

DOI: 10.18481/2077-7566-2025-21-2-189-196

УДК: 616.314–77:616.314–74:543.42

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ЗОНЫ АДГЕЗИОННОГО СОЕДИНЕНИЯ АДГЕЗИВНЫХ СИСТЕМ IV ПОКОЛЕНИЯ С КЕРАМИЧЕСКИМИ КОНСТРУКЦИЯМИ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОГО МИКРОЗОНДОВОГО АНАЛИЗА

Сахабутдинова Д. Р., Демин Я. Д., Тиунова Н. В., Жданова М. Л., Сазонов И. А.

Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет
им. Н.И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, Россия

Аннотация

Введение. Развитие адгезивной стоматологии значительно изменило клиническую практику, позволив достигать высоких показателей прочности между реставрационными материалами и зубными тканями. Особую актуальность сохраняют адгезивные системы IV поколения, зарекомендовавшие себя как надежный стандарт благодаря высокой прочности связи и минимальному краевому микроподтеканию. В условиях ограниченного импорта возрастает потребность в объективной оценке отечественных аналогов зарубежных материалов. Отечественная адгезивная система позиционируется как конкурентоспособная альтернатива зарубежному варианту, однако сравнительных данных о химических особенностях взаимодействия с керамикой недостаточно. В связи с этим актуальны исследования, основанные на рентгеновском микрозондовом анализе (РМА) для оценки формирования межфазных соединений.

Цель исследования. Сравнительное исследование элементного состава зоны адгезии отечественной и зарубежной адгезивной систем с керамическими конструкциями методом рентгеновского микрозондового анализа (РМА) для выявления особенностей химических взаимодействий на границе раздела материалов и оценки эффективности формирования адгезионного соединения.

Материалы и методы. Проведено сравнительное лабораторное исследование адгезионного соединения двухкомпонентных адгезивных систем IV поколения отечественного и зарубежного производителей с литийдисиликатной керамикой. Поверхности керамических образцов протравливались, после чего наносился адгезивный слой с последующей полимеризацией и послойным нанесением наногибридного композитного материала светового отверждения. Микроструктура зон адгезии исследовалась с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM–IT300LV (JEOL, Япония). Элементный состав и распределение компонентов в зоне адгезионного соединения определяли методом энергодисперсионного рентгеновского микрозондового анализа (РМА) с использованием детектора X–MaxN 20 (Oxford Instruments).

Результаты. Проведённое лабораторное исследование показало высокую эффективность отечественной адгезивной системы. Отечественная система продемонстрировала сопоставимые показатели, подтвердив надёжную инфильтрацию и адгезию, что свидетельствует о её потенциале как конкурентоспособной альтернативы зарубежным материалам.

Ключевые слова: адгезивные системы, адгезия, керамические реставрации, адгезионное соединение, рентгеновский микрозондовый анализ, элементный состав, сканирующая электронная микроскопия, стоматологические материалы, импортозамещение в стоматологии

Авторы заявили об отсутствии конфликта интересов.

Диана Рамильевна САХАБУТДИНОВА ORCID ID 0009-0008-8834-4225

ассистент кафедры клинической стоматологии, Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, Россия
SDDianka@yandex.ru

Ярослав Дмитриевич ДЕМИН ORCID ID 0000-0002-2641-3474

к.м.н., преподаватель кафедры клинической стоматологии, Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, Россия
yaroslav-demin@yandex.ru

Наталья Викторовна ТИУНОВА ORCID ID 0000-0001-9881-6574

д.м.н., профессор, заведующий кафедрой клинической стоматологии, Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, Россия
natali5_list.ru

Мария Леонидовна ЖДАНОВА ORCID ID 0000-0002-3207-0287

к.м.н., доцент кафедры клинической стоматологии, Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, Россия
mariya.zhdanova@nnpu.ru

Игорь Александрович САЗОНОВ ORCID ID 0009-0007-0161-9170

ассистент кафедры клинической стоматологии, Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, Россия
sazonov.igor.1987@yandex.ru

Адрес для переписки: Наталья Викторовна ТИУНОВА

603022, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23 (Кафедра клинической стоматологии Института клинической медицины)
+7(930) 7111159
natali5_list.ru

Образец цитирования:

Сахабутдинова Д. Р., Демин Я. Д., Тиунова Н. В., Жданова М. Л., Сазонов И. А.

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ЗОНЫ АДГЕЗИОННОГО СОЕДИНЕНИЯ АДГЕЗИВНЫХ СИСТЕМ IV ПОКОЛЕНИЯ С КЕРАМИЧЕСКИМИ КОНСТРУКЦИЯМИ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОГО МИКРОЗОНДОВОГО АНАЛИЗА. Проблемы стоматологии. 2025; 2: 189-196.

© Сахабутдинова Д. Р. и др., 2025

DOI: 10.18481/2077-7566-2025-21-2-189-196

Поступила 19.05.2025. Принята к печати 18.06.2025

DOI: 10.18481/2077-7566-2025-21-2-189-196

COMPARATIVE ANALYSIS OF THE ELEMENTAL COMPOSITION OF THE ADHESIVE BONDING INTERFACE OF FOURTH-GENERATION ADHESIVE SYSTEMS TO CERAMIC RESTORATIONS BY ELECTRON PROBE MICROANALYSIS (EPMA)

Sakhabutdinova D.R., Demin Y.D., Tiunova N.V., Zhdanova M.K., Sazonov I.A.

Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod, Russia

Abstract

Introduction. The development of adhesive dentistry has significantly transformed clinical practice, enabling high levels of bond strength between restorative materials and dental tissues. Fourth-generation adhesive systems remain especially relevant, having established themselves as a reliable standard due to their high bond strength and minimal marginal microleakage. In the context of restricted imports, there is an increasing need for objective evaluation of domestic alternatives to foreign materials. The domestic adhesive system is positioned as a competitive alternative to foreign counterparts; however, comparative data on its chemical interaction with ceramic materials remain insufficient. Therefore, studies based on Electron Probe X-ray Microanalysis (EPMA) are particularly valuable for assessing the formation of interfacial bonds.

Aim. A comparative study of the elemental composition in the adhesive interface zone between domestic and foreign adhesive systems with ceramic restorations using X-ray microprobe analysis (EPMA) to identify the specific features of chemical interactions at the material interface and to assess the effectiveness of adhesive bond formation.

Materials and Methods. A comparative in vitro study was conducted to assess the adhesive interface of two-component fourth-generation adhesive systems produced by domestic and foreign manufacturers with lithium disilicate ceramics. The surfaces of the ceramic specimens were etched, followed by the application of an adhesive layer, polymerization, and subsequent incremental placement of a light-cured nanohybrid composite material. The microstructure of the adhesive interface zones was examined using a scanning electron microscope JSM-IT300LV (JEOL, Japan). The elemental composition and distribution of components within the adhesive interface were determined by Electron Probe X-ray Microanalysis (EPMA) using an X-MaxN 20 detector (Oxford Instruments).

Results. The laboratory study demonstrated the high performance of the domestic adhesive system. The domestic system exhibited comparable characteristics to the foreign material, confirming reliable infiltration and adhesion to the ceramic surface. These findings indicate its potential as a competitive alternative to imported adhesive systems.

Keywords: *adhesive systems, adhesion, ceramic restorations, adhesive bond, energy-dispersive X-ray microanalysis, elemental composition, scanning electron microscopy, dental materials, import substitution in dentistry*

The authors declare no conflict of interest.

Diana R. SAKHABUTDINOVA ORCID ID 0009-0008-8834-4225

Teaching Assistant, Department of Clinical Dentistry, Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod, Russia
SDDianka@yandex.ru

Yaroslav D. DEMIN ORCID ID 0000-0002-2641-3474

PhD in Medical Sciences, Teacher of the department, Department of Clinical Dentistry
Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod, Russia
yaroslav-demin@yandex.ru

Natalia V. TIUNOVA ORCID ID 0000-0001-9881-6574

Grand PhD in Medical Sciences, Professor, Head of the Department of Clinical Dentistry
Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod, Russia
natali5 @list.ru

Maria L. ZHDANOVA ORCID ID 0000-0002-3207-0287

PhD in Medical Sciences, Associate Professor, Department of Clinical Dentistry, Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod, Russia
mariya.zhdanova@unn.ru

Igor A. SAZONOV ORCID ID 0009-0007-0161-9170

Assistant Professor, Department of Clinical Dentistry, Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod, Russia
sazonov.igor.1987@yandex.ru

Correspondence address: Natalia V. TIUNOVA

603022, Nizhny Novgorod, Gagarin Avenue 23 (Department of Clinical Dentistry, Institute of Clinical Medicine)
+7 (930) 7111159
natali5 @list.ru

For citation:

Sakhabutdinova D.R., Demin Y.D., Tiunova N.V., Zhdanova M.K., Sazonov I.A.

COMPARATIVE ANALYSIS OF THE ELEMENTAL COMPOSITION OF THE ADHESIVE BONDING INTERFACE OF FOURTH-GENERATION ADHESIVE SYSTEMS TO CERAMIC RESTORATIONS BY ELECTRON PROBE MICROANALYSIS (EPMA). *Actual problems in dentistry*. 2025; 2: 189-196. (In Russ.)

© Sakhabutdinova D.R. et al., 2025

DOI: 10.18481/2077-7566-2025-21-2-189-196

Received 19.05.2025. Accepted 18.06.2025

Введение

За последние десятилетия стоматология значительно эволюционировала. Новые технологии изменили традиционные методы лечения, а внедрение современных стоматологических материалов позволило добиться лучших клинических результатов [1]. Адгезивная стоматология — относительно новая область, которая принципиально изменила современную стоматологическую практику. Она основана на концепции адгезии [2]. Основной задачей адгезивной стоматологии является повышение совместимости современных адгезивов с различными субстратами путем использования разнообразных методик их нанесения [3].

В переводе с англ. «adhesive» — клей, клеящее вещество. Основная функция адгезивных систем в стоматологии — улучшение сцепления между зубными тканями и композиционными материалами за счет формирования молекулярных связей [4]. Помимо молекулярной (физико-химической) связи, адгезия реализуется за счет других механизмов, обеспечивающих прочное соединение адгезивной системы с твердыми тканями зуба. Микромеханическая адгезия основана на проникновении мономеров в микронеровности и поры, сформированные на поверхности эмали и дентина после кислотного травления, что обеспечивает фиксацию материала за счет механического сцепления. Химическая адгезия обусловлена образованием ковалентных, ионных или водородных связей между функциональными группами мономеров адгезива (например, фосфатными или карбоксильными) и компонентами твердых тканей зуба, в первую очередь гидроксиапатитом. Диффузионная адгезия предполагает взаимопроникновение молекул адгезива и органического матрикса дентина, преимущественно коллагена, с формированием прочного межфазного слоя. Электростатическая адгезия реализуется за счет притяжения между противоположно заряженными частицами на поверхности зуба и адгезива, способствуя усилению общей прочности связи [5]. Комплексное сочетание этих механизмов обеспечивает надежную фиксацию реставрационного материала к тканям зуба.

Современная ортопедическая стоматология активно использует адгезивные системы для фиксации зубо-протезных конструкций, что обусловлено необходимостью обеспечения прочной и долговечной связи между реставрациями и тканями зуба. Среди адгезивных систем, применяемых в клинической практике, наибольшее распространение получили материалы IV поколения. Системы с тотальным протравливанием тканей зуба относятся к четвертому поколению адгезивных систем и до сих пор считаются «золотым стандартом» адгезивной стоматологии, благодаря надежности и универсальности, высокой прочности адгезивной связи и существенному снижению краевого микропроникновения [6, 7].

Современная стоматология является самой материалоемкой медицинской специальностью, зависимой от импорта медицинских изделий [8, 9]. В условиях

глобальных вызовов, связанных с ограничением импорта стоматологических материалов, особую актуальность приобретает развитие отечественных аналогов. Импортозамещение в стоматологии становится не только экономической необходимостью, но и стимулом для разработки конкурентоспособных отечественных продуктов. В связи с этим актуальными представляются исследования, в которых проводится сравнительный экспертный анализ продукции российского производства с известными за рубежом брендами [10]. Однако сравнительные исследования адгезионной прочности альтернативных отечественных материалов в сочетании с керамическими конструкциями остаются недостаточно изученными.

Элементный анализ стоматологических материалов является важным аспектом современной стоматологии, который помогает обеспечить безопасность и эффективность различных стоматологических материалов [11]. Одним из современных методов оценки химического состава и распределения элементов в адгезивных системах является рентгеновский микрозондовый анализ (РМА). Этот метод позволяет детально изучить химический состав, равномерность распределения компонентов и выявить возможные изменения в адгезионном слое при взаимодействии с керамическими материалами.

Недостаток всесторонних данных о химических особенностях взаимодействия адгезивов с керамическими материалами по-прежнему остается важной проблемой, напрямую влияющей на прочность и долговечность стоматологических реставраций. Настоящее исследование призвано восполнить этот пробел за счет тщательного сопоставления отечественных и зарубежных адгезивных систем с применением современных методов лабораторного анализа, в том числе рентгеновского микрозондового анализа (РМА).

Цель исследования

Сравнительное исследование элементного состава зоны адгезии отечественной и зарубежной адгезивной систем с керамическими конструкциями методом рентгеновского микрозондового анализа (РМА) для выявления особенностей химических взаимодействий на границе раздела материалов и оценки эффективности формирования адгезионного соединения.

Материалы и методы

В рамках настоящего исследования материалом послужили 30 интактных третьих моляров верхней и нижней челюстей, удаленных исключительно по ортодонтическим показаниям. Для обеспечения достоверности и воспроизводимости результатов к выбору образцов был применен строгий отбор.

Критерии включения образцов удаленных зубов в исследование:

- интактные третьи моляры верхней и нижней челюсти, удаленные по ортодонтическим показаниям;

- анатомически целые зубы, не имеющие кариозных поражений, трещин, композитных реставраций, коронок или деформаций коронковой и корневой частей, которые могут повлиять на свойства исследуемого образца;
- образцы с минимальными различиями в морфометрических параметрах (пространственные размеры и анатомическая форма) для обеспечения объективного сравнения и сопоставимости результатов.

Критерии исключения зубов из научного исследования:

- любые образцы зубов, не соответствующие целевой группе (отличные от третьих моляров верхней или нижней челюстей)
- образцы зубов, структура которых была нарушена вследствие трещин, сколов, фрагментаций коронки или корня, кариеса или внешних вмешательств, возникших во время удаления;
- образцы зубов, подвергшиеся эндодонтическому лечению, химическому воздействию или обработке, влияющей на их микроструктуру;
- образцы зубов, демонстрировавшие признаки хранения в условиях, способных изменить их микроструктурные свойства (высушенные или поврежденные во время хранения).

С использованием метода случайной выборки все образцы были распределены на две равные группы, каждая из которых включала по 15 зубов.

В первой группе керамические образцы, изготовленные из дисиликата лития (E-max, Ivoclar Vivadent, Лихтенштейн), фиксировались к удаленным третьим молярам верхней или нижней челюстей с применением зарубежной двухкомпонентной адгезивной системы IV поколения и наногибридного композитного материала светового отверждения.

Во второй группе аналогичные керамические образцы, изготовленные из дисиликата лития (E-max, Ivoclar Vivadent, Лихтенштейн), фиксировались к образцам зубов при помощи двухкомпонентной отечественной адгезивной системы IV поколения, с использованием наногибридного композитного материала.

Подобное распределение позволило провести объективную сравнительную оценку свойств двух адгезивных систем при идентичных условиях фиксации и идентичном реставрационном материале.

После удаления зубов все образцы прошли этап предварительной подготовки: с поверхности тщательно удалялись остатки органических тканей и внешние загрязнения с последующим промыванием в дистиллированной воде. Для предотвращения микробной контаминации и сохранения морфологических характеристик они временно хранились в антисептической среде на основе 2% раствора хлоргексидина. Продолжительность хранения не превышала трех недель, в течение которых антисептический раствор систематически обновлялся каждые 10–14 дней для обеспе-

чения стабильных условий и предотвращения роста микроорганизмов.

Для обеспечения точности препарирования и минимизации механических повреждений образцы зубов фиксировали в акриловых блоках так, чтобы поверхность среза оставалась полностью доступной для последующей обработки. Прецизионное разделение коронковой части осуществлялось с использованием триммера, оснащенного абразивным диском с карбундовым покрытием и системой водяного охлаждения, что позволило снизить риск термических повреждений и микротрещин. Полученные срезы толщиной около 2 мм подвергались поэтапному шлифованию с применением абразивных дисков различной зернистости (от 320 до 1200 grit), а затем полировались пастой на основе оксида алюминия для достижения необходимой степени гладкости поверхности. Финальная проверка качества обработки проводилась с использованием стоматологического микроскопа с целью исключения наличия дефектов, неровностей и механических повреждений, которые могли бы исказить результаты микроскопического анализа (рис. 1) [12].

После завершения полировки образцы подвергались очистке в ультразвуковой ванночке с дистиллированной водой с целью полного удаления абразивных частиц и тщательно высушивались потоком сжатого воздуха. Образцы хранились в условиях, исключающих воздействие влаги и света, что обеспечивало сохранность оптических, структурных и химических характеристик материала до момента проведения элементного анализа.

Для обеспечения стабильности структуры исследуемых зубов, минимизации артефактов, оптимального проникновения адгезивных систем и достоверности последующих микроскопических исследований проводили их химическую фиксацию в 2,5–4% растворе гутарового альдегида, приготовленном на фосфатном буфере (pH 7,2–7,4). Образцы полностью погружали в фиксирующий раствор на 24 часа для глубокого проникновения фиксатора. После завершения фиксации проводили трехкратную отмывку образцов в буферном растворе по 10 минут для удаления остатков фиксатора. Обработанные образцы хранили при температуре +4°C.

В рамках настоящего исследования использовались стандартизированные образцы, изготовленные из кера-



Рис. 1. Сепарированная окклюдальная поверхность образца зуба

Fig. 1. Separated occlusal surface of the tooth sample

мического материала IPS E-max Press (Ivoclar Vivadent Лихтенштейн) на основе дисиликата лития ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) оттенок А2. Исходные блоки размером $20 \times 14 \times 18$ мм подвергались обработке для получения тестовых образцов с площадью основания 1×1 мм (рис. 2). Благодаря своим эстетическим и механическим свойствам, керамика на основе дисиликата лития стала общепризнанным, наиболее предпочтительным материалом для эстетических реставраций за последние три десятилетия [13–15]. Дисиликат лития обладает исключительной эстетикой, полупрозрачностью, высокой прочностью, химической стойкостью, износостойкостью, биосовместимостью, низкой теплопроводностью и твердостью, аналогичной твердости естественных зубов [16]. Кроме того, стеклокерамика на основе дисиликата лития характеризуется высокой объемной фракцией (≈ 70 об.%) игольчатых кристаллов $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, внедренных в остаточную стеклообразную фазу [17]. Благодаря этой специфической микроструктуре стеклокерамика $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ демонстрирует высокую прочность на изгиб (≈ 400 МПа) и вязкость разрушения ($\approx 2,5$ МПа·м^{0,5}), а также высокую эстетическую привлекательность протеза [18, 19]. Химический состав блока IPS E-max Press (Ivoclar Vivadent, Лихтенштейн) из дисиликата лития включает: SiO_2 : 57–80%, Li_2O : 10–13%, K_2O : 3–5%, P_2O_5 : 0–11%, Al_2O_3 : < 1%, ZrO_2 : < 1%, MgO : < 1%, пигмент: < 1%.

В рамках экспериментального исследования в лабораторных условиях было выполнено цифровое проектирование керамических образцов с основанием 1×1 мм в специализированном программном обеспечении Exocad. Процесс изготовления образцов осуществлялся методом фрезерования на усовершенствованном шлифовальном аппарате CEREC MC XL (Dentsply Sirona, Германия). По завершении фрезеровки образцы подвергались стандартной механической доработке: срезанию с заготовочных блоков, удалению технологических элементов и обработке краевых зон с помощью повышающего наконечника и мелкозернистых алмазных боров категории «fine» с обязательным применением водяного и воздушного охлаждения для предотвращения термических повреждений. При этом дополнительные стадии обработки, такие как нанесение окраски, глазурование, финальный

обжиг или полировка, в рамках данного этапа исследования не проводились.

С целью объективной оценки полученных результатов все образцы удаленных зубов были распределены на 2 группы методом случайной выборки. К поверхности дентина каждого образца обеих групп фиксировался керамический образец E-max с соблюдением адгезивного протокола фиксации при помощи стандартного светополимеризационного устройства. В первой группе применяли двухкомпонентную импортную адгезивную систему IV поколения, тогда как во второй использовали отечественную адгезивную систему IV поколения.

Для подготовки поверхности литийдисиликатной керамики IPS E-max перед фиксацией применяли стандартный протокол обработки. Керамические образцы протравливали 5% плавиковой кислотой в течение 20 секунд для создания микропористой структуры, обеспечивающей микромеханическую ретенцию. После травления поверхность тщательно промывали водой в течение 30 секунд и просушивали сжатым воздухом. Затем на протравленную керамику наносили силан-содержащий агент, выдерживая его в течение 60 секунд для активации керамической поверхности и улучшения химической связи. Излишки силан-содержащего агента удаляли легкой струей воздуха без пересушивания, оставляя тонкий равномерный слой.

Техника применения адгезивных систем 4 поколения предусматривала три этапа. Протравливание эмали и дентина 35% ортофосфорной кислотой (15–20 секунд для эмали и 10–15 секунд для дентина) с последующим промыванием и легкой сушкой, что обеспечило микрошероховатость эмали и удаление смазанного слоя дентина с обнажением коллагеновых волокон. Второй этап — нанесение праймера на подготовленную поверхность с экспозицией 15–30 секунд для пропитывания деминерализованного дентина и создания гибридного слоя. Третий этап — аппликация адгезива с последующей полимеризацией, что завершило подготовку полости [20, 21]. На этапе фиксации керамического фрагмента к дентинной поверхности применялся наногибридный композитный материал светового отверждения, нанесенный между предварительно обработанной керамической поверхностью и адгезивным слоем для комплексной фиксации, основанной на сочетании микромеханического замыкания и химической адгезии, что способствовало повышению прочности соединения и стабильности реставрации в условиях функциональной нагрузки. За счет микромеханической ретенции, образующейся в результате проникновения смоляных мономеров композита в микропоры протравленной керамики, создавалась прочная механическая связь. Дополнительно происходила химическая полимеризация, обеспечивающая ковалентное взаимодействие функциональных групп адгезивной системы и композитного материала.

После фиксации керамических образцов с помощью выбранных адгезивных систем проводили сепарацию дистальной или медиальной поверхности зуба с при-

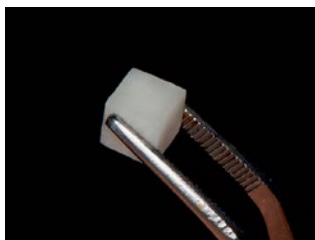


Рис. 2. Керамические образцы из материала E-max с основанием 1 на 1 мм
Fig. 2. Ceramic samples made of E-max material with a base of 1 by 1 mm

крепленным керамическим образцом. Образцы зубов фиксировали в акриловом блоке, что обеспечивало стабильное положение и свободный доступ к зоне предполагаемого среза. Для получения однородного, ровного среза, позволяющего детально исследовать зону микромеханического и химического взаимодействия между адгезивным слоем, композитным материалом и тканями зуба, использовался зуботехнический триммер. Такая подготовка срезов была необходима для объективной оценки особенностей химических взаимодействий на границе раздела между керамическим материалом, адгезивной системой и тканями зуба. Полученные срезы позволяли проводить визуальную и микроскопическую оценку эффективности формирования адгезионного соединения, а также анализировать целостность и равномерность межфазного взаимодействия, что является критически важным для прогноза прочности и долговечности реставраций.

После сепарации образцы подвергали ультразвуковой очистке в дистиллированной воде с целью устранения адсорбированных частиц абразивных материалов, что минимизировало влияние посторонних примесей на последующее изучение химических взаимодействий на границе раздела материалов. Далее проводили сушку сжатым воздухом для предотвращения неконтролируемого окисления поверхности. Для стабилизации химических процессов образцы выдерживали в дистиллированной воде в течение 24 часов, что позволило достичь равновесного состояния поверхностных слоев перед проведением микроскопического исследования.

Для оценки особенностей химических взаимодействий на границе раздела между керамическими реставрациями, композитным материалом и тканями зуба проводили качественный и количественный анализ элементного состава методом рентгеновского микрозондового анализа (РМА). В качестве аналитического оборудования использовали энергодисперсионный рентгеновский детектор X-Max^N 20 (Oxford Instruments) на сканирующем электронном микроскопе JSM-IT300LV (JEOL), обеспечивающий высокую точность и пространственное разрешение при определении элементного состава материалов.

Анализ проводился при ускоряющем напряжении 20 кВ, токе зонда 0,8 нА, а также использовании режима низкого вакуума для предотвращения зарядки непроводящих стоматологических образцов (рис. 3). Глубина зондирования в исследуемых материалах (керамика на основе дисиликата лития, композитный материал и твердые ткани зуба) составляла 1–2 мкм, что позволяло исследовать не только поверхность, но и приповерхностные слои каждого из компонентов. Размер области анализа изменялся от 1–5 мкм при увеличении $\times 150$ (масштаб 100 мкм) до 0,2–1 мкм при увеличении $\times 2000$ (масштаб 10 мкм), что обеспечивало всестороннее исследование межфазной зоны.

Особое внимание уделяли изучению межфазных переходов и зон возможной диффузии элементов между керамикой, композитным материалом и тканями зуба.

Анализ распределения ключевых элементов (Si, Al, Ca, P, C, O) позволял выявить характерные особенности взаимодействия материалов в зоне адгезии, определить равномерность распределения компонентов адгезивных систем, а также оценить наличие или отсутствие химически активных переходных слоев, способствующих формированию прочного и стабильного соединения.

Результаты исследования и их обсуждение

Благодаря применению сканирующей электронной микроскопии (SEM) с использованием микроскопа JSM-IT300LV (JEOL, Япония) были получены серии электронных микрофотографий исследуемых образцов в обеих группах при 150-, 300-, 1000-, 2000-, 3000- и 10 000-кратном увеличении. На основе полученных изображений и рентгеноспектрального микрозондового анализа (РМА) с использованием энергодисперсионного детектора X-Max^N 20 (Oxford Instruments, Великобритания) был выполнен количественный элементный анализ по локальным спектрам, что позволило оценить пространственное распределение химических элементов и качество формирования адгезионного соединения.

Образец 1 (рис. 4) демонстрирует высокое качество адгезии за счет четкого разделения зон керамики (спектр 63), композита (спектр 64), адгезивной системы (спектр 65) и зубной ткани (спектр 66). В таблице 1 представлены результаты исследования элементного состава образцов в 1 группе. Высокое содержание диоксида кремния ($\text{SiO}_2 = 26,58\%$) в спектре 63 подтверждает керамическую природу материала. Снижение его концентрации в адгезивном слое ($11,53\%$) указывает на эффективное протравливание и формирование выраженного микрорельефа, что способствует микромеханической ретенции адгезива. В зоне композита (спектр 64) наблюдается значительное присутствие углерода ($\text{C} = 55,45\%$) и кислорода ($\text{O} = 32,01\%$), что характерно для органической матрицы. В адгезивном слое (спектр 65) содержание углерода (C) составляет $37,34\%$,



Рис. 3. Образцы зубов с адгезивно зафиксированными керамическими образцами, зафиксированные в модуле сканирующего электронного микроскопа JSM-IT300LV перед исследованием в режиме низкого вакуума

Fig. 3. Teeth samples with adhesively fixed ceramic specimens fixed in the JSM-IT300LV scanning electron microscope module before examination in low vacuum mode

Таблица 1

Результаты исследования элементного состава образцов в 1 группе
Table 1. Results of the study of the elemental composition of samples in group 1

Название участка	C	O	F	Na	Mg	Si	P	Cl	K	Ca	Br	Ba	Yb
Участок 63	19,01	45,37				26,58	2,54		3,04	1,65	1,82		
Участок 64	55,45	32,01				6,49	1,9	0,16	0,34	1,58		0,58	1,48
Участок 65	37,34	30,94				11,53	1,79		0,09	2,77	2,92	7,02	5,6
Участок 66	18,02	38,7		0,52	0,73	1,8	13,23			27,01			

а кремния — 11,53%, что свидетельствует о проникновении адгезива в микропоры композита. В нижней части образца (спектр 66) высокая концентрация кальция (Ca = 27,01%) и фосфора (P = 13,23%) подтверждает прочное соединение с тканями зуба. Локальные скопления брома (Br = 2,92%) и иттербия (Yb = 5,6%) в адгезивном слое могут свидетельствовать о его модификации для повышения рентгеноконтрастности. Четкая граница керамика-композит-адгезив-зуб и отсутствие

резких химических переходов указывают на надежность и высокую совместимость системы.

Образец 2 демонстрирует удовлетворительные, но не идеальные адгезионные свойства (рис. 5, табл. 2). В керамическом слое (спектр 67) содержание диоксида кремния ($\text{SiO}_2 = 9,92\%$) ниже, чем в образце 1, что может свидетельствовать о меньшей эффективности инфильтрации и снижении микроретенции. Высокая доля углерода (55,45%) и кислорода (32,01%)

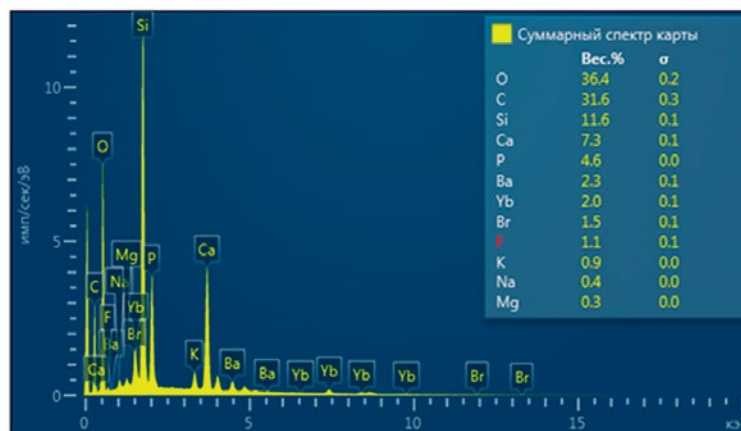


Рис. 4. Изображение участков исследования химического состава образца № 1:
1 — электронное изображение с зонами спектрального анализа (спектры 63, 64, 65, 66); 2 — суммарный спектр элементного состава
Fig. 4. Image of the areas of study of the chemical composition of sample No. 1: 1 — electron image with spectral analysis zones (spectra 63, 64, 65, 66); 2 — total spectrum of elemental composition

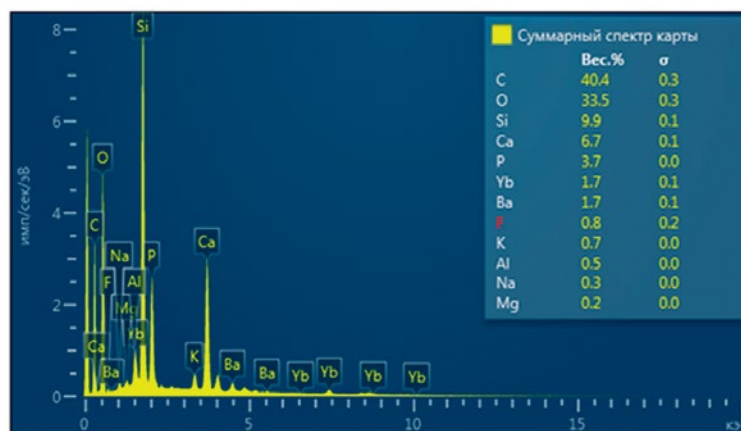
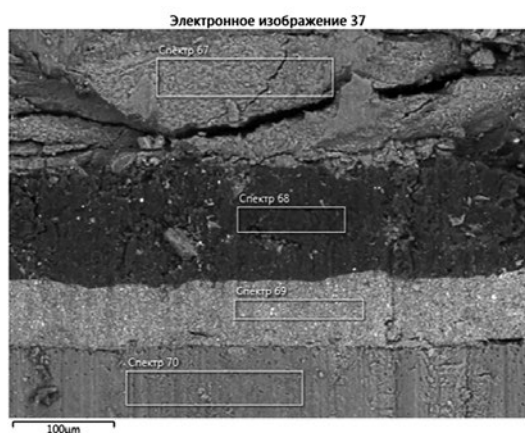


Рис. 5. Изображение участков исследования химического состава образца № 2:
1 — электронное изображение с зонами спектрального анализа (спектры 67, 68, 69, 70); 2 — суммарный спектр элементного состава
Fig. 5. Image of the areas of study of the chemical composition of sample No. 2: 1 — electron image with spectral analysis zones (spectra 67, 68, 69, 70); 2 — total spectrum of elemental composition

Таблица 2

Результаты исследования элементного состава образцов во 2 группе
Table 2. Results of the study of the elemental composition of samples in group 2

Название участка	C	O	F	Na	Mg	Al	Si	P	Cl	K	Ca	Br	Ba
Участок 67	40,41	33,5	0,77	0,26	0,21	0,48	9,92	3,68		0,68	6,68		1,69
Участок 68	20,4	47,02		0,63	0,22	0,82	25,27	2		2,65	1		
Участок 69	55,88	29,98					6,81	2,54	0,24	0,33	2,83		
Участок 70	37,76	25,84					11,97	1,57			2,91	3,62	8,78

характерна для органической матрицы. В адгезивном слое (спектр 69) низкое содержание Si (6,81%) и P (2,54%) свидетельствует о слабом проникновении адгезива, снижая механическую ретенцию. В зубной ткани (спектр 70) наличие брома (3,62%) и градиент иттербия (8,78%) свидетельствует о слоистой структуре адгезивного соединения. Это увеличивает риск расслоения под нагрузкой и снижает долговечность соединения. Данная система является удовлетворительной, но для повышения надежности соединения требуется улучшение однородности распределения элементов и снижение зон с неравномерным проникновением адгезива.

Заключение

Проведенное исследование продемонстрировало и подтвердило высокую прочность и стабильность

адгезионного соединения с выраженной микромеханической и химической связью на границе раздела материалов зарубежной двухкомпонентной адгезивной системы. Импортная система заслуженно занимает лидирующие позиции на рынке, объединяя в себе оптимальный баланс прочности, надёжности и клинической предсказуемости. В то же время, отечественный аналог продемонстрировал хорошую стабильность химических характеристик, а выявленные локальные отклонения носили незначительный характер и не повлияли на общее качество адгезии. Результаты исследования доказывают перспективность дальнейшего развития отечественной адгезивной системы, которая при целенаправленной оптимизации состава может быть выведена на уровень ведущих мировых аналогов.

Литература/References

- Subramani K., Ahmed W., Hartsfield J.K. eds. Nanobiomaterials in Clinical Dentistry. Waltham: William Andrew Publishing; 2013. 519 p. <https://doi.org/10.1016/C2012-0-01361-0>
- Sruthi Y.S.S., Rao B.L., Chakradhar V., Sravanthi T.L.G., Parvathi P.S.H.L. Long way of adhesives in prosthodontics. Indian Journal Of Applied Research. 2020;10(8):79-81. <https://doi.org/10.36106/ijar/9309124>
- Bourgi R., Kharouf N., Cuevas Suárez C., Łukomska-Szymańska M., Haikel Y., Hardan L. A literature review of adhesive systems in dentistry: key components and their clinical applications. Applied Sciences. 2024;14(18):8111. <https://doi.org/10.3390/app14188111>
- Борисенко Л.И., Редер А.С. Сравнительный анализ и эффективность адгезивных систем различных поколений. Методы адгезивной подготовки зубов: учебно-методическое пособие. Минск: БГМУ; 2023. 43 с. [Borisenko L.G., Reder A.S. Comparative analysis and effectiveness of adhesive systems of different generations. Methods of adhesive preparation of teeth: an educational and methodical manual. Minsk: BSMU; 2023. 43 p. (In Russ.)]. <https://rep.bsmu.by/bitstream/handle/BSMU/37731/978-985-21-1268-0.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Zhao Z., Wang Q., Zhao J., Zhao B., Ma Z., Zhang C. Adhesion of teeth. Frontiers in Materials. 2021;7:615225. <https://doi.org/10.3389/fmats.2020.615225>
- Робакидзе Н.С., Жидких Е.Д., Зайцева А.Г. Современные концепции адгезивной стоматологии. Институт стоматологии. 2021;(3):76-79. [Robakidze N.S., Zhidkikh E.D., Zaitseva A.G. Modern concepts of adhesive dentistry. The Dental Institute. 2021;(3):76-79. (In Russ.)]. <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=46652207>
- Călinoiu Ş.G., Biclesanu C., Florescu A., Stoia D.I., Dumitru C., Miculescu M. Comparative study on interface fracture of 4th generation 3-steps adhesive and 7th generation universal adhesive. Materials. 2023;16(17):5834. <https://doi.org/10.3390/ma16175834>
- Шестакова С.П. Импортзамещение в отечественной стоматологии: достижения, перспективы, проблемы и пути их решения. В: Студенческая наука: актуальные вопросы, достижения и инновации: сборник статей V Международной научно-практической конференции; Пенза; 12 декабря 2021 года. Пенза: Наука и Просвещение; 2021. С. 304–309. [Shestakova S.P. Import substitution in domestic dentistry: achievements, prospects, problems and ways to solve them. In: Student science: current issues, achievements and innovations: collection of articles of the V International Scientific and Practical Conference; Penza; December 12, 2021. Penza: Science and Education; 2021. pp. 304–309. (In Russ.)]. <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=47355830>
- Паршоев А.Ш., Паршоева Л.Ш. Импортзамещение стоматологических материалов в условиях санкций. Трибуна ученого. 2022;(6):339-344. [Parshoev A.Sh., Parshoeva L.Sh. Import substitution of dental materials under sanctions. Tribuna učenogo. 2022;(6):339-344. (In Russ.)]. <https://elibrary.ru/item.asp?id=49167272>
- Пермякова А.В., Николаев А.И. Исследование прочностных характеристик композитного реставрационного материала российского производства. Прикладные информационные аспекты медицины. 2020;23(2):64-69. [Permyakova A.V., Nikolaev A.I. Research of strength characteristics of composite restoration material of russian production. Applied Information Aspects of Medicine. 2020;23(2):64-69. (In Russ.)]. <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=43844624>
- Enuh B.M. Why is the Elemental Analysis of Dental Materials Important? AZoM. 12.01.2023. Available from: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=22328>
- Демин Я.Д. Клинико-экспериментальное обоснование оптимизации протокола адгезивной фиксации при протезировании керамическими конструкциями; диссертация на соискание ученой степени кандидата медицинских наук. Нижний Новгород; 2019. 158 с. [Demin Ya.D. Clinical and experimental substantiation of the optimization of the protocol of adhesive fixation in prosthetics with ceramic structures; dissertation for the degree of candidate of medical sciences. Nizhny Novgorod; 2019. 158 p. (In Russ.)]. <https://www.disscat.com/content/kliniko-eksperimentalnoe-obosnovanie-optimizatsii-protokola-adgezivnoi-fiksatsii-pri-protezi>
- Buser R., Dönmez M.B., Hoffmann M., Hampe R., Stawarczyk B. Fatigue behavior and reliability of pressed lithium disilicate ceramics compared to 5Y-TZP zirconia under different loading protocols. Dental Materials. 2025;41(2):134-140. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2024.11.005>
- Lubauer J., Belli R., Peterlik H., Hürle K., Lohbauer U. Grasping the Lithium hype: Insights into modern dental Lithium Silicate glass-ceramics. Dental materials. 2022;38(2):318-332. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2021.12.013>
- Stawarczyk B., Mandl A., Liebermann A. Modern CAD/CAM silicate ceramics, their translucency level and impact of hydrothermal aging on translucency, Martens hardness, biaxial flexural strength and their reliability. J Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. 2021;118:104456. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104456>
- Montazerian M., Bairo F., Fiume E., Migneco C., Alaghmandfar A., Sedighi O. et al. Glass-ceramics in dentistry: Fundamentals, technologies, experimental techniques, applications, and open issues. Progress in Materials Science. 2023;132:101023. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2022.101023>
- Alves M.F.R.P., Ferrandez-Montero A., Ferrari B., Fernandes M.H.F.V., Olhero S.M., Sanchez-Herencia A.J. Manufacturing of lithium disilicate glass-ceramics by Vat-photopolymerization of water-based photocurable suspensions. Open Ceramics. 2025;21:100742. <https://doi.org/10.1016/j.oceram.2025.100742>
- Palla E-S., Kontonakasi E., Kantiranis N., Papadopolou L., Zorba T., Paraskevopoulos K.M. et al. Color stability of lithium disilicate ceramics after aging and immersion in common beverages. The Journal of prosthetic dentistry. 2018;119(4):632-642. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2017.04.031>
- Honma T., Maeda K., Nakane S., Shinozaki K. Unique properties and potential of glass-ceramics. Journal of the Ceramic Society of Japan. 2022;130(8):545-551. <https://doi.org/10.2109/jcersj2.22037>
- Кузнецова Е.Д. Применение современных адгезивных систем в клинической стоматологии. Молодой ученый. 2019;(44):143-147. [Kuznetsova E.D. Application of modern adhesive systems in clinical dentistry. Young scientist. 2019;(44):143-147. (In Russ.)]. <https://moluch.ru/archive/282/63559/>
- Уруков Н.Ю., Яковлева М.В., Назаров А.В. Применение современных адгезивных систем и их роль в клинической стоматологии. Здоровоохранение Чувашии. 2022;(4):83-91. [Urukov N.Yu., Yakovleva M.V., Nazarov A.V. The use of modern adhesive systems and their role in clinical dentistry. Healthcare of Chuvashia. 2022;(4):83-91. (In Russ.)]. <https://elibrary.ru/item.asp?id=50050357>