



Известия Саратовского университета. Новая серия. Серия: Математика. Механика. Информатика. 2022. Т. 22, вып. 3. С. 346–359

Izvestiya of Saratov University. Mathematics. Mechanics. Informatics, 2022, vol. 22, iss. 3, pp. 346–359

mmi.sgu.ru

<https://doi.org/10.18500/1816-9791-2022-22-3-346-359>, EDN: ZTLZZG

Научная статья

УДК 517.98

Оценка влияния кариеса в стадии белого пятна на механические свойства эмали и дентина зуба человека

Е. В. Садырин^{1✉}, Д. В. Ёгина², А. С. Васильев¹, С. М. Айзикович¹,

¹Донской государственный технический университет, Россия, 344000, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, д. 1

²Ростовский государственный медицинский университет, Россия, 344022, г. Ростов-на-Дону, пер. Нахичеванский, д. 29

Садырин Евгений Валерьевич, младший научный сотрудник лаборатории механики биосовместимых материалов, e.sadyrin@sci.donstu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5395-3310>, AuthorID: 770513

Ёгина Диана Вячеславовна, аспирант кафедры стоматологии № 2, dianaturbina@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1716-8953>

Васильев Андрей Сергеевич, ведущий научный сотрудник лаборатории механики биосовместимых материалов, andre.vasiliev@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7844-1314>, AuthorID: 644756

Айзикович Сергей Михайлович, доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией функционально-градиентных и композиционных материалов, saizikovich@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-2756-5752>, AuthorID: 3105

Аннотация. В настоящей работе *ex vivo* исследуется влияние раннего кариеса (стадия белого пятна) на механические свойства эмали и дентина зуба человека. Оптическая микроскопия позволила изучить форму области кариеса эмали на продольном подготовленном шлифе моляра человека. Оценка механических свойств каждой из областей, важных с практической точки зрения для стоматолога (патологическая эмаль, дентин в ее окрестности, здоровая эмаль и здоровый дентин в ее окрестности), проведена с использованием наноиндентирования. Дополнительно построены карты механических свойств для участка шлифа зуба, содержащего область патологической эмали, эмаль в ее окрестности, прилегающую дентиноэмалевую границу и дентин в ее окрестности. В ходе анализа результатов индентирования по методу Оливера – Фарра обнаружено снижение значений приведенного модуля Юнга и твердости индентирования как для очага кариеса эмали, так и для прилегающей к данному очагу визуально здоровой эмали, а также дентина в их окрестности, для которого диаграммы «сила внедрения – глубина внедрения» показали нарушение механизма сопротивления нагрузкам. Для описания причин снижения механических свойств тканей использована сканирующая электронная микроскопия патологических областей.

Ключевые слова: эмаль, дентин, кариес, механические свойства, твердость, микроструктура, наноиндентирование, сканирующая электронная микроскопия

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 19-19-00444). Эксперименты выполнены в ресурсном центре коллективного пользования научно-образовательного центра «Материалы» ДГТУ. Авторы благодарят профессора М. В. Свэйна и В. А. Ирху за помощь в проведении сканирующей электронной микроскопии и интерпретации данных микрофотографий поверхности.



Для цитирования: Садырин Е. В., Ёгина Д. В., Васильев А. С., Айзикович С. М. Оценка влияния кариеса в стадии белого пятна на механические свойства эмали и дентина зуба человека // Известия Саратовского университета. Новая серия. Серия: Математика. Механика. Информатика. 2022. Т. 22, вып. 3. С. 346–359. <https://doi.org/10.18500/1816-9791-2022-22-3-346-359>, EDN: ZTLZZG

Статья опубликована на условиях лицензии Creative Commons Attribution 4.0 International (CC-BY 4.0)

Article

Evaluation of the influence of white spot lesion on the mechanical properties of human tooth enamel and dentine

E. V. Sadyrin¹✉, D. V. Yogina², A. S. Vasiliev¹, S. M. Aizikovich¹

¹Don State Technical University, 1 Gagarin Sq., Rostov-on-Don 344000, Russia

²Rostov State Medical University, 29 Nakhichevanckiy Ave., Rostov-on-Don 344022, Russia

Evgeniy V. Sadyrin, e.sadyrin@sci.donstu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5395-3310>, AuthorID: 770513

Diana V. Yogina, dianaturbina@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1716-8953>

Andrey S. Vasiliev, andre.vasiliev@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7844-1314>, AuthorID: 644756

Sergei M. Aizikovich, saizikovich@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-2756-5752>, AuthorID: 3105

Abstract. In the present paper the influence of early caries (white spot lesion) on the mechanical properties of human tooth enamel and dentine was *ex vivo* investigated. Optical microscopy made it possible to study the shape of the enamel caries area on a prepared longitudinal section of a human molar. Evaluation of the mechanical properties of each of the areas that are important from a practical point of view for a dental clinician (pathological enamel, dentine in its vicinity, sound enamel and sound dentine in its vicinity) was carried out using nanoindentation. In addition, maps of the mechanical properties were constructed for the section of the tooth containing the area of pathological enamel, enamel in its vicinity, the adjacent dentine-enamel junction and dentine in its vicinity. In the course of the analysis of the results of indentation by the Oliver – Pharr method, a decrease in the values of the reduced Young’s modulus and indentation hardness was found both for the focus of the caries of the enamel, and for the visually sound enamel adjacent to this focus, as well as for the dentine in their vicinity, for which the diagrams “indentation force – indentation depth” demonstrated a violation of the load resistance mechanism. To describe the reasons for the decrease in the mechanical properties of tissues, scanning electron microscopy of pathological areas was used.

Keywords: enamel, dentine, caries, mechanical properties, hardness, microstructure, nanoindentation, scanning electron microscopy

Acknowledgements: This work was supported by the Russian Science Foundation (project No. 19-19-00444). The experiments were carried out in the resource center for collective use of the Research and Education Center “Materials” of DSTU. The authors thank Professors M. V. Swain and V. A. Irkha for their help in performing scanning electron microscopy and interpreting the surface microphotograph data.

For citation: Sadyrin E. V., Yogina D. V., Vasiliev A. S., Aizikovich S. M. Evaluation of the influence of white spot lesion on the mechanical properties of human tooth enamel and dentine. *Izvestiya of Saratov University. Mathematics. Mechanics. Informatics*, 2022, vol. 22, iss. 3, pp. 346–359 (in Russian). <https://doi.org/10.18500/1816-9791-2022-22-3-346-359>, EDN: ZTLZZG



This is an open access article distributed under the terms of Creative Commons Attribution 4.0 International License (CC-BY 4.0)

Введение

Эмаль зуба демонстрирует наиболее высокие показатели механических свойств среди всех тканей тела человека. Она способна выдержать значительный диапазон нагрузок, не подвергаясь при этом разрушению и изменению формы. Так, значения контактных напряжений на окклюзионной поверхности эмали составляют 0.45–2.5 ГПа [1,2]. Выдающиеся прочностные характеристики эмали объясняются высокой (до 97%) концентрацией неорганических веществ, главным образом, кристаллов апатитов: гидроксиапатита, карбоната, хлорапатита, а также фторапатита [3].

Одной из наиболее распространенных причин снижения значений механических свойств эмали является кариес [4]. Первая клинически видимая стадия кариеса характеризуется деминерализацией эмали без кавитации. В этом случае патологическая эмаль представляет собой псевдоинтактный поверхностный слой, близкий по свойствам к здоровой эмали, с подповерхностной пористой областью, называемой телом поражения. Поры образуются в результате травления кристаллов апатитов кислотами, продуцируемыми бактериями зубного налета (в первую очередь *Streptococcus mutans* и *Lactobacillus*) при наличии углеводов в полости рта [5]. Из-за значительной разницы показателей преломления среды внутри пористой области и окружающей ее здоровой эмали можно наблюдать беловатый непрозрачный вид подобных деминерализованных очагов эмали. Это явление называется кариесом в стадии белого пятна (СБП) [6].

Экспериментальное изучение механических свойств твердых патологических тканей зуба прошло долгий путь, начавшийся с новаторских исследований микротвердости тканей по Кнупу более пятидесяти лет назад [7,8]. В 1980-х гг. с развитием инструментальной базы в ведущих мировых университетах для выполнения измерения механических характеристик тканей зуба все большее распространение приобретает наноиндентирование как совокупность методов, использующих прецизионное локальное силовое воздействие на материал и одновременную регистрацию деформационных откликов с нанометровым разрешением [9]. Новый импульс развитию наноиндентирования придала классическая работа Оливера – Фарра [10], в которой был предложен метод анализа результатов индентирования с использованием индентора Берковича. С его помощью были изучены механические характеристики подверженных искусственной и естественной деминерализации тканей зуба [11–15].

С практической точки зрения для практикующего стоматолога важно не только понимать, как патология влияет на механические свойства тканей, но и оценивать границы патологической эмали для минимального удаления здоровых тканей при лечении пациента. В этой связи в настоящей работе с использованием оптической микроскопии *ex vivo* изучается форма области кариеса в СБП на продольном подготовленном шлифе моляра человека. После этого с помощью наноиндентирования оцениваются значения приведенного модуля Юнга и твердости индентирования здоровых и патологических тканей зуба, в том числе на визуально здоровой области эмали, граничащей с областью кариеса, а также дентина в его окрестности. Для описания причин снижения механических свойств тканей использована сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) патологических областей.



1. Исследуемый образец

Верхнечелюстной моляр удален у пациента (мужчина, 21 год) по ортодонтическим показаниям в стоматологическом отделении клиники Ростовского государственного медицинского университета (РостГМУ, г. Ростов-на-Дону, Россия). Локальный независимый этический комитет РостГМУ одобрил исследование (выписка 15/9 от 3 октября 2019 г.), пациент предоставил информированное согласие. Область кариеса в СБП была обнаружена на образце в проксимальной зоне. Визуально область кариеса в СБП представляла собой матовый белый участок без видимых повреждений поверхности. После извлечения образец выдерживался в 1%-ном растворе NaClO (по массе) в течение 10 мин, затем был помещен в сбалансированный солевой раствор Хэнкса при 4°C с гранулами тимола (Унифарм, Славянск-на-Кубани, Краснодарский край, Россия). Отношение тимола к раствору Хэнкса составило 1:1000.

Продольный разрез области, содержащей область кариеса в СБП, был выполнен с помощью прецизионной пилы Isomet 4000 (Buehler, США), пульпарная камера была очищена от мягких тканей. Поверхность шлифа образца вблизи области кариеса в СБП была тщательно отшлифована с использованием абразивной бумаги на основе SiC, в ходе шлифовки образец был утонен таким образом, чтобы формируемая поверхность пересекала внутреннюю часть области кариеса в СБП. Затем была проведена полировка поверхности суспензиями с абразивными частицами от 6 до 0.05 мкм.

В настоящем исследовании рассмотрены четыре участка поверхности подготовленного шлифа моляра:

- участок 1: кариес эмали в СБП;
- участок 2: дентин, граничащий с патологической эмалью в СБП (касаясь дентиноэмалевой границы как можно ближе к области кариеса 1);
- участок 3: здоровая эмаль на противоположной от участка 1 медиальной стороне зуба;
- участок 4: дентин, граничащий с областью здоровой эмали (касаясь дентиноэмалевой границы как можно ближе к области здоровой эмали 3).

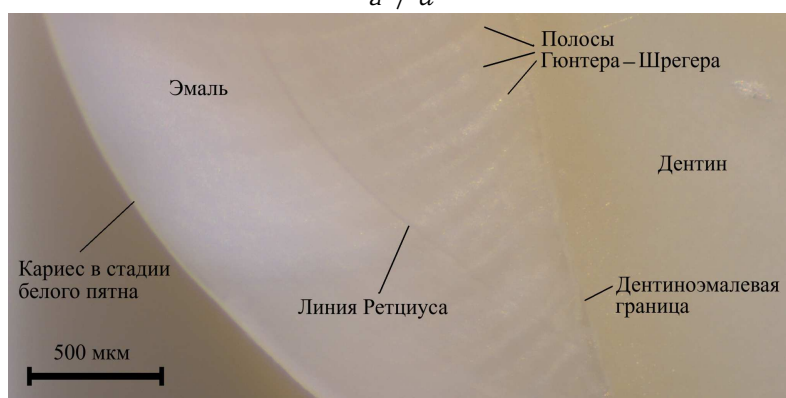
Дополнительно проведено исследование визуально здоровой эмали в окрестности участка 1 при картировании механических свойств по поверхности образца, а также проведена сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) участков 1 и 2.

2. Оптическая микроскопия образца

Для оценки границы области кариеса и предварительной разметки областей для последующего наноиндентирования использовался оптический стереомикроскоп по схеме Грену Stemi 305 (Carl Zeiss Microscopy, КНР) с цветной видеокамерой Аxiocam 105 (Carl Zeiss Microscopy, Германия). Общий вид коронки и разметка четырех исследуемых областей показаны на рис. 1. На изображениях четко видно отсутствие трещин на поверхности образца, что исключает механическое происхождение области деминерализации при удалении зуба у пациента. Границы кариеса внутри эмали резко очерчены. Дентин, граничащий с областью кариеса эмали в СБП, и здоровая область дентина на противоположной медиальной стороне зуба визуально неотличимы друг от друга.



a / a



б / b



в / с

Рис. 1. Оптические снимки образца: *a* — общий вид коронки; *б* — область кариеса в СБП (участки 1 и 2, отмеченные пунктирной линией на рис. 1, *a*); *в* — здоровые области эмали и дентина (участки 3 и 4)

Fig. 1. Optical images of the sample: *a* — general view of the crown; *b* — area of the white spot lesion (regions 1 and 2, marked with a dotted line in Fig. 1, *a*); *c* — sound areas of enamel and dentine (regions 3 and 4)

3. Оценка механических свойств тканей

Механические свойства здоровых и патологических областей зуба оценивались с помощью наноиндентирования на установке (наноиндентометре) NanoTest 600 Platform 3 (Micro Materials, Великобритания). Эксперименты проводились в закрытой



камере при постоянной температуре $27.0 \pm 0.1^\circ\text{C}$, использовался калиброванный алмазный индентор Берковича. Был использован следующий профиль нагрузки P : линейное возрастание в течение 20 с, выдержка при максимальной нагрузке 30 с, линейное убывание в течение 20 с. В ходе экспериментов регистрировалась глубина внедрения индентора h с нанометровым разрешением. Температурный дрейф регистрировался и корректировался с помощью программного обеспечения наноиндентометра. Типичные и максимальные значения рассчитанной скорости теплового дрейфа: 0.4 нм/с и 2 нм/с соответственно. Максимальная нагрузка P_{max} для всех экспериментов составила 50 мН. Во избежание высыхания образца на его поверхность между индентированиями наносился физиологический раствор в виде единичных капель с помощью инфузомата Terufusion TE-332 (Terumo, Бельгия). Значения приведенного модуля Юнга E_r и твердости индентирования H для каждой из областей были получены с использованием метода Оливера – Фарра [10]. Исследование было разделено на две части.

В первой части исследования для каждой исследуемой области зуба было выполнено 12 идентичных индентирований по шаблону «три строки – четыре столбца» с отступами по 100 мкм (по столбцам и строкам), результаты усреднялись. На рис. 2 показаны диаграммы «сила внедрения – глубина внедрения» для каждой из исследуемых областей зуба.

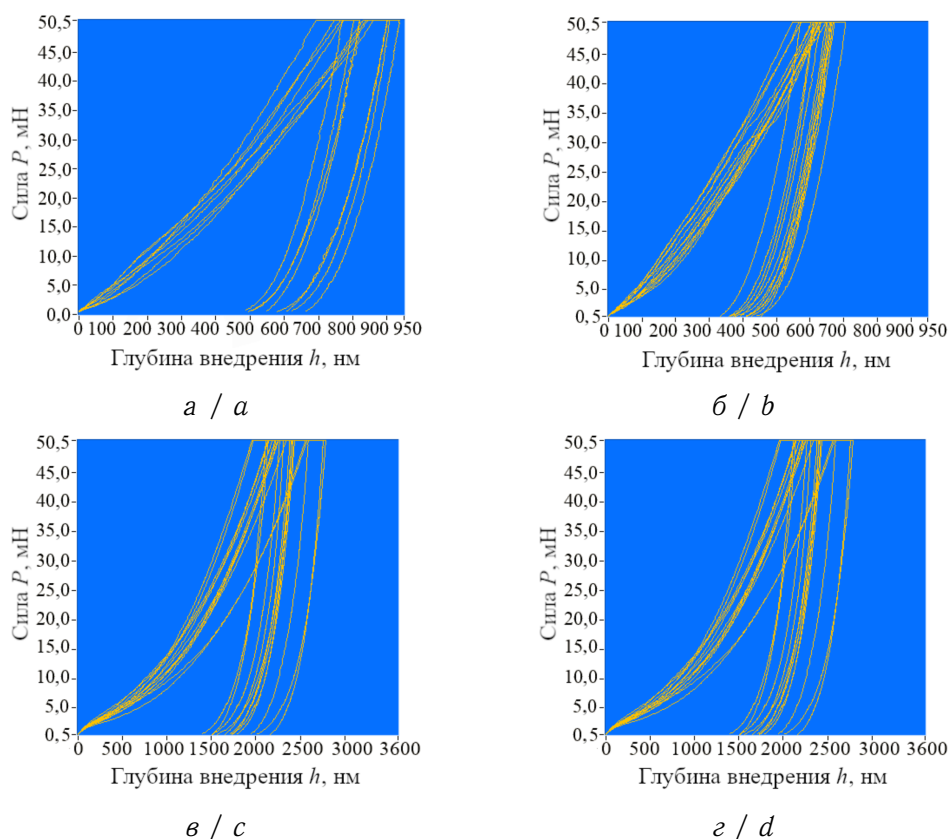


Рис. 2. Диаграммы «сила внедрения – глубина внедрения» для областей образца: a – кариес эмали в СБП; b – дентин, граничащий с патологической эмалью в СБП; c – здоровая эмаль; d – здоровый дентин (цвет онлайн)
 Fig. 2. Diagrams “indentation load – indentation depth” for the areas of the samples: a – enamel white spot lesion; b – dentine bordering the pathological enamel; c – sound enamel; d – sound dentine (color online)



Каждая диаграмма содержит «ветви» нагрузки и разгрузки, а также горизонтальный сегмент, полученный в течение периода выдержки при максимальной нагрузке. Как для эмали в СБП, так и для дентина в его окрестности максимальное значение глубины h_{\max} больше, чем для здоровых участков. Характер диаграмм для кариеса эмали в СБП и здорового участка эмали схож. При сравнении диаграмм для областей дентина обнаружено изменение формы разгрузочной «ветви» дентина в окрестности патологической эмали.

Дополнительно проведена оценка глубины внедрения при выдержке индентора на максимальной силе внедрения для каждого индентирования с последующим усреднением данных (типичные кривые для пар «здоровая эмаль – патологическая эмаль» приведены на рис. 3).

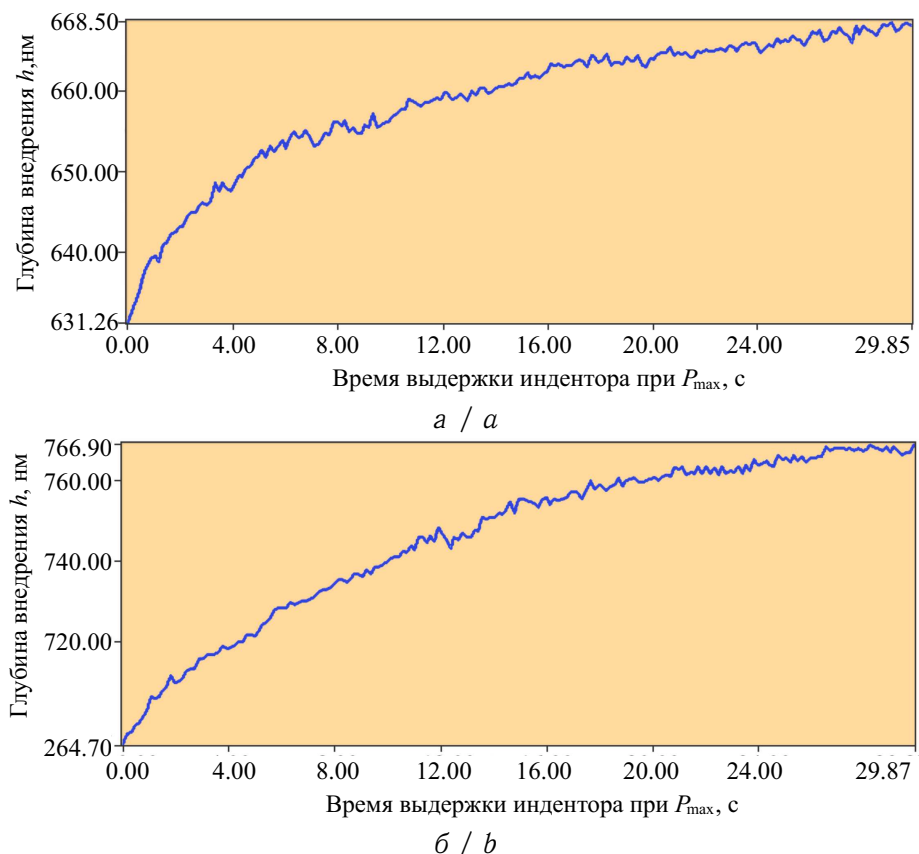


Рис. 3. Диаграммы «время – глубина внедрения при максимальной силе» для областей образца: a – здоровая эмаль; b – кариес эмали в СБП

Fig. 3. Diagrams “time – indentation depth at maximum load” for the sample areas: a – sound enamel; b – enamel white spot lesion

Во второй части исследования было выполнено 200 идентичных индентирований согласно шаблону «10 строк – 20 столбцов».

Данные индентирования выполнены по поверхности шлифа образца, частично охватывающей область патологической эмали, окрестную эмаль, прилегающую дентиноэмалевую границу и дентин в ее окрестности для построения карт приведенного модуля Юнга и твердости индентирования (рис. 4). Полученные значения механических свойств эмали, граничащей с областью кариеса, неоднородны, в некоторых местах схожи с очагом кариеса, несмотря на то, что на основе оптических снимков эта эмаль выглядит здоровой.

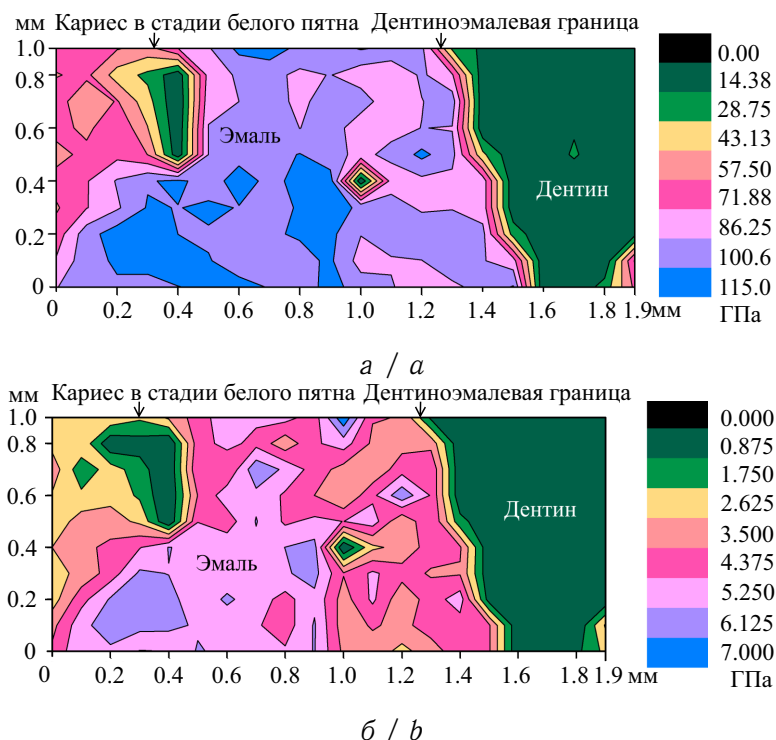


Рис. 4. Карты механических свойств области кариеса в СБП, эмали и дентина в ее окрестности: а — приведенного модуля Юнга; б — твёрдости индентирования (цвет онлайн)

Fig. 4. Maps of the mechanical properties of the enamel white spot lesion, enamel and dentine in its vicinity: а — reduced Young's modulus; б — indentation hardness (color online)

4. Сканирующая электронная микроскопия

С использованием СЭМ Crossbeam 340 (Carl Zeiss Microscopy, Германия) были проведены исследования микроструктуры патологической эмали, а также дентина, граничащего с ней (рис. 5).

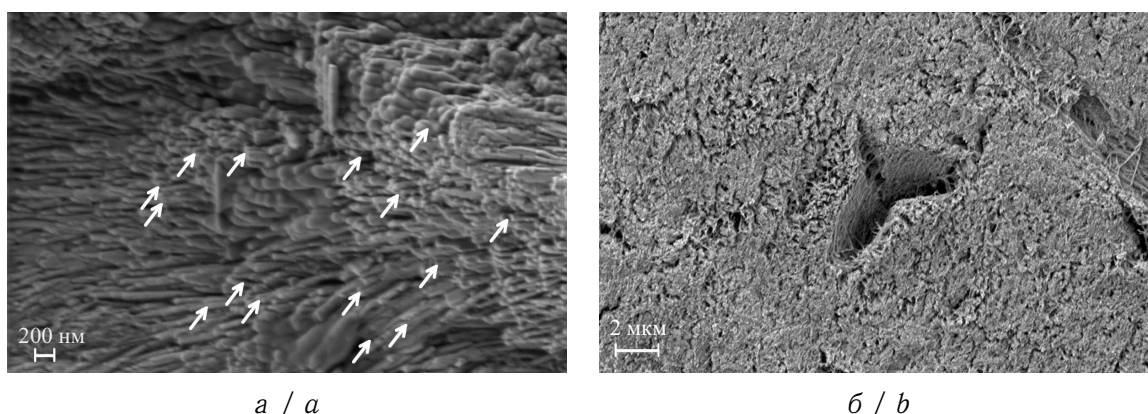
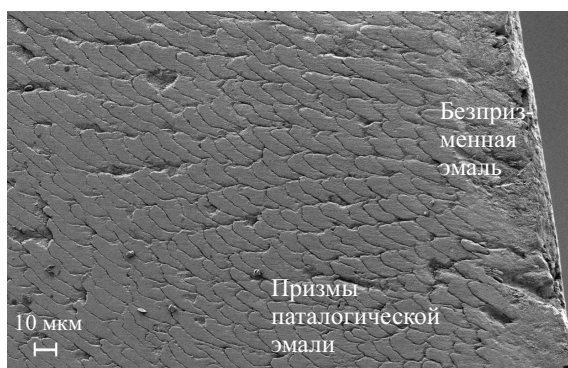


Рис. 5. Микрофотографии, полученные на СЭМ: а — патологической эмали (белыми стрелками показаны кристаллы, предположительно подвергшиеся частичной деминерализации); б — дентина в окрестности патологической эмали

Fig. 5. SEM micrographs of: а — pathological enamel (white arrows show crystals presumably subjected to partial demineralization); б — dentine in the vicinity of pathological enamel



в / с

Окончание рис. 5. в — эмалевые призмы, подвергшиеся деминерализации
Continuing Fig. 5. с — enamel prisms subjected to demineralization

Перед исследованием зуб был очищен в ультразвуковой ванне, также была выполнена его дегидратация в соответствии с протоколом Bertassoni и Swain [16]. Исследования проводились с помощью детектора вторичных электронов Эверхарта – Торнли с ускоряющим напряжением 1 и 2 кВ.

5. Результаты и обсуждение

Значения механических свойств, полученных в ходе экспериментов по наноиндентированию, приведены в таблице.

Механические свойства областей зуба

Table. Mechanical properties of the tooth areas

Область	E_r , ГПа	H , ГПа	Рост h при P_{max} , нм
Патологическая эмаль	69.12 ± 4.97	2.79 ± 0.46	64.60 ± 18.00
Патологический дентин	6.04 ± 0.78	0.22 ± 0.04	155.22 ± 23.24
Здоровая эмаль	111.57 ± 8.95	4.85 ± 0.62	38.16 ± 9.92
Здоровый дентин	13.41 ± 1.55	0.34 ± 0.06	175.96 ± 41.20

По данным таблицы видно снижение механических свойств патологической эмали: приведенный модуль упругости E_r на 38.1% ниже, а твердость индентирования H — на 42.5% ниже по сравнению со здоровой областью. Значения приведенного модуля Юнга для здоровой эмали соответствуют диапазону, показанному в ряде работ [1, 2, 14, 17–19]. Согласно наблюдениям, выполненным Yanagisawa и Miake на просвечивающем электронном микроскопе [20], в ходе развития кариеса кристаллы гидроксиапатита частично растворяются, как правило, в сердцевинах и в некоторых случаях по периферии, при этом возникает центральная темная линия внутри кристалла, которая представляет собой дефект кристаллической структуры, напоминающий дислокацию, а остаточные напряжения возникают вокруг ядра (частичное растворение кристаллов было обнаружено и в данной работе, пусть и не с таким высоким разрешением — частичная деминерализация визуализирована в виде затемненных участков кристаллов на рис. 5, а). Эта линия имеет более высокую концентрацию Mg и Na, согласно выводам Yun и соавт. [21], а также кристаллографические точечные дефекты (примеси, вакансии и т. д.), которые способствуют тому, что она становится более растворимой, и это приводит к большей пористости. В этой связи неудивительно, что в данной работе было обнаружено увеличение глубины внедрения при максимальной выдержке индентора при исследовании области кариеса эмали в СБП (на 69.3% выше по сравнению со здоровой эмалью, см. таблицу). Картирование механических свойств показало снижение как приведенного модуля Юнга, так и твердости индентирования эмали, прилегающей к области кариеса в СБП (хотя и не такое существенное, как внутри очага кариеса). Этот факт важен при выборе стоматологом области для лечения кариеса в СБП. Обе исследуемые механические характеристики внутренней части области кариеса эмали в СБП, расположенной



ближе к дентиноэмалевой границе, близки к таковым для дентина, граничащего с кариесом вблизи дентиноэмалевой границы.

Дентин, граничащий с областью кариеса в СБП, также продемонстрировал снижение механических свойств по сравнению со здоровым дентином: приведенный модуль упругости E_r оказался на 55.0% ниже, а твердость индентирования H — на 35.3% ниже, несмотря на то, что на снимках с оптического микроскопа этот дентин ничем не отличался от здорового. Форма разгрузочной «ветви» диаграмм «сила внедрения – глубина внедрения» для этого частично деминерализованного дентина (см. рис. 2, в) отличается от такой же «ветви» для здорового дентина (см. рис. 2, г), что свидетельствует об изменении механизма сопротивления нагрузкам, вызванным потерей минеральной составляющей в ходе развития кариеса. О подобном эффекте сообщали Angker и соавт. [11], связывая его с большей пористостью и проницаемостью структуры, что согласуется с результатами СЭМ (см. рис. 5, б). Это приводит к увеличению содержания воды и разрушению органической составляющей дентина [22]. При этом усредненные значения глубин внедрения индентора при выдержке на максимальной силе индентирования P_{\max} для пары «здоровый дентин – дентин в окрестности патологического дентина» оказались близки друг к другу.

Анализ микрофотографий СЭМ показал, что и патологическая эмаль, и дентин в ее окрестности демонстрируют особенности, не свойственные здоровым тканям, в частности увеличенные зазоры между кристаллами гидроксиапатита, что приводит к обнажению границ эмалевых призм на рис. 5, в (о схожем эффекте при искусственной контролируемой деминерализации эмали сообщали Sadyrin и соавт. [23]) и увеличению пористости на рис. 5, б (что согласуется с наблюдениями, выполненными для более поздней стадии кариеса [24, 25]).

Заключение

В настоящей работе была проведена оценка механических свойств, а именно приведенного модуля Юнга и твердости индентирования, здоровых и патологических тканей зуба, в том числе на визуально здоровой области эмали, граничащей с областью кариеса, а также дентина в его окрестности. Обнаружено снижение значений приведенного модуля Юнга на 38.1% и твердости индентирования на 42.5% для патологической эмали, приведенного модуля Юнга на 55.0%, а также твердости индентирования на 35.3% для дентина в ее окрестности, сопровождаемое аномальной реакцией дентина на нагрузку и изменением характера внедрения индентора, вызванных потерей минеральной составляющей тканей. Обнаружено увеличение глубины внедрения индентора при выдержке индентора с максимальной силой для кариеса эмали в СБП (на 69.3% выше по сравнению со здоровой эмалью), связываемое с развитием дефектов кристаллической структуры патологической эмали. Карты механических свойств показывают, что механические свойства эмали за пределами области кариеса снижены несмотря на то, что данная эмаль выглядит здоровой на оптических снимках, и это необходимо учитывать стоматологу в ходе оценки региона лечения зуба пациента.

Список литературы

1. Habelitz S., Marshall S. J., Marshall Jr. G. W., Balooch M. Mechanical properties of human dental enamel on the nanometre scale // Archives of Oral Biology. 2001. Vol. 46, iss. 2. P. 173–183. [https://doi.org/10.1016/s0003-9969\(00\)00089-3](https://doi.org/10.1016/s0003-9969(00)00089-3)
2. He L. H., Fujisawa N., Swain M. W. Elastic modulus and stress-strain response of human enamel by nano-indentation // Biomaterials. 2006. Vol. 27, iss. 24. P. 4388–4398. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2006.03.045>



3. *Микаелян Н. П., Комаров О. С.* Биохимия твердых тканей полости рта в норме и при патологии : учеб. пособие. Москва : ФГБОУ ВО РНИМУ им. Н. И. Пирогова Минздрава России, 2019. 71 с.
4. *Eşian D., Man A., Burlibaşa L., Burlibaşa M., Perieanu M. V., Bică C.* Salivary level of *Streptococcus mutans* and *Lactobacillus* spp. related to a high risk of caries disease // *Romanian Biotechnological Letters*. 2017. Vol. 22, iss. 2. P. 12496–12503.
5. *Al-Shahrani M.* Microbiology of dental caries: A literature review // *Annals of Medical and Health Sciences Research*. 2019. Vol. 9, iss. 4. P. 655–659.
6. *Ritter A. V., Heymann H. O., Swift E. J. Jr., Sturdevant J. R., Wilder A. D. Jr.* Clinical evaluation of an all-in-one adhesive in non-carious cervical lesions with different degrees of dentin sclerosis // *Operative Dentistry*. 2008. Vol. 33, iss. 4. P. 370–378. <https://doi.org/10.2341/07-128>
7. *Purdell-Lewis D. J., Groeneveld A., Arends J.* Hardness tests on sound enamel and artificially demineralized white spot lesions // *Caries Research*. 1976. Vol. 10, iss. 3. P. 201–215. <https://doi.org/10.1159/000260202>
8. *Featherstone J. D. B., Ten Cate J. M., Shariati M., Arends J.* Comparison of artificial caries-like lesions by quantitative microradiography and microhardness profiles // *Caries Research*. 1983. Vol. 17, iss. 5. P. 385–391. <https://doi.org/10.1159/000260692>
9. *Головин Ю. И.* Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикроробъемных, тонких приповерхностных слоях и пленках (обзор) // *Физика твердого тела*. 2008. Т. 50, № 12. С. 2113–2142. EDN: RCRLTN
10. *Oliver W. C., Pharr G. M.* An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *Journal of Materials Research*. 1992. Vol. 7, iss. 6. P. 1564–1583. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
11. *Angker L., Nockolds C., Swain M. V., Kilpatrick N.* Correlating the mechanical properties to the mineral content of carious dentine — a comparative study using an ultra-micro indentation system (UMIS) and SEM-BSE signals // *Archives of Oral Biology*. 2004. Vol. 49, iss. 5. P. 369–378. <https://doi.org/10.1016/j.archoralbio.2003.12.005>
12. *Marangos O., Misra A., Spencer P., Bohaty B., Katz J. L.* Physico-mechanical properties determination using microscale homotopic measurements: Application to sound and caries-affected primary tooth dentin // *Acta Biomaterialia*. 2009. Vol. 5, iss. 4. P. 1338–1348. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2008.10.023>
13. *Shibata Y., He L. H., Kataoka Y., Miyazaki T., Swain M. V.* Micromechanical property recovery of human carious dentin achieved with colloidal nano- β -tricalcium phosphate // *Journal of Dental Research*. 2008. Vol. 87, iss. 3. P. 233–237. <https://doi.org/10.1177/154405910808700315>
14. *Huang T. T. Y., He L. H., Darendeliler M. A., Swain M. V.* Nano-indentation characterisation of natural carious white spot lesions // *Caries Research*. 2010. Vol. 44, iss. 2. P. 101–107. <https://doi.org/10.1159/000286214>
15. *Schwendicke F., Eggers K., Meyer-Lueckel H., Dörfer C., Kovalev A., Gorb S., Paris S.* In vitro Induction of residual caries lesions in dentin: comparative mineral loss and nano-hardness analysis // *Caries Research*. 2015. Vol. 49, iss. 3. P. 259–265. <https://doi.org/10.1159/000371897>
16. *Bertassoni L. E., Swain M. V.* Removal of dentin non-collagenous structures results in the unraveling of microfibril bundles in collagen type I // *Connective Tissue Research*. 2017. Vol. 58, iss. 5. P. 414–423. <https://doi.org/10.1080/03008207.2016.1235566>
17. *Cuy J. L., Mann A. B., Livi K. J., Teaford M. F., Weihs T. P.* Nanoindentation mapping of the mechanical properties of human molar tooth enamel // *Archives of Oral Biology*. 2002. Vol. 47, iss. 4. P. 281–291. [https://doi.org/10.1016/S0003-9969\(02\)00006-7](https://doi.org/10.1016/S0003-9969(02)00006-7)
18. *Fong H., Sarikaya M., White S. N., Snead M. L.* Nano-mechanical properties profiles across dentin-enamel junction of human incisor teeth // *Materials Science and Engineering: C*.



1999. Vol. 7, iss. 2. P. 119–128. [https://doi.org/10.1016/S0928-4931\(99\)00133-2](https://doi.org/10.1016/S0928-4931(99)00133-2)
19. Xue J., Li W., Swain M. V. In vitro demineralization of human enamel natural and abraded surfaces: A micromechanical and SEM investigation // *Journal of Dentistry*. 2009. Vol. 37, iss. 4. P. 264–272. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.11.020>
 20. Yanagisawa T., Miake Y. High-resolution electron microscopy of enamel-crystal demineralization and remineralization in carious lesions // *Journal of Electron Microscopy*. 2003. Vol. 52, iss. 6. P. 605–613. <https://doi.org/10.1093/jmicro/52.6.605>
 21. Yun F., Swain M. V., Chen H., Cairney J., Qu J., Sha G., Li H., Ringer S. P., Han Y., Liu L., Zhang X., Zheng R. Nanoscale pathways for human tooth decay – Central planar defect, organic-rich precipitate and high-angle grain boundary // *Biomaterials*. 2020. Vol. 235. P. 119748. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2019.119748>
 22. Stankoska K., Sarram L., Smith S., Bedran-Russo A. K., Little C. B., Swain M. V., Bertassoni L. E. Immunolocalization and distribution of proteoglycans in carious dentine // *Australian Dental Journal*. 2016. Vol. 61, iss. 3. P. 288–297. <https://doi.org/10.1111/adj.12376>
 23. Sadyrin E. V., Kislyakov E. A., Karotkiyan R. V., Yogina D. V., Droган E. G., Swain M. V., Maksyukov S. Yu., Nikolaev A. L., Aizikovich S. M. Influence of citric acid concentration and etching time on enamel surface roughness of prepared human tooth: in vitro study // *Plasticity, Damage and Fracture in Advanced Materials* / eds. H. Altenbach, M. Brünig, Z. Kowalewski. Cham : Springer, 2020. P. 135–150. (Advanced Structured Materials, vol. 121). https://doi.org/10.1007/978-3-030-34851-9_8
 24. Sadyrin E. V., Mitrin B. I., Yogina D. V., Swain M. V. Preliminary study of distribution of mechanical properties and mineral density by depth of liquid saturated carious dentine // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2021. Vol. 102. Art. 012056. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/1029/1/012056>
 25. Sadyrin E. V. Correlating the mechanical properties of the mineral density of brown spot lesion in dentine using nanoindentation and X-ray micro-tomography // *Advanced Materials Modelling for Mechanical, Medical and Biological Applications* / eds. H. Altenbach, V. A. Eremeyev, A. Galybin, A. Vasiliev. Cham : Springer, 2022. P. 389–398. (Advanced Structured Materials, vol.155). https://doi.org/10.1007/978-3-030-81705-3_21

References

1. Habelitz S., Marshall S. J., Marshall Jr. G. W., Balooch M. Mechanical properties of human dental enamel on the nanometre scale. *Archives of Oral Biology*, 2001, vol. 46, iss. 2, pp. 173–183. [https://doi.org/10.1016/s0003-9969\(00\)00089-3](https://doi.org/10.1016/s0003-9969(00)00089-3)
2. He L. H., Fujisawa N., Swain M. W. Elastic modulus and stress-strain response of human enamel by nano-indentation. *Biomaterials*, 2006, vol. 27, iss. 24, pp. 4388–4398. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2006.03.045>
3. Mikaelyan N. P., Komarov O. S. *Biokhimiia tverdykh tkanei polosti rta v norme i pri patologii* [Biochemistry of Oral Hard Tissues in Normal and Pathological Conditions]. Moscow, Pirogov Russian National Research Medical University Publ., 2019. 71 p. (in Russian).
4. Eşian D., Man A., Burlibaşa L., Burlibaşa M., Perieanu M. V., Bică C. Salivary level of *Streptococcus mutans* and *Lactobacillus* spp. related to a high risk of caries disease. *Romanian Biotechnological Letters*, 2017, vol. 22, iss. 2, pp. 12496–12503.
5. Al-Shahrani M. Microbiology of dental caries: A literature review. *Annals of Medical and Health Sciences Research*, 2019, vol. 9, iss. 4, pp. 655–659.
6. Ritter A. V., Heymann H. O., Swift E. J. Jr., Sturdevant J. R., Wilder A. D. Jr. Clinical evaluation of an all-in-one adhesive in non-carious cervical lesions with different degrees of dentin sclerosis. *Operative Dentistry*, 2008, vol. 33, iss. 4, pp. 370–378. <https://doi.org/10.2341/07-128>



7. Purdell-Lewis D. J., Groeneveld A., Arends J. Hardness tests on sound enamel and artificially demineralized white spot lesions. *Caries Research*, 1976, vol. 10, iss. 3, pp. 201–215. <https://doi.org/10.1159/000260202>
8. Featherstone J. D. B., Ten Cate J. M., Shariati M., Arends J. Comparison of artificial caries-like lesions by quantitative microradiography and microhardness profiles. *Caries Research*, 1983, vol. 17, iss. 5, pp. 385–391. <https://doi.org/10.1159/000260692>
9. Golovin Y. I. Nanoindentation and mechanical properties of solids in submicrovolumes, thin near-surface layers, and films: A Review. *Physics of the Solid State*, 2008, vol. 50, iss. 12, pp. 2205–2236. <https://doi.org/10.1134/S1063783408120019>
10. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 1992, vol. 7, iss. 6, pp. 1564–1583. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
11. Angker L., Nockolds C., Swain M. V., Kilpatrick N. Correlating the mechanical properties to the mineral content of carious dentine – a comparative study using an ultra-micro indentation system (UMIS) and SEM-BSE signals. *Archives of Oral Biology*, 2004, vol. 49, iss. 5, pp. 369–378. <https://doi.org/10.1016/j.archoralbio.2003.12.005>
12. Marangos O., Misra A., Spencer P., Bohaty B., Katz J. L. Physico-mechanical properties determination using microscale homotopic measurements: Application to sound and caries-affected primary tooth dentin. *Acta Biomaterialia*, 2009, vol. 5, iss. 4, pp. 1338–1348. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2008.10.023>
13. Shibata Y., He L. H., Kataoka Y., Miyazaki T., Swain M. V. Micromechanical property recovery of human carious dentin achieved with colloidal nano- β -tricalcium phosphate. *Journal of Dental Research*, 2008, vol. 87, iss. 3, pp. 233–237. <https://doi.org/10.1177/154405910808700315>
14. Huang T. T. Y., He L. H., Darendeliler M. A., Swain M. V. Nano-indentation characterisation of natural carious white spot lesions. *Caries Research*, 2010, vol. 44, iss. 2, pp. 101–107. <https://doi.org/10.1159/000286214>
15. Schwendicke F., Eggers K., Meyer-Lueckel H., Dörfer C., Kovalev A., Gorb S., Paris S. In vitro Induction of residual caries lesions in dentin: comparative mineral loss and nano-hardness analysis. *Caries Research*, 2015, vol. 49, iss. 3, pp. 259–265. <https://doi.org/10.1159/000371897>
16. Bertassoni L. E., Swain M. V. Removal of dentin non-collagenous structures results in the unraveling of microfibril bundles in collagen type I. *Connective Tissue Research*, 2017, vol. 58, iss. 5, pp. 414–423. <https://doi.org/10.1080/03008207.2016.1235566>
17. Cuy J. L., Mann A. B., Livi K. J., Teaford M. F., Weihs T. P. Nanoindentation mapping of the mechanical properties of human molar tooth enamel. *Archives of Oral Biology*, 2002, vol. 47, iss. 4, pp. 281–291. [https://doi.org/10.1016/S0003-9969\(02\)00006-7](https://doi.org/10.1016/S0003-9969(02)00006-7)
18. Fong H., Sarikaya M., White S. N., Snead M. L. Nano-mechanical properties profiles across dentin-enamel junction of human incisor teeth. *Materials Science and Engineering: C*, 1999, vol. 7, iss. 2, pp. 119–128. [https://doi.org/10.1016/S0928-4931\(99\)00133-2](https://doi.org/10.1016/S0928-4931(99)00133-2)
19. Xue J., Li W., Swain M. V. In vitro demineralization of human enamel natural and abraded surfaces: A micromechanical and SEM investigation. *Journal of Dentistry*, 2009, vol. 37, iss. 4, pp. 264–272. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.11.020>
20. Yanagisawa T., Miake Y. High-resolution electron microscopy of enamel-crystal demineralization and remineralization in carious lesions. *Journal of Electron Microscopy*, 2003, vol. 52, iss. 6, pp. 605–613. <https://doi.org/10.1093/jmicro/52.6.605>
21. Yun F., Swain M. V., Chen H., Cairney J., Qu J., Sha G., Li H., Ringer S. P., Han Y., Liu L., Zhang X., Zheng R. Nanoscale pathways for human tooth decay – Central planar defect, organic-rich precipitate and high-angle grain boundary. *Biomaterials*, 2020, vol. 235, pp. 119748. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2019.119748>



22. Stankoska K., Sarram L., Smith S., Bedran-Russo A. K., Little C. B., Swain M. V., Bertassoni L. E. Immunolocalization and distribution of proteoglycans in carious dentine. *Australian Dental Journal*, 2016, vol. 61, iss. 3, pp. 288–297. <https://doi.org/10.1111/adj.12376>
23. Sadyrin E. V., Kislyakov E. A., Karotkiyan R. V., Yogina D. V., Droган E. G., Swain M. V., Maksyukov S. Yu., Nikolaev A. L., Aizikovich S. M. Influence of citric acid concentration and etching time on enamel surface roughness of prepared human tooth: in vitro study. In: Altenbach H., Brünig M., Kowalewski Z. (eds.) *Plasticity, Damage and Fracture in Advanced Materials*. Advanced Structured Materials, vol. 121. Cham, Springer, 2020, pp. 135–150. https://doi.org/10.1007/978-3-030-34851-9_8
24. Sadyrin E. V., Mitrin B. I., Yogina D. V., Swain M. V. Preliminary study of distribution of mechanical properties and mineral density by depth of liquid saturated carious dentine. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2021, vol. 102. Art. 012056. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/1029/1/012056>
25. Sadyrin E. V. Correlating the mechanical properties of the mineral density of brown spot lesion in dentine using nanoindentation and X-ray micro-tomography. In: Altenbach H., Eremeyev V. A., Galybin A., Vasiliev A. (eds.) *Advanced Materials Modelling for Mechanical, Medical and Biological Applications*. Advanced Structured Materials, vol. 155. Cham, Springer, 2022, pp. 389–398. https://doi.org/10.1007/978-3-030-81705-3_21

Поступила в редакцию / Received 21.04.2022

Принята к публикации / Accepted 28.05.2022

Опубликована / Published 31.08.2022