

Особливості утворення та розвитку тріщин у стоматологічних полімерах для тимчасового незнімного протезування під дією механічного навантаження

Features of Formation and Development of Cracks in Dental Polymers for Temporary Non-Removable Prosthesis under Mechanical Stress

Макеєв В.Ф.¹, д.мед.н., проф.,
Скальський В.Р.², д.т.н., проф.,
Кирманов О.С.¹, ас.

¹каф. ортопедичної стоматології
Львівський національний медичний
університет ім. Данила Галицького

²Фізико-механічний інститут
ім. Г.В. Карпенка НАН України

Makieiev V.F.¹, DMD, Prof.,
Skalskyi V.R.², DMD, Prof.,
Kyрманov O.S.¹, Prof. Ass.

¹Department of Prosthetic Dentistry
Danylo Halytskyi Lviv National Medical
University

²Karpenko Physical-Mechanical
Institute of the National Academy
of Sciences of Ukraine

Адреса для кореспонденції:
Макеєв Валентин Федорович
e-mail: 764789@gmail.com

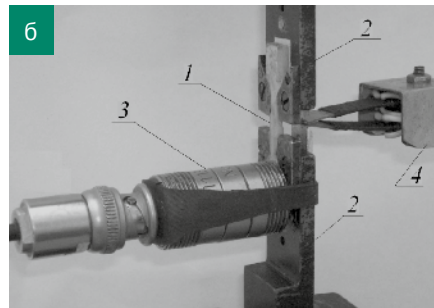
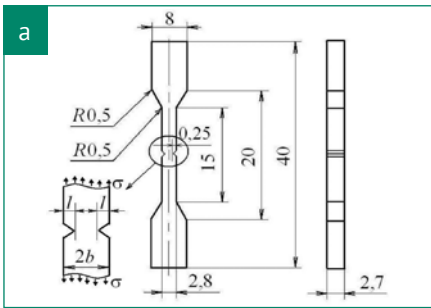
Мета: Вивчити особливості руйнування та проранжувати за показником статичної тріщиностійкості полімерні матеріали, які використовують у стоматологічній практиці для виготовлення тимчасових конструкцій. **Методи:** Провели механічні випробування, спектральний аналіз сигналів акустичної емісії, ідентифікування стадій розвитку тріщиноподібних дефектів та визначення показника їх в'язкості руйнування, що є критерієм підбору стоматологічних матеріалів для виготовлення різних незнімних конструкцій для протезування.

Результати: Провізорні матеріали за здатністю чинити опір тріщиноутворенню, за першим виникненням сигналів акустичної емісії (АЕ), можна ранжувати від найміцнішого до найслабшого: Protemp™ 4 («3М ESPE», США), Acrodent («АО СТОМА», Україна), Structur 2 SC («VOCO», Німеччина), Tempron 1-1 PKG («GC», Японія), Ceramill PMMA («Amann Girrbach», Австрія), а за макропоказником в'язкості руйнування K_{IC} – Protemp™ 4, Tempron 1-1 PKG, Structur 2 SC, Acrodent, Ceramill PMMA. **Висновки:** За проведеним аналізом діаграм руйнування та значень критеріального показника типів руйнування «к» можна стверджувати, що більшість стоматологічних полімерів, використаних в експериментах, руйнуються крихко за лінійно-пружним механізмом, а Protemp™ 4 – за пружно-пластичним. Найвищу тріщиностійкість спостерігали у матеріалі Protemp™ 4, а найнижчу – у Ceramill PMMA.

Ключові слова: тимчасові незнімні протези, стоматологічні полімери, акустична емісія.

Purpose: The features of fracture of polymeric materials used in dental practice for making temporary structures. **Methods:** Mechanical testing, spectral analysis of acoustic emission signals, identifying stages of development crack-like defects and determination of their fracture toughness, which serves as a criterion for selection of dental materials for manufacturing various fixed structures for prosthetics. **Results:** According to the experiments (see table). Extraembryonic materials in their ability to resist cracking (the first appearance of acoustic emission (AE) signals) can rank in the following order (from strongest to weakest): Protemp™ 4 («3М ESPE», USA), Acrodent («АО STOMA», Ukraine), Structur 2 SC («VOCO», Germany), Tempron 1-1 PKG («GC», Japan), Ceramill PMMA («Amann Girrbach», Austria) and macroeconomic indicators for fracture toughness C_{IS} – Protemp™ 4, Tempron 1-1 PKG, Structur 2SC, Acrodent, Ceramill PMMA. **Conclusions:** According to the performed analysis charts the destruction of values and indoorble parameter types of destruction «к» can be argued that most dental polymers used in the experiments are destroyed by brittle linear-elastic mechanism and Protemp™ 4 – for elastic-plastic. Showed the highest fracture toughness material Protemp™ 4, and the lowest – Ceramill PMMA.

Key words: temporary non-removable dentures, dental polymers, acoustic emissions.



Мал. 1. Геометрія зразка для випробувань полімерних матеріалів (а) та його загальний вигляд у затискачах установки під час розтягування (б): 1 — зразок; 2 — затискач; 3 — первинний перетворювач АЕ; 4 — первинний перетворювач розкриття берегів тріщини

Вступ

Сучасний науково-технічний поступ можна вважати епохою полімерів. Однією з важливих ланок тимчасового протезування є розробка нових полімерних матеріалів стоматологічного призначення із заданим поєднанням необхідних властивостей: антибактеріальної активності, зменшеної усадки, високих міцнісних та адгезивних характеристик. На сучасному стоматологічному ринку представлена значна кількість нових, різних за структурою та способом обробки пластмас для виготовлення провізорних конструкцій (коронки, мостоподібних протезів, вкладок тощо) [1–3]. Щоб здійснити ефективний вибір того чи іншого матеріалу, необхідно насамперед знати характеристики їх міцності. Міцність тимчасових конструкцій залежить від низки чинників: дефектів і браку матеріалу в критичних ділянках; стану поверхні конструкції; впливу хімічно активних компонентів порожнини рота та їжі; виникнення підвищених навантажень на матеріал у разі виготовлення конструкцій великої протяжності тощо. Для оцінювання основних фізико-механічних властивостей стоматологічних полімерів переважно визначають міцність на розрив та згин, відносно видовження під час розриву, модуль пружності, міцність під час прогинання, питому ударну в'язкість та інші. У праці [1] досліджували міцність на зсув та визначали модуль зсуву матеріалів Protemp 3 Garant («3M ESPE», США), CronMix Tembridge («Merz Dental», Німеччина), Structur Premium («VOCO», Німеччина), System c&b («Ivoclar

Vivadent AG», Ліхтенштейн) при різному періоді їх зберігання після приготування з метою встановлення кореляції механічних властивостей зі ступенем конверсії. Аналогічним є дослідження чотирьох біс-акрилових матеріалів: Protemp Plus («3M ESPE», США), Integrity («DENTSPLY International», США), Turbo Temp 2 («Danville Materials», Німеччина), Temphase Fast-set («Kerr Corporation», США) та двох уретанових: NuForm («Nu Radiance, Inc.», США), Tuff-Temp («Tuff-Temp Corp.», США) матеріалів у праці [2]. Розглядали сухі умови зберігання та витримку зразків у дистильованій воді впродовж 1 та 24 год. Показники міцності Tuff-Temp були вищими після 1 год. витримки у водному середовищі, ніж після 24 год. Для матеріалів Protemp Plus, NuForm і Turbo Temp 2 після 24 год. зберігання у сухих та вологих умовах міцність на зсув та модуль зсуву не змінювалися. Водночас Protemp Plus мав найвищі міцнісні характеристики після 24 год. вологій витримки серед усіх матеріалів. Вивчаючи вплив на можливість відновлення тимчасовими коронками та протезами таких параметрів як хімічна природа, період після змішування, поверхневі характеристики матеріалів Cool Temp Natural («Coltene», Німеччина), Protemp 3 Garant («3M ESPE», США), Structur Premium («VOCO», Німеччина) та Trim («The Bosworth Company», США), також визначали їх міцність на зсув [3].

Тимчасові коронки та фіксовані незнімні протези зазнають значного функціонального навантаження, які ставить жорсткі вимоги до біоматеріалів, які використовують для їх виготовлення. Довговічність біополімерів суттєво залежить

від здатності витримувати поширення тріщин. У праці [4] досліджували тріщиностійкість провізорних конструкцій із Luxatemp AM Plus («DMG», Німеччина), Protemp 3 Garant («3M ESPE», США), Structur Premium («VOCO», Німеччина), Trim («The Bosworth Company», США). Встановили, що значення K_{IC} змінювалося від 0,4 до 1,3 МПа $\sqrt{м}$, залежно від матеріалу і періоду зберігання після виготовлення. Найвищий K_{IC} спостерігали в матеріалу Protemp 3 Garant. В'язкість руйнування відчутно порушила термоциклювання всіх диметакрилатів, окрім Structur Premium. Вони підлягали руйнуванню за лінійно-пружним механізмом, а монометакрилат — за пружно-пластичним. Для таких матеріалів як Luxatemp, Integrity, Structur Premium, Protemp Plus та Acrytemp показник тріщиностійкості змінювався від 0,89 до 2,18 МПа $\sqrt{м}$, а найвищий опір поширенню тріщин виявили у матеріалу Protemp Plus, тому його рекомендували для виготовлення постійних конструкцій [5].

Для ефективного клінічного використання тих чи інших полімерних матеріалів, окрім їх механічних властивостей, важливо вивчити динаміку процесів руйнування. Таку інформацію можна отримати, застосувавши під час механічних випробувань метод акустичної емісії (АЕ), успішність методу доведена в дослідженнях різного класу полімерів [6]. Щодо стоматологічних полімерів таких робіт обмаль. Так, у праці [7] аналізували концентрацію напружень і руйнування навколо краю зубного композитного зміцнювача polymethyl methacrylate (PMMA) методом вимірювання навантаження на зовнішній поверхні зубної накладки кільцевого типу.



Мал. 2. Загальний вигляд форми і виготовлених зразків з кожного типу полімеру

Отже, метод АЕ є ефективним інструментом оцінки зародження руйнування у стоматологічних полімерах, що дає змогу вивчати динаміку його розвитку, а також можливість ідентифікувати різні механізми руйнування. Часову ж локалізацію типів руйнування забезпечує вейвлет-перетворення (ВП) сигналів акустичної емісії [8]. Мета дослідження – вивчити особливості руйнування та проранжувати за показником статичної тріщиностійкості полімерні матеріали, які використовують у стоматологічній практиці для виготовлення тимчасових конструкцій.

Матеріал і методи

Ідентифікування стадій розвитку тріщиноподібних дефектів – важливе науково-практичне завдання, що є критерієм підбору стоматологічних матеріалів для виготовлення різних незнімних конструкцій для протезування. Методом акустичної емісії залежно від величини пружнопластичної деформації конструкційного елемента за навантаження, що відповідає макроруйнуванню (ріст тріщини), розрізняють крихке (або квазікрихке) та в'язке руйнування. Важливу інформацію про особливості перебігу процесів дефектоутворення у твердих тілах можна отримати застосовуючи до сигналів акустичної емісії (АЕ) часово-частотне представлення, одним із способів побудови якого є вейвлет-перетворення – розклад сигналу за базисом, сконструйованим із функцій вейвлетів, які отримують з однієї базис-

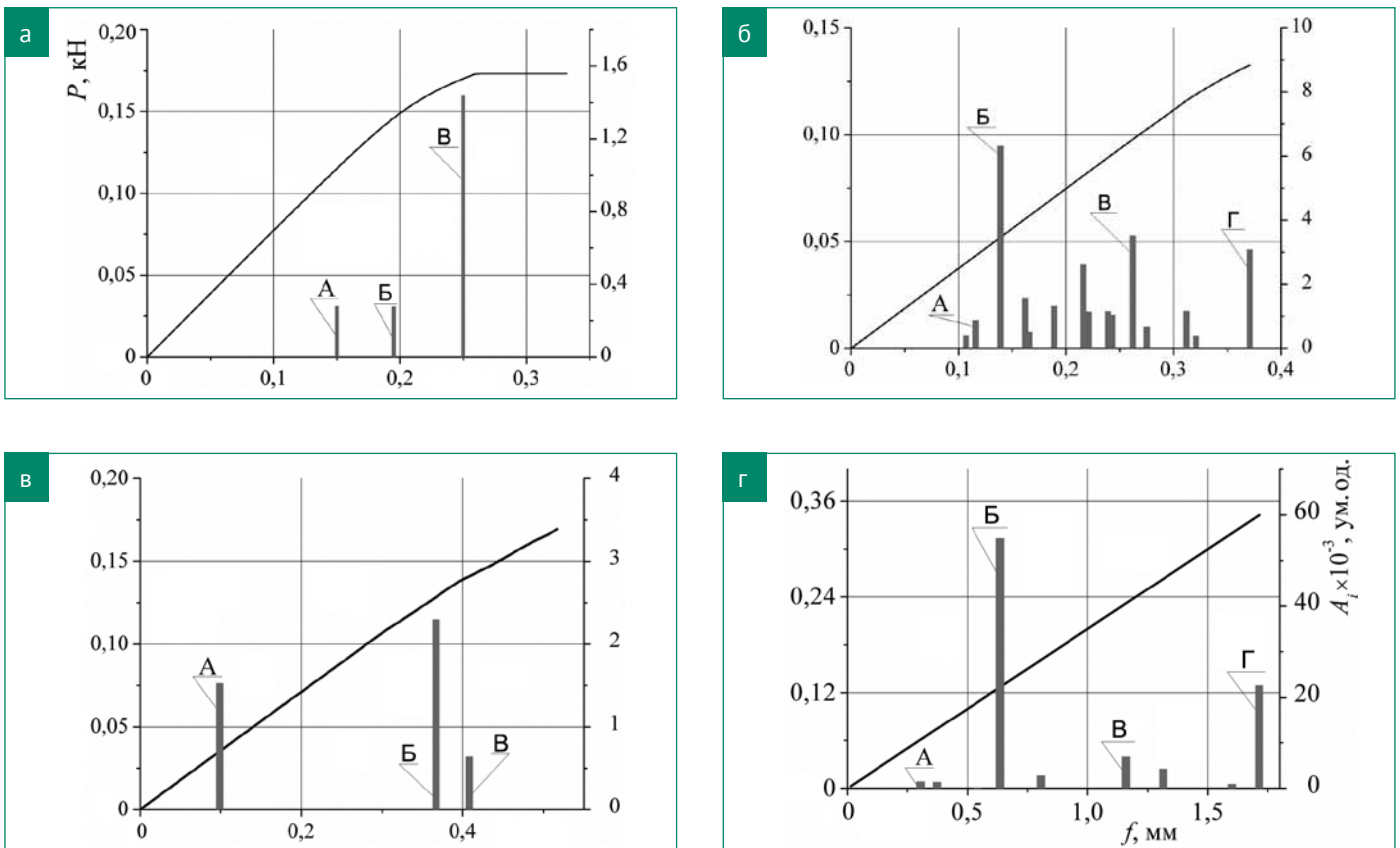
вої (материнської) функції методом її зсуву та розтягу вздовж осі часу [9]. Неперервне вейвлет-перетворення (НВП) сигналу $s(t)$ обчислюють за відповідною формулою. Для НВП сигналів АЕ використали програмний продукт AGU-Vallen Wavelet, де материнським обрано вейвлет Габо́ра. Залежно від значення експериментально встановленого критеріального параметра, тип макроруйнування конструкційних матеріалів розділено на в'язке ($\kappa < 0,1$), в'язко-крихке ($0,1 \leq \kappa < 0,2$) та крихке ($\kappa \geq 0,2$) [10]. Досліджували руйнування зразків під час квазістатичного розтягу чотирьох типів полімерних провізорних матеріалів Protemp™ 4 («3M ESPE», США), Acrodent («АО СТОМА», Україна), Structur 2 SC («VOCO», Німеччина), Tempron 1-1 PKG («GC», Японія), Ceramill PMMA («Amann Girrbach», Австрія). Розміри та вигляд зразка у захопах експериментальної установки зі встановленими первинними перетворювачами пружних хвиль АЕ та розкриття берегів тріщини зображено на мал. 1. Для їх виготовлення розробили відповідні форми (мал. 2), в які заливали суміш кожного полімеру, підготовлену відповідно до рекомендацій чи інструкцій виробника. Далі виконували полімеризацію зразків у цій формі, згідно з чинними вимогами. Розміри зразків (форми) витримали за нормативним документом, що регламентує випробування матеріалів на статичну тріщиностійкість [11]. Кількість зразків, виготовлених до випробувань, з кожного типу полімеру становила 8 штук (визначали за конструкційною особливістю форми). Відповідно підготовлені після полімеризації зразки розтягували на розривній машині типу СВР-5 зі швидкістю переміщення затискачів 4×10^{-7} м/с та одночасно здійснювали запис АЕ-інформації за допомогою вимірювальної системи SKOP-8M [12]. Основні її налаштування: тривалість вибірки становила 0,5 мс, період дискретизації аналогового сигналу – 0,25 мкс, частота зрізу фільтра низьких частот – 1000 кГц, високих – 100 кГц, поріг дискримінації – у межах 30%. Коефіцієнт підсилення

АЕ-тракту при цьому становив 70 дБ (40 дБ – попередній підсилювач). Смугу частот вимірювального АЕ-тракту визначали за робочою смугою частот первинного перетворювача сигналів АЕ, що становила 0,2–0,6 МГц.

Результати та їх обговорення

У режимі постобробки побудували діаграми розтягу і розподіл амплітуд (мал. 3) та НВП зареєстрованих сигналів АЕ. Всі полімери руйнувались за лінійно-пружним механізмом, окрім Protemp, діаграма руйнування якого має пластичну ділянку. Цей результат узгоджується із результатами проведених досліджень [4, 5]. Для оцінки типів руйнування, що відбуваються у полімерах, будували НВП для сигналів АЕ, отриманих на початку навантаження (точка А), середній ділянці діаграми руйнування (точка Б) та за досягнення вищих (критичних) значень навантаження (точки В та Г) і за співвідношенням (1) визначали показник «к» [10]. Результати розрахунків наведено у табл. 1.

Згідно з критерієм ідентифікування типів руйнування конструкційних матеріалів за даними НВП, на початкових стадіях у більшості полімерів (Protemp, Acrodent, Structur) генеруються сигнали АЕ, що відповідають в'язко-крихкому руйнуванню ($0,1 \leq \kappa < 0,2$). У матеріалах Tempron та Ceramill упродовж всього періоду навантаження переважають крихкі механізми, що доводять високі показники критеріального параметра. Особливістю процесів руйнування усіх полімерів є генерування сигналів АЕ з високими та низькими значеннями показника «к» (табл. 1), що можна розглядати як чергування макророзтріскування матеріалу з утворенням пластичних зон перед макротріщиною. На мал. 4 зображено НВП характерних подій АЕ у точці В та Г на мал. 3 г, що відповідають в'язкому (мал. 4 а, г – локальний максимум I, б, д) та крихкому (мал. 4 а, г – локальний максимум II, в, е) руйнуванню провізорного матеріалу Ceramill. Осо-



Мал. 3. Діаграми руйнування та розподілу амплітуд сигналів АЕ для зразків з полімерних матеріалів: а — Protemp; б — Acrodent; в — Structur; г — Ceramill

близькості НВП сигналів АЕ, які супроводжували руйнування цього матеріалу, є наявність у короткому проміжку часу декількох локальних максимумів вейвлет-коефіцієнтів у події АЕ. Це може означати чергування різних актів руйнування, які за значеннями критеріального показника відповідають в'язкому, крихкому чи в'язко-крихкому типу.

Під час навантаження зразків з Protemp критеріальний показник для кожного наступного зареєстрованого сигналу АЕ зростає від значень, що відповіда-

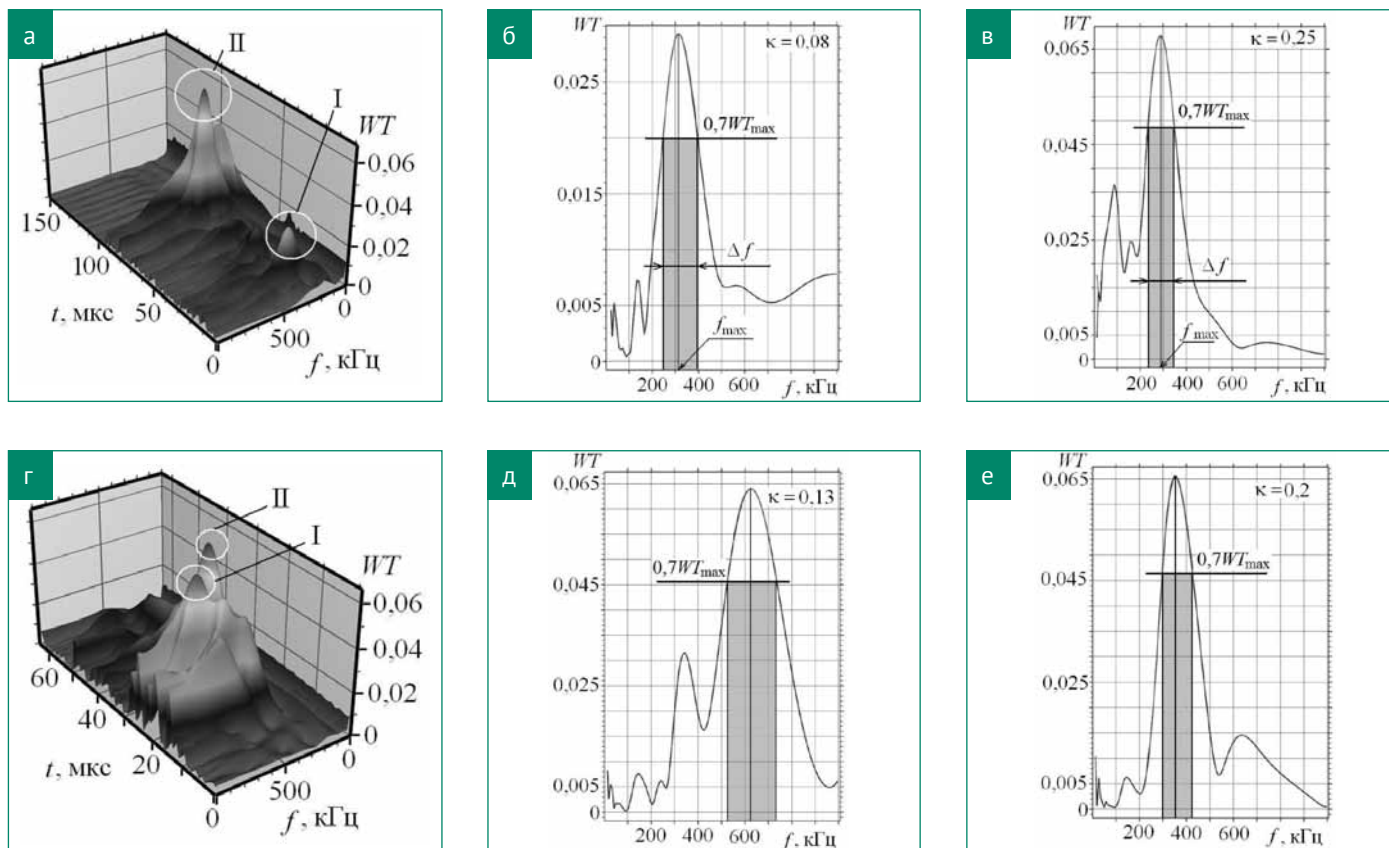
ють в'язко-крихкому руйнуванню, до щораз більших значень, характерних для крихкого руйнування. Для сигналів АЕ, зареєстрованих під час руйнування Acrodent, отримали таку послідовність типів руйнування: в'язко-крихке – крихке; для Structur: в'язко-крихке – крихке – в'язке; для Tempron: крихке – в'язко-крихке – крихке. Зазначимо, що виникнення сигналів АЕ, яке означає початок дефектоутворення у матеріалі, відбувається при різних значеннях навантаження зразка для кожного

зі стоматологічних полімерів. За даними експериментів (табл. 1), провізорні матеріали за здатністю чинити опір тріщиноутворенню (за першим виникненням сигналів АЕ) можна ранжувати від найміцнішого до найслабшого: Protemp™ 4, Acrodent, Structur 2 SC, Tempron 1-1 PKG, Ceramill PMMA, а за макропоказником в'язкості руйнування K_{IC} – Protemp™ 4, Tempron 1-1 PKG, Structur 2 SC, Acrodent, Ceramill PMMA. Отримані результати корелюють з відомими дослідженнями [1–5].

Таблиця 1. Середні значення критеріального показника «к» та характеристик тріщиностійкості для відповідних сигналів АЕ за результатами випробувань 8 зразків кожного типу полімерів

Полімер	А		Б		В		Г		K_{IC} , МПа√м
	к	K_{IC} , МПа√м	к	K_{IC} , МПа√м	к	K_{IC} , МПа√м	к	K_{IC} , МПа√м	
Protemp («3M ESPE», США)	0,12	0,95	0,16	1,05	0,72	1,4	—	—	1,4
Acrodent («АО СТОМА», Україна)	0,14	0,27	0,47	0,44	0,25	0,65	0,2	0,91	0,91
Structur 2 SC («VOCO», Німеччина)	0,16	0,2	0,31	0,74	0,07	0,97	—	—	0,97
Tempron 1-1 PKG («GC», Японія)	0,56	0,16	0,14	0,99	0,8	—	—	—	0,99
Ceramill PMMA («Amann Girrbach», Австрія)	0,3	0,15	0,95	0,31	0,08* 0,25**	0,52	0,13*** 0,2***	0,82	0,82

Примітки: * — для локального максимуму I в події АЕ (мал. 3 а); ** — для локального максимуму II в події АЕ (мал. 3 а); *** — аналогічно для події АЕ в точці В



Мал. 4. Характерні НВП подій АЕ під час руйнування зразків полімеру Ceramill (у точці В — а, б, в та точці Г — г, д, е на мал. 3 г): а, г — 3D-зображення; б, д — проекція на площину $WT-f$ у момент досягнення WT_{\max} для в'язкого руйнування та в, е — для крихкого

Висновки

За проведеним аналізом діаграм руйнування та значень критеріального показника типів руйнування «к» можна стверджувати, що більшість стоматологічних полімерів, використаних в експериментах, руйнуються крихко за

лінійно-пружним механізмом, а Protemp™ 4 — за пружно-пластичним. Найвищу тріщиностійкість спостерігали у матеріалі Protemp™ 4, а найнижчу — у Ceramill PMMA. Ефективним інструментарієм для вивчення динаміки та ідентифікування типів руйнування полімерних матеріалів є НВП сиг-

налів акустичної емісії. Чергування сигналів АЕ з різними значеннями критеріального показника «к» доводить зміну типів (в'язке, в'язко-крихке чи крихке) руйнування упродовж усього періоду навантаження зразка, хоча макродоломи зразків усіх полімерів є крихкими.

Список використаної літератури

- Provisional crown and fixed partial denture materials: mechanical properties and degree of conversion / M. Balkenhol, P. Ferger, M.C. Mautner et al. // Dent. Mater. — 2007. — 23. — P.1574–1583.
- Mechanical properties of urethane and bis-acryl interim resin materials / Ronald E. Kerby, Lisa A. Knobloch et al. // The Journal of Prosthetic Dentistry. — 2013. — 110(1). — P.21–28.
- Effect of surface condition and storage time on the reparability of temporary crown and fixed partial denture materials / M. Balkenhol, M. Meyer, K. Michel et al. // Journal of Dentistry. — 2008. — 36(11). — P.861–872.
- Fracture toughness of cross-linked and non-cross-linked temporary crown and fixed partial denture materials / M. Balkenhol, H. Köhler, K. Orbach, B. Wöstmann // Dental Materials. — 2009. — 25(7). — P.917–928.
- Fracture performance of provisional crown and bridge restoration materials / M. Rosentritt, R. Lang, M. Behr, G. Handel // https://iadr.confex.com/iadr/pef08/techprogram/abstract_109769.htm.
- Xu Y., Mellor B.G. Application of acoustic emission to detect damage mechanisms of particulate filled thermoset polymeric coatings in four point bend tests // Surface and Coatings Technology. — 2011. — 205(23–24, 25). — P.5478–5482.
- Choi N.-S., Gu J.-U., Arakawa K. Acoustic emission characterization of the marginal disintegration of dental composite restoration // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. — 2011. — 42(6). — P.604–611.
- Qi G. Wavelet-based AE characterization of composite materials // NDT&E International. — 2000. — 33. — P.133–144.
- Добеши И. Десять лекцій по вейвлетам / [пер. с англ.]. — Ижевск, 2001. — 464 с.
- Скальський В.Р., Божидарнік В.В., Станкевич О.М. Акустико-емісійне діагностування типів макроруйнування конструкційних матеріалів. — К.: Наукова думка, 2014. — 264 с.
- Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении: ГОСТ 25.506–85. — М.: Государственный комитет СССР по стандартам, 1986. — 38 с.
- Назарчук З.Т., Скальський В.Р. Акустико-емісійне діагностування елементів конструкцій: науково-технічний посібник: у 3 т. — Т. 3: Засоби та застосування методу акустичної емісії. — К.: Наукова думка, 2009. — 327 с.

Стаття надійшла в редакцію 21 липня 2014 року