

DOI: 10.34031/2071-7318-2022-7-12-94-113

¹Романенко А.А., ²Бузов А.А., ^{1,2}Чуев В.П., ¹Дороганов В.А., ¹Онищук В.И., ¹Фанина Е.А.¹Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова²АО «Опытно-экспериментальный завод «ВладМиВа»»

*E-mail: neanas@mail.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМОФТОРСИЛИКАТНОГО СТЕКЛА

Аннотация. В статье представлены результаты проведенного сравнительного анализа стоматологических стеклоиономерных цементов (СИЦ): «AHfil+» (AHL, Соединенное королевство), «Ketac Molar EasyMix» (3M ESPE, США), «Fuji IX GP» (GC, Япония), «ProGlass Nine» (Silmet, Израиль), «Полиакрилин» (ТехноДент, Россия), «Цемион» (ВладМиВа, Россия), «Кемфил» (СтомаДент, Россия) и «Глассин Рест» (Омега-Дент, Россия) по рабочему времени, времени твердения, прочности при сжатии, рентгеноконтрастности, микроструктуре и химическому составу. Показано, что основным компонентом порошков данных СИЦ является измельченное кальциевое («Кемфил»), стронциевое («AHfil +», «Цемион» и «Fuji IX GP»), кальциево-стронциевое («ProGlass Nine», «Полиакрилин» и «Глассин Рест») и лантан-кальциевое алюмофторсиликатное стекло («Ketac Molar EasyMix»). Все они содержат фосфор. Различия порошков по гранулометрическому составу свидетельствуют о различии в технологии помола стекла при их получении. Рабочее время исследованных СИЦ составляет от 1 до 3,5 минут. Требованиям ГОСТ 31578-2012 и ISO 9917-1:2007 не соответствуют по прочности «ProGlass Nine» (36±3 МПа), «Кемфил» (68±6 МПа) и «Глассин Рест» (104±5 МПа), по времени твердения - «ProGlass Nine». «Fuji IX GP» имеет самую высокую прочность (201±33 МПа), остальные СИЦ от 142 до 169 МПа. Все исследованные СИЦ, за исключением нерентгеноконтрастного «ProGlass Nine», обладают рентгеноконтрастностью, соответствующей 1 мм алюминия. По результатам проведенных испытаний рекомендованы для клинического применения врачами-стоматологами «AHfil+», «Ketac Molar EasyMix», «Fuji IX GP», «Полиакрилин» и «Цемион».

Ключевые слова: стеклоиономерный цемент, алюмофторсиликатное стекло, стоматологический материал, стоматология.

Введение. Материалы на основе алюмофторсиликатного стекла нашли широкое применение стоматологии для временного и постоянного пломбирования зубов [1–4], в том числе по ART-методике (атравматическое восстановительное лечение) [5–8]. Такие материалы называют стоматологическими стеклоиономерными цементами (СИЦ). Их отверждение происходит в результате реакции взаимодействия порошка алюмосиликатного стекла и водного раствора полиалкенаатной кислоты или порошкообразной смеси алюмосиликатного стекла и полиакриловой кислоты с водой или водным раствором винной кислоты [9, 10]. При смешивании двух компонентов (порошка и жидкости) происходит поперечное сшивание молекул полимерных кислот ионами, экстрагированными из стекла и отверждение стеклоиономерного цемента [11–13].

Зубочелюстно-лицевая система выполняет функцию первичной обработки пищи, а зубы, являясь ее частью, испытывают развиваемую жевательными мышцами и регулируемую рецепторами пародонта силу – жевательное давление. Стоматологические материалы для восстановления зубов должны быть достаточно прочными, чтобы выдерживать жевательную нагрузку в условиях полости рта. Удобство работы со стоматологическим стеклоиономерным цементом

определяется его сроками схватывания. Это обусловлено тем, что процесс пломбирования зуба или фиксации ортопедической конструкции необходимо успеть закончить до начала схватывания цемента. С другой стороны, конец схватывания должен наступать максимально быстро после начала схватывания. Удлинение интервала между началом и концом схватывания приводит к связанным с ожиданием неудобствам для пациента. На процесс отверждения стеклоиономерного цемента и приемлемость его функциональных характеристик в значительной мере влияет химический состав стекла, входящего в состав порошка СИЦ [14]. Также важна рентгеноконтрастность цемента, так как данное свойство позволяет врачу-стоматологу легко визуализировать его на снимках, оценивать качество лечения и проводить динамическое наблюдение. В связи с вышеизложенным, а также с учетом требований ГОСТ 31578–2012 и международного стандарта ISO 9917–1:2007, критериями оценки СИЦ были выбраны: рабочее время, время твердения, прочность при сжатии, рентгеноконтрастность, микроструктура и химический состав.

Материалы и методы. Микроструктура СИЦ оценивалась методом сканирующей электронной микроскопии на «ТМ3030» (Hitachi,

Япония). Химический состав определялся методом энергодисперсионной спектроскопии при помощи системы рентгеновского энергодисперсионного микроанализа «Quantax EDS» (Bruker Nano GmbH, Германия) и микроскопа «TM3030» (Hitachi, Япония).

Гранулометрический состав определялся методом лазерной дифракции света с технологией PIDS на универсальном жидкостном модуле анализатора размера частиц «LS 13 320» (Beckman Coulter, США) с ультразвуковым гомогенизатором. Применение данного оборудования обеспечивает соответствие испытания требованиям международного стандарта ISO 13320:2020. В качестве среды применялась дистиллированная вода.

Испытание рабочего времени, времени твердения, прочности при сжатии и рентгеноконтрастности СИЦ проводили в соответствии с ГОСТ 31578–2012. Условия проведения испытаний характеризовались стабильной температурой 23 ± 1 °С и относительной влажностью воздуха не менее 30 %.

Рабочее время исследуемых образцов определяли, как интервал времени от начала смешивания до момента, когда цементное тесто при дальнейшем манипулировании теряет свою пластичность. Для определения времени твердения цементным тестом заполнялась металлическая форма, которая через минуту после окончания смешивания помещалась в термостат при 37 ± 1 °С. В образец вертикально опускалась игла прибора Вика. Фиксировался момент, когда игла при погружении прекращает оставлять четкий полный отпечаток. Время твердения - интервал от момента завершения замешивания цемента до момента исчезновения отпечатка иглы на поверхности цементного образца.

При изготовлении пяти образцов для исследования на прочность форму заполняли цементным тестом, уплотняя шпателем, и помещали ее в термостат на один час. Образцы извлекали из формы и помещали в емкости с дистиллированной водой в термостат электрический суховоздушный «ТС-80М-2» (Медлабортехника, Украина) при температуре 37 ± 1 °С. Через 24 часа после окончания смешивания образцы исследовали на прочность путем прикладывания к ним сжимающей нагрузки в направлении продольной оси. Применяли испытательную машину «Instron 3345» (Instron–division of ITW Limited, США) со скоростью движения траверсы 1 мм/мин. Фиксировали значение нагрузки, при которой произошло разрушение образца. Рассчитывали среднее значение и среднеквадратическое отклонение с применением поставляемого с оборудованием программного обеспечения.

При определении рентгеноконтрастности на рентгеновской стоматологической пленке, помещенной на свинцовую пластину, располагали образцы исследуемых СИЦ толщиной 1 мм и диаметром 15 мм, а также алюминиевый ступенчатый клин толщиной от 1 до 8 мм со ступенями высотой 1 мм. При помощи высокочастотного портативного рентген-аппарата «DX3000» (DEXCOWIN, Корея) облучали пленку, а затем проявляли ее. Оценка рентгеноконтрастности проводили путем визуального сравнения по плотности степени почернения пленки на месте изображения исследуемых образцов СИЦ и алюминиевого ступенчатого клина. Материал считается рентгеноконтрастным, если плотность почернения пленки в месте изображения испытуемого образца меньше плотности почернения пленки в месте изображения первой ступеньки алюминиевого клина толщиной 1 мм.

Основная часть. Проведен сравнительный анализ стоматологических стеклоиономерных цементов: «АНfil+» (АНL, Соединенное королевство), «Ketac Molar Easymix» (3M ESPE, США), «Fuji IX GP» (GC, Япония), «ProGlass Nine» (Silmet, Израиль), «Полиакрилин» (ТехноДент, Россия), «Цемион» (ВладМиВа, Россия), «Кемфил» (СтомаДент, Россия) и «Глассин Рест» (Омега-Дент, Россия). Результаты анализа химического состава порошков СИЦ представлены в таблице 1. На рисунках 1 – 8 представлены фрагменты энергодисперсионных спектров порошков СИЦ.

По результатам химического анализа СИЦ методом энергодисперсионной спектроскопии для всех образцов выявлены пики наибольшей интенсивности, соответствующие следующим химическим элементам: Si, Al и O, а также менее интенсивные пики обнаружены для элементов F и P. На основании того, что для «АНfil +», «Цемион» и «Fuji IX GP» выявлен пик Sr, можно сделать вывод о том, что данные СИЦ изготовлены из стеклонеполнителей на основе стронций-алюмо-фтор-силикатных стекол. На основе стеклонеполнителя из кальций-алюмо-фтор-силикатного стекла изготовлен «Кемфил», имеющий пик, соответствующий Ca. Для «ProGlass Nine», «Полиакрилин» и «Глассин Рест» выявлены пики, соответствующие Sr и Ca. Для «Ketac Molar Easymix» выявлены пики, соответствующие Ca и La. В соответствии с инструкцией по применению «Глассин Рест» должен содержать лантан, однако пика, соответствующего лантану, для данного СИЦ не выявлено.

Помимо базовых элементов все исследованные СИЦ содержат от 0,15 до 4,26 % натрия, от 0,13 до 3,84 % бария, от 0,10 до 0,22 % магния, а также от 1,76 до 5,29 % фосфора. Содержание

фтора в них составляет 6,25 – 20,71 %, при этом наименьшим характеризуется «Цемион», а наибольшим – «Глассин Рест».

Таблица 1

Химический состав порошков СИЦ

Элемент	Содержание, масс. %							
	АНfil +	Ketac Molar Easymix	Fuji IX GP	ProGlass Nine	Полиакрилин	Цемион	Кемфил	Глассин Рест
O	35,12±4,4	27,10±2,9	34,50±3,8	40,49±4,2	32,05±3,6	36,05±4,5	37,63±3,7	26,43±3,0
Al	17,07±0,9	12,01±0,5	14,89±0,7	14,79±0,6	14,77±0,7	19,53±1,0	15,83±0,7	13,09±0,6
Si	15,00±0,7	12,58±0,5	14,44±0,6	19,62±0,8	13,56±0,6	11,56±0,5	12,72±0,5	12,38±0,5
Ca	–	12,18±0,4	–	1,70±0,1	1,36±0,1	–	9,00±0,3	6,69±0,2
Sr	16,76±0,7	-	18,00±0,7	9,33±0,4	16,73±0,7	20,41±0,9	-	7,37±0,3
F	10,85±1,6	11,84±1,4	13,84±1,6	9,60±1,2	14,79±1,8	6,25±1,0	18,41±1,9	20,71±2,4
P	4,52±0,2	2,02±0,1	1,76±0,1	2,12±0,1	3,54±0,2	5,29±0,2	3,04±0,1	2,65±0,1
Na	0,31±0,0	2,24±0,2	1,29±0,1	1,86±0,1	0,29±0,0	0,15±0,0	2,92±0,2	4,26±0,3
Ba	0,18±0,0	0,83±0,0	1,06±0,1	0,25±0,0	2,42±0,1	0,57±0,0	0,13±0,0	3,84±0,1
La	–	18,72±0,5	–	–	–	–	–	–
K	–	0,18±0,0	–	–	–	–	0,15±0,0	–
Mg	0,19±0,0	0,13±0,0	0,22±0,0	0,10±0,0	0,19±0,0	0,20±0,0	0,16±0,0	0,16±0,0
Zn	–	0,16±0,0	–	0,13±0,0	0,30±0,0	–	–	2,43±0,1

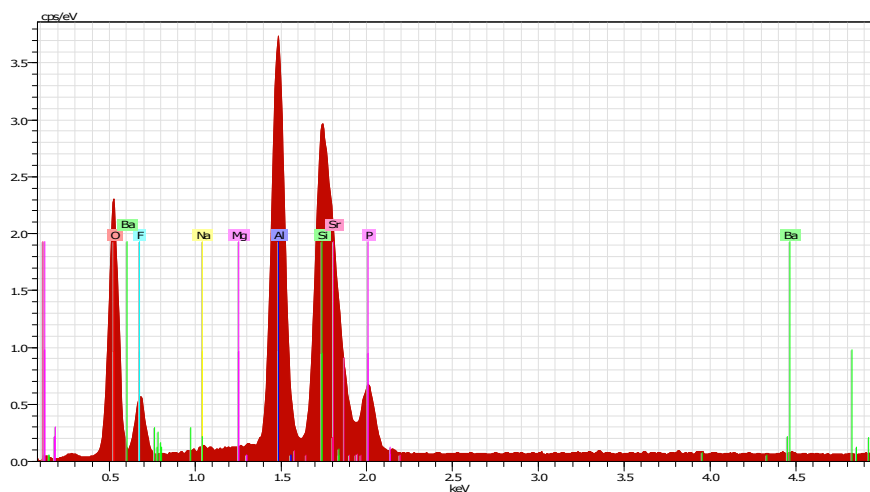


Рис. 1. Фрагмент энергодисперсионного спектра СИЦ «АНfil +»

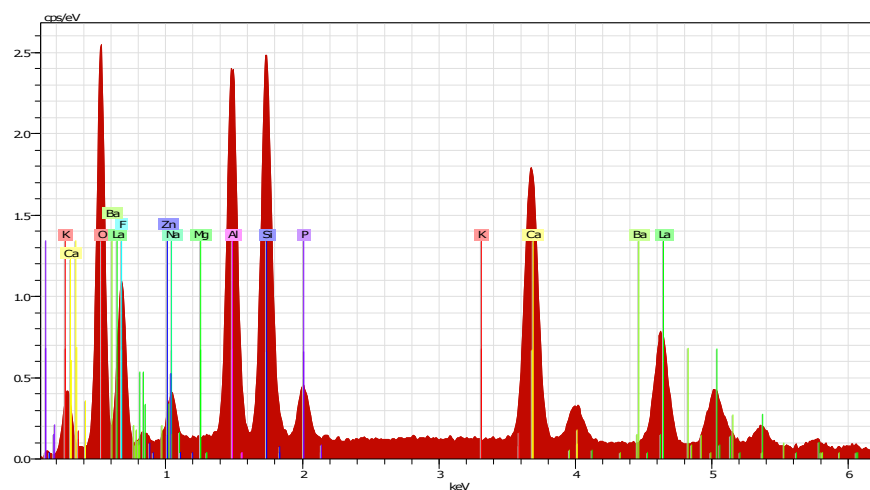


Рис. 2. Фрагмент энергодисперсионного спектра СИЦ «Ketac Molar Easymix»

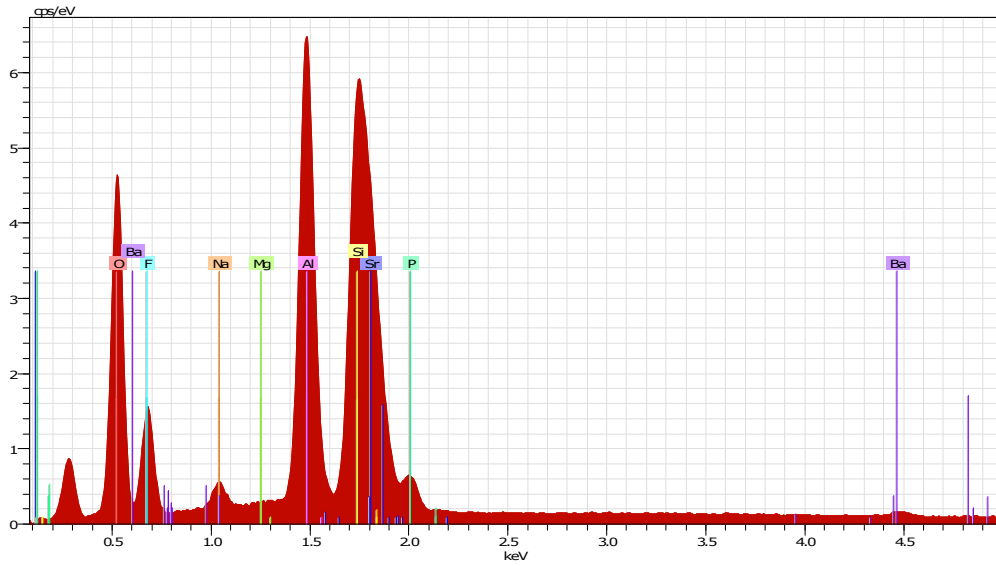


Рис. 3. Фрагмент энергодисперсионного спектра СИЦ «Fuji IX GP»

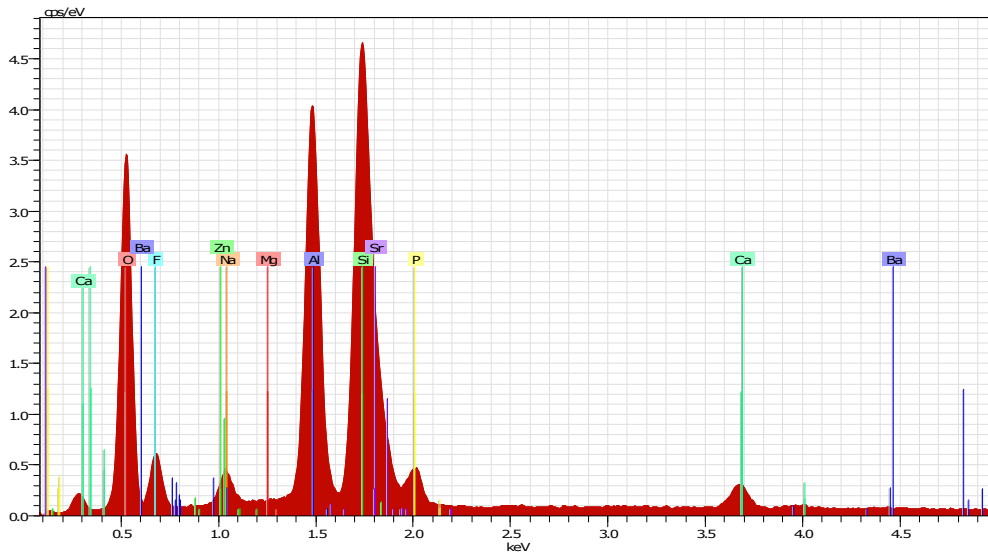


Рис. 4. Фрагмент энергодисперсионного спектра СИЦ «ProGlass Nine»

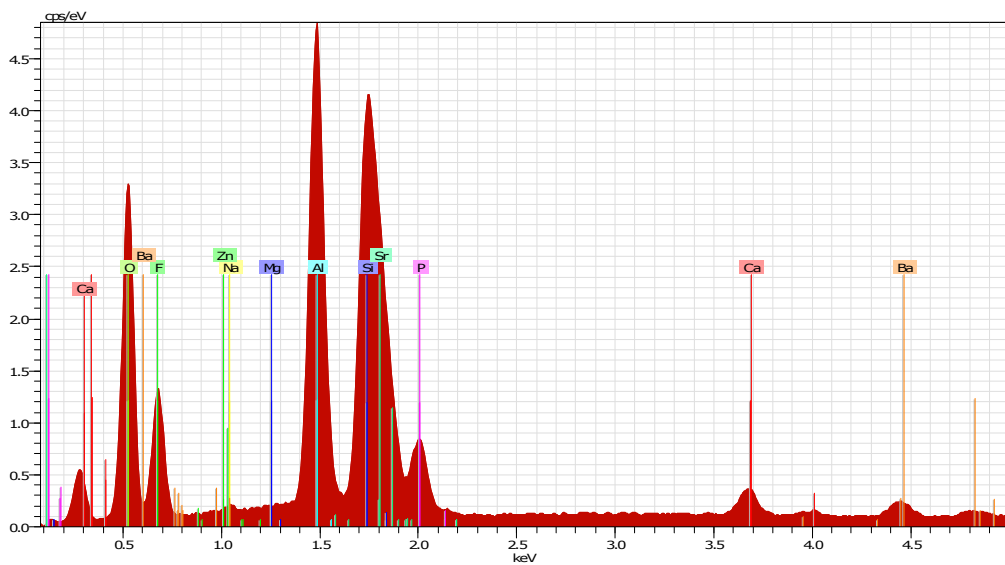


Рис. 5. Фрагмент энергодисперсионного спектра СИЦ «Полиакрилин»

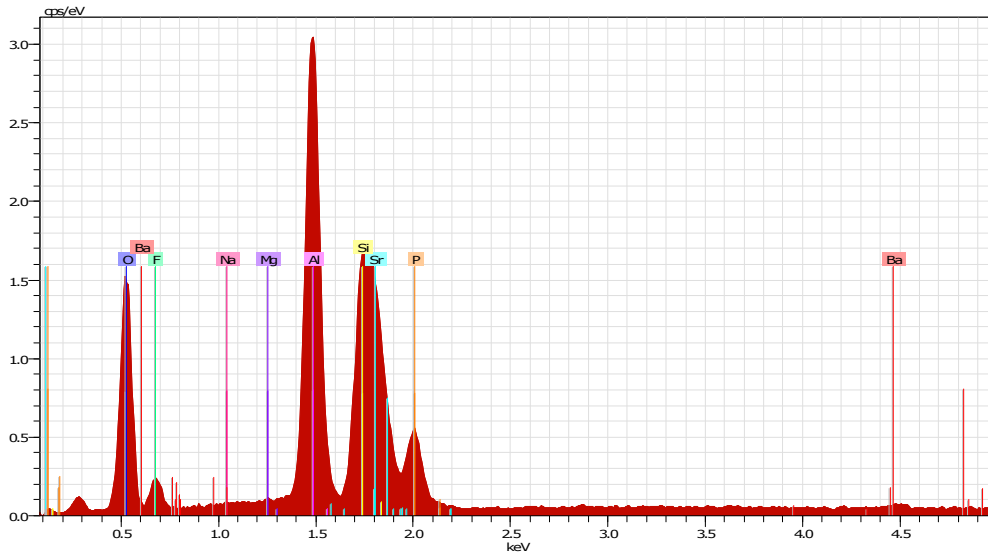


Рис. 6. Фрагмент энергодисперсионного спектра СИЦ «Цемион»

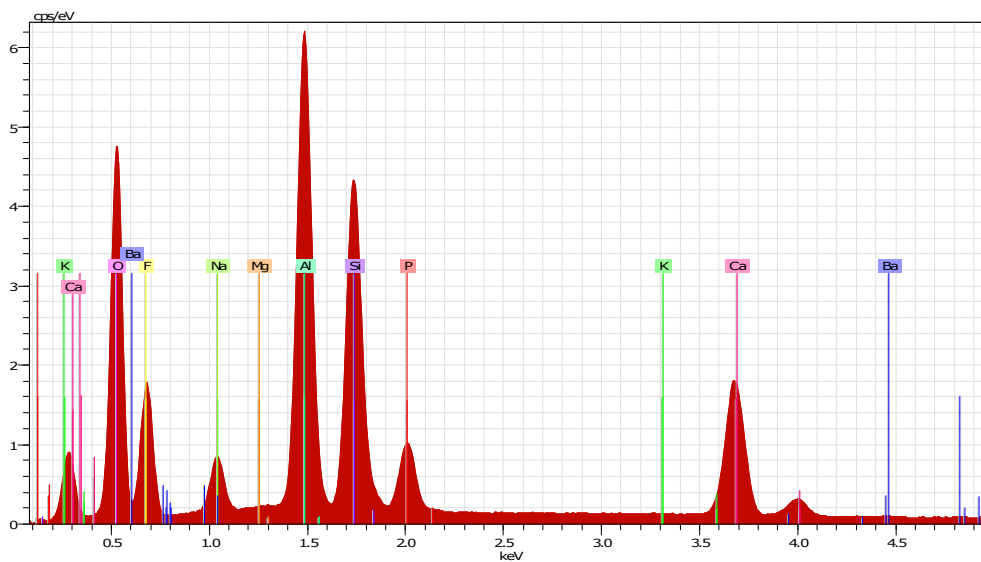


Рис. 7. Фрагмент энергодисперсионного спектра СИЦ «Кемфил»

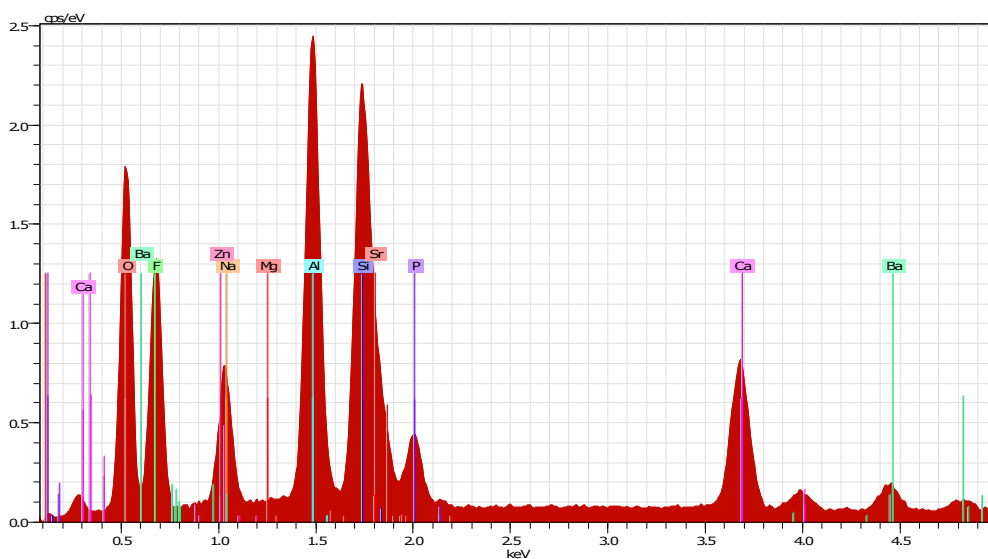


Рис. 8. Фрагмент энергодисперсионного спектра СИЦ «Глассин Рест»

Микроструктура порошков СИЦ представлена на рисунках 9–16. По данным СЭМ они представляют собой порошки, содержащие оскольчатые частицы, поверхность которых плотная, непористая. Конгломераты обнаружены в

«Ketac Molar Easymix», как показано на рисунке 10, что объясняется тем, что при его изготовлении проводится гранулирование порошка для улучшения его смачиваемости и упрощения замешивания [15].

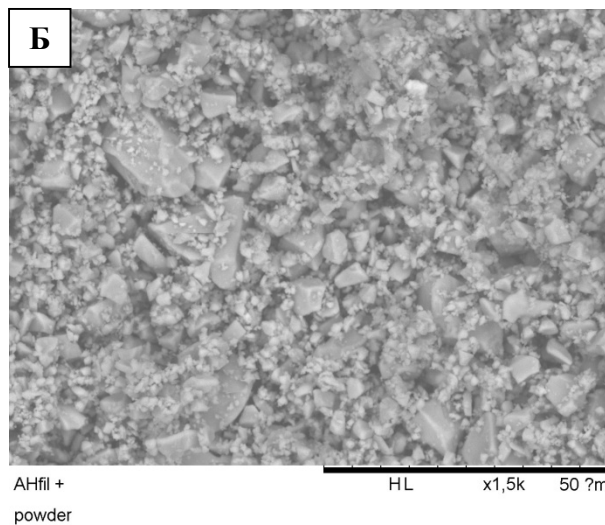
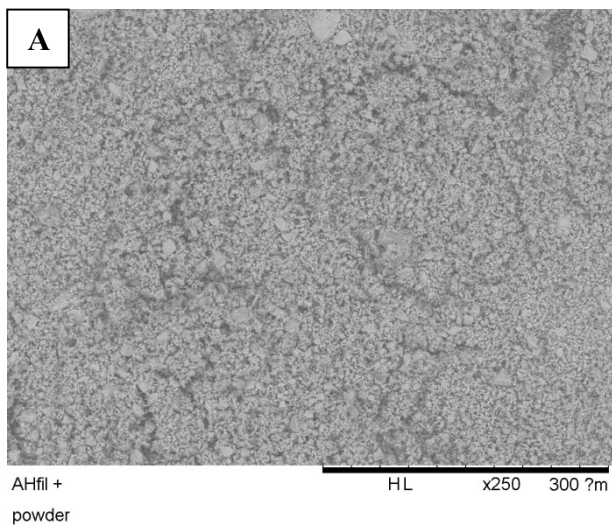


Рис. 9. Микроструктура порошка «AHfil +» при увеличении в 250 раз (А) и в 1500 раз (Б)

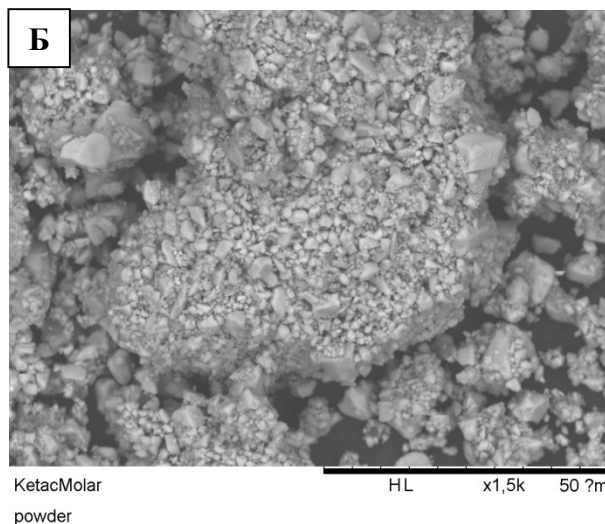
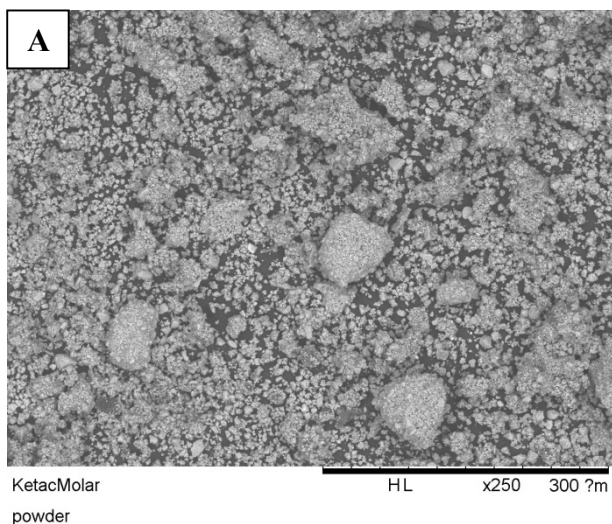


Рис. 10. Микроструктура порошка «Ketac Molar Easymix» при увеличении в 250 раз (А) и в 1500 раз (Б)

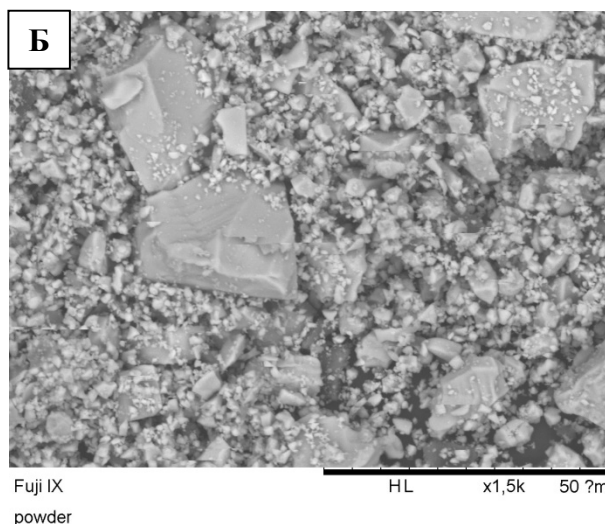
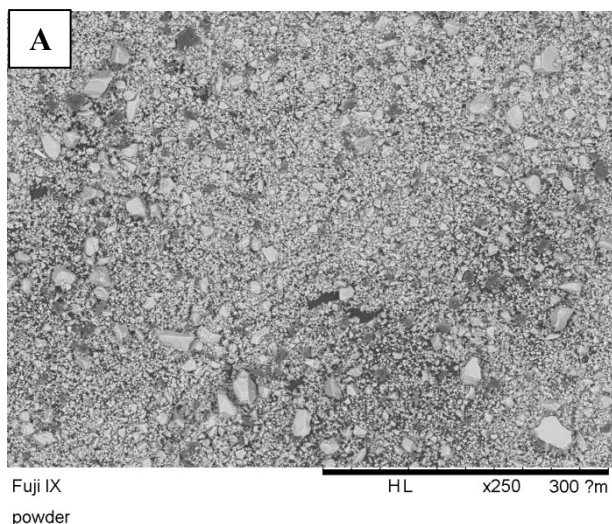


Рис. 11. Микроструктура порошка «Fuji IX GP» при увеличении в 250 раз (А) и в 1500 раз (Б)

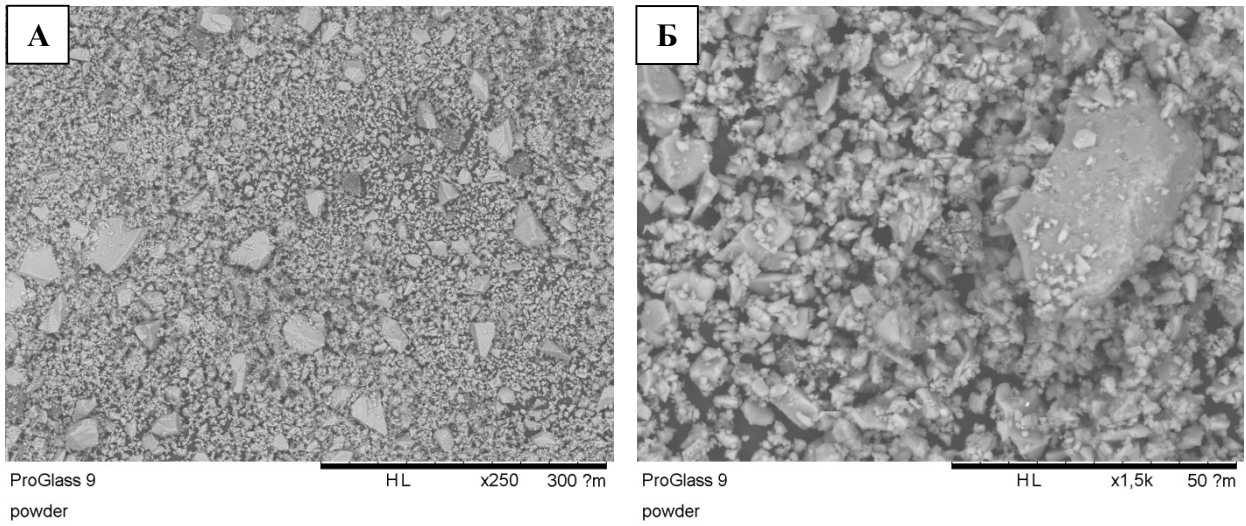


Рис. 12. Микроструктура порошка «ProGlass Nine» при увеличении в 250 раз (А) и в 1500 раз (Б)

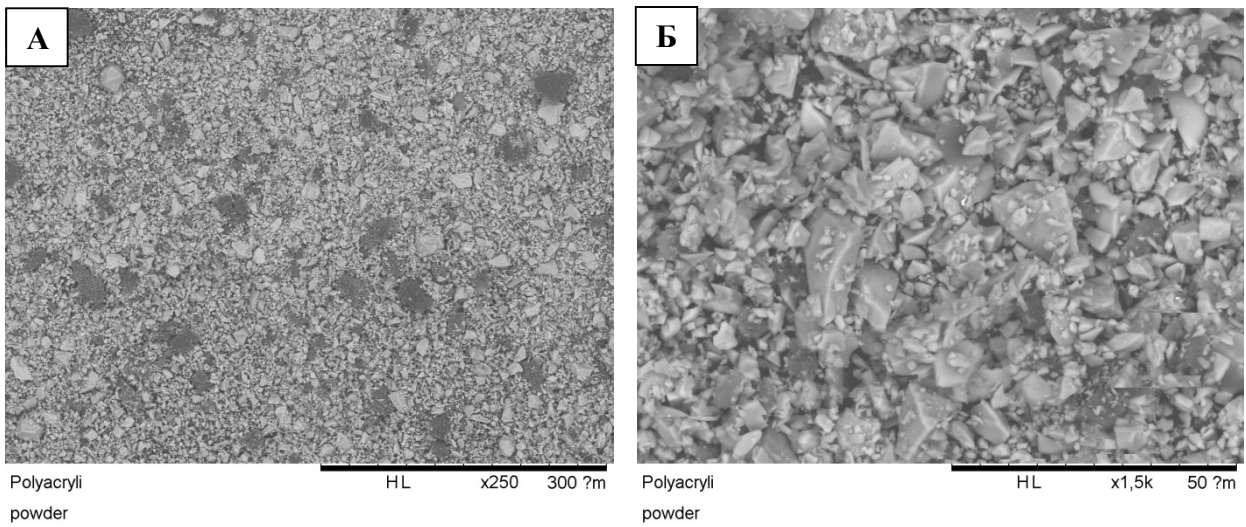


Рис. 13. Микроструктура порошка «Полиакрилин» при увеличении в 250 раз (А) и в 1500 раз (Б)

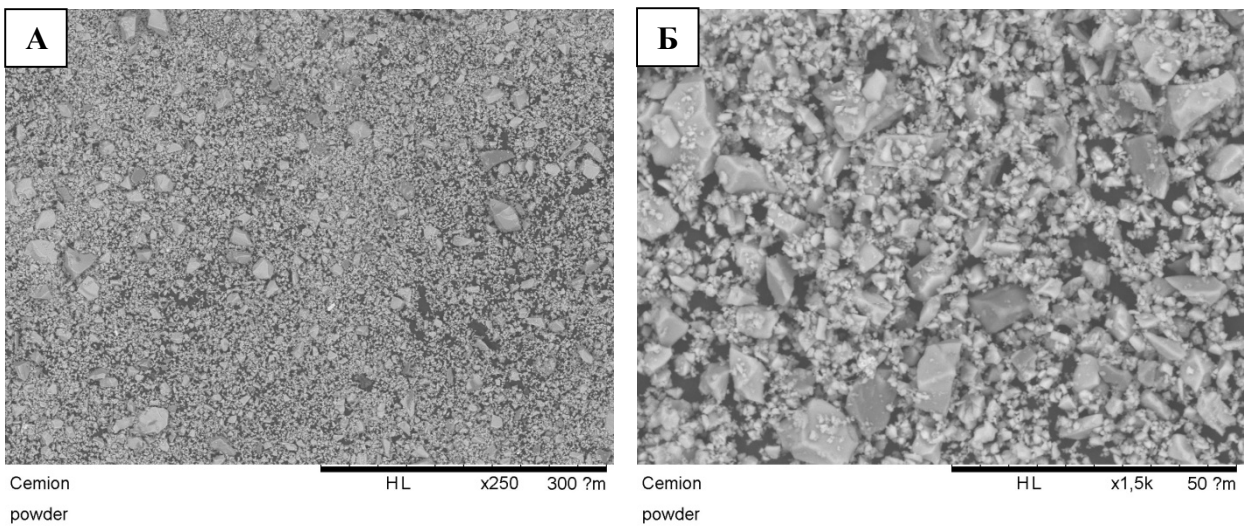


Рис. 14. Микроструктура порошка «Цемион» при увеличении в 250 раз (А) и в 1500 раз (Б)

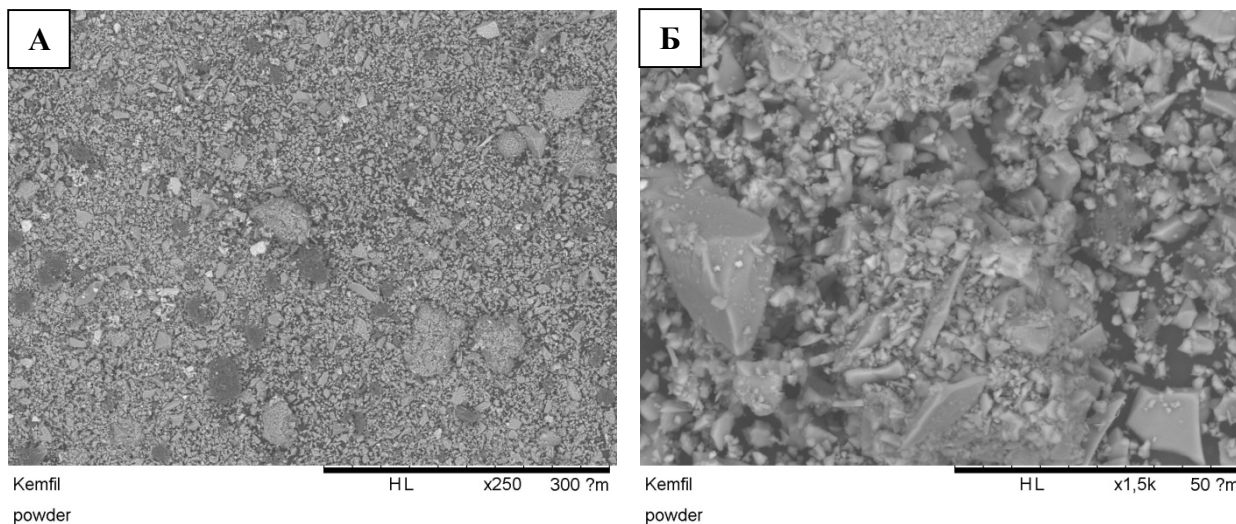


Рис. 15. Микроструктура порошка «Кемфил» при увеличении в 250 раз (А) и в 1500 раз (Б)

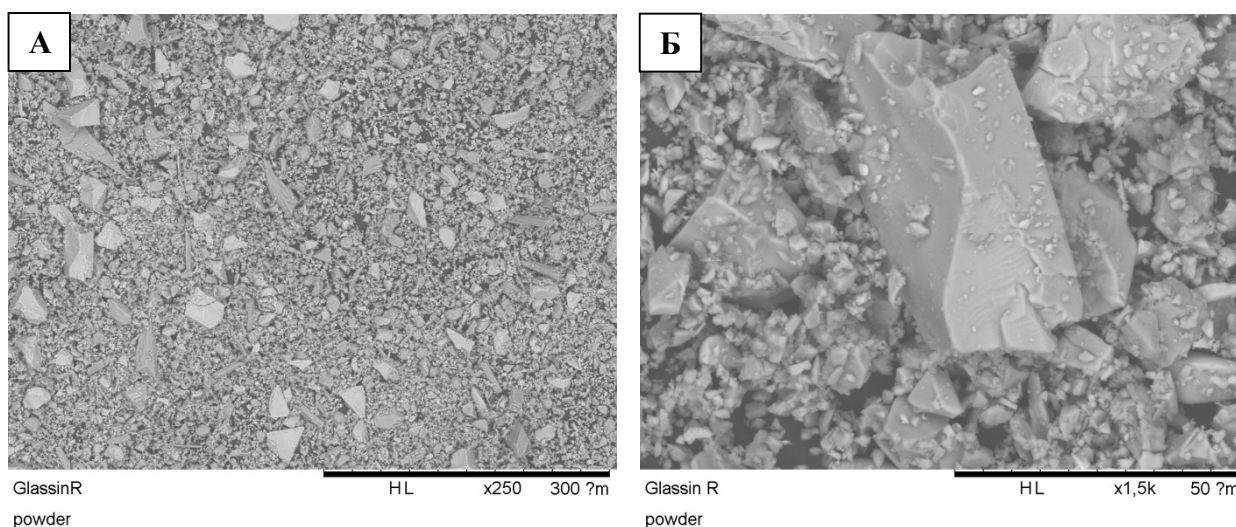


Рис. 16. Микроструктура порошка «Глассин Рест» при увеличении в 250 раз (А) и в 1500 раз (Б)

Результаты гранулометрического анализа представлены в таблице 2, а дифференциальные кривые распределения частиц по размерам – на рисунках 17–24.

«Цемион» и «Ketac Molar Easymix» характеризуются наибольшим содержанием мелких частиц (менее 1 мкм), 10 % их объема занимают частицы размером до 0,34 и 0,38 мкм соответственно. «Полиакрилин» и «Глассин Рест» не содержат частиц размером менее 1 мкм. «Ketac Molar Easymix» характеризуется наиболее мелким размером частиц. «Fuji IX GP» характеризуется наиболее широким бимодальным распределением частиц. Наибольшим средним размером частиц характеризуется «ProGlass Nine» (14,77 мкм). Наименьшим средним размером частиц характеризуется «Ketac Molar Easymix» (5,70 мкм). Полученные данные подтверждаются результатами сканирующей электронной микроскопии. Различия исследованных порошков СИЦ по гранулометрическому составу свидетельствуют о

различии в технологии помола стекла при их получении.

Результаты испытаний функциональных свойств СИЦ представлены в таблице 3. Порошок и жидкость СИЦ замешивали в соответствии с инструкциями изготовителей, однако «Кемфил» и «Глассин Рест» не удалось замешать при заявленном соотношении порошка и жидкости. Для данных СИЦ значения получены при снижении количества порошка в два раза.

Показано, что все исследованные СИЦ характеризуются достаточным рабочим временем. СИЦ «Ketac Molar Easymix» характеризуется наименьшим рабочим временем, которое составляет 1,0 минуту. Рабочее время остальных исследованных СИЦ является более подходящим для их клинического применения и составляет от 2 до 3,5 минут. По времени твердения все СИЦ, за исключением «ProGlass Nine», соответствуют требованиям ГОСТ 31578-2012 и ISO 9917-1:2007 (не более 6 минут). Кроме того, данный СИЦ

имеет наименьшую прочность среди исследованных (36 ± 3 МПа), что не соответствует требованиям ГОСТ 31578-2012 и ISO 9917-1:2007 (не менее 130 МПа). Также не соответствует требованиям нормативной документации по прочности

«Кемфил» и «Глассин Рест». По результатам испытаний «Fuji IX GP» имеет самую высокую прочность (201 ± 33 МПа). Прочность при сжатии остальных СИЦ соответствует нормативным требованиям и составляет 142-169 МПа.

Таблица 2

Гранулометрический состав порошков СИЦ

Критерий оценки частиц	Значение, мкм							
	АНfil +	Ketac Molar Easymix	Fuji IX GP	ProGlass Nine	Полиакрилин	Цемион	Кемфил	Глассин Рест
Среднее значение (Mean)	8,86	5,70	10,15	14,77	8,42	6,38	7,23	11,25
Стандартное отклонение (S.D.)	9,97	8,88	11,40	13,88	6,07	7,60	7,05	9,06
*D10	1,38	0,38	1,52	2,30	2,65	0,34	1,42	2,93
*D25	2,52	1,43	2,78	3,88	3,87	1,18	2,52	4,49
*D50	4,85	3,33	6,04	9,33	6,62	3,37	4,63	8,37
*D75	11,87	6,05	14,15	22,16	11,37	8,61	9,99	15,41
*D90	22,27	13,21	23,29	36,55	16,64	17,74	16,59	23,68

*D10, D25, D50, D75, D90 – частицы меньше указанного размера занимают 10 %, 25 %, 50 %, 75 %, 90 % по объему соответственно.

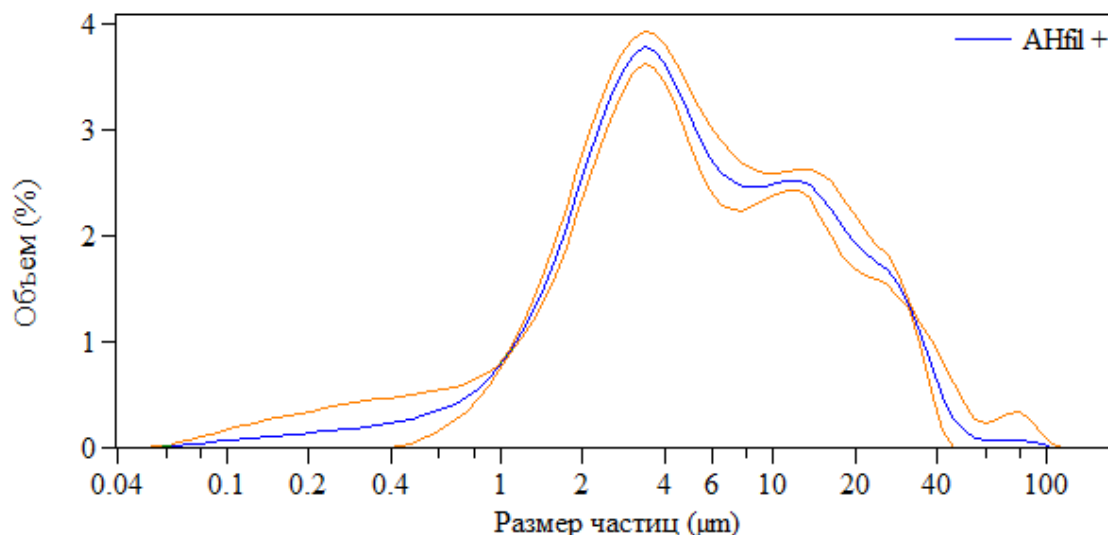


Рис. 17. Дифференциальная кривая распределения частиц СИЦ «АНfil +» по размерам

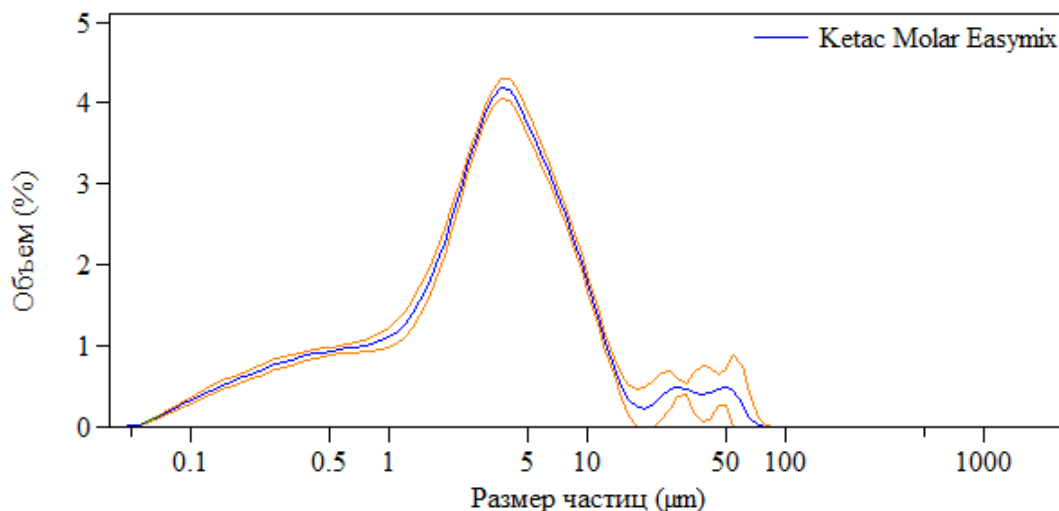


Рис. 18. Дифференциальная кривая распределения частиц СИЦ «Ketac Molar Easymix» по размерам

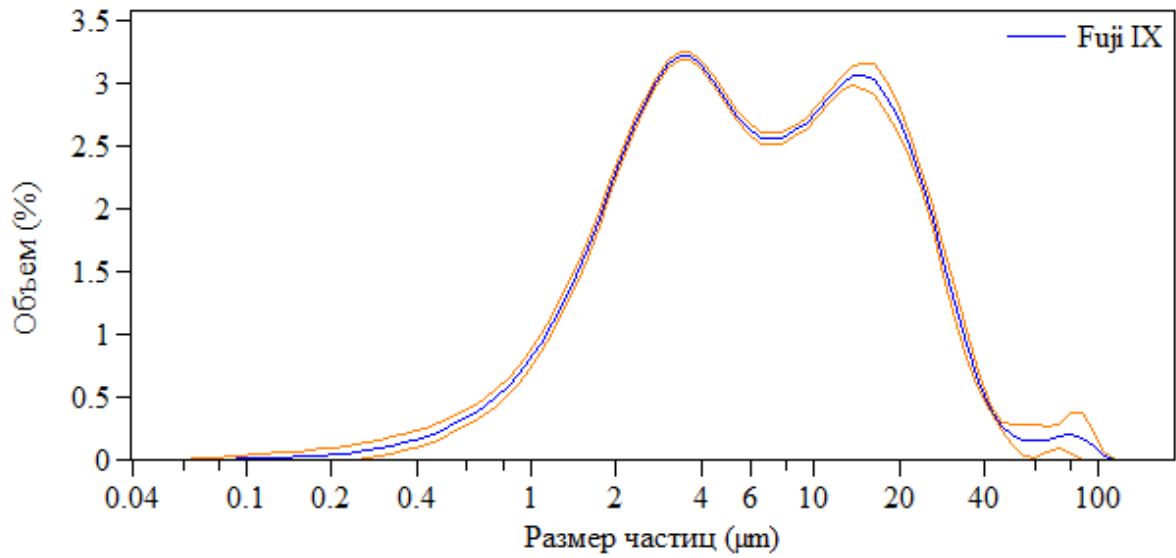


Рис. 19. Дифференциальная кривая распределения частиц СИЦ «Fuji IX GP» по размерам

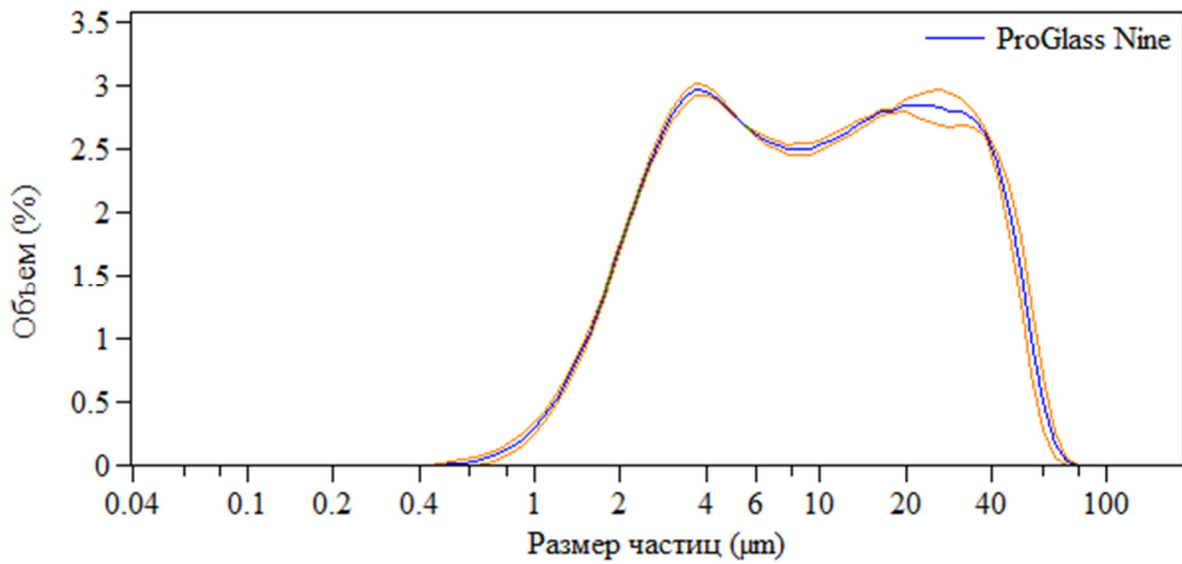


Рис. 20. Дифференциальная кривая распределения частиц СИЦ «ProGlass Nine» по размерам

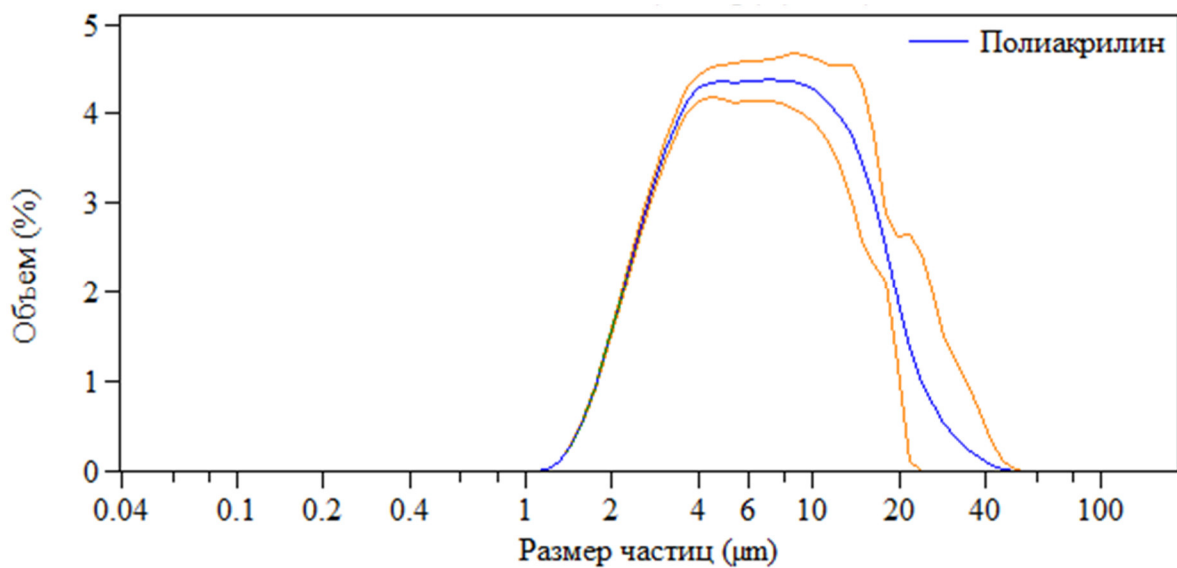


Рис. 21. Дифференциальная кривая распределения частиц СИЦ «Полиакрилин» по размерам

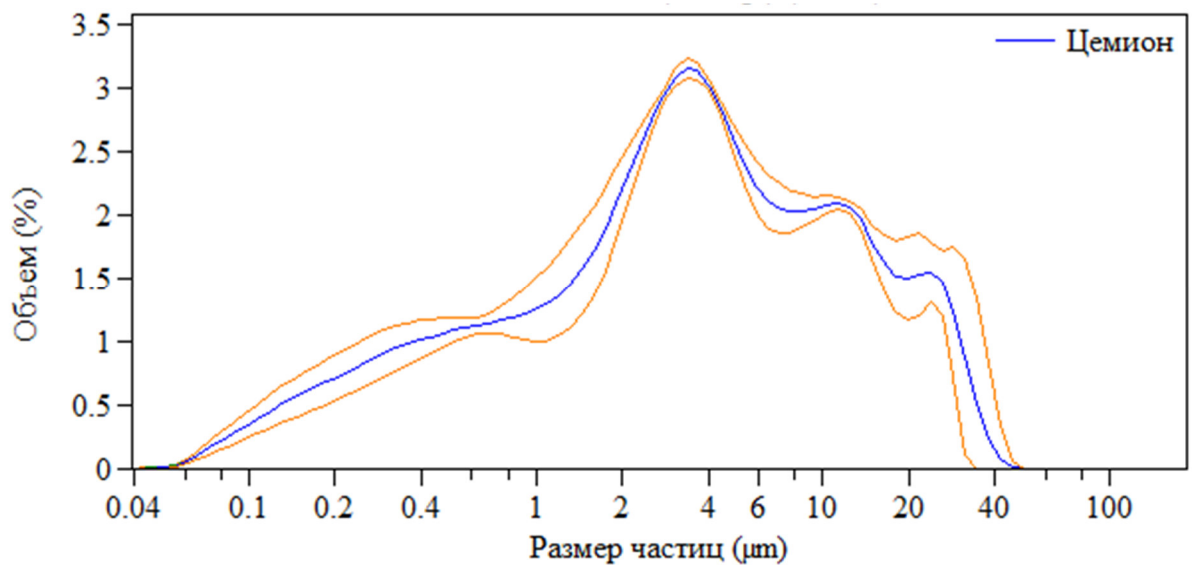


Рис. 22. Дифференциальная кривая распределения частиц СИЦ «Цемион» по размерам

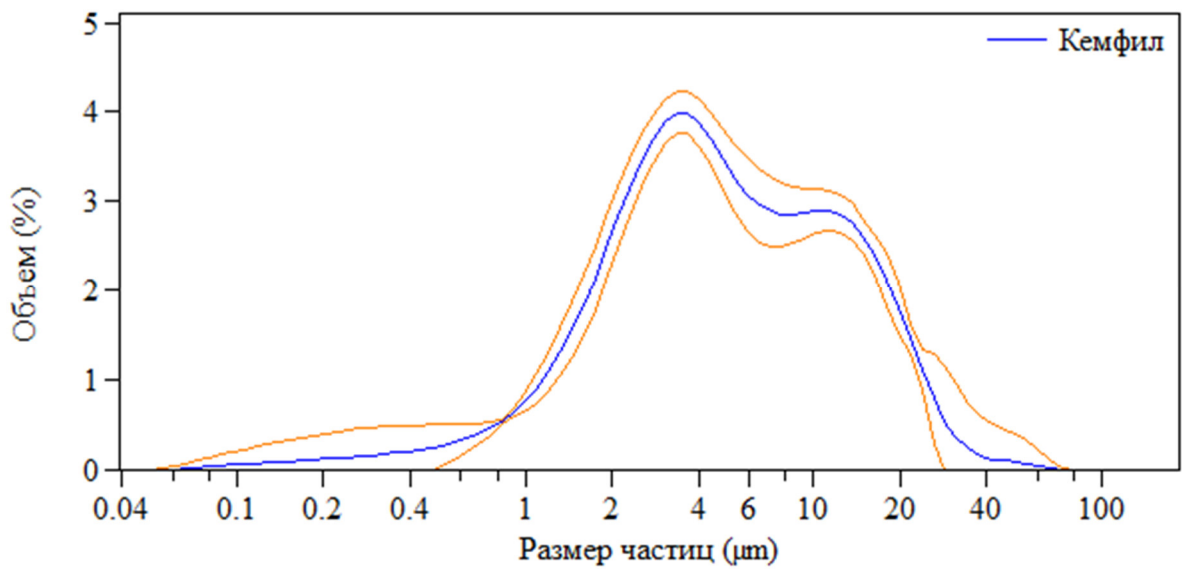


Рис. 23. Дифференциальная кривая распределения частиц СИЦ «Кемфил» по размерам

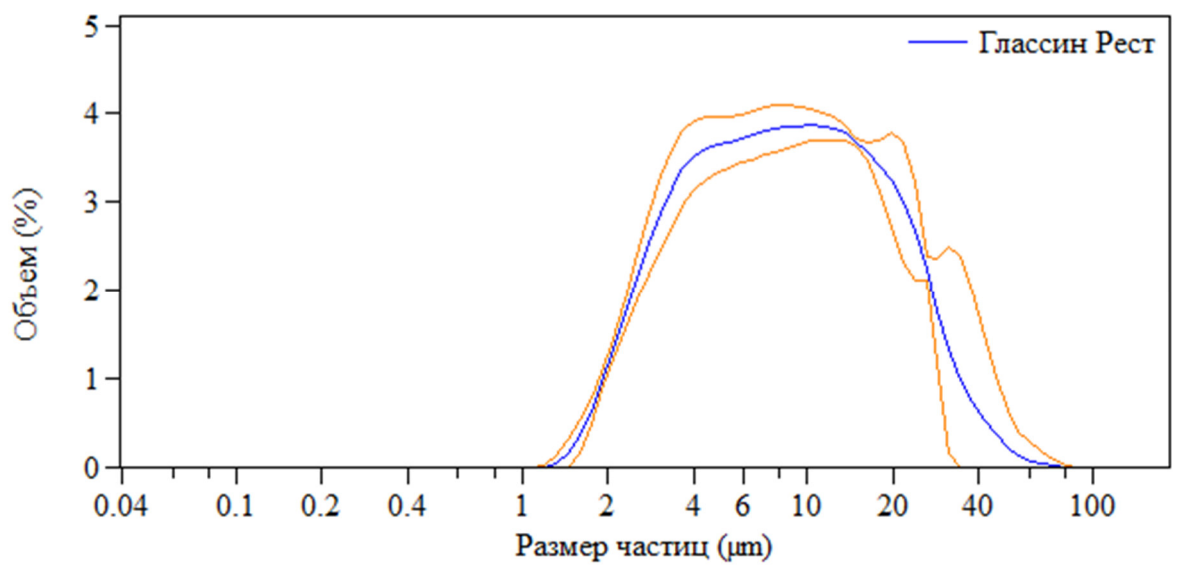


Рис. 24. Дифференциальная кривая распределения частиц СИЦ «Глассин Рест» по размерам

На рисунках 25–32 представлены рентгеновские снимки, на которых слева расположен образец испытуемого цемента, а справа – алюминиевый ступенчатый клин (толщина ступеней увеличивается от 1 до 4 мм сверху вниз). По результатам испытания показано, что все исследованные

СИЦ, за исключением нерентгеноконтрастного «ProGlass Nine», обладают рентгеноконтрастностью, соответствующей 1 степени алюминиевого клина (1 мм алюминия).

Таблица 3

Функциональные свойства СИЦ

	АНfil +	Ketac Molar Easymix	Fuji IX GP	ProGlass Nine	Полиакрилин	Цемион	Кемфил	Глассин Рест
Рабочее время, мин:сек	2:30	1:00	2:30	3:30	2:00	2:40	– (4:00*)	– (1:50*)
Время твердения, мин	3,5	4,0	4,0	11,0	4,5	4,5	– (5,0*)	– (4,0*)
Прочность при сжатии, МПа	169±6	158±5	201±33	36±3	150±7	142±6	– (68±6*)	– (104±5*)

*значения получены при снижении количества порошка в два раза.

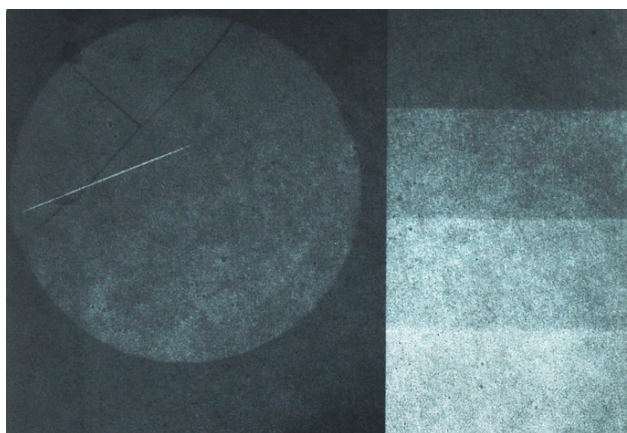


Рис. 25. Рентгеновский снимок СИЦ «АНfil +» и алюминиевого ступенчатого клина

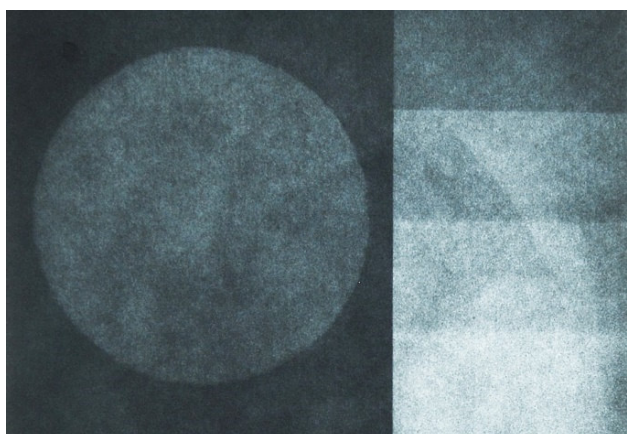


Рис. 26. Рентгеновский снимок СИЦ «Ketac Molar Easymix» и алюминиевого ступенчатого клина

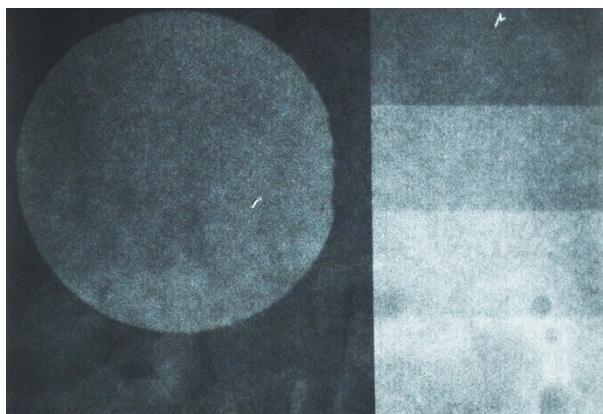


Рис. 27. Рентгеновский снимок СИЦ «Fuji IX GP» и алюминиевого ступенчатого клина

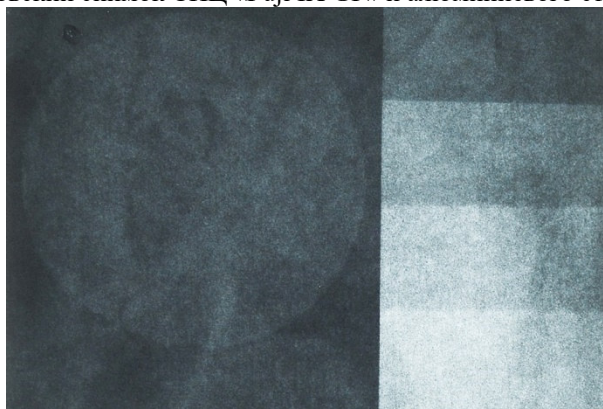


Рис. 28. Рентгеновский снимок СИЦ «ProGlass Nine» и алюминиевого ступенчатого клина

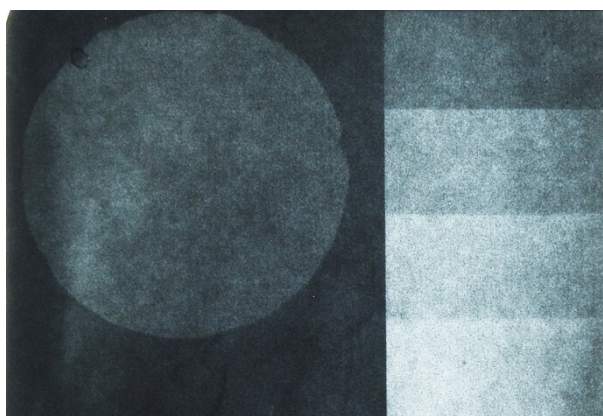


Рис. 29. Рентгеновский снимок СИЦ «Полиакрилин» и алюминиевого ступенчатого клина

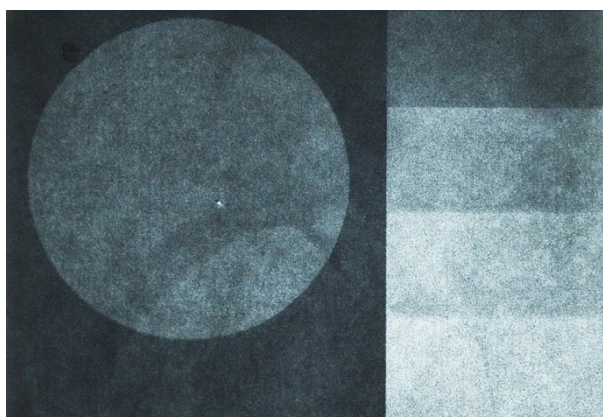


Рис. 30. Рентгеновский снимок СИЦ «Цемион» и алюминиевого ступенчатого клина

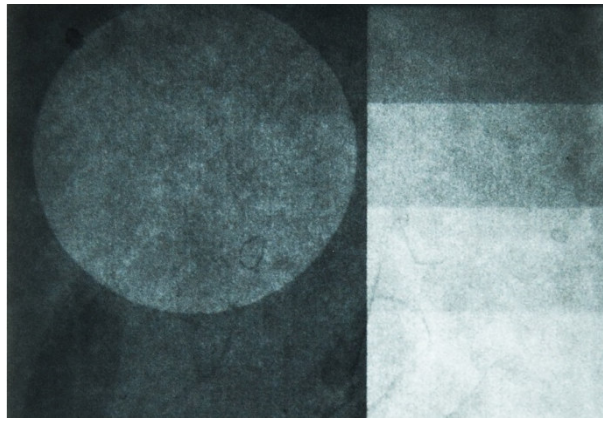


Рис. 31. Рентгеновский снимок СИЦ «Кемфил» и алюминиевого ступенчатого клина

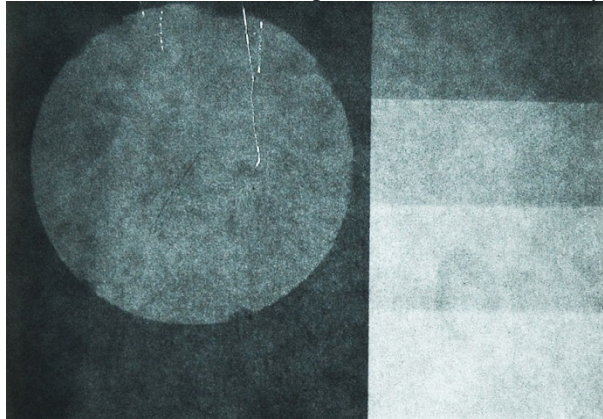


Рис. 32. Рентгеновский снимок СИЦ «Глассин Рест» и алюминиевого ступенчатого клина

По данным СЭМ при увеличении в 30 и 500 раз исследованные СИЦ после отверждения представляют собой стеклянные частицы различного размера, окруженные силикагелем и расположенные в матрице из поперечно связанных

молекул поликислот. Все исследованные образцы имеют дефекты структуры: трещины и поры.

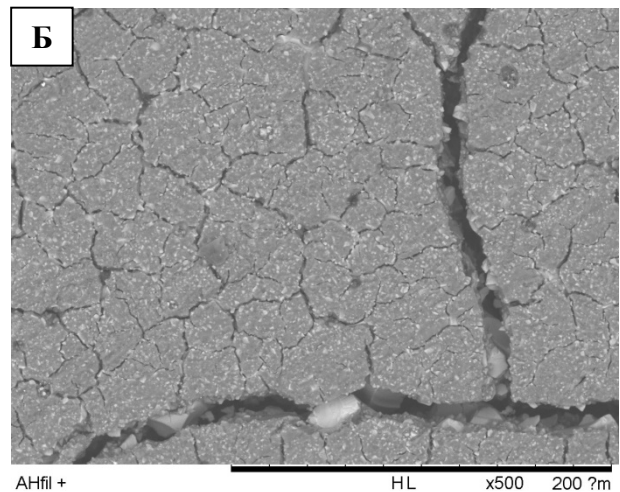
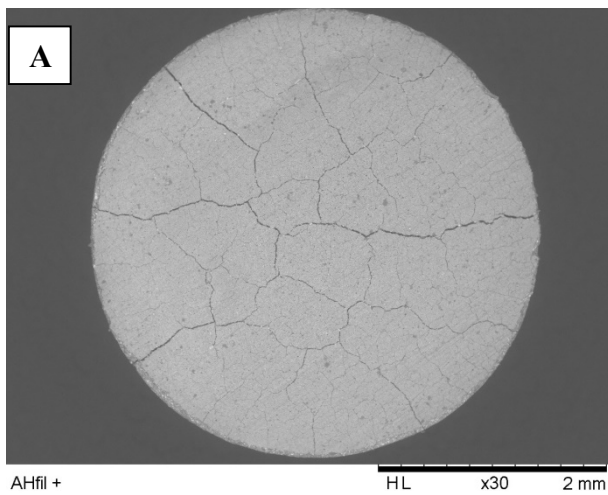


Рис. 33. Микроструктура «ANfil +» при увеличении в 30 раз (А) и в 500 раз (Б)

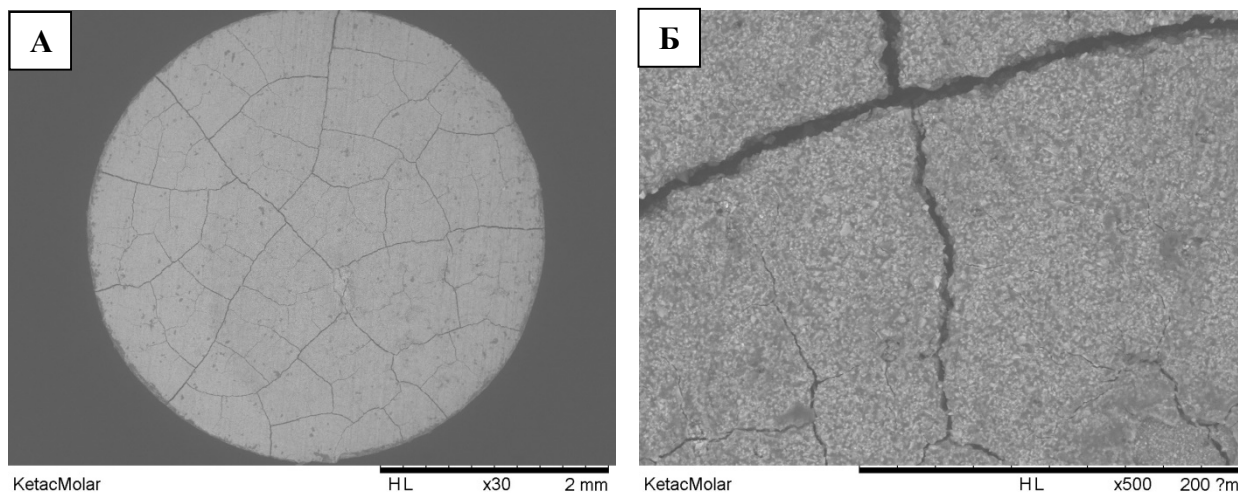


Рис. 34. Микроструктура «Ketac Molar EasyMix» при увеличении в 30 раз (А) и в 500 раз (Б)

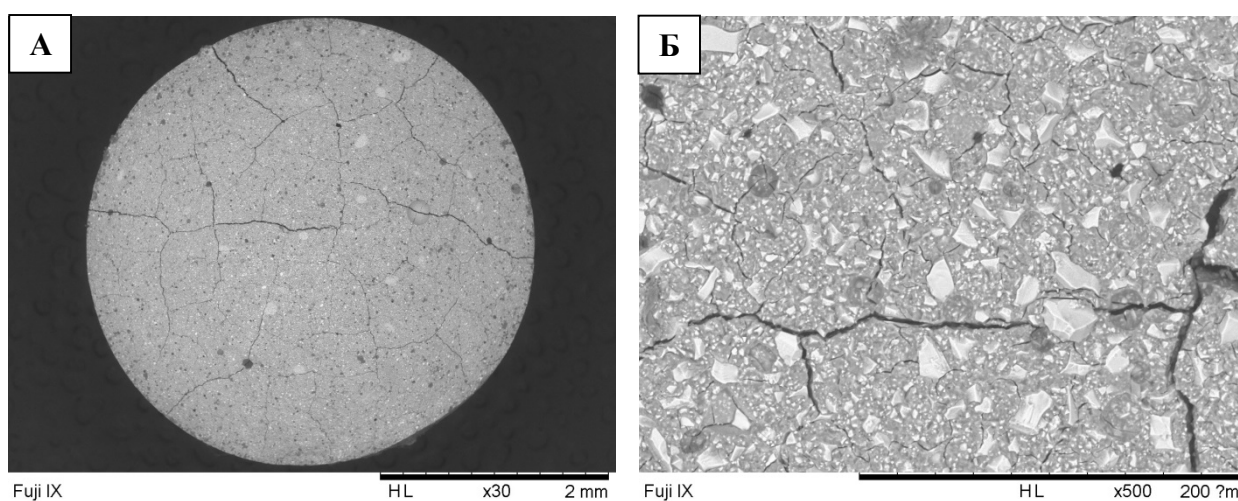


Рис. 35. Микроструктура «Fuji IX GP» при увеличении в 30 раз (А) и в 500 раз (Б)

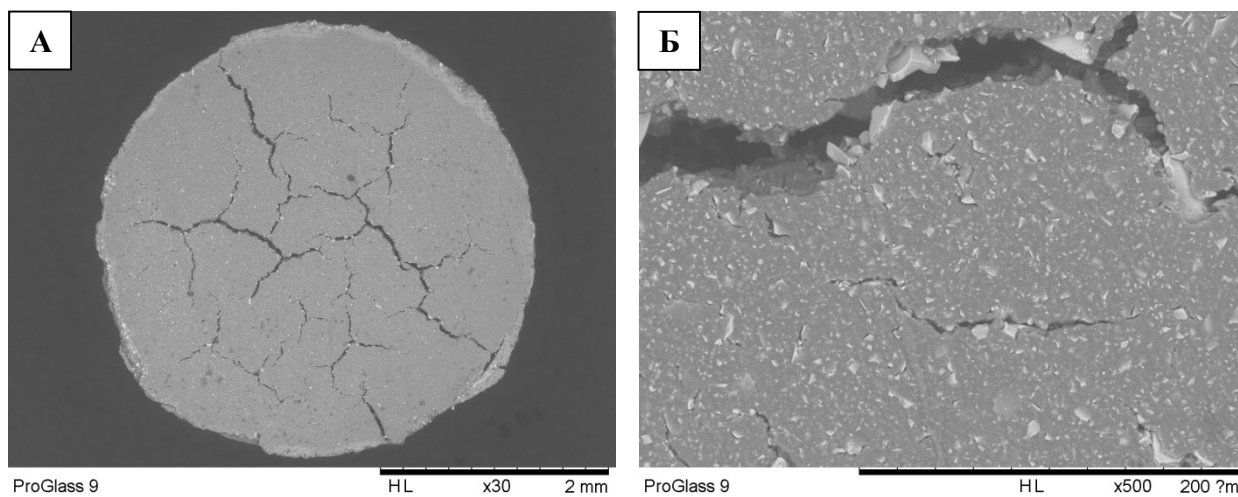


Рис. 36. Микроструктура «ProGlass Nine» при увеличении в 30 раз (А) и в 500 раз (Б)

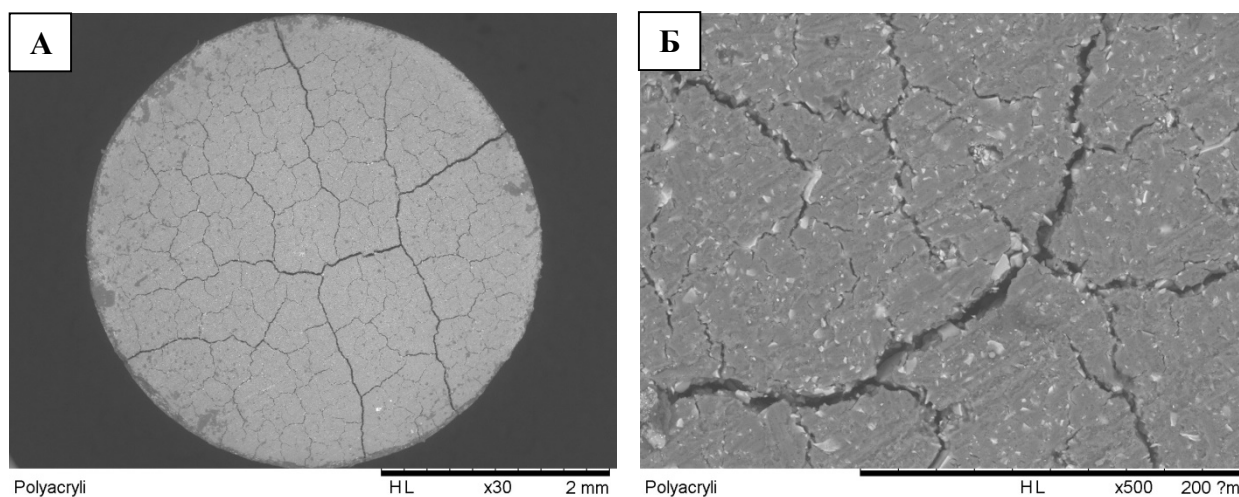


Рис. 37. Микроструктура «Полиакрилин» при увеличении в 30 раз (А) и в 500 раз (Б)

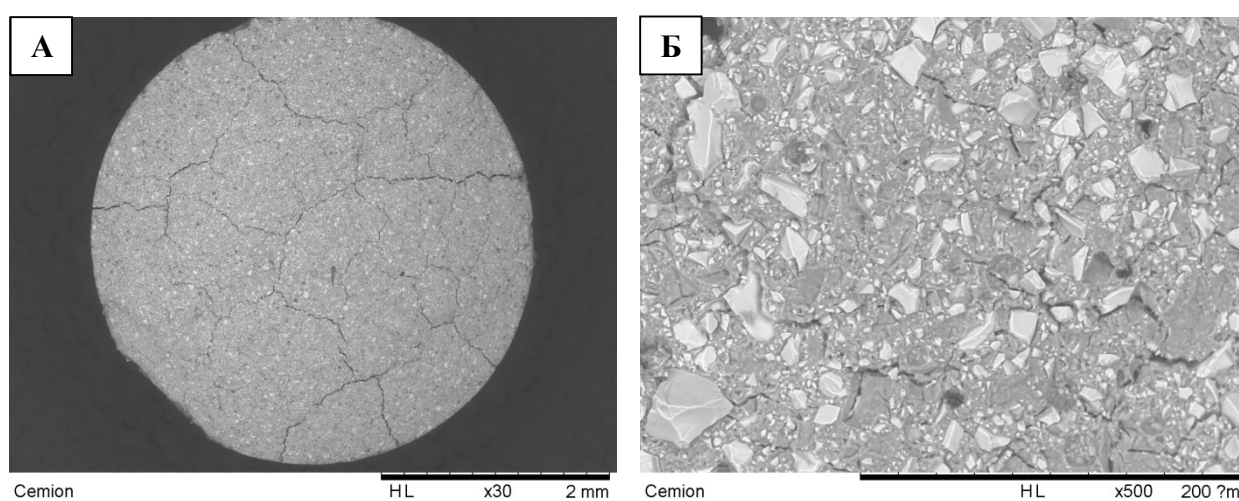


Рис. 38. Микроструктура «Цемион» при увеличении в 30 раз (А) и в 500 раз (Б)

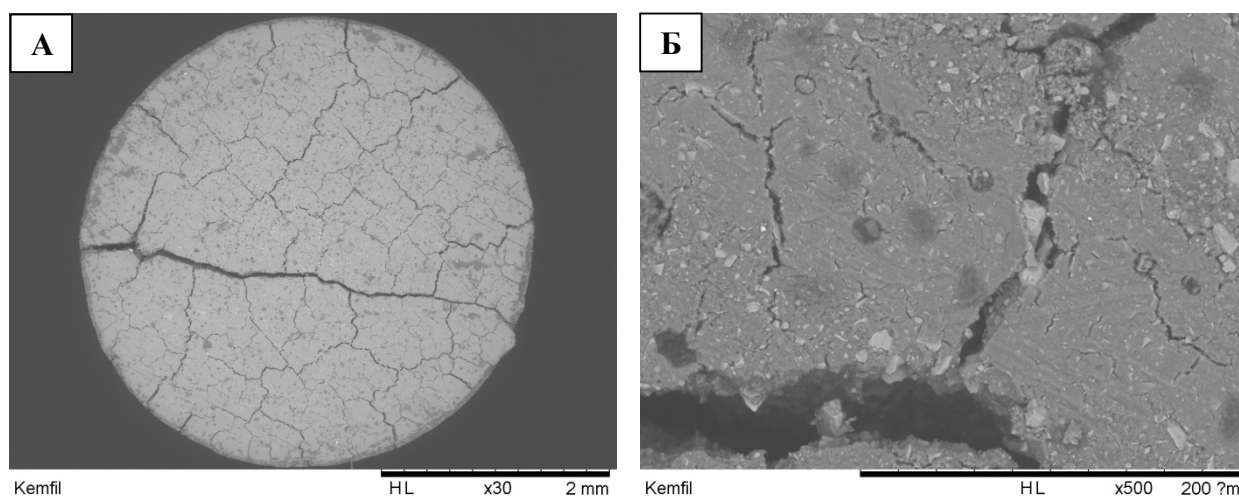


Рис. 39. Микроструктура «Кемфил» при увеличении в 30 раз (А) и в 500 раз (Б)

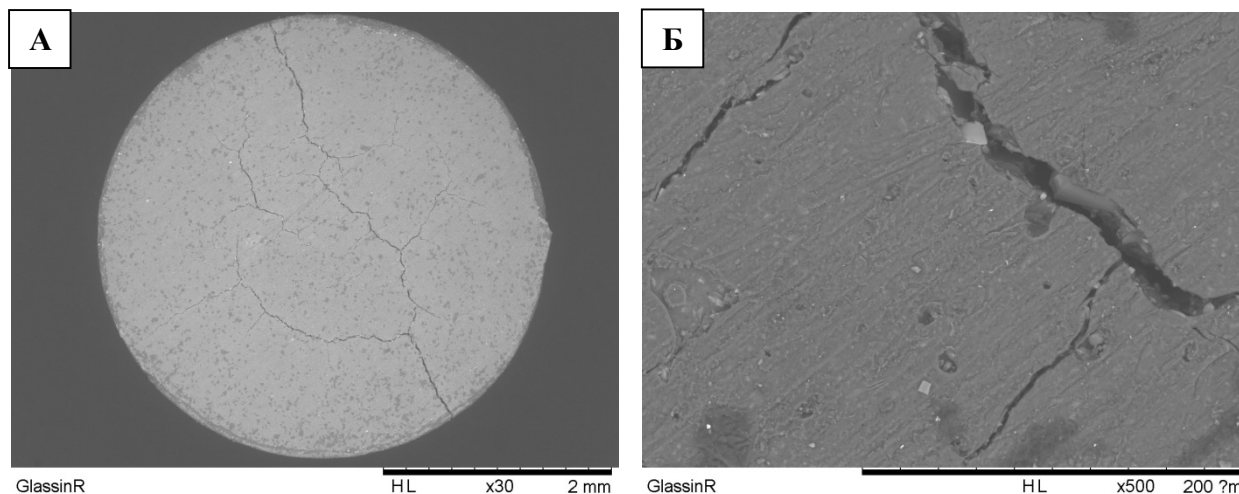


Рис. 40. Микроструктура «Глассин Рест» при увеличении в 30 раз (А) и в 500 раз (Б)

Выводы. По данным СЭМ порошки СИЦ содержат оскольчатые частицы, поверхность которых плотная, непористая. Наличие конгломератов в «Ketac Molar Easymix» объясняется тем, что при его изготовлении проводится гранулирование порошка для улучшения его смачиваемости и упрощения замешивания.

По результатам химического анализа порошков СИЦ методом энергодисперсионной спектроскопии для всех образцов СИЦ выявлены пики наибольшей интенсивности, соответствующие следующим химическим элементам: Si, Al и O, а также менее интенсивные пики обнаружены для элементов F и P. На основании того, что для «АНfil +», «Цемион» и «Fuji IX GP» выявлен пик Sr, можно сделать вывод о том, что данные СИЦ изготовлены из стеклонеполнителей на основе стронций-алюмо-фтор-силикатных стекол. На основе стеклонеполнителя из кальций-алюмо-фтор-силикатного стекла изготовлен «Кемфил», имеющий пик, соответствующий Ca. Для «ProGlass Nine», «Полиакрилин» и «Глассин Рест» выявлены пики, соответствующие Sr и Ca. Для «Ketac Molar Easymix» выявлены пики, соответствующие Ca и La. В соответствии с инструкцией по применению «Глассин Рест» должен содержать лантан, однако пика, соответствующего лантану, для данного СИЦ не выявлено. Помимо базовых элементов все исследованные СИЦ содержат от 0,15 до 4,26 % натрия, от 0,13 до 3,84 % бария, от 0,10 до 0,22 % магния, а также от 1,76 до 5,29 % фосфора. Содержание фтора в них составляет 6,25–20,71 %, при этом наименьшим характеризуется «Цемион», а наибольшим – «Глассин Рест».

Порошки «Цемион» и «Ketac Molar Easymix» характеризуются наибольшим содержанием мелких частиц (менее 1 мкм), 10 % их

объема занимают частицы размером до 0,34 и 0,38 мкм соответственно. «Полиакрилин» и «Глассин Рест» не содержат частиц размером менее 1 мкм. «Ketac Molar Easymix» характеризуется наиболее мелким размером частиц. «Fuji IX GP» характеризуется наиболее широким бимодальным распределением частиц. Наибольшим средним размером частиц характеризуется «ProGlass Nine» (14,77 мкм). Наименьшим средним размером частиц характеризуется «Ketac Molar Easymix» (5,70 мкм). Различия исследованных порошков СИЦ по гранулометрическому составу свидетельствуют о различии в технологии помола стекла при их получении.

По результатам испытаний функциональных свойств показано, что все исследованные СИЦ характеризуются достаточным рабочим временем, при этом наименьшим – «Ketac Molar Easymix» (1 минута). Рабочее время остальных исследованных СИЦ является более подходящим для их клинического применения и составляет от 2 до 3,5 минут. По времени твердения все СИЦ, за исключением «ProGlass Nine», соответствуют требованиям ГОСТ 31578-2012 и ISO 9917-1:2007 (не более 6 минут). Кроме того, данный СИЦ имеет наименьшую прочность среди исследованных (36 ± 3 МПа), что не соответствует требованиям ГОСТ 31578-2012 и ISO 9917-1:2007 (не менее 130 МПа). Также не соответствует требованиям нормативной документации по прочности «Кемфил» и «Глассин Рест». По результатам испытаний «Fuji IX GP» имеет самую высокую прочность (201 ± 33 МПа). Прочность при сжатии остальных СИЦ составляет 142–169 МПа.

По данным СЭМ СИЦ после отверждения представляют собой стеклянные частицы различ-

ного размера, окруженные силикагелем и расположенные в матрице из поперечно связанных молекул поликислот. Все исследованные образцы имеют дефекты структуры: трещины и поры.

По результатам испытания показано, что все исследованные СИЦ, за исключением нерентгеноконтрастного «ProGlass Nine», обладают рентгеноконтрастностью, соответствующей 1 ступени алюминиевого клина (1 мм алюминия).

По результатам испытаний среди исследованных СИЦ нами рекомендованы к применению в стоматологической практике «АНfil+», «Ketac Molar Easymix», «Fuji IX GP», «Полиакрилин» и «Цемион».

Источник финансирования. Проект Пр-7/22 в рамках реализации Программы развития БГТУ им. В.Г. Шухова на 2021-2030 гг. «Приоритет 2030».

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Gurgan S., Kutuk Z.B., Ergin E., Oztas S.S., Cakir F.Y. Clinical performance of a glass ionomer restorative system: a 6-year evaluation // Clin Oral Investig. 2017. Vol. 21. No. 7. Pp. 2335–2343. DOI: 10.1007/s00784-016-2028-4.
- Manappallil J.J. Basic Dental Materials. II Edition. India: Jaypee Brothers Medical Publishers (P) Ltd, 2003. 446 p. DOI: 10.5005/jp/books/10075.
- Hassan M.M. Glass Ionomer Cements May Be Used as an Alternative to Composite Resins in Class II (CL II) Restoration of Primary Molars // J Evid Based Dent Pract. 2020. Vol. 20. No. 2. Pp. 1–13. DOI: 10.1016/j.jebdp.2020.101437.
- Чистякова Г.Г. Стеклоиономерные цементы: учебное пособие. Минск: БГМУ, 2010. 28 с.
- Frencken J.E. The ART approach using glass-ionomers in relation to global oral health care // Dental Materials. 2010. Vol. 26. No. 1. Pp. 1–6. DOI: 10.1016/j.dental.2009.08.013.
- Torres P.J., Phan H.T., Bojorquez A.K., Garcia-Godoy F., Pinzon L.M. Minimally Invasive Techniques Used for Caries Management in Dentistry. A Review // J Clin Pediatr Dent. 2021. Vol. 45. No. 4. Pp. 224–232. DOI: 10.17796/1053-4625-45.4.2.
- Heintze S.D., Loguercio A.D., Hanzen T.A., Reis A., Rousson V. Clinical efficacy of resin-based direct posterior restorations and glass-ionomer restorations - An updated meta-analysis of clinical outcome parameters // Dent Mater. 2022. Vol. 38. No. 5. Pp. e109-e135. DOI: 10.1016/j.dental.2021.10.018.
- Mustafa H.A., Soares A.P., Paris S., Elhennawy K., Zaslansky P. The forgotten merits of GIC restorations: a systematic review // Clin Oral Investig. 2020. Vol. 24. No. 7. Pp. 2189–2201. DOI: 10.1007/s00784-020-03334-0.
- Sharanbir K. Sidhu. Glass-Ionomers in Dentistry. UK: Springer, 2016. 162 p. DOI: 10.1007/978-3-319-22626-2.
- Nicholson J. W. The Chemistry of Medical and Dental Materials. Edition 2. UK: Royal Society of Chemistry, 2020. 272 p. DOI:10.1039/9781788016360.
- Mount G.J. An Atlas of Glass-Ionomer Cements: A Clinician's Guide. London: Martin Dunitz, 2003. 224 p.
- Davidson C.L., Mjor I.A. Advances in Glass-Ionomer Cements. USA: Quintessence Publishing Co, 1999. 303 p.
- Braden M., Clarke R. L., Nicholson J., Parker S. Polymeric Dental Materials. Germany: Springer. 2012. 124 p. DOI: 10.1007/978-3-642-60537-6.
- Ричард ван Нурт. Основы стоматологического материаловедения. Edinburgh : Mosby; [M.] : КМК-Инвест, 2002. 304 с.
- Ketac™ Molar Easymix. Glass Ionomer Filling Material. Brochure. [Электронный ресурс]. URL: <https://multimedia.3m.com/mws/media/2734850/ketac-molar-easymix-brochure.pdf> (дата обращения 07.08.2022).

Информация об авторах

Романенко Анастасия Андреевна, аспирант кафедры технологии стекла и керамики. E-mail: neanas@mail.ru. Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова. Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46.

Бузов Андрей Анатольевич, кандидат технических наук, технический директор. E-mail: buzov@mail.ru. Опыт-экспериментальный завод «ВладМиВа». Россия, 308023, Белгород, ул. Студенческая, д.19.

Чув Владимир Петрович, доктор технических наук, профессор. E-mail: chuev@vladmiva.ru. Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова. Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46.

Дороганов Владимир Анатольевич, кандидат технических наук, доцент. E-mail: dva_vajik1975@mail.ru. Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова. Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46.

Онищук Виктор Иванович, кандидат технических наук, доцент. E-mail: tsk_bgtu@mail.ru. Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова. Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46.

Фанина Евгения Александровна, доктор технических наук, профессор кафедры безопасности жизнедеятельности. E-mail: evgenia@mail.ru. Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова. Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46.

Поступила 15.09.2022 г.

© Романенко А.А., Бузов А.А., Чуев В.П., Дороганов В.А., Онищук В.И., Фанина Е.А., 2022

¹Romanenko A.A., ²Buzov A.A., ^{1,2}Chuev V.P., ¹Doroganov V.A., ¹Onishchuk V.I., ¹Fanina E.A.

¹Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov

²VladMiVa Experimental Plant JSC

*E-mail: neanas@mail.ru

RESEARCH OF COMPOSITE MATERIALS BASED ON ALUMINOFLUOROSILICATE GLASS

Abstract. The results of a comparative analysis of dental glass ionomer cements are compared: "AHfil +" (AHL, United Kingdom), "Ketac Molar Easymix" (3M ESPE, USA), "Fuji IX GP" (GC, Japan), "ProGlass Nine" (Silmet, Israel), "Polyacrylin" (TechnoDent, Russia), "Cemion" (VladMiVa, Russia), "Kemfil" (StomaDent, Russia) and "Glassin Rest" (Omega-Dent, Russia) in terms of working time, hardening time, strength compression, radiopacity, microstructure and chemical composition. It is shown that the main component of the powders of these GICs is crushed calcium ("Kemfil"), strontium ("AHfil +", "Cemion" and "Fuji IX GP"), calcium-strontium ("ProGlass Nine", "Polyacrylin" and "Glassin Rest") and lanthanum-calcium aluminofluorosilicate glass ("Ketac Molar Easymix"). All of them contain phosphorus. Differences in powder granulometric composition indicate a difference in the technology of glass grinding during their production. The working time of the studied GICs is from 1 to 3.5 minutes. The requirements of GOST 31578-2012 and ISO 9917-1:2007 do not correspond to "ProGlass Nine" (36 ± 3 MPa), "Kemfil" (68 ± 6 MPa) and "Glassin Rest" in terms of strength, and "ProGlass Nine" in hardening time. "Fuji IX GP" has the highest strength (201 ± 33 MPa), the rest of the GIC - 142-169 MPa. All studied GICs, with the exception of the non-radiopacity "ProGlass Nine", have a radiopacity corresponding to 1 mm of aluminum. According to the results of the tests, "AHfil +", "Ketac Molar Easymix", "Fuji IX GP", "Polyacrylin" and "Cemion" are recommended for clinical use by dentists.

Keywords: glass ionomer cement, aluminofluorosilicate glass, dental material, dentistry.

REFERENCES

- Gurgan S., Kutuk Z.B., Ergin E., Oztas S.S., Cakir F.Y. Clinical performance of a glass ionomer restorative system: a 6-year evaluation. Clin Oral Investig. 2017. Vol. 21. No. 7. Pp. 2335–2343. DOI: 10.1007/s00784-016-2028-4.
- Manappallil J.J. Basic Dental Materials. II Edition. India: Jaypee Brothers Medical Publishers (P) Ltd, 2003. 446 p. DOI: 10.5005/jp/books/10075.
- Hassan M.M. Glass Ionomer Cements May Be Used as an Alternative to Composite Resins in Class II (CL II) Restoration of Primary Molars. J Evid Based Dent Pract. 2020. Vol. 20. No. 2. Pp. 1–13. DOI: 10.1016/j.jebdp.2020.101437.
- Chistyakova G.G. Glass ionomer cements: a tutorial (Stekloionomernye cementy: uchebnoe posobie). Minsk: BGMU. 2010, 28 p.
- Frencken J.E. The ART approach using glass-ionomers in relation to global oral health care. Dental Materials. 2010. Vol. 26. No. 1. Pp. 1–6. DOI: 10.1016/j.dental.2009.08.013.
- Torres P.J., Phan H.T., Bojorquez A.K., Garcia-Godoy F., Pinzon L.M. Minimally Invasive Techniques Used for Caries Management in Dentistry. A Review. J Clin Pediatr Dent. 2021. Vol. 45. No. 4. Pp. 224–232. DOI: 10.17796/1053-4625-45.4.2.
- Heintze S.D., Loguercio A.D., Hanzen T.A., Reis A., Rousson V. Clinical efficacy of resin-based direct posterior restorations and glass-ionomer restorations – An updated meta-analysis of clinical outcome parameters. Dent Mater. 2022. Vol. 38. No. 5. Pp. e109-e135. DOI: 10.1016/j.dental.2021.10.018.
- Mustafa H.A., Soares A.P., Paris S., Elhennawy K., Zaslansky P. The forgotten merits of GIC restorations: a systematic review. Clin Oral Investig. 2020. Vol. 24. No. 7. Pp. 2189–2201. DOI: 10.1007/s00784-020-03334-0.
- Sharanbir K. Sidhu. Glass-Ionomers in Dentistry. UK: Springer, 2016. 162 p. DOI: 10.1007/978-3-319-22626-2.
- Nicholson J. W. The Chemistry of Medical and Dental Materials. Edition 2. UK: Royal Society of Chemistry, 2020. 272 p. DOI: 10.1039/9781788016360.

11. Mount G.J. An Atlas of Glass-Ionomer Cements: A Clinician's Guide. London: Martin Dunitz, 2003. 224 p.

12. Davidson C.L., Mjor I.A. Advances in Glass-Ionomer Cements. USA: Quintessence Publishing Co, 1999. 303 p.

13. Braden M., Clarke R. L., Nicholson J., Parker S. Polymeric Dental Materials. Germany: Springer. 2012. 124 p. DOI: 10.1007/978-3-642-60537-6.

14. Richard van Nurt. Fundamentals of Dental Materials Science (Osnovy stomatologicheskogo materialovedeniya). Edinburgh : Mosby; [M.] : KMK-Invest, 2002. 304 p. (rus)

15. Ketac™ Molar Easymix. Glass Ionomer Filling Material. Brochure. URL: <https://multimedia.3m.com/mws/media/2734850/ketac-molar-easymix-brochure.pdf> (date of treatment: 07.08.2022).

Information about the authors

Romanenko, Anastasia A. Postgraduate student. E-mail: neanas@mail.ru. Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. Russia, 308012, Belgorod, st. Kostyukova, 46.

Buzov, Andrey A. PhD, technical director. E-mail: buzov@mail.ru. VladMiVa Experimental Plant JSC. Russia, 308023, Belgorod, st. Studencheskaya, 19.

Chuev, Vladimir P. DSc, Professor. E-mail: chuev@vladmiva.ru. Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. Russia, 308012, Belgorod, st. Kostyukova, 46.

Doroganov, Vladimir A. PhD, Assistant professor. E-mail: dva_vajik1975@mail.ru. Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. Russia, 308012, Belgorod, st. Kostyukova, 46.

Onishchuk, Viktor. I. PhD, Assistant professor. E-mail: tsk_bgtu@mail.ru. Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. Russia, 308012, Belgorod, st. Kostyukova, 46.

Fanina, Evgenia A. DSc. E-mail: evgenia-@mail.ru. Belgorod State Technological University named after V.G. Shukhov. Russia, 308012, Belgorod, Kostukova st., 46.

Received 15.09.2022

Для цитирования:

Романенко А.А., Бузов А.А., Чуев В.П., Дороганов В.А., Онищук В.И., Фанина Е.А. Исследование композиционных материалов на основе алюмофторсиликатного стекла // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2022. № 12. С. 94–113. DOI: 10.34031/2071-7318-2022-7-12-94-113

For citation:

Romanenko A.A., Buzov A.A., Chuev V.P., Doroganov V.A., Onishchuk V.I., Fanina E.A. Research of composite materials based on aluminofluorosilicate glass. Bulletin of BSTU named after V.G. Shukhov. 2022. No. 12. Pp. 94–113. DOI: 10.34031/2071-7318-2022-7-12-94-113