

# ИН ВИТРО ИЗСЛЕДВАНИЯ С РЕНТГЕНОВА ДИФРАКЦИЯ

Добринка Дамянова

Катедра по детска дентална медицина, Факултет по дентална медицина,  
Медицински университет - Варна

## IN VITRO STUDIES WITH X-RAY DIFFRACTION

Dobrinka Damyanova

Department of Pediatric Dentistry, Faculty of Dental Medicine,  
Medical University of Varna

### РЕЗЮМЕ

**Увод:** Различните зъби и зъбни повърхности са с променлив риск от развитие на кариес. Напълно развитият емайл се състои от карбонат хидроксилапатит (КХА) (92-93% тегловно за временните зъби) и по-малко от 1-2% тегловно от органични вещества. Емайлът няма клетки и следователно не може да бъде биологично възстановен. Целта на изследването е анализ на покритието, отложено върху емайла на временните зъби.

**Материал и Методи:** Обектът представлява временни зъби, върху емайла на които е нанесено покритие от минерализиращ лак Clinpro™ White Varnish with TCP (Tri-Calcium phosphate) (3M). Изследването се направи във „Високотехнологична лаборатория за специализирани рентгенови методи и томография“ на апарат за рентгеноструктурен анализ, система Empyrean, производство на PANalytical.

**Резултати и Обсъждане:** При измерванията от приповърхностният тънък филм, експериментът показва отместване на пиковите към по-големи ъгли, отговарящи на наличен флуорапатит. Анализът на покритието показва - Флуорапатит (Fluorapatite, Apatite-(CaF)) с обща формула  $Ca_5[F](PO_4)_3$ .

**Изводи:** Наблюдава се формиране на покритие в следствие на дифузия на йони от лака към повърхността на емайла на зъба. Покритието е изградено предимно от флуорапатит. В дълбочина на емайла постепенно преобладаваща фаза става хидроксилапатита. Направеният анализ на сърцевината на зъба показва, че е изграден от хидроксилапатит и калцит.

**Ключови думи:** временни зъби, деминерализация, реминерализация

### ABSTRACT

**Introduction:** Different teeth and tooth surfaces with a variable risk of developing caries. Fully developed enamel consists of hydroxylapatite carbonate (KHA) (92-93% by weight of the temporary teeth) and less than 1-2% by weight of organic substances. Enamel no cells and therefore can not be biologically restored.

**Objective:** The purpose of the study is an analysis of the coating deposited on the enamel of deciduous teeth.

**Methods:** The study is on temporary teeth enamel which is coated with lacquer mineralization Clinpro™ White Varnish with TCP (Tri-Calcium phosphate) (3M). The study is done in, High-tech laboratory for specialized X-ray and tomography methods „of an apparatus for X-ray system PANalytical Empyrean.

**Results:** Measurements of the near-surface thin film experiment shows shift peak at larger angles corresponding to available fluorapatite. Analysis of the coating: Fluorapatite (Fluor Apatite, Apatite- (CaF)) of the formula  $Ca_5[F](PO_4)_3$ .

**Conclusions:** There is formation of the coating due to the diffusion of ions of the lacquer to the surface of the enamel of the tooth. Cover is constructed mainly of fluorapatite. In the depth of enamel gradually becomes predominant phase hydroxyapatite. Analysis of the core shows that the tooth is composed of hydroxyapatite and calcium.

**Keywords:** deciduous teeth, demineralization, remineralization

## УВОД

Различните зъби и зъбни повърхности са с променлив риск от развитие на кариес (1). Зъбният емайл е най-твърдото вещество и най-високо минерализираната скелетна тъкан в тялото (4). Напълно развитият емайл се състои от карбонат хидроксилапатит (КХА) (92-93 % тегловно за временните зъби) и по-малко от 1-2% тегловно от органични вещества. Емайлът няма клетки и следователно не може да бъде биологично възстановен (2,3). Целта на изследването е анализ на покритието, отложено върху емайла на временните зъби.

## МАТЕРИАЛ И МЕТОДИ

Използваният материал е от 20 временни интактни зъби, екстрахирани поради физиологична смяна с постоянните зъби, с напълно запазена структура и анатомия на коронките и напълно резорбирани корени по физиологичен път.

Зъбите се измиват прецизно с четка и вода за отстраняване на меките тъкани, кръвта и оцветяванията. Препарират се повърхностите на мос-

нови методи и томография“ на апарат за рентгеноструктурен анализ, система Empyrean, производство на PANalytical, при следните условия:

- Многоканален детектор (Pixel 3D),
- рентгенова тръба (Cu K $\alpha$  45 kV-40mA)
- диапазон на измерването 20–115° 2 $\theta$
- сканиране - стъпка 0.01° и експозиция 20 s.

За сравнение на отделните участъци на зъба, изследването бе проведено на базата на 3 експеримента:

1. Изследване на вътрешността на зъба при стандартни условия (Gonio scan).
2. Изследване на повърхността на зъба при стандартни условия (Gonio scan).
3. Изследване на нанесеното покритие (Grazing incidence - GIXRD).

## РЕЗУЛТАТИ И ОБСЪЖДАНЕ

### Вътрешността на зъба е изградена от:

Калцит - CaCO<sub>3</sub> Volume fraction/ % - 93.4993, Weight fraction/ % - 94(1), апатит - Ca<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>(OH)<sub>1.562</sub>. Volume fraction/ % - 6.5007, Weight fraction/ % - 5.6(1), (Таблица 1, Фиг. 1).

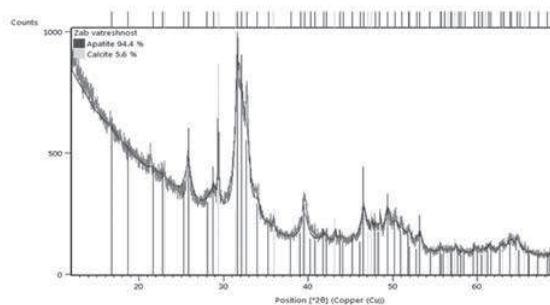
Табл. 1. Химичен състав на вътрешността на зъба

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	98-017-1551	42	Apatite	0.000	0.735	C0.22 H1.562 Ca5 O13.514 P2.823
*	98-002-0179	42	Calcite	0.000	0.604	C1 Ca1 O3

трите за де- и реминерализация. Апликационно се изготвя първо на гладките емайлови временни повърхности 30 секундна деминерализация с 37% фосфорна киселина (i-gel – ецващ гел). След това мострите се измиват и подсушават с водна и въздушна струя. Деминерализираните повърхности на временните зъби се реминерализират с апликация на лак - Clinpro™ White Varnish with TCP (Tri-Calcium phosphate) (3M). Засъхването на лака в in vitro условия продължава един час.

Подготвените мостри бяха I-ва група с напречен и II-ра група с надлъжен срез на емайловата повърхност на временните зъби, тъй като посоката на емайловите призми е различна в различните зони на коронката. Обектът представлява временни зъби, върху емайла на които е нанесено покритие от минерализиращ лак Clinpro™ White Varnish with TCP (Tri-Calcium phosphate) (3M).

Изследването се направи във „Високотехнологична лаборатория за специализирани рентге-



Фиг. 1. Визуализиран анализ

### Повърхност на зъба:

Хидроксилапатит (Apatite-(CaOH)) с обща формула Ca<sub>4.938</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>(OH)<sub>0.810</sub>, (Таблица 2, Фиг. 2).

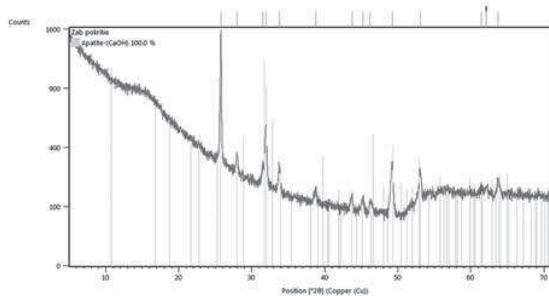
### Анализ на покритието

Флуорапатит (Fluorapatit, Apatit-(CaF)) с обща формула Ca<sub>5</sub>[F|(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>], (Таблица 3, Фиг. 3).

На фигурата са показани местоположенията на пиковете на хидроксиапатита и на флуорапатита, като добре се вижда, че местоположе-

Табл. 2. Химичен състав на повърхността на зъба

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	98-015-4293	28	Apatite-(CaOH)	0.000	0.403	H0.81 Ca4.938 O12.81 P3

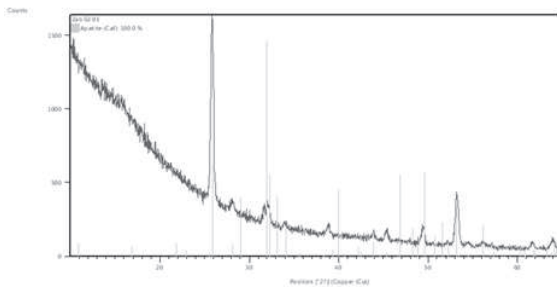


Фиг. 2. Визуализиран анализ

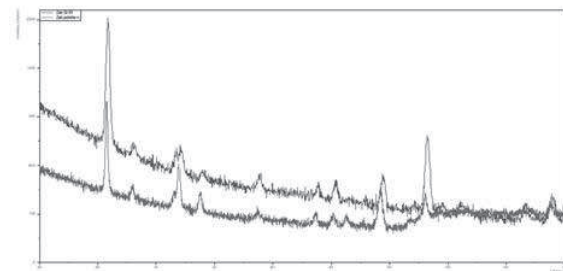
мерванията от приповърхностният тънък филм, експериментът показва отместване на пиковите към по-големи ъгли, отговарящи на наличен флуорапатит. Сравнените дифрактограми са показани на фигура 5 (червено – анализ на тънкия филм, лилаво – анализ на повърхността на зъба).

Табл. 3. Химичен състав на покритието

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	98-003-8118	15	Apatite-(CaF)	0.000	0.373	Ca5 F1 O12 P3

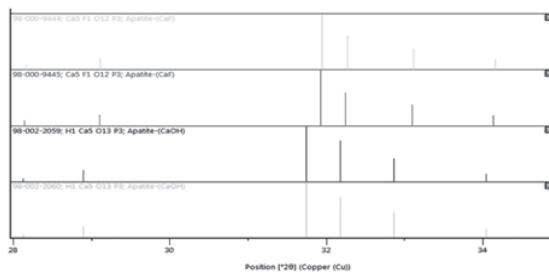


Фиг. 3. Визуализиран анализ



Фиг. 5. Сравнителен анализ на дифрактограмите (червено – анализ на тънкия филм, лилаво – анализ на повърхността на зъба)

нието на пиковите на двата вида апатит е различно (Фиг. 4). При хидроксилапатита те са отместени към по-малки ъгли, а при флуорапатита към по-големи. Аналогични ефекти се наблюдават и при експерименталните данни. При анализа на повърхността на зъба (gopio scan) рентгеновите лъчи преминават в дълбочина и основната фаза която се наблюдава е хидроксилапатита. При из-



Фиг. 4. Анализ на съвпадението на местоположението на пиковите на флуорапатита и хидроксилапатита.

## ИЗВОДИ

1. Наблюдава се формиране на покритие в следствие на дифузия на йони от лака към повърхността на емайла на зъба.
2. Покритието е изградено предимно от флуорапатит. В дълбочина на емайла постепенно преобладаваща фаза става хидроксилапатита.
3. Направеният анализ на сърцевината на зъба показва, че е изграден от хидроксилапатит и калцит.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Austin RS, Stenhagen KS, Hove LH, Dunne S, Moazzez R, Bartlett DW.

2. A qualitative and quantitative investigation into the effect of fluoride formations on enamel erosion and erosion-abrasion in vitro. A. B. Tveit-Journal of dentistry. 2011; 39: 648-655.
3. Mount GJ, Ngo H. Minimal intervention; early lesions. Quintessence Int. 2000; 31: 535-546.
4. Moriyama CM, Rodrigues JA, Lussi A, Daniz MB. Effectiveness of Fluorescence-Based Methods to Detect in situ Demineralization and Remineralization on Smooth Surfaces. Caries Res. 2014 Jun 5; 48(6): 507-514.
5. Okazaki M, Takahashi J, Kemura H. F-uptake inhibition by excess phosphate during fluoridated apatite formation. Caries Res. 1985; 19:342-347.

**Адрес за кореспонденция:**

д-р Добринка Дамянова  
Катедра по Детска Дентална Медицина  
Факултет по Дентална Медицина,  
Медицински Университет - Варна  
бул. „Цар Освободител“ 84, 9000 Варна, България  
e-mail: dr\_damyanova@abv.bg