

УДК: 616-086.28/.29:615.462:53/.54.04

DOI: 10.33295/1992-576X-2019-5-87

В.Ф. Макеев¹, В.Р. Скальський², О.С. Курманов¹

Водопоглинання полімерів для тимчасового незнімного протезування та його вплив на міцнісні характеристики

¹Львівський національний медичний університет імені Данила Галицького, Україна²Фізико-механічний інститут імені Г.В. Карпенка НАН України

Мета: визначення схильності до водопоглинання стоматологічних полімерів для тимчасового протезування та вплив водопоглинання на їх міцнісні характеристики.

Матеріали та методи. Дослідження водопоглинання полімерів для тимчасового незнімного протезування здійснено з використанням провізорних матеріалів «Protemp 4 Garant» (3M ESPE), «Acrodent» (AO STOMA), «Structur 2SC» (VOCO), «Tempron 1-1PKG» (GC), «Ceramiill PMMA» (Amann Girrbach).

Для лабораторних досліджень вибрано пластинчасті зразки без концентраторів напружень у кількості 10 штук і з кожного полімеру виготовлені у спеціальній прес-формі за інструкцією виробника.

Перед проведенням випробувань зрізці витримано в термостаті TC-80-U42 упродовж 72 год. при температурі $37 \pm 1^\circ\text{C}$, після чого перенесено в ексікатор, де вони утримувались упродовж 60 хв. і в подальшому зважувались (m_0) з точністю до 0,0001 г на електронній вазі RADWAG WAA-160.

Далі зразки витримували у фізіологічному розчині NaCl (9 г NaCl на 1 л води) у термостаті при температурі $37 \pm 1^\circ\text{C}$ протягом 24, 50 та 100 годин, після чого зразки виймали, висушували неворсистим фільтрувальним папером і повторно зважували на цій ж вазі.

Результати визначення ступеня водопоглинання матеріалів опрацьовано за допомогою методу математично-статистичного аналізу при $P = 90\%$ у програмі STATISTICA v.6.0.

Для визначення впливу сорбції фізрозчину полімерними стоматологічними матеріалами на їх міцнісні характеристики проведено експеримент на розтяг зразків зазначеної геометрії з їх витримкою у фізіологічному розчині 24, 50 і 100 год. Експерименти на міцність проводили на установці СРР-5.

Найкращі міцнісні характеристики після витримки матеріалу у фізіологічному розчині продемонстрували полімери «Ceramiill» і «Structur». Водночас у матеріалі «Ceramiill» деформаційні характеристики майже не змінюються, а міцнісні суттєво спадають зі зростанням часу витримки у фізіологічному розчині. Полімер «Protemp» виявився найчутливішим до водопоглинання, а Structur – найменш чутливим до впливу водного середовища.

Збільшення тривалості перебування полімерних матеріалів у фізіологічному розчині призводить до зростання акустико-емісійної активності під час їх руйнування. Найбільше це виражено в матеріалах «Acrodent», «Protemp», «Ceramiill», а найменше – у «Structur».

Ключові слова: стоматологічні полімери для тимчасового протезування, водопоглинання.

Вступ

Сучасні клінічні й естетичні постулати стоматології вимагають, що на період часу від початку ортопедичного лікування до фіксації постійної незнімної конструкції необхідно виготовляти тимчасові конструкції, які повинні мати високу механічну міцність і захищати зуби після їх препарування від різних видів подразників (температурних, хімічних, бактеріальної інвазії тощо), а також забезпечувати естетичні вимоги.

Донедавна концепція виготовлення тимчасових незнімних конструкцій була спрощеною – виготовити такий протез, який покривав би опорні зуби і служив 2–3 тижні. Термін «тимчасовий» (temporary) цілком відповідає такому уявленню.

Зараз уважається, що тимчасова конструкція повинна повністю задовольняти пацієнта й давати йому уявлення про вигляд кінцевої реставрації. Насамперед, це відновлення та підтримка функцій (естетика, фонетика, жувальна функція тощо), а також захист зубів і стабілізація пародонта коригуванням апроксимальних та оклюзійних контактів.

Отже, на сьогодні актуальним є вживання таких понять, як «перехідний» (transitional) або «проміжний»

(provisional), які точніше підходять до тимчасової реставрації, необхідної для подальшого успішного протезування.

В останні роки на стоматологічному ринку з'явилась велика кількість нових, різних за структурою і способом застосування матеріалів для виготовлення провізорних конструкцій [8, 9, 10].

Рішення про те, будуть чи ні матеріали відповідати цим клінічним вимогам, залежить від результатів наукових досліджень властивостей матеріалів, і саме тому стоматологи повинні знати фізичні властивості різного типу провізорних матеріалів і бути у змозі вибрати і сконструювати відповідний тип тимчасової конструкції, ґрунтуючись на необхідності та специфіці даної клінічної ситуації [1, 2].

Однією з важливих властивостей полімерних провізорних матеріалів, яка може викликати низку клінічних проблем, є схильність до сорбції рідин у силу їх пористості, що може впливати на механічні властивості виробів з полімеру.

За даними дослідників, насичення рідиною різних за класом полімерів для тимчасового незнімного протезування по-різному впливало на їх механічну міцність. Так,

найнижчі показники міцності при витримці у воді від 2-х до 72 годин з температурою 37°C мав металоакрилатний полімер «Trim», і, крім того, у зразках цього матеріалу спостерігалася зміна форми, а не руйнування.

Це пояснюється хімічною природою полімеру, зокрема дією протилежних механізмів: видовження ланцюгів під час початкової фази полімеризації, що призводить до збільшення напружень, з одного боку, і поглинання води під час витримування й термоцикловання, що приводить до зменшення напружень, з іншого боку [5, 6]. Це суперечить результатам праці [7], де спостерігали зниження механічних показників для матеріалу подвійного твердіння «Provipont» під час витримування у воді протягом 60 діб при температурі 37°C.

Міцність на згин і твердість чотирьох провізорних матеріалів «Dentalon Plus», «Protemp II», «System c&b» та «Integrity» при витримці у воді, лимонній кислоті (0,02N), гептані і 75 % етанолі вивчали протягом семи днів [3]. У розчинах гептану й етилового спирту зразки з Dentalon Plus повністю деградували, що унеможливило вимірювання їх механічних показників. Для всіх матеріалів під час витримування в етиловому спирті спостерігали зниження досліджуваних параметрів. Кондиціонування в гептані призвело до зниження міцності на згин для System і твердості для Protemp II. Після взаємодії з лимонною кислотою твердість Protemp II та Integrity, навпаки, збільшилась, а міцність System і Integrity зменшилась.

Під дією хімічно активних компонентів їжі в усіх провізорних матеріалів знижуються міцність і поверхнева твердість. У праці [11] досліджували поверхневу твердість тимчасових матеріалів хімічного, світлового та подвійного твердіння в розчинах дистильованої води, гептані та етиловому спирті (25, 50, 75 і 100 %) протягом одного тижня при температурі 37°C. Загалом матеріали на основі бісакрилових смол більш резистентні до впливу харчових розчинників [4, 11].

Мета дослідження – визначення схильності до водопоглинання стоматологічних полімерів для тимчасового протезування та вплив водопоглинання на їх міцнісні характеристики.

Матеріали та методи

Дослідження водопоглинання полімерів для тимчасового незнімного протезування проведено з використанням провізорних матеріалів «Protemp 4 Garant» (3M ESPE, США), «Acrodent» (АО СТОМА, Україна), «Structur 2SC» (VOCO, Німеччина), «Tempron 1-1PKG» (GC, Японія), «Ceramill PMMA» (Amann Girrbach, Австрія).

Отже, дослідженню піддано один біс-акриловий полімер, три варіанти поліметілакрилатів та один полімеризований твердий поліметілакрилат, який застосовується для виготовлення тимчасових конструкцій у CAD/CAM-системах.

Для лабораторних досліджень вибрано пластинчасті зразки без концентраторів напружень у кількості 10 штук і з кожного полімеру виготовлено у спеціальній прес-формі.

Виготовлення та полімеризацію експериментальних матеріалів виконано згідно з інструкціями виробників.

Перед проведенням випробувань взірці витримано в термостаті ТС-80-У42 упродовж 72 год. при температурі 37±1°C, після чого перенесено в ексикатор, де вони утримувались упродовж 60 хв. і в подальшому зважувались (m_0) з точністю до 0,0001 г на електронній вазі RADWAG WAA-160.

Далі зразки витримували у фізіологічному розчині NaCl (9 г NaCl на 1 л води) у термостаті при температурі 37±1°C протягом 24, 50 та 100 годин, після чого зразки

виймали, висушували неворсистим фільтрувальним папером і повторно зважували на цій же вазі.

Ступінь водопоглинання (λ , %) розраховували за формулою:

$$\lambda = 100 (m_1 - m_0) / m_0,$$

де m_0 – маса зразка перед занурюванням у фізіологічний розчин NaCl (г); m_1 – маса зразка після вилучення з фізіологічного розчину (г).

Дані про умови випробувань та їх результати вносили у протокол реєстрації результатів визначення водопоглинання стоматологічних полімерів.

Результати визначення ступеня водопоглинання матеріалів опрацьовано за допомогою методу математично-статистичного аналізу при $P = 90$ % у програмі STATISTICA v.6.0.

Результати дослідження та їх обговорення

У таблицях 1–3 та на рис. 1 наведено ступені водопоглинання матеріалів для тимчасового незнімного протезування, що досліджувалися залежно від часу експозиції.

Отже, серед матеріалів, які використали в експериментах, найменший ступінь водопоглинання протягом усіх трьох періодів (24, 50, 100 год.) витримки у фізіологічному розчині мали зразки Structur і Protemp (від 0,2010±0,0032 до 0,3446±0,0038 % та від 0,2996±0,0032 до 0,4889±0,0038 % відповідно). Проміжний ступінь водопоглинання властивий зразкам Tempron і Ceramill (від 0,5517±0,0511 до 0,9086±0,0298 % та від 0,6089±0,0042 до 0,9227±0,0039 % відповідно), а зразки Acrodent проявили найвищий ступінь сорбції води (від 0,7318±0,412 до 1,1136±0,0225 %).

Для визначення впливу сорбції води полімерними стоматологічними матеріалами на їх міцнісні характеристики проведено експеримент на розтяг зразків зазначеної геометрії при їх витримці у фізіологічному розчині 24, 50 та 100 год.

Експерименти на міцність проводили на установці СВР-5.

Результати визначення міцнісних характеристик полімерів, що вивчалися, представлено на рис. 2.

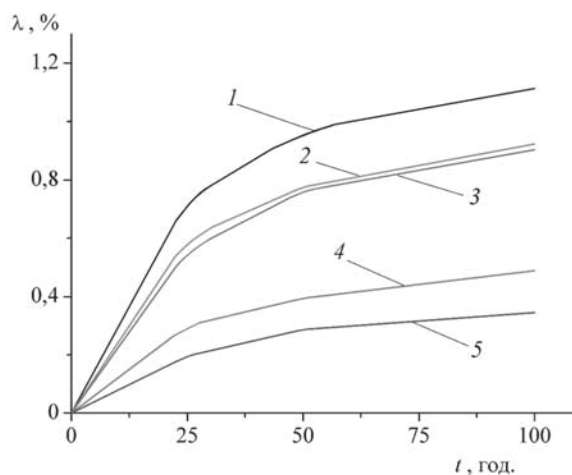


Рис. 1. Часова залежність водопоглинання полімерів:

- 1 – Acrodent;
- 2 – Ceramill;
- 3 – Tempron;
- 4 – Protemp;
- 5 – Structur.

Таблиця 1

Усереднені значення після 10 зважувань зразків в експериментах на водопоглинання після 24 год. експозиції у фізіологічному розчині

Назва полімеру	m_0 , г	Δm , г	Δ , %
Acrodent	0,6286	0,0046	0,7318
Protemp	0,6341	0,0019	0,2996
Structur	0,6964	0,0014	0,2010
Tempron	0,6163	0,0034	0,5517
Ceramill	0,5419	0,0033	0,6089

Таблиця 2

Усереднені значення після 10 зважувань зразків в експериментах на водопоглинання після 50 год. експозиції у фізіологічному розчині

Назва полімеру	m_0 , г	Δm , г	Δ , %
Acrodent	0,6286	0,0061	0,9704
Protemp	0,6341	0,0025	0,3943
Structur	0,6964	0,0020	0,2872
Tempron	0,6163	0,0047	0,7626
Ceramill	0,5419	0,0042	0,7751

Таблиця 3

Усереднені значення після 10 зважувань зразків в експериментах на водопоглинання після 100 год. експозиції у фізіологічному розчині

Назва полімеру	m_0 , г	Δm , г	Δ , %
Acrodent	0,6286	0,0070	1,1136
Protemp	0,6341	0,0031	0,4889
Structur	0,6964	0,0024	0,3446
Tempron	0,6163	0,0056	0,9086
Ceramill	0,5419	0,0050	0,9227

Визначено, що найкращі міцнісні характеристики продемонстрували полімери «Ceramill» (рис. 3-д) та «Structur» (рис. 3-в). Водночас у матеріалі «Ceramill» деформаційні характеристики майже не змінюються, а міцнісні суттєво спадають зі зростанням часу витримки у фізіологічному розчині. Полімер «Protemp» виявився найчутливішим до водопоглинання, а «Structur» – найменш чутливий до впливу водного середовища.

Як показано на графіках, довготривале перебування зразків у фізіологічному розчині (100 год.) сприяє зростанню межі міцності матеріалу, а одночасно і зменшенню видовження до руйнування, у матеріалах «Acrodent», «Protemp», «Structur», «Tempron» (рис. 2), а в полімера «Ceramill» – зниження межі міцності при його майже однакового видовженні до руйнування (рис. 2-д). Пояснити таке явище можна на основі впливу на водопоглинання полімерних композитів їх мікроструктури. У першому випадку вода діє як пластифікатор, сприяючи подальшій зв'язуючій реакції матеріалу, що співпадає з відомими в літературі результатами, а у другому – навпаки, послаблює зв'язок між матрицею та наповнювачем композиту.

Отже, полімерні стоматологічні матеріали, використані в експериментальних дослідженнях, по-різному реагують на водопоглинання. Унаслідок цього вони мають і різну зміну міцнісних характеристик і тріщиноутворення, яке визначали за сигналами акустичної емісії.

Висновки

1. Найкращі міцнісні характеристики після витримки матеріалу у фізіологічному розчині продемонстрували полімери «Ceramill» і «Structur». Водночас у матеріалі «Ceramill» деформаційні характеристики майже не змінюються, а міцнісні суттєво спадають зі зростанням часу витримки у фізіологічному розчині. Полімер «Protemp» виявився найчутливішим до водопоглинання, а «Structur» – найменш чутливим до впливу водного середовища.
2. Збільшення тривалості перебування полімерних матеріалів у фізіологічному розчині призводить до зростання акустико-емісійної активності під час їх руйнування. Найбільше це виражено в матеріалах «Acrodent», «Protemp», «Ceramill», а найменше – у «Structur». Для зразків з полімеру «Tempron», які перебували у фізіологічному розчині 50 год., АЕ активність більше, ніж після 100 год. витримки. Очевидно, перебування матеріалу в розчині протягом 50 год. сприяє мікротріщиноутворенню. Подальше ж насичення водою сприяє більшій пластифікації даного полімеру, а відтак, і зменшенню АЕ активності. Найменший ступінь водопоглинання мали зразки Structur і Protemp, проміжний ступінь водопоглинання властивий зразкам Tempron і Ceramill, а зразки Acrodent проявили найвищий ступінь сорбції води.

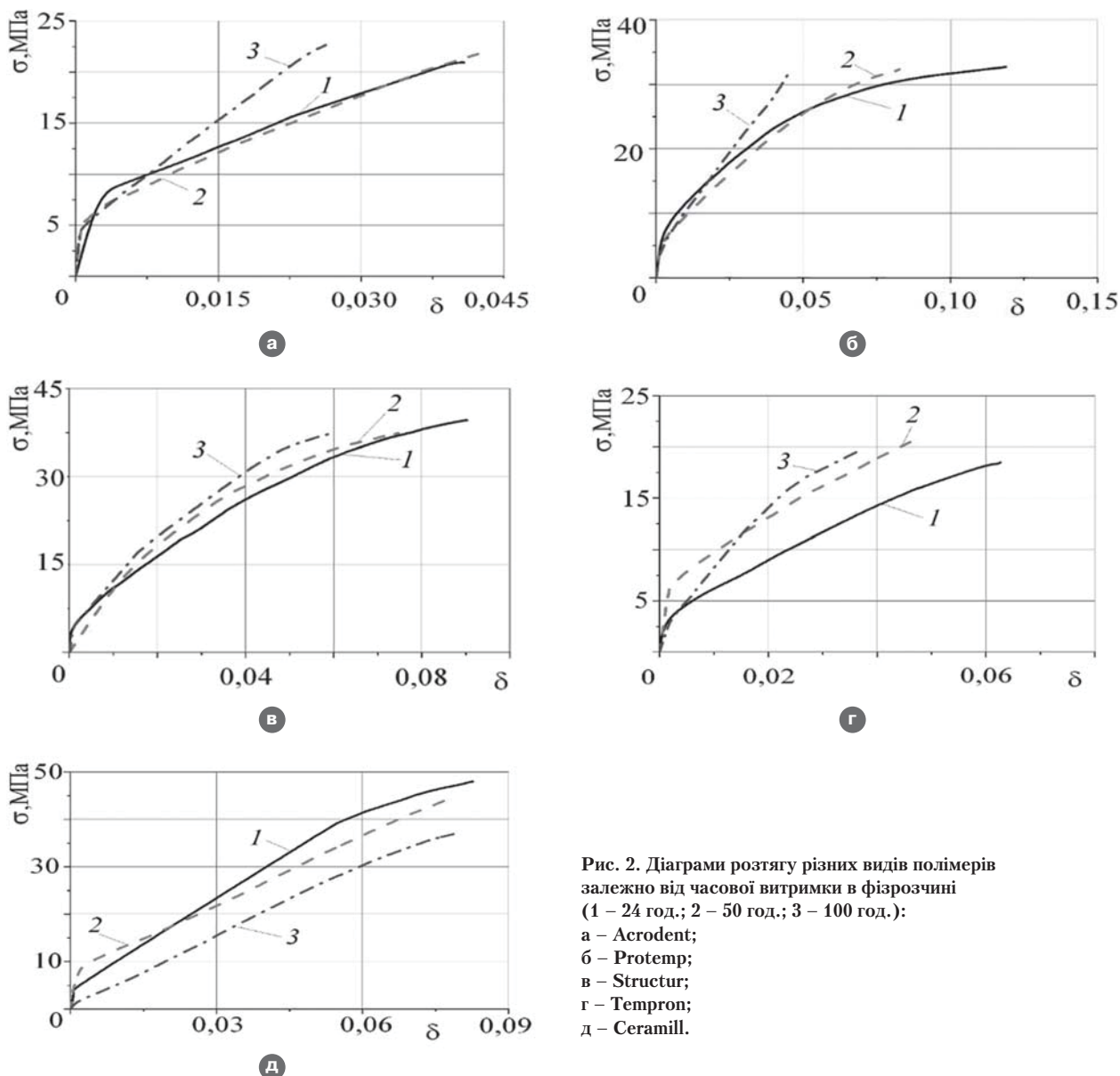


Рис. 2. Діаграми розтягу різних видів полімерів залежно від часової витримки в фізрозчині (1 – 24 год.; 2 – 50 год.; 3 – 100 год.):
 а – Acrodent;
 б – Protemp;
 в – Structur;
 г – Tempron;
 д – Ceramill.

Зазначимо, що умови лабораторних досліджень відрізняються від реальних умов користування протезами в порожнині рота, де на пластичні матеріали впливають циклічні жувальні навантаження, зміна рівня рН, вологості та температури, присутність мікро-

організмів і компонентів харчових продуктів. Однак результати лабораторних досліджень водопоглинання стоматологічних полімерів дозволяють прогнозувати строк функціональної придатності тимчасових протезів.

ПОСИЛАННЯ

1. Jarovaja AV. Kliniko-tehnologicheskie osobennosti i materialy dlja izgotovlenija provizornyh koronok: evoljucija problemy i perspektivy primenenija. Aktual'nye problemy mediciny i biologii. 2004. 157–165 p. [In Russian]
2. Jarovaja AV. Kliniko-tehnologicheskie predposylki sovershenstvovanija lechenija s primeneniem vremennyh ortopedicheskikh konstrukcij. Medicina. 2009. № 3. 56–60 p. [In Russian]
3. AU Yap, DT Tan, BK Goh et al. Effect of food-simulating liquids on the flexural strength of composite and polyacid-modified composite restoratives. Oper. Dent. 2000. 25 (3). 202–8 p. https://www.researchgate.net/publication/12127022_Effect_of_food-simulating_liquids_on_the_flexural_strength_of_composite_and_polyacid-modified_composite
4. M Rosentritt, M Behr, R Lang et al. Flexural properties of prosthetic provisional polymers. Eur. J. Prosthodont. Restor. Dent. 2004. 12(2). 75–9 p. https://www.researchgate.net/publication/8465242_Flexural_properties_of_prosthetic_provisional_polymers
5. MS Hage, JS Lindemuth, AG Jones. Shear bond strength of bis-acryl composite

- provisional material repaired with flowable composite. Dent. 2002. 14 (1). 47–52 p. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11915395> Doi: 10.1111/j.1708-8240.2002.tb00147.x
6. AU Yap, MK Mah, CP Lye et al. Influence of dietary simulating solvents on the hardness of provisional restorative materials. Dent. Mater. 2004. 20 (4). 370–6 p. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15019452> Doi: 10.1016/j.dental.2003.06.001
7. Merten HA, Wiltfang J. Technical improvements with wire ligatures—a clinical comparison between different paste systems. Quintessenz. 1998. 49 (4). 351–7 p
8. Miller MB. Automix composite provisional materials. Reality. 1996. 243–8 p
9. AD Puckett, R Smoth. Method to measure polymerization shrinkage of light-curing composites. J Prosthet Dent. 1992. 68. 56–8 p. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/1403920> Doi:10.1016/0022-3913(92)90285-1
10. Structur 2SC/Structur Premium [Virtual Resource]. Access Mode: URL: http://www.voco.com/ru/products/_products/structur_2_SC/Structur_Premium_Structur_2_R_U_0710.pdf. – Title from Screen (29.03.2014).

Водопоглощение полимеров для временного несъемного протезирования и его влияние на прочностные характеристики

В.Ф. Макеев, В.Р. Скальський, А.С. Кирманов

Цель: определение склонности к водопоглощению стоматологических полимеров для временного протезирования и влияние водопоглощения на их прочностные характеристики.

Материалы и методы. Исследование водопоглощения полимеров для временного несъемного протезирования осуществлено с использованием провизорных материалов «Protemp 4 Garant» (3M ESPE, США), «Acrodent» (АО СТОМА, Украина), «Structur 2SC» (VOCO, Германия), «Tempron 1-1PKG» (GC, Япония), «Ceramill PMMA» (Amann Girrbach, Австрия).

Для лабораторных исследований выбраны пластинчатые образцы без концентраторов напряжений в количестве 10 штук и из каждого полимера изготовлены в специальной пресс-форме по инструкции производителя.

Перед проведением испытаний образцы выдержаны в термостате TC-80-U42 в течение 72 ч. при температуре $37 \pm 1^\circ\text{C}$, после чего перенесены в эксикатор, где содержались в течение 60 мин. и в дальнейшем взвешивались (m_0) с точностью до 0,0001 г на электронных весах RADWAG WAA-160.

Далее образцы выдерживали в физиологическом растворе NaCl (9 г NaCl на 1 л воды) в термостате при температуре $37 \pm 1^\circ\text{C}$ в течение 24, 50 и 100 часов, после чего образцы вынимали, высушивали ворсистой фильтровальной бумагой и повторно взвешивали на этих же весах.

Результаты определения степени водопоглощения материалов обработаны с помощью метода математическо-статистического анализа при $P = 90\%$ в программе STATISTICA v.6.0.

Для определения влияния сорбции воды полимерными стоматологическими материалами на их прочностные характеристики осуществлен эксперимент на растяжение образцов указанной геометрии с их выдержкой в физиологическом растворе 24, 50 и 100 ч. Эксперименты на прочность проводили на установке СВР-5.

Лучшие прочностные характеристики после выдержки материала в физиологическом растворе продемонстрировали полимеры «Ceramill» и «Structur». В то же время в материале «Ceramill» деформационные характеристики почти не меняются, а прочностные существенно спадают с ростом выдержки в физиологическом растворе. Полимер «Protemp» оказался чувствительным к водопоглощению, а «Structur» меньше подвержен воздействию водной среды.

Увеличение продолжительности пребывания полимерных материалов в физиологическом растворе приводит к росту акустико-эмиссионной активности во время их разрушения. Больше всего это выражено в материалах «Acrodent», «Protemp», «Ceramill», а меньше – в «Structur».

Ключевые слова: стоматологические полимеры для временного протезирования, водопоглощение.

Water absorption of polymers for temporary prosthetics and their effect on strength characteristics

V. Makeev, V. Skalsky, O. Kirmanov

Objective. To determine and compare the propensity for water absorption of dental polymers for temporary prosthetics, and the effect of water absorption on their strength characteristics.

Materials and methods. The study of water absorption of polymers for temporary non-permanent prosthetics was performed using Protemp 4 Garant (3M ESPE), Acrodent (StOMA), Structur 2SC (VOCO), Tempron 1-1PKG (GC), Ceramill PMMA (AmannGirrbach) translucent materials.

For laboratory testing, the plate samples without stress concentrators in the amount of 10 pieces of each polymer were made in a special mold according to the manufacturer's instructions.

Before testing, the samples were kept in a TC-80-U42 thermostat for 72 hours. at a temperature of $37 \pm 1^\circ\text{C}$, then transferred to a desiccator, where it was held for 60 minutes. and subsequently weighed (m_0) to the nearest 0.0001 g on a RADWAG WAA-160 electronic weight.

The samples were then maintained in NaCl saline (9 g NaCl per 1 liter of water) in a thermostat at $37 \pm 1^\circ\text{C}$ for 24, 50 and 100 hours, after which the samples were removed, dried with filter paper, and weighed again on the same weight.

The results of determining the degree of water absorption of materials were processed using the method of mathematical and statistical analysis at $P = 90\%$ in the program STATISTICA v.6.0.

To determine the effect of water sorption by polymeric dental materials on their strength characteristics, an experiment was performed on the tensile specimens of the specified geometry, by holding them in saline solution for 24, 50 and 100 h. Strength experiments were performed on the SVR-5.

Ceramill and Structur polymers demonstrated the best strength characteristics after aging in saline. At the same time, in the Ceramill material, the deformation characteristics are almost unchanged, and the strength significantly decreases with the increase of the holding time in saline solution. Prottemp polymer was most sensitive to water absorption, and Structur was least sensitive to the effects of the aquatic environment.

Increasing the length of residence of polymeric materials in saline leads to an increase in acoustic emission activity during their destruction. This is most pronounced in Acrodent, Prottemp, Ceramill, and least in Structur.

Key words: dental polymers for temporary prosthetics, water absorption.

Макеєв Валентин Федорович – д-р мед. наук,
професор кафедри ортопедичної стоматології Львівського національного медичного університету імені Данила Галицького.

Адреса: 79010, м. Львів, вул. Пекарська 69-а, Україна.

Тел.: +380677160167. **E-mail:** kirmanov85@gmail.com.

Скальський Валентин Романович – член-кореспондент НАН України, д-р тех. наук,
професор Фізико-механічного інституту ім. Г.В. Карпенка.

Адреса: 79060, м. Львів, вул. Наукова 5, Україна.

Тел.: +380679055279. **E-mail:** skal@ipm.lviv.ua.

Кирманов Олександр Сергійович – канд. мед. наук,
асистент кафедри ортопедичної стоматології Львівського національного медичного університету імені Данила Галицького.

Адреса: 79010, м. Львів, вул. Пекарська 69-а, Україна.

Тел. +380678888708. **E-mail:** kirmanov85@gmail.com.