

УВЕЛИЧЕНИЕ СИЛЫ СВЯЗИ КОМПОЗИТНОГО МАТЕРИАЛА ПОД ВЛИЯНИЕМ ТЕРМОВИБРАЦИОННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ: ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ НЕРАНДОМИЗИРОВАННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ

А.А. Гушин^{1,*}, А.А. Адамчик¹, В.Я. Зобенко¹, В.Н. Самхаев²

¹ Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Кубанский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации
ул. им. Митрофана Седина, д. 4, г. Краснодар, 350063, Россия

² Автономное учреждение Республики Калмыкия
«Республиканская стоматологическая поликлиника»
ул. Горького, д. 14, г. Элиста, 358000, Россия

АННОТАЦИЯ

Введение. В связи с тем что в настоящее время актуальной остается проблема образования вторичного кариеса по причине неудовлетворительного качества композитных пломб в отдаленные сроки после пломбирования, такие как сколы и трещины пломбировочного материала, был разработан способ улучшения физико-механических и химических свойств существующих композитов. Новый способ включает термовибрационное воздействие на непотерянный композит непосредственно в сформированной полости зуба перед его полимеризацией.

Цель исследования — определить влияние термовибрационного воздействия на силу связи полимерной матрицы внутри композитных пломбировочных материалов среди композитов различного производителя.

Методы. В рамках данного исследования был применен синхронный термический анализ, который включает в себя дифференциально-сканирующую калориметрию и термогравиметрию, позволяющий зарегистрировать и получить данные термических эффектов физических и химических процессов в рамках температурной программы, а также определить изменения массы образца, связанные с образованием и выделением газообразных соединений, разложением и реакцией с атмосферой, термическую стабильность, кинетику реакций, химический состав полимерных компонентов, неорганического наполнителя, влажность и степень смягчения. Для данного исследования были подготовлены 90 образцов композитных материалов трех различных композитов весом 30 мг.

Результаты. Благодаря проведенному синхронному термическому анализу было определено статистически достоверное повышение силы связи внутри полимерной матрицы у композитов Estelite Sigma Quick фирмы Tokuyama Dental, Filtek Bulk Fill Posterior Restorative фирмы 3M Espe и «ДентЛайт» фирмы «ВладМиВа», подвергшихся термовибрационному воздействию, по сравнению с теми же композитами, полимеризованными по классической методике ($p < 0,0001$). Увеличение силы связи произошло на 17,00; 22,51 и 11,31% соответственно.

Заключение. В лабораторных условиях было исследовано и выявлено преимущество разработанного способа воздействия на композитные пломбировочные материалы с целью изменения их физико-химических свойств. Композитные пломбы, подвергшиеся предварительному термовибрационному воздействию перед полимеризацией,

имели более высокую силу связи внутри полимерной цепочки по сравнению с теми же композитами, полимеризованными при обычных условиях.

В связи с тем что данный параметр напрямую влияет на такие физико-механические свойства материала, как твердость и прочность на изгиб, то предварительное термовибрационное воздействие улучшает качество композитных пломб.

Ключевые слова: композит, термический анализ, сила связи, нагрев композита, вибрационное воздействие на композит, термовибрационное воздействие на композит

Конфликт интересов: авторы заявили об отсутствии конфликта интересов.

Для цитирования: Гущин А.А., Адамчик А.А., Зобенко В.Я., Самхаев В.Н. Увеличение силы связи композитного материала под влиянием термовибрационного воздействия: нерандомизированное экспериментальное исследование. *Кубанский научный медицинский вестник*. 2021; 28(4): 53–71. <https://doi.org/10.25207/1608-6228-2021-28-4-53-71>

Поступила 14.05.2021

Принята после доработки 15.06.2021

Опубликована 27.08.2021

COMPOSITE BOND STRENGTH IMPROVEMENT WITH THERMAL VIBRATION: AN EXPERIMENTAL NON-RANDOMISED STUDY

Alexander A. Gushchin^{1,*}, Anatolii A. Adamchik¹, Vladimir Ya. Zobenko¹, Vladislav N. Samhaev²

¹ Kuban State Medical University
Mitrofana Sedina str., 4, Krasnodar, 350063, Russia

² Republican Dental Polyclinic
Gorkogo str., 14, Elista, 358000, Russia

ABSTRACT

Background. Secondary caries formation is a relevant issue due to poor long-term quality of composite fillings, with inherent subsequent chipping and cracking of the material. We developed a method to improve physical, mechanical and chemical properties of available composites based on thermal vibration imposed on unpolymerised composite in the formed tooth cavity directly prior to polymerisation.

Objectives. Effect assessment of thermal vibration exposure on bond strength in composite restorative polymer matrix in various composite brands.

Methods. The study used synchronous thermal analysis, including differential scanning calorimetry and thermogravimetry, to estimate and register thermal effects of physical and chemical processes within a temperature programme, as well as determine gaseous release, air contact and decomposition-related sample mass variation, thermal stability, reaction kinetics, polymer and inorganic filler component chemical composition, humidity and softening degree. The study covered 90 specimens 30 mg each prepared of three different composites.

Results. Synchronous thermal analysis revealed a statistically significant increase in polymer matrix bond strength in the composites Estelite Sigma Quick (Tokuyama Dental), Filtek Bulk Fill Posterior Restorative (3M Espe) and DentLight (VladMiVa) after thermal vibration exposure vs. classical polymerisation of same composites ($p < 0.0001$). The bond strength increased by 17.00, 22.51 and 11.31%, respectively.

Conclusion. The developed exposure method for altering the composite filling physical and chemical properties has been shown advantageous in a laboratory setting. Thermal vibra-

tion-pretreated composite fillings had a higher polymer matrix bond strength vs. same composites polymerised under standard conditions.

The pretreatment improves composite filling quality via directly affecting the material physical and mechanical properties of hardness and bending strength.

Keywords: composite, thermal analysis, bond strength, composite heating, composite vibration exposure, composite thermal vibration exposure

Conflict of interest: the authors declare no conflict of interest.

For citation: Gushchin A.A., Adamchik A.A., Zobenko V.Ya., Samhaev V.N. Composite bond strength improvement with thermal vibration: an experimental non-randomised study. *Kubanskii Nauchnyi Meditsinskii Vestnik*. 2021; 28(4): 53–71. <https://doi.org/10.25207/1608-6228-2021-28-4-53-71>

Submitted 14.05.2021

Revised 15.06.2021

Published 27.08.2021

ВВЕДЕНИЕ

Композитные материалы являются самыми распространенными пломбировочными материалами в стоматологической практике за счет относительно высокого качества пломб и их эстетического вида [1–3]. На стоматологическом рынке существует большое разнообразие различных композитных материалов, отличающихся как по химическому составу, так и по технологии применения при реставрации тканей зуба. Но, к сожалению, не всегда удается добиться эффективной и долговременной реставрации зуба по причине нарушения краевого прилегания пломб из-за разрушения гибридного слоя, невысокого исходного уровня краевого прилегания, множественных краевых сколов композитных пломб. В связи с чем до сих пор остается проблема постоперационной чувствительности и образования вторичного кариеса на границе пломба-зуб [4].

По этой причине были разработаны и внедрены в стоматологическую практику различные способы улучшения свойств композитных пломбировочных материалов и их адгезии к стенкам зуба. Среди таких методов наиболее популярны вибрационное воздействие и предварительный нагрев композита, механическая активация композита, подбор определенных полимеризационных ламп [5].

Оценка степени полимеризации композита выражается в удельном количестве превращения мономерных углеродистых связей C=C в полимерные C–C. Данный вид превращения называется конверсией связей. Увеличение этого показателя ведет к повышению таких физических свойств композита, как твердость поверхности, сопротивление разрушению композита на изгиб, модуль упругости, глубина полимеризации и устойчивость к износу [6].

Предварительный нагрев композита перед его полимеризацией не только меняет пластичные показатели неполимеризованного композита, такие как вязкость и текучесть, но и повышает степень конверсии во время полимеризации. В процессе нагревания происходит увеличение подвижности радикалов в инициаторе полимеризации и самих мономеров, приводя к формированию более крепкой полимерной сетки. В результате не только повышаются прочностные характеристики композита, но и уменьшается вероятность аллергической реакции у пациента за счет выделения непрореагировавших мономеров в полости рта [7].

У светоотверждаемых композитных материалов при достижении температуры 50–60 °C повышается подвижность молекул композита, в результате чего увеличивается текучесть материала, что приводит к улучшению адаптации композита к стенкам зуба и уменьшению микроподтеканий по границе поверхности реставрации [8, 9]. Следовательно, применив нагрев композитных материалов перед их полимеризацией, мы получаем не только более пластичный материал, что обеспечивает более высокую степень адаптации к адгезивно подготовленной поверхности зуба, но и материал с более высокими физико-механическими показателями. Эти изменения приводят к увеличению срока службы композитных пломб [7, 10, 11].

Тем не менее необходимо обратить внимание, что не при любом нагреве композитного материала происходят подобного рода благоприятные изменения физических свойств. Имеются научно доказанные точные значения температур, превышение которых приводит к абсолютно противоположным изменениям прочностных характеристик композитных материалов, что напрямую

отрицательно сказывается на качестве краевого прилегания пломба-зуб [8].

При нагреве композитного материала более 55–60 °С происходит резкое ухудшение некоторых физических свойств материала. При таких температурах происходит резкий скачок объемной усадки в процессе полимеризации. Такие изменения характеристик приводят к частым осложнениям композитных реставраций в виде отрыва пломбы от твердых тканей зуба и образования щелей на границе пломба-зуб [8, 12]. Из-за такой степени нагрева также происходило увеличение скорости упругой деформации композита [13, 14].

Тем не менее внесение композитного материала, разогретого до 60 °С, в сформированную полость витального зуба не может вызвать термического ожога пульпы зуба. По данным научного исследования, максимальное повышение температуры пульпы зуба при внесении разогретого до 60 °С композита происходит не более чем на 0,8 °С, что не может привести к необратимым изменениям в пульпе зуба [15, 16].

Исходя из полученных данных можно сделать вывод о том, что, используя нагрев композита в пределах 50–55 °С, можно получить пломбировочный материал с улучшенными физико-механическими и химическими свойствами без угрозы для здоровой пульпы зуба.

Сегодня имеются специализированные печи для предварительного нагрева композитного пломбировочного материала в шприцах и унidoзах. Среди наиболее известных представителей: Calset Tri Tray (AdDent, США), Ena Heat (Micerium, Италия).

Однако данный вариант разогрева композита в печах имеет общий недостаток: за время извлечения самого шприца из печи, композитного материала из шприца, его внесения и распределения в сформированной полости зуба до его полимеризации проходит время, за которое происходит частичная или полная потеря преимуществ нагретого композита за счет потери температуры нагрева. Имеются научные данные, что примерно 50% достигнутой температуры будет утеряно в первые 2 минуты работы и до 90% в течение 5 минут после извлечения из печи¹. Следовательно, данный метод требует от врача-стоматолога большой скорости работы с разогретым композитным материалом, что не всегда является возможным ввиду труд-

нодоступности и сложности моделирования реставрации.

Еще одним методом изменения физико-механических свойств композитов является вибрационное воздействие за счет колебательных движений. Благодаря такому воздействию происходит равномерное перераспределение материала внутри своей структуры и уменьшается количество пор внутри материала [17]. Вместе с этим также происходит изменение вязкости материала с повышением его текучести. Данные изменения приводят к улучшению краевого прилегания композитного материала к адгезивно подготовленным стенкам зуба и другим порциям композита [18, 19].

Фирма Kerr выпускает специальный инструмент Compothixo™ для вибрационного воздействия на композит.

На основании этой информации нами разработан способ термовибрационного воздействия на композитный пломбировочный материал (патент на изобретение РФ № 2731821).

Новизна способа заключается в одновременном термическом и вибрационном воздействии на композитный пломбировочный материал непосредственно в сформированной полости зуба. Данное воздействие осуществляется при помощи ультразвуковой гигиенической или ортопедической насадки с гладкой рабочей поверхностью в течение 10 секунд на максимальном уровне мощности с частотой колебания от 25 до 35 кГц ультразвуковым аппаратом для достижения температуры порции композита 48–50 °С. Время воздействия было определено опытным путем с измерением температуры композита тепловизором Seek Thermal непосредственно в сформированной полости зуба в процессе термовибрационного воздействия.

Преимуществом разработанного нами способа является одновременное и термическое, и вибрационное воздействие на композитный пломбировочный материал непосредственно в сформированной полости зуба без потери тепла перед его полимеризацией. Таким образом, способ включает все преимущества термического и вибрационного воздействия без потери полученных преимуществ в процессе нагрева. При этом данный способ не требует приобретения специализированного оборудования, так как ультразвуковые аппараты имеют широкое распространение в стоматологических клиниках.

¹ Пат. 2545410 Российская Федерация, МПК А 61 С 5/00. Способ вибрационной механоактивации композитных материалов по Меликяну М.Л. И устройство для его осуществления / М.Л. Меликян; Г.М. Меликян; К.М. Меликян; К.И. Давыдова; заявитель и патентообладатель Меликян М.Л.; заявл. №2013147270/14 от 23.10.2013; опубл. 27.03.2015 Бюл. № 9. — 11 с.

Цель исследования — определить изменение силы связи в полимерной цепочке композитного материала в результате термовибрационного воздействия на композитный пломбировочный материал перед его полимеризацией при помощи ультразвука.

МЕТОДЫ

Дизайн исследования

Для нерандомизированного экспериментального лабораторного исследования были отобраны композитные пломбировочные материалы трех различных фирм: супрананонаполненный композит Estelite Sigma Quick фирмы Tokuyama Dental (Япония); низкоусадочный композит Filtek Bulk Fill Posterior Restorative фирмы 3M Espe (США) и микрогибридный композит «ДентЛайт» фирмы «ВладМиВа» (Россия).

Критерии соответствия

Образцы композитов должны точно соответствовать весу 30 мг, в диаметре быть не более 8 мм, иметь однородную структуру и не иметь на поверхности следы посторонних веществ.

Условия проведения

Образцы композитов были подготовлены на базе структурного подразделения — Клиника федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кубанский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации (Клиника ФГБОУ ВО КубГМУ Минздрава России). Лабораторное исследование проведено на кафедре аналитической химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кубанский государственный университет» (ФГБОУ ВО КубГУ).

Продолжительность исследования

Подготовка образцов была проведена в течение одной недели. Лабораторные исследования с интерпретацией данных всех образцов заняли один месяц. Исследование каждого образца проводилось в течение 100 минут.

Алгоритм методологии эксперимента

Из имеющихся композитных материалов были изготовлены образцы весом 30 мг для проведения синхронного термического анализа (СТА). Для СТА был использован прибор TG-DSC анализа STA-409 PC Luxx фирмы Netzsch. Условия проведения регистрации термического анализа: диапазон температур 30–1000 °С при скорости нагрева 10 °С/мин. Испытания проводились в атмосфере воздуха в платиновых тиглях.

Исходный композитный материал фотополимеризовался в соответствии с групповой принадлежностью в течение 20 секунд. Затем полученный образец взвешивался на весах с точностью измерения 0,001 г и шлифовывался алмазными мелкодисперсными борами на повышающем наконечнике с воздушно-водяным охлаждением со скоростью 120 000 об/мин для получения необходимого веса образца.

Готовый образец композита укладывался на свободный тигль внутри аппарата для проведения СТА. Эталонный тигль при этом оставался свободным. На компьютере запускалось установленное программное обеспечение Netzsch Proteus ver. 4.8.4 (13.06.2007) в режиме термического анализа. В отведенное время проводился термический анализ с одновременной записью сигналов дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) и термогравиметрии (ТГ). Полученные данные в результате анализа выводились на экран компьютера в виде термограмм с двумя шкалами по оси Y: шкала данных ТГ и шкала данных ДСК, а также со шкалой X — температура нагрева. С помощью программного обеспечения по заданным параметрам вычислялись и выводились на экран количественные данные по отображаемым кривым. Эти данные вносились в сводную таблицу и подвергались статистическому анализу.

Исходы исследования

Основной исход исследования

По результатам исследования были получены данные силы полимерной связи внутри композита и внесены в сводную таблицу. В процессе проведения СТА образец композита превращался в рассыпчатую золу, состоящую из неорганических материалов.

Дополнительные исходы исследования

По результатам данных сигналов ТГ была получена информация о количестве неорганического наполнителя в каждом образце.

Анализ в подгруппах

Из каждого вида композитов были изготовлены образцы, полимеризованные по стандартной методике при комнатной температуре ($n = 15$), а также образцы, полимеризованные после предварительного термовибрационного воздействия ($n = 15$). Данные образцы обозначались условно К и Т соответственно. Образцы из композита Estelite Sigma Quick обозначались цифрой 1, Filtek Bulk Fill Posterior Restorative — цифрой 2, «ДентЛайт» — цифрой 3. Таким образом, у нас имелись группы образцов 1 К, 1 Т, 2 К, 2 Т, 3 К и 3 Т. Разделение в подгруппах производилось по двум

признакам: состоянию композита перед полимеризацией и фирме — производителю композита.

Методы регистрации исходов

Регистрация данных проводилась с помощью электронных датчиков ДСК и ТГ внутри прибора STA-409 PC Luxx фирмы Netzsch.

СТА-метод включал одновременное измерение двух типов сигналов: термогравиметрии (ТГ) и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

ТГ-анализ определяет изменение массы, происходящие из-за выделения газов, разложения и реакции с атмосферой, термическую стабильность, кинетику реакций, состав полимерных компонентов, добавки, наполнители, влажность, смягчение.

ДСК позволяет определить термические изменения физических и химических реакций: температуры и энтальпии фазовых переходов, фазовые диаграммы, стеклование, плавление, кристаллизацию, реакционное поведение, термостойкость, удельную теплоемкость, количественное определение. Энтальпия — это термодинамическое свойство вещества, которое указывает на уровень энергии, сохраненной в его молекулярной структуре. Таким образом, энтальпия — это количество энергии, которая доступна для преобразования в теплоту при определенной температуре и давлении.

Принцип данного вида анализа определяется в регистрации изменений массы в зависимости от температуры или времени при определенных и контролируемых условиях (скорость нагрева)².

Статистический анализ

Принципы расчета размера выборки

Принцип расчета размера выборки исходил из условий проведения лабораторного эксперимента.

Методы статистического анализа данных

В процессе статистической обработки данных применялись критерии Шапиро — Уилка, Манна — Уитни и Стьюдента с использованием программы Microsoft Excel 2016 с включенными надстройками AtteStat.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Модели экспериментального исследования

В качестве моделей экспериментального исследования были изготовлены образцы весом

30 мг с гомогенной структурой без видимых следов посторонних веществ трех видов композитов: нанокомпозит Estelite Sigma Quick, низкоусадочный композит Filtek Bulk Fill Posterior Restorative и микрогибридный композит «ДентЛайт» (рис. 1).

Композит Estelite Sigma Quick, по данным производителя, в своем составе содержит 82% по весу (71% по объему) кремний-циркониевого и композиционного наполнителя. Неорганический наполнитель, содержащийся в Estelite Sigma Quick, является сферическим субмикронным наполнителем (средний размер частиц 0,2 мкм; фракционный состав частиц от 0,1 до 0,3 мкм). Мономерная основа содержит бис-глицидиметилметакрилат (Bis-GMA) и триэтиленгликоль диметакрилат.

Наполнитель в составе композита Filtek Bulk Fill Posterior Restorative, по данным производителя, представляет собой сочетание неагломерированного/неагрегированного оксида кремния размером 20 нм, неагломерированного/неагрегированного оксида циркония размером 4–10 нм, агрегированного кластерного наполнителя на основе оксида циркония/оксида кремния (с размером частиц оксида кремния 20 нм и оксида циркония 4–11 нм), а также наполнителя на основе трифторида иттербия, состоящего из агломерированных частиц размером 100 нм. Доля неорганического наполнителя составляет около 76,5% по массе (58,4% по объему). В качестве мономеров Filtek Bulk Fill Posterior содержит AUDMA (ароматический диметакрилат с высокой молекулярной массой), AFM (аддитивный фрагментационный мономер из группы метакрилатов), DDDMA (1,12-додеканодиол диметакрилат) и УДМА (уретан диметакрилат).

По официальным данным фирмы-производителя, органическая полимерная матрица композита «ДентЛайт» состоит из уретандиметилметакрилата (UDMA), триэтиленгликоль диметакрилата (TEGDMA), бис-глицидилметилметакрилата (Bis-GMA) и других олигомеров, наполненных модифицированным рентгеноконтрастным мелкодисперсным неорганическим наполнителем (примерно 80% по массе). Неорганический наполнитель представляет собой комбинацию нанокластеров размером 0,1–5,0 мкм, в состав которых входят частицы барийалюмоборосиликатного и стронциевого стекла, модифицированного мелкодисперсным оксидом кремния, с неагломерированными частицами оксида кремния размером 3–20 нм. Данные частицы

² ISO 11358-1:2014. *Plastics — Plastics — Thermogravimetry (TG) of polymers — Part 1: General principles. ISO/TC 61/SC 5 Physical-chemical properties. ISO/TC 61/SC 5 Physical-chemical properties. 2014.*



Рис. 1. Схема проведения исследования.

Fig. 1. Experimental design.

наполнителя имеют многоуровневое пространственное распределение в массе композита по размеру от 0,02 до 0,7 мкм.

Основные результаты исследования

По полученным результатам видно, что все образцы (1 К и 1 Т, 2 К и 2 Т, 3 К и 3 Т) разлагаются под действием температуры аналогичным образом. На рисунках 2–7 представлены выборочные термограммы образцов из каждой группы: 1 К, 1 Т, 2 К, 2 Т, 3 К, 3 Т.

Результаты термических испытаний образцов композитов сведены в таблицу 1.

Из рисунков 2–7 видно, что все образцы разлагаются аналогично, при этом надо отметить следующие особенности.

Температуры окончания различных фаз разложения отмечаются как точки перегиба графиков термограмм, представленных на рисунках 2–7. Для первой фазы разложения такие температуры соответствуют для каждого образца из всех групп композитов: 1 К — 237 °С, 1 Т — 241 °С, 2 К — 239 °С, 2 Т — 273 °С, 3 К — 254 °С, 3 Т — 239 °С.

Для второй фазы разложения температуры окончания интервалов соответствовали значе-

ниям: 1 К — 460 °С, 1 Т — 455 °С, 2 К — 476 °С, 2 Т — 486 °С, 3 К — 448 °С, 3 Т — 448 °С.

И для третьей фазы температуры окончания интервалов соответствовали значениям 1 К — 653 °С, 1 Т — 649 °С, 2 К — 679 °С, 2 Т — 677 °С, 3 К — 642 °С, 3 Т — 637 °С.

Средние значения температур интервалов для различных фаз разложения приведены в таблице 1. Во всех выборках, согласно критерию Шапиро — Уилка, выполнялось требование нормальности распределения значений, кроме группы для третьей фазы разложения композита 1 К. Сравнение значений между группой контроля (1 К) и группой сравнения (1 Т) для третьей фазы проводили с помощью критерия Манна — Уитни. Различия статистически значимого не установлено ($p = 0,983$).

Сравнение средних значений интервалов для остальных групп проводили по критерию Стьюдента для тех выборок, распределение которых соответствовало нормальному закону. В результате не было выявлено статистически значимых различий между контрольными и сравниваемыми группами ($p > 0,05$), кроме средних значений для первой фазы между группами 2 К и 2 Т ($p = 0,004$).

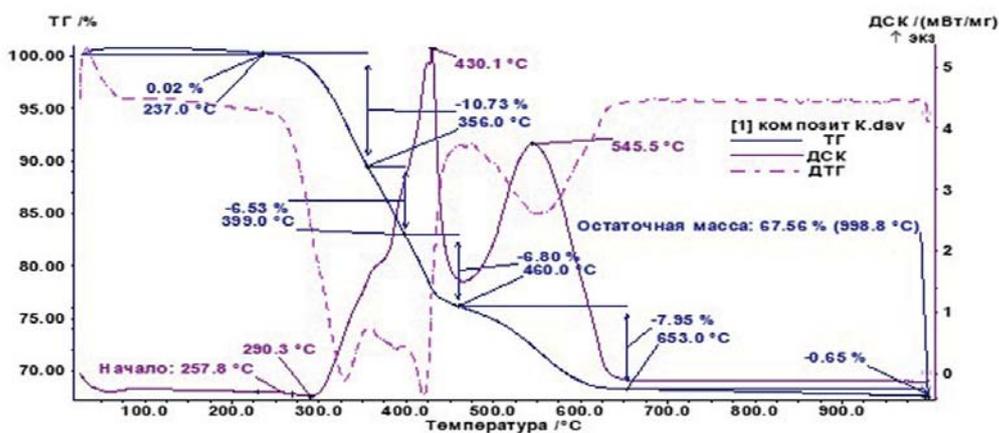


Рис. 2. Термограмма образца композитного материала Estelite Sigma Quick из контрольной группы (1 K).
 Fig. 2. Thermography of Estelite Sigma Quick composite from control sample (1K)

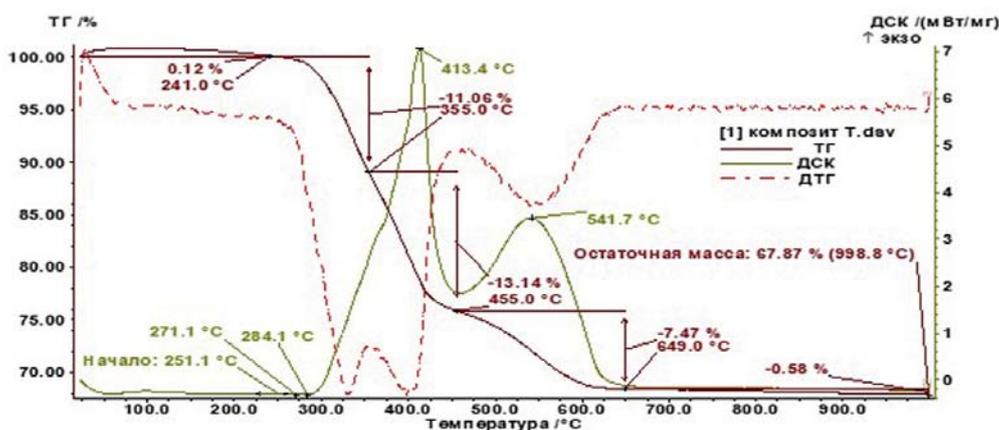


Рис. 3. Термограмма образца композитного материала Estelite Sigma Quick из группы исследования (1 T).
 Fig. 3. Thermography of Estelite Sigma Quick composite from study sample (1T).

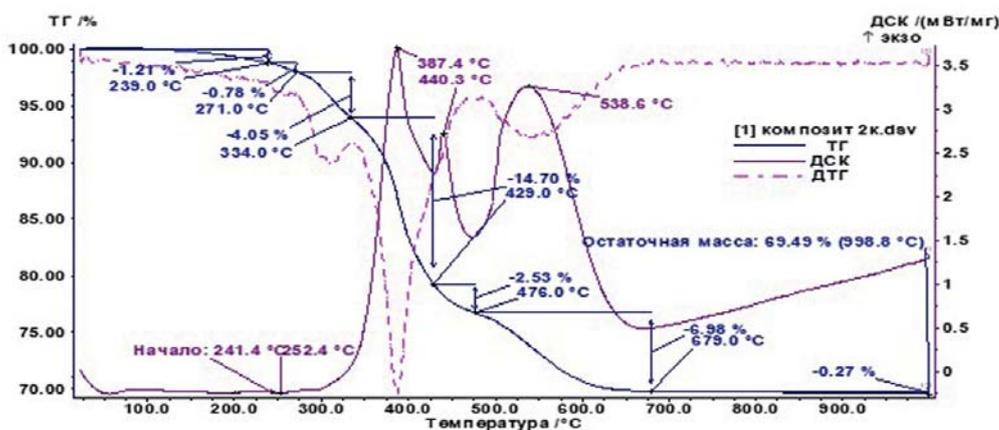


Рис. 4. Термограмма образца композитного материала Filtek Bulk Fill Posterior Restorative из контрольной группы (2 K).
 Fig. 4. Thermography of Filtek Bulk Fill Posterior Restorative composite from control sample (2K).

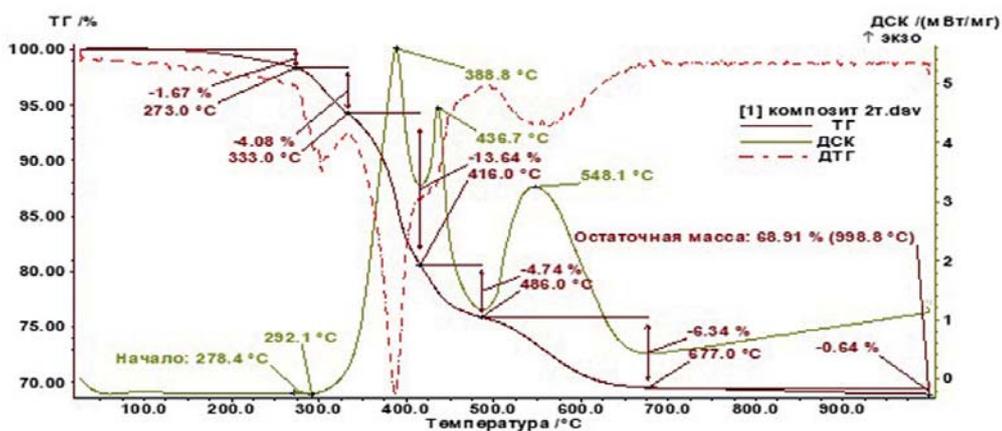


Рис. 5. Термограмма образца композитного материала Filtek Bulk Fill Posterior Restorative из группы исследования (2 Т).
 Fig. 5. Thermography of Filtek Bulk Fill Posterior Restorative composite from study sample (2T).

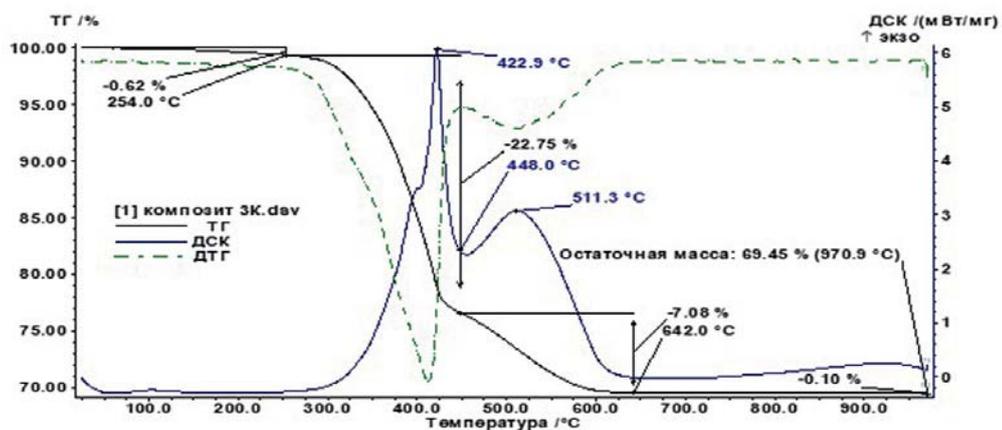


Рис. 6. Термограмма образца композитного материала «ДентЛайт» из контрольной группы (3 К).
 Fig. 6. Thermography of DentLight composite from control sample (3K).

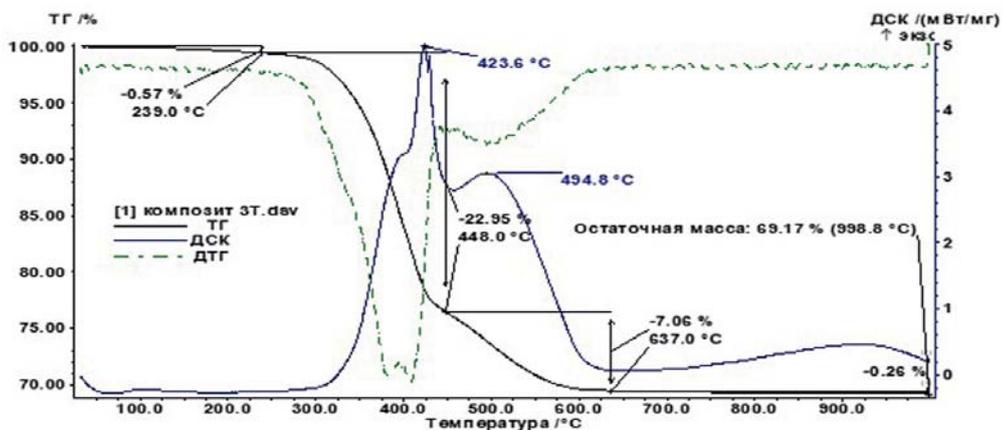


Рис. 7. Термограмма образца композитного материала «ДентЛайт» из группы исследования (3 Т).
 Fig. 7. Thermogram of DentLight composite from study sample (3T).

Таблица 1. Средние значения параметров ($M \pm SD$) термических испытаний образцов композитов
 Table 1. Mean ($M \pm SD$) thermal testing values in composite specimens

| Название композита и групп образцов | Температура окончания интервала 1-й фазы разложения, °C ($n = 15$) | Температура окончания интервала 2-й фазы разложения, °C ($n = 15$) | Температура окончания интервала 3-й фазы разложения, °C ($n = 15$) | Температура начала эндо- и экзопроцессов, °C ($n = 15$) | Доля остаточной массы, % ($n = 15$) |
|---|--|--|--|---|---------------------------------------|
| Estelite Sigma Quick 1 К | 233,3 ± 12,3 | 463,5 ± 16,4 | 649,1 ± 18,6 [#] | (256,2 ± 9,4) эндо (431,0 ± 2,8) экзо (544,3 ± 3,9) экзо | 71,5 ± 3,1 |
| Estelite Sigma Quick 1 Т | 237,2 ± 7,6 | 456,0 ± 13,0 | 646,3 ± 12,6* | (249,2 ± 10,5) эндо (412,7 ± 3,5) экзо (540,5 ± 4,1) экзо | 67,4 ± 7,6 |
| Filtek Bulk Fill Posterior Restorative 2 К | 247,7 ± 19,3 | 481,2 ± 20,7 | 679,7 ± 22,8 | (236,6 ± 21,5) эндо (385,7 ± 1,4) экзо; (439,0 ± 1,9) экзо (538,5 ± 2,0) экзо | 67,7 ± 6,8 |
| Filtek Bulk Fill Posterior Restorative 2 Т | 266 ± 13,2 st | 477,8 ± 27,8 | 674,1 ± 33,6 | (272,4 ± 18,2) st эндо (390,2 ± 2,4) экзо (437,2 ± 1,6) экзо (548,3 ± 2,5) экзо | 69,1 ± 4,2 |
| «ДентЛайт» 3 К | 247,9 ± 18,7 | 453,1 ± 14,8 | 642,6 ± 11,6 | - (423,1 ± 1,4) экзо (511,2 ± 1,4) экзо | 68,4 ± 4,2 |
| «ДентЛайт» 3 Т | 240,4 ± 12,6 | 442,5 ± 14,4 | 638,6 ± 20,4 | - (423,8 ± 1,3) экзо (494,7 ± 2,2) экзо | 71,0 ± 6,7 |

Примечание: [#] — гипотеза нормальности группы отклонена, * — применяли критерий Манна — Уитни, st — статистически значимое отличие по критерию Стьюдента.

Note: [#] — normality hypothesis rejected for sample, * — Mann — Whitney significance criterion, St — Student's significance criterion

Так, в соответствии с рисунками 2–5 деструкция образцов происходит в три стадии. Первая стадия образцов 1 и 2 — эндотермическая (начало 258 и 251 °C для образцов композита 1, а также 241 и 278 °C для образцов композита 2). Эта стадия идет с поглощением энергии, что соответствует начальной фазе деструкции полимеров. На графиках ДСК температурные точки эндопроцесса соответствуют началу резкого возрастания графиков.

Для групп образцов 1 и 2 композитов средние значения температур начала эндо- и экзопроцессов отражены в таблице 1.

Для группы 1 К средняя температура начала эндопроцесса была равна 256,2 ± 9,4 °C, а для группы 1 Т средняя температура начала эндопроцесса была равна 249,2 ± 10,5 °C. Гипотеза нормальности распределения числовых значений температур в группах не отклонена. Статистически значимых различий не выявлено по критерию Стьюдента ($p > 0,05$).

Для группы 2 К средняя температура начала эндопроцесса была равна 236,6 ± 21,5 °C, а для группы 2 Т средняя температура начала эндопроцесса была равна 272,4 ± 18,2 °C. Гипотеза

нормальности распределения числовых значений температур в группах не отклонена. Статистически значимое различие выявлено по критерию Стьюдента ($p < 0,0001$).

Как известно из литературы, деполимеризация с высвобождением мономера характерна для полиметакриловых эфиров [20]. Среди всех изученных эфиров полиметакриловой кислоты для полиметилметакрилата этот процесс является единственным направлением разложения. При подробном изучении рисунков 8 и 9 хорошо виден эндоэффект на всех термограммах, соответствующий деструкции полимера с образованием мономера. Для разрушения полимеров 1 К, 1 Т, 2 К и 2 Т потребовалась удельная энергия 12,69, 2,784, 2,868 и 3,36 Дж/г соответственно.

Средние значения удельной энергии экзопроцесса для групп образцов 1 К — 12,1 ± 1,6 Дж/г, 1 Т — 2,6 ± 0,4 Дж/г, у которых статистически значимо по критерию Манна — Уитни есть различия ($p < 0,0001$). Средние значения удельной энергии экзопроцесса для групп образцов 2 К — 3,3 ± 0,8 Дж/г, 2 Т — 3,5 ± 0,6 Дж/г, у которых статистически значимого различия между ними по критерию Стьюдента не выявлено ($p = 0,685$).

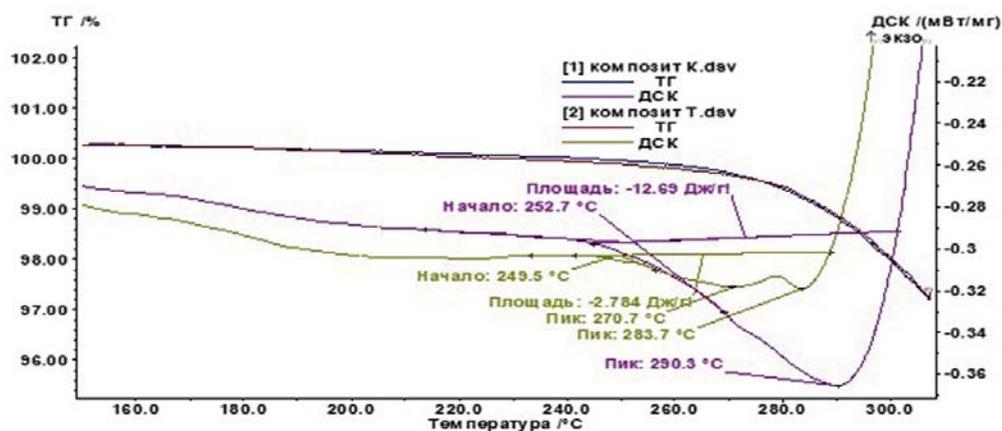


Рис. 8. Фрагмент термического разложения образцов 1 К и 1 Т.
Fig. 8. Fragment of thermal decomposition in specimens 1 K and 1 T.

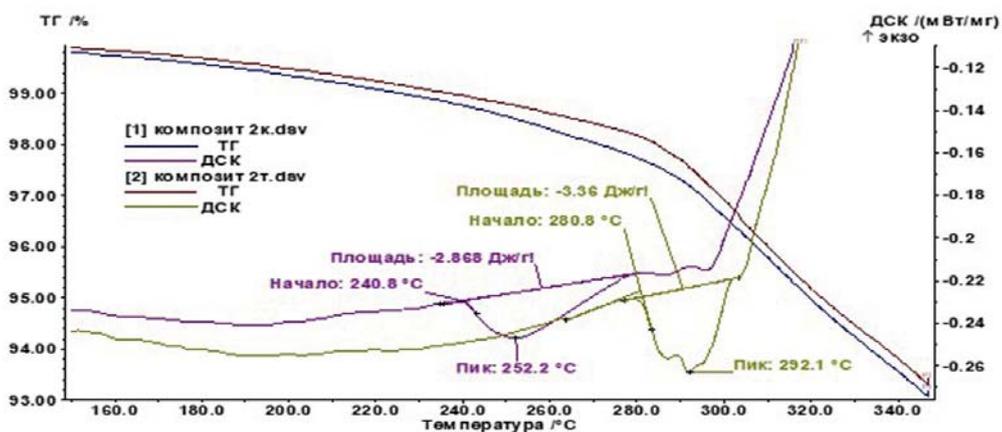


Рис. 9. Фрагмент термического разложения образцов 2 К и 2 Т.
Fig. 9. Fragment of thermal decomposition in specimens 2 K and 2 T.

Вслед за эндотермической реакцией разложения происходит экзотермическая окислительная деструкция полимеров, которая идет в две стадии и соответствует температурной точке, при которой функция начинает убывать (рис. 2–5). Во время первой стадии в интервале средних значений от $233,3 \pm 12,3$ до $463,5 \pm 16,4$ °C в контрольной группе 1-го композита, а также в интервале средних значений от $237,2 \pm 7,6$ до $456,0 \pm 13,0$ °C в группе сравнения 1-го композита идет процесс разложения и «осмоления» полимера. Аналогично для первой стадии в интервале средних значений от $247,7 \pm 19,3$ до $481,2 \pm 20,7$ °C в контрольной группе 2-го композита, а также, в интервале средних значений от $266 \pm 13,2$ до $477,8 \pm 27,8$ °C в группе сравнения 2-го композита идет процесс разложения и «осмоления» полимера.

Затем в следующей, заключительной стадии идет разрушение полимера в интервале средних значений температур от $463,5 \pm 16,4$ до $649,1$

$\pm 18,6$ °C в контрольной группе 1-го композита, а также в интервале средних значений от $456,0 \pm 13,0$ до $646,3 \pm 12,6$ °C в группе сравнения 1-го композита. Аналогично для второй стадии в интервале средних значений от $481,2 \pm 20,7$ до $679,7 \pm 22,8$ °C в контрольной группе 2-го композита, а также в интервале средних значений от $477,8 \pm 27,8$ до $674,1 \pm 33,6$ °C в группе сравнения 2-го композита.

При термическом разложении образцов композитов 3 К и 3 Т на первой стадии отсутствует эндоэффект (рис. 10), что может быть объяснено его отличительным химическим составом. При этом последующее разложение данных образцов по свободнорадикальному механизму окисления происходит аналогичным способом [21–25].

На рисунках 11–13 приведены термограммы, отражающие сравнительный расчет энтальпии разложения полимеров на различных стадиях термодеструкции.

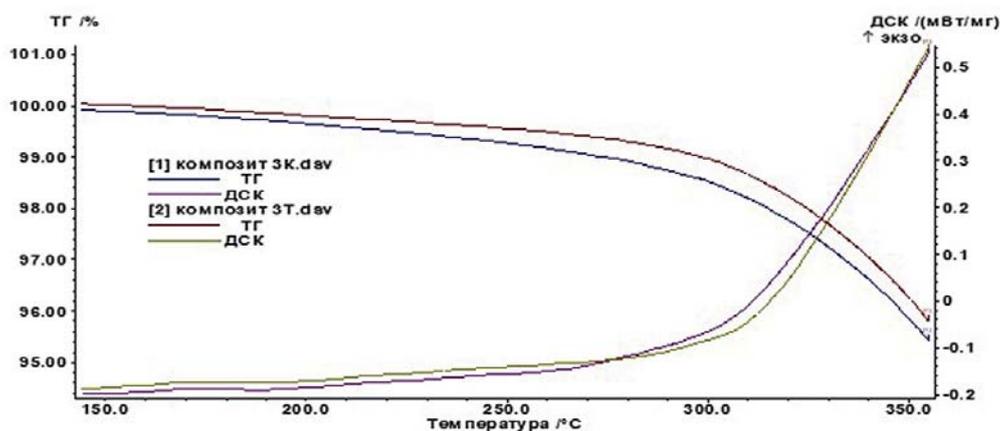


Рис. 10. Фрагмент термического разложения образцов 3 К и 3 Т.
 Fig. 10. Fragment of thermal decomposition in specimens 3 K and 3 T.

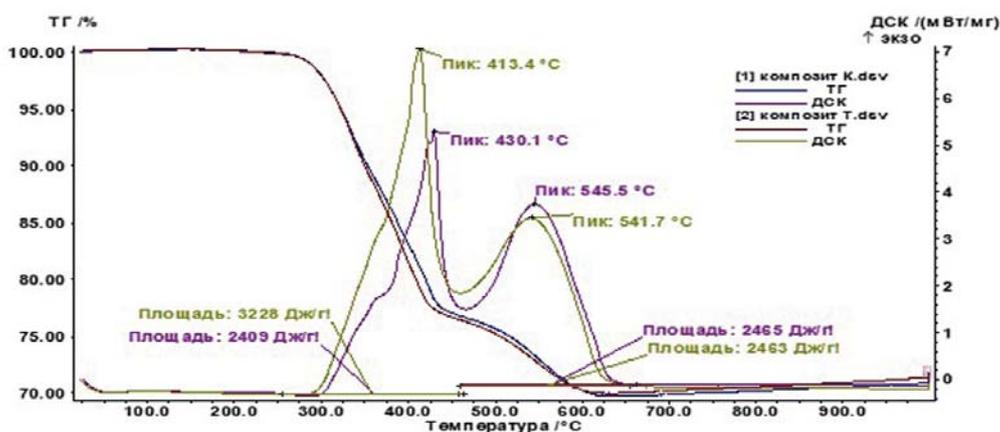


Рис. 11. Расчет энтальпии процесса термодеструкции образцов 1 К и 1 Т.
 Fig. 11. Thermodestruction enthalpy in specimens 1 K and 1 T.

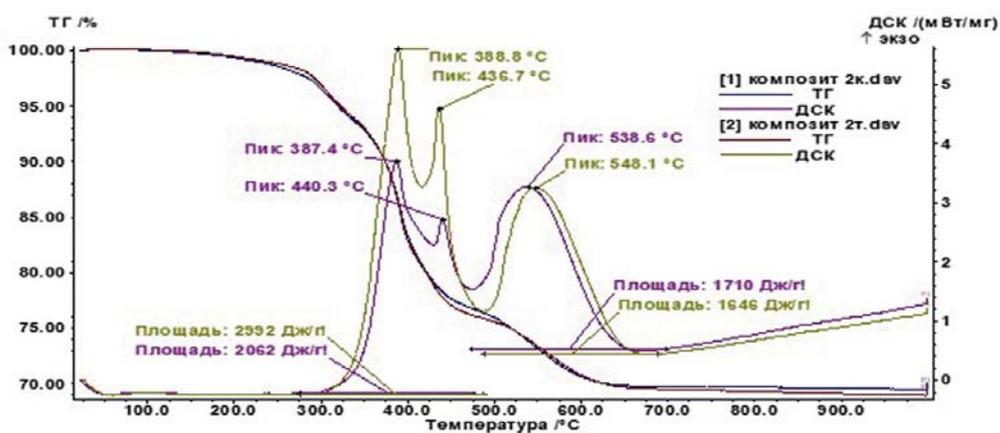


Рис. 12. Расчет энтальпии процесса термодеструкции образцов 2 К и 2 Т.
 Fig. 12. Thermodestruction enthalpy in specimens 2 K and 2 T.

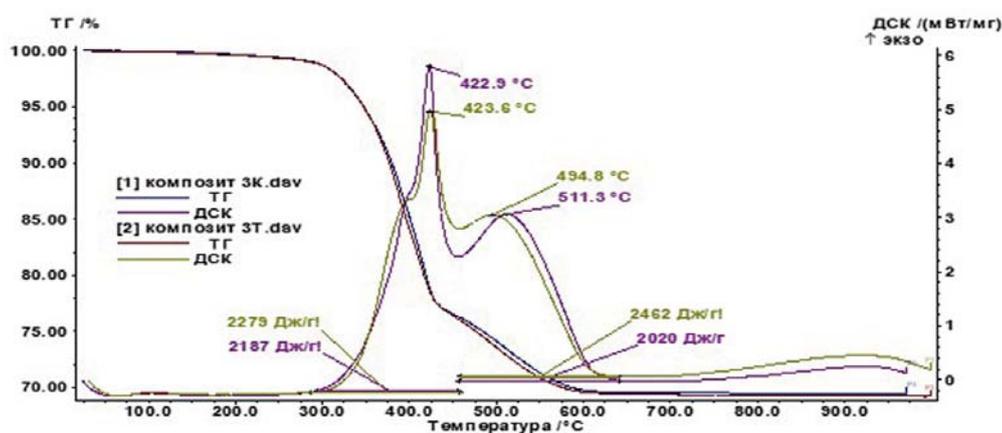


Рис. 13. Расчет энтальпии процесса термодеструкции образцов 3 К и 3 Т.

Fig. 13. Thermodestruction enthalpy in specimens 3 K and 3 T.

На рисунках 11, 12 отражено, что энтальпия экзотермического разложения образцов 1 К и 2 К находятся в интервале 237–679 °С с пиками 430, 546 и 387, 440, 539 °С соответственно. Суммарная энтальпия разложения образцов равняется 4874 и 3772 Дж/г соответственно. При этом энтальпия разложения композитных образцов тех же самых композитов, но подвергшихся предварительному термовибрационному воздействию перед их полимеризацией 1 Т и 2 Т, находится в интервале 241–677 °С с пиками 413, 542 и 389, 437, 548 °С соответственно. При этом энтальпия разложения этих образцов равняется 5691 и 4638 Дж/г соответственно. Это на 14,35 и 18,67% больше энтальпии разложения образцов 1 К и 2 К, подготовленных без предварительного термовибрационного воздействия (рис. 11–13).

Средние значения энтальпии по исследуемым группам представлены в таблице 2. Распределение числовых значений в группах соответствовало нормальному распределению (по критерию Шапиро — Уилка, $p > 0,05$). Сравнение между значениями энтальпии контрольной и опытной групп проводили с помощью критерия Стьюдента для каждого композитного материала. Различия статистически значимы для всех композитных материалов ($p < 0,0001$).

Так, среднее значение по группе с композитом Estelite Sigma Quick было значимо больше в группе исследования ($5709,9 \pm 62,0$ Дж/г), чем в группе контроля ($4880,2 \pm 26,3$ Дж/г). Это на 17,00% превышает показатель контрольной группы.

Среднее значение по группе с композитом Filtek Bulk Fill Posterior Restorative было значимо больше в группе исследования ($4630,1 \pm 44,7$ Дж/г),

чем в группе контроля ($3779,5 \pm 39,7$ Дж/г). Это на 22,51% превышает показатель контрольной группы.

Процесс термодеструкции образцов 3 К и 3 Т проходил в несколько иной форме. На рисунке 13 отражено, как, минуя эндотермическую стадию разложения, процесс терморазрушения начинался сразу с экзотермической стадии в интервале 30–642 °С с пиками 423, 551 и 424, 495 °С соответственно. При этом энтальпия разложения композитных образцов 3 К и 3 Т равняется 4251 и 4736 Дж/г соответственно.

И среднее значение по группе с композитом «ДентЛайт» было значимо больше в группе исследования ($4751,4 \pm 44,5$ Дж/г), чем в группе контроля ($4268,5 \pm 42,9$ Дж/г). Это на 11,31% превышает показатель контрольной группы.

Отличия энтальпии терморазрушения композитов из группы исследования говорит о более плотной структуре полимерной матрицы исследуемых образцов 1 Т, 2 Т и 3 Т, подвергшихся предварительному термовибрационному воздействию перед полимеризацией. В связи с этим потребовалось больше энергии для разрушения полимера, что говорит о более высокой силе связи внутри полимерной цепочки [21, 22, 24].

Дополнительные результаты исследования

Средние значения долей остаточной массы образцов 1 К, 1 Т, 2 К, 2 Т, представленная неорганическим наполнителем, находятся в пределах $71,5 \pm 3,1\%$ для 1 К, в интервале $67,4 \pm 7,6\%$ для 1 Т, в среднем $67,7 \pm 6,8\%$ для 2 К, в интервале $69,1 \pm 4,2\%$ для 2 Т, в пределах $68,4 \pm 4,2\%$ для 3 К, в интервале $71,0 \pm 6,7\%$ для 3 Т, что создает 3-сигмовые интервалы от среднего значения доли в любой группе, в которые попадает

Таблица 2. Средние значения параметров ($M \pm SD$) термодинамических параметров исследуемых групп образцов композитов**Table 2.** Mean ($M \pm SD$) thermodynamic parameters in composite samples

| Название композита и групп образцов | Температура 1-го пика DTA, °C (n = 15) | Температура 2-го пика DTA, °C (n = 15) | Температура 3-го пика DTA, °C (n = 15) | Энтальпия общая, ккал/г, (n = 15) | Относительная разница значений энтальпии, % |
|--|--|--|--|-----------------------------------|---|
| Estelite Sigma Quick 1 К | 431,0 ± 2,8 | 544,3 ± 3,9 | - | 4880,2 ± 26,3 | 17,00% |
| Estelite Sigma Quick 1 Т | 412,7 ± 3,5 | 541,8 ± 4,1 | - | 5709,9 ± 62,0 st | |
| Filtek Bulk Fill Posterior Restorative 2 К | 385,7 ± 1,4 | 439,0 ± 1,8 | 538,5 ± 2,0 | 3779,5 ± 39,7 | 22,51% |
| Filtek Bulk Fill Posterior Restorative 2 Т | 390,2 ± 2,4 | 437,2 ± 1,6 | 548,3 ± 2,5 | 4630,1 ± 44,7 st | |
| «ДентЛайт» 3 К | 423,1 ± 1,4 | 511,2 ± 1,4 | - | 4268,7 ± 42,9 | 11,31% |
| «ДентЛайт» 3 Т | 423,8 ± 1,3 | 494,7 ± 2,3 | - | 4751,4 ± 44,5 st | |

Примечание: st — статистически значимое отличие по критерию Стьюдента.

Note: st — Student's criterion significance

значение доли остаточной массы по официальным данным производителя о составе композитов.

Нежелательные явления

В рамках проведенного исследования нежелательные явления не были зарегистрированы.

ОБСУЖДЕНИЕ

Резюме основного результата исследования

Энтальпия разрушения образцов композитов 1 Т, 2 Т и 3 Т, подвергшихся предварительному термовибрационному воздействию перед полимеризацией, выше энтальпии разрушения образцов 1 К, 2 К и 3 К, полимеризованных при стандартных условиях без термовибрационного воздействия, на 17,00; 22,51 и 11,31% соответственно (табл. 2).

Обсуждение основного результата исследования

Отличие энтальпии терморазрушения говорит о более плотной структуре полимерной матрицы исследуемых образцов 1 Т, 2 Т и 3 Т, а соответственно, о более сильной внутренней полимерной связи. Это указывает на то, что для разрушения полимера, подвергнутого термовибрационному воздействию перед полимеризацией, потребовалось больше энергии, чем для разрушения композита, полимеризованного при классических

условиях без термовибрационного воздействия. Однако уже разрушенные «осмоленные» полимеры, имеющие одинаковый химический состав, на 2-й стадии экзотермического разрушения разлагаются идентично. Это указывает на особые свойства композитов в их полимеризованном состоянии.

Применение термического анализа стоматологических пломбировочных материалов не столь распространено в научной литературе. Однако данные, полученные авторами в научных статьях в результате применения термогравиметрического анализа о термической стабильности биополимеров, количестве окисленного свободного мономера после полимеризации композита, подтверждают факт возможности получения очень важной и ценной информации за счет использования подобного вида анализа [26, 27].

Положительные свойства композитов, достигаемые за счет предварительного нагрева композита, описанные авторами статей [8, 9], а также положительные свойства композитов, достигнутые за счет вибрационного воздействия на композит, описанные авторами в статьях [17–19], получилось достигнуть в совокупности за счет одного термовибрационного воздействия.

Ограничения исследования

Ограничения исследования определяются пространственными и финансовыми факторами.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исходя из полученных данных проведенного исследования, можно сделать вывод: предварительное термовибрационное воздействие на неполимеризованный фотоотверждаемый композит дает возможность получить композит с более высокими показателями силы связи полимерной цепочки. Это, в свою очередь, определяет более высокую твердость поверхности композита, увеличивает сопротивляемость на изгиб и износостойкость. Данные изменения свойств композитов дают значительное преимущество для качества пломб в клинической практике.

СООТВЕТСТВИЕ ПРИНЦИПАМ ЭТИКИ

Проведение исследования одобрено независимым этическим комитетом федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кубанский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации (ул. им. Митрофана Седина, д. 4, г. Краснодар, Россия), протокол № 69 от 26.10.2018 г.

COMPLIANCE WITH ETHICAL STANDARDS

The study was approved by the Independent Committee for Ethics of Kuban State Medical University, Ministry of Health of the Russian Federation

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Wright M.C. *Bulk and Microscale Composition Analysis*. In: Miller B.A., Shipley R.J., Parrington R.J., Denies D.P. editors. *Failure Analysis and Prevention*. ASM International; 2021. 85–91. DOI: 10.31399/asm.hb.v11.a0006759
2. Севбитов А.В., Даньшина С.Д., Кузнецова М.Ю., Платонова В.В., Борисов В.В. Icon как метод выбора неинъекционного метода лечения начального кариеса у пациентов с фибродисплазией оссифицирующей прогрессирующей: клинический случай. *Российский стоматологический журнал*. 2019; 23(6): 280–283. DOI: 10.18821/1728-2802-2019-23-6-280-283
3. Шумилов Б.Р., Лещева Е.А., Харитонов Д.Ю., Морозов А.Н., Санеев А.В. Изменение микроструктуры эмали и дентина под влиянием ротационного инструмента при лечении кариеса (исследование *in vitro*). *Российский стоматологический журнал*. 2017; 21(2): 68–71. DOI: 10.18821/1728-28022017;21(2)68-71
4. Хабазде З.С. Лабораторное обоснование эффективности предполимеризационного нагрева нанокompозитного материала. *Эндодонтия Today*. 2020; 18(1): 15–20. DOI: 10.36377/1683-2981-2020-18-1-15-20
5. Адамчик А.А. Оценка полимеризации композита. *Кубанский научный медицинский вестник*. 2015; 1: 7–11. DOI: 10.25207/1608-6228-2015-1-7-11
6. Ebrahimi-Chaharom M.E., Safyari L., Safarvand H., Jafari-Navimipour E., Alizadeh-Oskoe P., Ajami A.A., Abed-Kahnamouei M., Bahari M. The effect of pre-heating on monomer elution from bulk-fill resin composites. *J. Clin. Exp. Dent*. 2020; 12(9): e813–e820. DOI: 10.4317/jced.56989
7. Ebrahimi Chaharom M.E., Bahari M., Safyari L., Safarvand H., Shafaei H., Jafari Navimipour E., Alizadeh Oskoe P., Ajami A.A., Abed Kahnamouei M. Effect of preheating on the cytotoxicity of bulk-fill composite resins. *J Dent Res Dent. Clin. Dent. Prospects*. 2020; 14(1): 19–25. DOI: 10.34172/joddd.2020.003
8. Lopes L.C.P., Terada R.S.S., Tsuzuki F.M., Gianni M., Hirata R. Heating and preheating of dental restorative materials—a systematic review. *Clin. Oral. Investig.* 2020; 24(12): 4225–4235. DOI: 10.1007/s00784-020-03637-2
9. Urcuyo Alvarado M.S., Escobar García D.M., Pozos Guillén A.J., Flores Arriaga J.C., Romo Ramírez G.F., Ortiz Magdaleno M. Evaluation of the Bond Strength and Marginal Seal of Indirect Restorations of Composites Bonded with Preheating Resin. *Eur. J. Dent*. 2020; 14(4): 644–650. DOI: 10.1055/s-0040-1716630
10. Xue J., Yang B.N. Effect of preheating on the properties of resin composite. *Hua Xi Kou Qiang Yi Xue Za Zhi*. 2019; 37(6): 571–576. DOI: 10.7518/hxkq.2019.06.001

(Mitrofana Sedina str., 4, Krasnodar, Russia), Minutes No. 69 of 26.10.2018.

ИСТОЧНИК ФИНАНСИРОВАНИЯ

Авторы заявляют об отсутствии спонсорской поддержки при проведении исследования.

FINANCING SOURCE

The authors declare that no funding was received for this study.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают благодарность Учебно-научному производственному коллективу (УНПК «Аналит»), а именно старшему научному сотруднику кафедры аналитической химии ФГБОУ ВО «КубГУ», доценту Васильеву Александру Михайловичу за помощь в проведении лабораторных испытаний и интерпретации полученных данных.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors are grateful to the team of “Analit” Academic and Research Production Association and personally to Alexander M. Vasilyev, Assoc. Prof. and Senior Researcher at the Chair of Analytical Chemistry of Kuban State University, for assistance in laboratory testing and evidence interpretation.

11. Coelho N.F., Barbon F.J., Machado R.G., Boscato N., Moraes R.R. Response of composite resins to pre-heating and the resulting strengthening of luted field-spar ceramic. *Dent. Mater.* 2019; 35(10): 1430–1438. DOI: 10.1016/j.dental.2019.07.021
12. Khabadze Z., Kulikova A., Abdulkerimova S., Bakaev Y., Bakaev Y., Todua D., Mordanov O., Adzhieva A., Davreshyan G., Solimanov Sh., Nazhmudinov Sh. The substantiation of the pre-polymerization heating efficiency of the dental nanocomposite material. *Pesqui Bras. Odontopediatria Clin. Integr.* 2020; 20:e0030. DOI: 10.1590/pboci.2020.1399
13. Darabi F., Tayefeh-Davalloo R., Tavangar S.M., Naser-Alavi F., Boorboo-Shirazi M. The effect of composite resin preheating on marginal adaptation of class II restorations. *J. Clin. Exp. Dent.* 2020; 12(7): e682–e687. DOI: 10.4317/jced.56625
14. Tauböck T.T., Tarle Z., Marovic D., Attin T. Pre-heating of high-viscosity bulk-fill resin composites: effects on shrinkage force and monomer conversion. *J. Dent.* 2015; 43(11): 1358–1364. DOI: 10.1016/j.jdent.2015.07.014
15. Nilsen B.W., Mouhat M., Haukland T., Örtengren U.T., Mercer J.B. Heat Development in the Pulp Chamber During Curing Process of Resin-Based Composite Using Multi-Wave LED Light Curing Unit. *Clin. Cosmet. Investig. Dent.* 2020; 12: 271–280. DOI: 10.2147/CCIDE.S257450
16. Dionysopoulos D., Papadopoulos C., Koliniotou-Koumpia E. Effect of temperature, curing time, and filler composition on surface microhardness of composite resins. *J. Conserv. Dent.* 2015; 18(2): 114–118. DOI: 10.4103/0972-0707.153071
17. Lempel E., Őri Z., Szalma J., Lovász B.V., Kiss A., Tóth Á., Kunsági-Máté S. Effect of exposure time and pre-heating on the conversion degree of conventional, bulk-fill, fiber reinforced and polyacid-modified resin composites. *Dent. Mater.* 2019; 35(2): 217–228. DOI: 10.1016/j.dental.2018.11.017
18. Abral H., Putra G.J., Asrofi M., Park J.W., Kim H.J. Effect of vibration duration of high ultrasound applied to bio-composite while gelatinized on its properties. *Ultrason. Sonochem.* 2018; 40(PtA): 697–702. DOI: 10.1016/j.ultsonch.2017.08.019
19. Kim H.J., Choi H.J., Kim K.Y., Kim K.M. Effect of Heat and Sonic Vibration on Penetration of a Flowable Resin Composite Used as a Pit and Fissure Sealant. *J. Clin. Pediatr. Dent.* 2020; 44(1): 41–46. DOI: 10.17796/1053-4625-44.1.7
20. Vyazovkin S. Isoconversional Kinetics of Polymers: The Decade Past. *Macromol. Rapid. Commun.* 2017; 38(3). DOI: 10.1002/marc.201600615
21. *Thermogravimetric Analysis*. In: *Materials Characterization*. ASM International; 2019. 312–318. DOI: 10.31399/asm.hb.v10.a0006673
22. *Differential Scanning Calorimetry [1]*. In: *Materials Characterization*. ASM International; 2019. P. 305–311. DOI: 10.31399/asm.hb.v10.a0006672
23. Münchow E.A., Zanchi C.H., Ogliari F.A., Silva M.G., de Oliveira I.R., Piva E. Replacing HEMA with alternative dimethacrylates in dental adhesive systems: evaluation of polymerization kinetics and physicochemical properties. *J. Adhes. Dent.* 2014; 16(3): 221–228. DOI: 10.3290/j.jad.a31811
24. Zhang A, Li Z. Analysis of the equivalent thermal conductivity of nanopaper/polymer composite materials. *AIP Conference Proceedings*. 2019; 2106(1): 020014. DOI: 10.1063/1.5109337
25. Yadav R., Kumar M. Dental restorative composite materials: A review. *J. Oral. Biosci.* 2019; 61(2): 78–83. DOI: 10.1016/j.job.2019.04.001
26. Rodrigues M.C., Rolim W.R., Viana M.M., Souza T.R., Gonçalves F., Tanaka C.J., Bueno-Silva B., Seabra A.B. Biogenic synthesis and antimicrobial activity of silica-coated silver nanoparticles for esthetic dental applications. *J. Dent.* 2020; 96: 103327. DOI: 10.1016/j.jdent.2020.103327
27. Safaei M., Taran M., Imani M.M. Preparation, structural characterization, thermal properties and antifungal activity of alginate-CuO bionanocomposite. *Mater. Sci. Eng. C. Mater. Biol. Appl.* 2019; 101: 323–329. DOI: 10.1016/j.msec.2019.03.108

REFERENCES

1. Wright M.C. *Bulk and Microscale Composition Analysis*. In: Miller B.A., Shipley R.J., Parrington R.J., Dennies D.P. editors. *Failure Analysis and Prevention*. ASM International; 2021. 85–91. DOI: 10.31399/asm.hb.v11.a0006759
2. Sevbitov A.V., Dan'shina S.D., Kuznetsova M.Yu., Platonova V.V., Borisov V.V. Icon as a method of choice for injectable treatment of initial caries in patients with ossifying progressive fibrodysplasia: a clinical case. *Russian Journal of Dentistry*. 2019; 23(6): 280–283 (In Russ., English abstract). DOI: 10.18821/1728-2802-2019-23-6-280-283
3. Shumilovich B.R., Leshcheva E.A., Kharitonov D.Yu., Morozov A.N., Saneev A.V. Change of the microstructure of enamel and dentin under the influence of the rotary tool in the treatment of caries (in vitro study). *Russian Journal of Dentistry*. 2017; 21(2): 68–71 (In Russ., English abstract). DOI: 10.18821/1728-28022017;21(2)68-71
4. Khabadze Z.S. Laboratory substantiation of the efficiency of nanocomposite material prepolymerization heating. *Endodontics Today*. 2020; 18(1): 15–20 (In Russ., English abstract). DOI: 10.18821/1728-28022017;21(2)68-71
5. Adamchik A.A. Appraisal of composite's polymerization. *Kuban Scientific Medical Bulletin*. 2015; 1: 7–11 (In Russ., English abstract). DOI: 10.25207/1608-6228-2015-1-7-11

6. Ebrahimi-Chaharom M.E., Safyari L., Safarvand H., Jafari-Navimipour E., Alizadeh-Oskoe P., Ajami A.A., Abed-Kahnamouei M., Bahari M. The effect of pre-heating on monomer elution from bulk-fill resin composites. *J. Clin. Exp. Dent.* 2020; 12(9): e813–e820. DOI: 10.4317/jced.56989
7. Ebrahimi Chaharom M.E., Bahari M., Safyari L., Safarvand H., Shafaei H., Jafari Navimipour E., Alizadeh Oskoe P., Ajami A.A., Abed Kahnamouei M. Effect of preheating on the cytotoxicity of bulk-fill composite resins. *J Dent Res Dent. Clin. Dent. Prospects.* 2020; 14(1): 19–25. DOI: 10.34172/joddd.2020.003
8. Lopes L.C.P., Terada R.S.S., Tsuzuki F.M., Giannini M., Hirata R. Heating and preheating of dental restorative materials—a systematic review. *Clin. Oral. Investig.* 2020; 24(12): 4225–4235. DOI: 10.1007/s00784-020-03637-2
9. Urcuyo Alvarado M.S., Escobar García D.M., Pozos Guillén A.J., Flores Arriaga J.C., Romo Ramírez G.F., Ortiz Magdalena M. Evaluation of the Bond Strength and Marginal Seal of Indirect Restorations of Composites Bonded with Preheating Resin. *Eur. J. Dent.* 2020; 14(4): 644–650. DOI: 10.1055/s-0040-1716630
10. Xue J., Yang B.N. Effect of preheating on the properties of resin composite. *Hua Xi Kou Qiang Yi Xue Za Zhi.* 2019; 37(6): 571–576. DOI: 10.7518/hxkq.2019.06.001
11. Coelho N.F., Barbon F.J., Machado R.G., Boscato N., Moraes R.R. Response of composite resins to preheating and the resulting strengthening of luted feldspar ceramic. *Dent. Mater.* 2019; 35(10): 1430–1438. DOI: 10.1016/j.dental.2019.07.021
12. Khabadze Z., Kulikova A., Abdulkerimova S., Bakaev Y., Bakaev Y., Todua D., Mordanov O., Adzhieva A., Davreshyan G., Solimanov Sh., Nazhmudinov Sh. The substantiation of the pre-polymerization heating efficiency of the dental nanocomposite material. *Pesqui Bras. Odontopediatria Clín. Integr.* 2020; 20:e0030. DOI: 10.1590/pboci.2020.1399
13. Darabi F., Tayefeh-Davalloo R., Tavangar S.M., Nasir-Alavi F., Boorboo-Shirazi M. The effect of composite resin preheating on marginal adaptation of class II restorations. *J. Clin. Exp. Dent.* 2020; 12(7): e682–e687. DOI: 10.4317/jced.56625
14. Tauböck T.T., Tarle Z., Marovic D., Attin T. Pre-heating of high-viscosity bulk-fill resin composites: effects on shrinkage force and monomer conversion. *J. Dent.* 2015; 43(11): 1358–1364. DOI: 10.1016/j.jdent.2015.07.014
15. Nilsen B.W., Mouhat M., Haukland T., Örtengren U.T., Mercer J.B. Heat Development in the Pulp Chamber During Curing Process of Resin-Based Composite Using Multi-Wave LED Light Curing Unit. *Clin. Cosmet. Investig. Dent.* 2020; 12: 271–280. DOI: 10.2147/CCIDE.S257450
16. Dionysopoulos D., Papadopoulos C., Koliniotou-Koumpia E. Effect of temperature, curing time, and filler composition on surface microhardness of composite resins. *J. Conserv. Dent.* 2015; 18(2): 114–118. DOI: 10.4103/0972-0707.153071
17. Lempel E., Őri Z., Szalma J., Lovász B.V., Kiss A., Tóth Á., Kunsági-Máté S. Effect of exposure time and pre-heating on the conversion degree of conventional, bulk-fill, fiber reinforced and polyacid-modified resin composites. *Dent. Mater.* 2019; 35(2): 217–228. DOI: 10.1016/j.dental.2018.11.017
18. Abrial H., Putra G.J., Asrofi M., Park J.W., Kim H.J. Effect of vibration duration of high ultrasound applied to bio-composite while gelatinized on its properties. *Ultrason. Sonochem.* 2018; 40(PtA): 697–702. DOI: 10.1016/j.ultrasonch.2017.08.019
19. Kim H.J., Choi H.J., Kim K.Y., Kim K.M. Effect of Heat and Sonic Vibration on Penetration of a Flowable Resin Composite Used as a Pit and Fissure Sealant. *J. Clin. Pediatr. Dent.* 2020; 44(1): 41–46. DOI: 10.17796/1053-4625-44.1.7
20. Vyazovkin S. Isoconversional Kinetics of Polymers: The Decade Past. *Macromol. Rapid Commun.* 2017; 38(3). DOI: 10.1002/marc.201600615
21. *Thermogravimetric Analysis.* In: *Materials Characterization.* ASM International; 2019. 312–318. DOI: 10.31399/asm.hb.v10.a0006673
22. *Differential Scanning Calorimetry [1].* In: *Materials Characterization.* ASM International; 2019. P. 305–311. DOI: 10.31399/asm.hb.v10.a0006672
23. Münchow E.A., Zanchi C.H., Ogliari F.A., Silva M.G., de Oliveira I.R., Piva E. Replacing HEMA with alternative dimethacrylates in dental adhesive systems: evaluation of polymerization kinetics and physicochemical properties. *J. Adhes. Dent.* 2014; 16(3): 221–228. DOI: 10.3290/j.jad.a31811
24. Zhang A, Li Z. Analysis of the equivalent thermal conductivity of nanopaper/polymer composite materials. *AIP Conference Proceedings.* 2019; 2106(1): 020014. DOI: 10.1063/1.5109337
25. Yadav R., Kumar M. Dental restorative composite materials: A review. *J. Oral. Biosci.* 2019; 61(2): 78–83. DOI: 10.1016/j.job.2019.04.001
26. Rodrigues M.C., Rolim W.R., Viana M.M., Souza T.R., Gonçalves F., Tanaka C.J., Bueno-Silva B., Seabra A.B. Biogenic synthesis and antimicrobial activity of silica-coated silver nanoparticles for esthetic dental applications. *J. Dent.* 2020; 96: 103327. DOI: 10.1016/j.jdent.2020.103327
27. Safaei M., Taran M., Imani M.M.. Preparation, structural characterization, thermal properties and antifungal activity of alginate-CuO bionanocomposite. *Mater. Sci. Eng. C. Mater. Biol. Appl.* 2019; 101: 323–329. DOI: 10.1016/j.msec.2019.03.108

ВКЛАД АВТОРОВ**Гущин А. А.**

Разработка концепции — формирование идеи; формулировка и развитие ключевых целей и задач.

Проведение исследования — анализ и интерпретация полученных данных.

Подготовка и редактирование текста — составление черновика рукописи, его критический пересмотр с внесением ценного замечания интеллектуального содержания; участие в научном дизайне.

Утверждение окончательного варианта статьи — принятие ответственности за все аспекты работы, целостность всех частей статьи и ее окончательный вариант.

Визуализация — подготовка визуализации данных.

Ресурсное обеспечение исследования — предоставление образцов для проведения анализа.

Адамчик А. А.

Разработка концепции — развитие ключевых целей и задач.

Проведение исследования — проведение исследований, в частности, сбор данных.

Подготовка и редактирование текста — критический пересмотр черновика рукописи с внесением ценного замечания интеллектуального содержания.

Утверждение окончательного варианта статьи — принятие ответственности за все аспекты работы, целостность всех частей статьи и ее окончательный вариант.

Зобенко В. Я.

Разработка концепции — развитие ключевых целей и задач.

Проведение исследования — проведение исследований, в частности, проведение анализа и интерпретация полученных данных.

Подготовка и редактирование текста — критический пересмотр черновика рукописи с внесением ценного замечания интеллектуального содержания.

Утверждение окончательного варианта статьи — принятие ответственности за все аспекты работы, целостность всех частей статьи и ее окончательный вариант.

Проведение статистического анализа — применение статистических, математических, вычислительных или других формальных методов для анализа и синтеза данных исследования.

Самхаев В. Н.

Разработка концепции — развитие ключевых целей и задач.

Проведение исследования — анализ полученных данных.

Подготовка и редактирование текста — критический пересмотр черновика рукописи с внесением замечаний интеллектуального содержания.

Утверждение окончательного варианта — принятие ответственности за все аспекты работы, целостность всех частей статьи и ее окончательный вариант.

Визуализация — подготовка и редактирование текста, составление черновика рукописи, создание и/или презентация опубликованных данных; участие в научном дизайне.

AUTHOR CONTRIBUTIONS**Gushchin A.A.**

Conceptualisation — concept statement; statement and development of key goals and objectives.

Conducting research — data analysis and interpretation.

Text preparation and editing — drafting of the manuscript, its critical revision with a valuable intellectual investment; contribution to the scientific layout.

Approval of the final manuscript — acceptance of responsibility for all aspects of the work, integrity of all parts of the article and its final version.

Visualisation — preparing data for visualisation.

Resource support of research — sample provision for analyses.

Adamchik AA.

Conceptualisation — development of key goals and objectives.

Conducting research — conducting research, collection of data.

Text preparation and editing — critical revision of the manuscript draft with a valuable intellectual investment.

Approval of the final manuscript — acceptance of responsibility for all aspects of the work, integrity of all parts of the article and its final version.

Zobenko V.Ya.

Conceptualisation — development of key goals and objectives.

Conducting research — conducting research, inter alia, data analysis and interpretation.

Text preparation and editing — critical revision of the manuscript draft with a valuable intellectual investment.

Approval of the final manuscript — acceptance of responsibility for all aspects of the work, integrity of all parts of the article and its final version.

Statistical analysis — application of statistical, mathematical, computing or other formal methods for data analysis and synthesis.

Samhaev V.N.

Conceptualisation — development of key goals and objectives.

Conducting research — data analysis.

Text preparation and editing — critical revision of the manuscript draft with intellectual investment.

Approval of the final manuscript — acceptance of responsibility for all aspects of the work, integrity of all parts of the article and its final version.

Visualisation — text preparation and editing — drafting of the manuscript, creation and/or presentation of published work; contribution to the scientific layout.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ / INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Гушин Александр Александрович — аспирант кафедры терапевтической стоматологии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кубанский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации.

<https://orcid.org/0000-0002-8773-5231>

Контактная информация: e-mail: doctor-stomatolog@yandex.ru; тел.: +7 (928) 333-22-73;

б-р им. Клары Лучко, 4, кв. 213, г. Краснодар, 350089, Россия.

Адамчик Анатолий Анатольевич — доктор медицинских наук, доцент, заведующий кафедрой терапевтической стоматологии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кубанский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации.

<https://orcid.org/0000-0002-2861-0260>

Зобенко Владимир Яковлевич — кандидат технических наук, доцент кафедры общественного здоровья, здравоохранения и истории федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Кубанский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации.

<https://orcid.org/0000-0002-2561-8136>

Самхаев Владислав Наранович — главный врач автономного учреждения Республики Калмыкия «Республиканская стоматологическая поликлиника».

<https://orcid.org/0000-0002-1281-6301>

Alexander A. Gushchin* — Postgraduate Student, Chair of Therapeutic Dentistry, Kuban State Medical University.

<https://orcid.org/0000-0002-8773-5231>

Contact information: e-mail: doctor-stomatolog@yandex.ru; tel.: +7 (928) 333-22-73;

Imeni Klary Luchko blvd., 4, r. 213, 350089, Krasnodar, Russia.

Anatolii A. Adamchik — Dr. Sci. (Med.), Assoc. Prof., Head of the Chair of Therapeutic Dentistry, Kuban State Medical University.

<https://orcid.org/0000-0002-2861-0260>

Vladimir Ya. Zobenko — Cand. Sci. (Tech.), Assoc. Prof., Chair of Public Health, Healthcare and History of Medicine, Kuban State Medical University.

<https://orcid.org/0000-0002-2561-8136>

Vladislav N. Samhaev — Chief Physician, Republican Dental Polyclinic.

<https://orcid.org/0000-0002-1281-6301>

* Автор, ответственный за переписку / Corresponding author