6,8$ ) ГПа та пришийковій зоні ( $61,2 \pm 7,3$ ) ГПа були відповідно меншими на 6,8 % та 15,2 %, однак різниця була статистично недостовірною ( $p > 0,05$ ). Отримані дані дають змогу зробити припущення, що модуль пружності емалі постійних зубів залежить від товщини емалі та відповідно функціонального навантаження.

**ВИСНОВКИ** Результати проведеного дослідження свідчать про те, що мікротвердість емалі постійних зубів, які щойно прорізувалися, становить ( $3,3 \pm 0,41$ ) ГПа, модуль пружності – ( $66,5 \pm 9,11$ ) ГПа. Встановлено залежність показників мікротвердості та модуля пружності незрілої емалі постійних зубів залежно від локалізації (зона горбка, зона екватора, пришийкова зона) та глибини дослідження. Найвищі значення мікротвердості та модуля пружності незрілої емалі постійних зубів виявлено на поверхні та в підповерхневій ділянці у зонах горбка та екватора, найнижчі – в пришийковій ділянці. Відносно низькі показники мікротвердості незрілої емалі постійних зубів (особливо в пришийковій зоні) можуть вказувати на недостатній рівень карієсрезистентності та відповідно високий ризик виникнення карієсу. Тому з метою запобігання ураження твердих тканин зуба, після прорізування постійних зубів доцільним є призначення мінералізуючих засобів, які підвищуватимуть мікротвердість (карієсрезистентність) емалі зуба.

#### СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Боровский Е. В. Биология полости рта / Е. В. Боровский, В. К. Леонтьев. – Н. Новгород : Издательство НГМА, 2001. – 304 с.
2. Сороченко Г. В. Клініко-лабораторна оцінка ефективності лікувально-профілактичних зубних паст в профілактиці карієсу : дис. на здобуття наук. ступеня канд. мед. наук : 14.01.22 / Сороченко Григорій Валерійович. – Київ, 2011. – 173 с.
3. Kodaka T. Correlation between microhardness and mineral content in sound human enamel / T. Kodaka, K. Debari, M. Yamada [et al.] // *Caries Res.* – 1992 (26). – P. 139–141.

4. Гайдарова Т. А. Способ прижизненного измерения твердости тканей зуба / Т. А. Гайдарова, Н. А. Еремина, Д. В. Иншаков // *Бюллетень ВСНЦ СО РАМН.* – 2007. – № 6 (58). – С. 92–95.

5. Количественная характеристика упруго-механических свойств эмали и дентина зубов человека с использованием методов акустической микроскопии / Р. Г. Маев, Л. А. Денисова, Е. Ю. Маева [и др.] // *Новое в стоматологии.* – 2001. – № 7. – С. 84–88.

6. Максимовская Л. Н. Влияние отбеливания с использованием диодного лазера на микротвердость эмали зубов *in vitro* / Л. Н. Максимовская, И. Л. Баркова // *Российский стоматологический журнал.* – 2006. – № 1. – С. 10–12.

7. Новые методические возможности исследования плотностных характеристик твердых тканей зубов / А. В. Цимбалитов, О. Л. Пихур, Ю. В. Плоткина [и др.] // *Российский стоматологический журнал.* – 2005. – № 5. – С. 8–9.

8. Ярова С. П. Анализ показателей микротвердости эмали при различном состоянии твердых тканей и глубины микротрещин / С. П. Ярова, И. И. Заболотная // *Запорожский медицинский журнал.* – 2013. – № 4 (79). – С. 117–120.

9. Нанотвердость и модуль Юнга зубной эмали / И. Ю. Лебеденко, С. Д. Атутюнов, С. А. Муслон [и др.] // *Вестник РУДН (серия Медицина).* – 2009. – № 4. – С. 637–638.

10. Возний В. Б. Микротвердість емалі та дентину в різних зонах на сагітальних шліфах перших верхніх премолярів у осіб різних вікових груп / В. Б. Возний // *Український медичний альманах.* – 2009. – Т. 12, № 4. – С. 41–43.

11. Mechanical properties of human dental enamel on the nanometer scale / S. Habelitz, S. J. Marshall, G. W. Jr. Marshall [et al.] // *Arch. Oral Biol.* – 2001. – Vol. 46(2). – P. 173–183.

12. Remineralization Effect of Topical NovaMin Versus Sodium Fluoride (1.1 %) on Caries-Like Lesions in Permanent Teeth / M. V. Golpayegani, Sohrabi A., Biria M. [et al.] // *Journal of Dentistry, Tehran University of Medical Sciences.* – 2012. – Vol. 9, № 1. – P. 68–75. ([www.tums.ac.ir](http://www.tums.ac.ir))

13. Measurement of the microhardness and Young's modulus of human enamel and dentin using an indentation technique / N. Meredith, M. Sheriff, D. J. Setchell [et al.] // *Arch. Oral Biol.* – 1996 (41). – P. 539–545.

14. Spears I. R. A three-dimensional finite element model of prismatic enamel: a reappraisal of the data on the Young's modulus of enamel / I. R. Spears // *J. Dent. Res.* – 1997 (76). – P. 1690–1697.

15. Исследование механических свойств твердых тканей зуба методом наноиндентирования / С. Н. Дуб, А. В. Борисенко, К. Е. Печковский [и др.] // *Современная стоматология.* – № 1(41). – 2008. – С. 25–29.

16. Ищенко А. Я. Оценка механических свойств микроструктурных объектов сварных соединений / А. Я. Ищенко, Ю. А. Хохлова // *Автоматическая сварка.* – № 1. – 2009. – С. 44–47.

17. Швитко Д. Б. Актуальность изучения физико-механических и других свойств материалов, применяемых в стоматологии, методом сканирующей электронной микроскопии / Д. Б. Швитко, А. И. Марахова // *Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований.* – 2015. – № 5. – С. 435–439.

18. Oliver W. C. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / W. C. Oliver, G. M. Pharr // *J. Mater. Res.* – 2004. – Vol. 19 № 1. – P. 341–351.

19. Дослідження *in vitro* поверхневого шару емалі постійних зубів в період вторинної мінералізації / Г. М. Григоренко, Л. О. Хоменко, Г. В. Сороченко [и др.] // *Український стоматологічний альманах.* – 2015. – № 1. – С. 11–15.

Отримано 22.10.15