

УДК 616.314-089.844; 539.3:620.179.17

ОЦІНЮВАННЯ СТІЙКОСТІ ДО РУЙНУВАННЯ МАТЕРІАЛІВ БАЗИСІВ ЗНІМНИХ ПРОТЕЗІВ

В. Р. СКАЛЬСЬКИЙ¹, В. Ф. МАКСЄВ², О. М. СТАНКЕВИЧ^{1,3},
Я. Р. ГУНЬОВСЬКИЙ², Р. П. ГУНЬОВСЬКА², О. С. КИРМАНОВ²

¹ Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів;

² Львівський національний медичний університет ім. Данила Галицького;

³ Національний університет "Львівська політехніка"

Оцінено міцність на розрив різних типів матеріалів базисів знімних протезів з використанням акустичної емісії (АЕ). Вивчено особливості руйнування полімерів за дії навантаження розтягу. На основі енергетичного критерію ідентифікування типів руйнування за сигналами АЕ встановлено частку крихкого руйнування в кожному матеріалі. Показано вплив різних матеріалів для фінішної обробки на якість поверхні базисних полімерів. За аналізом результатів досліджень зроблено рекомендації щодо використання нових еластичних полімерів стоматологічного призначення.

Ключові слова: знімний протез, базисний полімер, міцність, акустична емісія, вейвлет-перетворення, обробка поверхні.

The tensile strength of different types of removable denture base materials was evaluated using the phenomenon of acoustic emission (AE). The peculiarities of materials fracture under the action of tensile loading have been studied. Based on the energy criterion for identification of fracture types by the AE signals, the proportion of brittle fracture in each material is estimated. The influence of different materials for finishing on the surface quality of base polymers is shown. According to the analysis of research results, recommendations for the use of new elastic polymers in dental practice are given.

Keywords: removable denture, denture base resins, strength, acoustic emission, wavelet transform, surface treatment

Вступ. Однією з актуальних задач ортопедичної стоматології є оптимальне відновлення втрачених функцій зубощелепної системи, зокрема знімними протезами. На якість виконання та тривалість їх експлуатування суттєво впливає як вибір відповідних матеріалів для виготовлення, так і для обробки поверхні. Інтенсивність наукових досліджень у галузі нових базисних полімерів розширює спектр можливостей протезування пацієнтів [1]. Найпоширенішими для виготовлення базисів знімних протезів упродовж багатьох років є акрилові пластмаси (polymethyl methacrylate (PMMA)). Проте актуальним є питання міцності цього матеріалу під час клінічного використання, оскільки відомо, що більше 60% протезів із акрилових пластмас руйнуються протягом декількох років після виготовлення [2].

Альтернативою акриловим протезам є розроблені технології виготовлення знімних конструкцій з термопластичних матеріалів (polyamide (PA)), які набувають необхідної форми в розігрітому стані [3]. Їх перевагою є достатньо висока міцність, біосумісність, пластичність, що забезпечує сприятливіший розподіл жувального тиску, зменшує терміни адаптації до протеза. Отже, розуміння стійкості до руйнування матеріалів базисів знімних протезів допоможе встановити критерії їх придатності для протезування.

Стан проблеми. У порівняльних лабораторних дослідженнях різних базисних матеріалів основну увагу звертають на механічні властивості полімерів та їх зміну під дією різних чинників [4], однак не торкаються проблем зародження та поширення тріщин в об'ємі базису протеза, що також залежить від якості обробки його поверхні. Тому розроблення методики визначення моменту зародження тріщин у базисних матеріалах має важливе значення для подовження експлуатаційних властивостей знімних протезів.

Широкого застосування у дослідженнях стійкості до руйнування різних класів відновних стоматологічних матеріалів та типів реставрації із них набув метод акустичної емісії (АЕ) [5–8], який має високу чутливість до зародження і розвитку руйнування [9]. Однак результатів вивчення особливостей руйнування полімерів для базисів знімних протезів за допомогою методу АЕ не знайшли.

Мета досліджень – порівняти механічні параметри та особливості руйнування різного виду матеріалів базисів знімних протезів під дією квазістатичного навантаження за допомогою методу АЕ, а також оцінити вплив на якість поверхні базисних полімерів відповідних фінішних паст.

Матеріали та методика досліджень. Використали два типи базисних матеріалів: акрилові полімери (PMMA) Фторакс (Ftoraks) (АО СТОМА, Україна), Villacryl[®] H Plus (Zhermack, Italy) та поліамід (PA) Vertex[®] ThermoSens (Vertex-Dental B.V., Netherlands). Згідно з ISO 20795-1:2013, перші належать до типу 1 (матеріал гарячої полімеризації), класу 1 (порошок–рідина), а другий – до типу 3 (термопластична заготовка або гранули) [10].

Зразки базисних матеріалів виготовляли відповідно до інструкцій виробників. Після полімеризації їх шліфували спочатку фрезою зі спеченого алмазу, згідно з вибраним оптимальним швидкісним режимом, потім абразивним каменем та гумками до утворення легкого глянцеу. Виготовляли по 20 зразків кожного полімеру. В експериментах на квазістатичний розтяг використовували плоскі зразки у формі гантелі (рис. 1а).

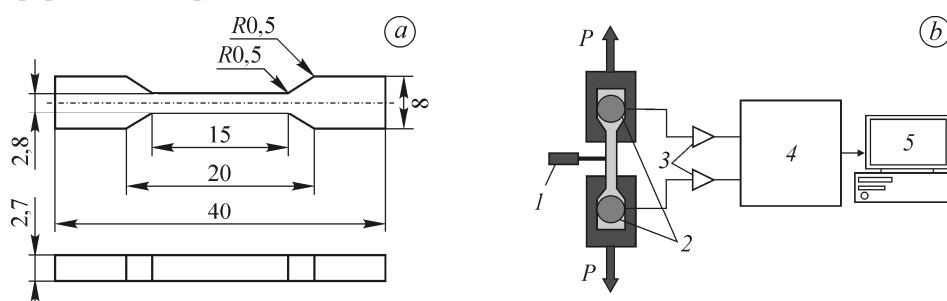


Рис. 1. Зразки для випробувань на міцність розривом (а) та схема експерименту (б):
1 – тензометр; 2 – первинні перетворювачі АЕ; 3 – попередні підсилювачі;
4 – АЕ-система; 5 – комп'ютер.

Fig. 1. Geometry of the specimens for rupture strength testing (a)
and a schematic of experiment (b): 1 – extensometer; 2 – AE sensors;
3 – pre-amplifiers; 4 – AE SKOP8 system; 5 – computer.

Зразки навантажували на установці SVR-5 зі швидкістю 0,12 mm/min та одночасно записували АЕ-інформацію за допомогою вимірювальної системи SKOP-8 [11]. Режими відбору АЕ-інформації: тривалість вибірки – 0,5 ms; період дискретизації аналогового сигналу – 0,25 μ s; частота зрізу фільтра низьких частот – 1000 kHz, високих – 100 kHz; поріг дискримінації – у межах 30%. Коефіцієнт підсилення АЕ-тракту при цьому становив 70 dB (40 dB – попередній підсилювач),

смуга частот вимірювального АЕ-тракту 0,2...0,6 МГц. Структурну схему експерименту на розтяг подано на рис. 1*b*.

У режимі постопрацювання будували діаграми розтягу полімерів у координатах “напруження σ –відносне видовження ϵ ” та розподіл амплітуд зареєстрованих сигналів АЕ, визначали границю міцності σ_B , напруження початку руйнування σ_{if} (за появою сигналів АЕ), напруження під час розриву σ_{ff} та відносне видовження зразка ϵ_{ff} у момент його розриву.

Дослідження шорсткості поверхні полімерів. Для порівняння вибрали полірувальні пасти Vertex™ ThermoGloss (Vertex Dental, Нідерланди) та Blue Shine (Yamahachi, Японія). Виготовляли по 5 зразків кожного полімеру розміром 10×10 mm. Профілометром Dektak ПА (Sloan) вимірювали профіль поверхні зразків трьох видів: без фінішної обробки та після полірування різними пастами. Далі, згідно з ГОСТ 2789 [12], обчислювали середнє арифметичне відхилення Ra профілю в межах базової довжини. Електронно-мікроскопічні дослідження поверхні матеріалів виконували за допомогою сканівного електронного мікроскопа ZEISS EVO 40XVP, попередньо напиливши на зразки тонкий шар золота.

Результати та їх обговорення. Багаторічний клінічний досвід показує, що якість ортопедичного лікування за повної чи часткової відсутності зубів суттєво залежить від матеріалу, з якого виготовлений базис протеза. Хоча лабораторні показники механічних властивостей стоматологічних полімерів за статичного навантаження можуть не відображати умови середовища їх експлуатації (ротової порожнини), однак вони корисні для порівняння матеріалів у контрольних ситуаціях і для попередньої оцінки клінічних показників.

Стійкість до руйнування базисних матеріалів. На рис. 2 зображено типові діаграми розтягу базисних полімерів та розподіл амплітуд зареєстрованих сигналів АЕ.

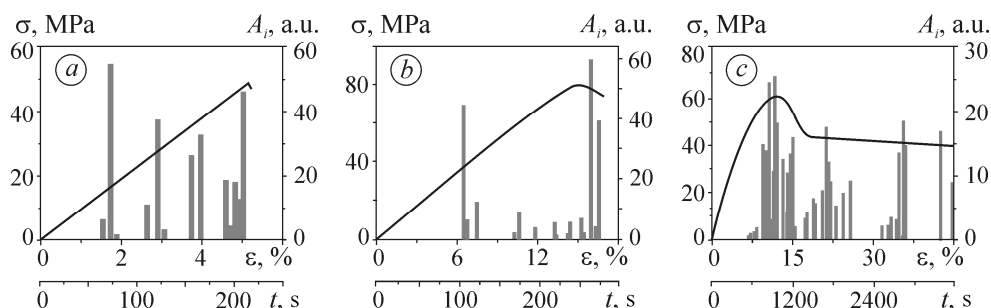


Рис. 2. Типові діаграми розтягу та розподіли амплітуд сигналів АЕ для зразків із базисних полімерів: *a* – Ftoraks; *b* – Villacryl; *c* – Vertex ThermoSens.

Fig. 2. Typical stress-strain diagrams and distributions of the AE signals amplitudes for denture base resin specimen: *a* – Ftoraks; *b* – Villacryl; *c* – Vertex ThermoSens.

Прямолінійна залежність навантаження від видовження для матеріалів Ftoraks та Villacryl (рис. 2*a, b*) свідчить про їх руйнування у межах пружності. Відсутність залишкової пластичної деформації в акрилових полімерів створює умови для кращої фіксації та стабілізації зубного протеза, однак їхня крихкість прямо пропорційно впливає на збільшення кількості поломок знімних протезів через пришвидшення мікротріщиноутворення у крихкому матеріалі. Водночас поліамід Vertex ThermoSens характеризується значною пластичністю під час розтягу (рис. 2*c*), тому протез із цього полімеру добре протидіє руйнуванню. У табл. 1 подано параметри міцності та деформації полімерів під час квазістатичного розтягу.

Таблиця 1. Середні значення механічних характеристик матеріалів базисів протезів за розтягу

Матеріал	σ_{if}	σ_{ff}	ϵ_{ff} , %	σ_B , МПа
	МПа			
Ftoraks	28	71,33	4,17	71,33
Villacryl	34	73,33	15	78
Vertex ThermoSens	42,66	43,33	42,33	73,33

За результатами табл. 1 акриловий полімер Villacryl має найбільші границю міцності σ_B та напруження під час розриву σ_{ff} , які майже на 40% перевищують відповідний показник поліаміду Vertex ThermoSens. Отримані результати узгоджуються з відомими раніше [13]. Водночас відносне видовження ϵ_{ff} зразків поліаміду перед їх розривом суттєво перевищує аналогічний параметр для акрилових полімерів. Хоча границя міцності поліаміду виявилася не найбільшою, для її досягнення потрібно у 4–4,5 рази більше часу навантаження зразків (рис. 2), ніж для акрилових полімерів. Характер зміни кривої руйнування зразків із різних матеріалів відрізняється суттєво. Для акрилових полімерів (рис. 2a, b) напруження після досягнення границі міцності дещо знижуються, внаслідок поширення макротріщини через переріз зразка, після чого зразок розділяється на дві частини. Водночас у термопласті (рис. 2c) напруження після досягнення границі міцності спочатку інтенсивно зменшуються, що свідчить про активний розвиток руйнування в матеріалі, а потім їх зниження сповільнюється аж до розриву зразка. Цей процес супроводжується активною АЕ.

Поява сигналів АЕ під час розтягу зразків свідчить про зародження в матеріалі руйнування, що характеризується розвитком пластичних деформацій та виникненням мікротріщин у ньому. Під час розтягу зразків Vertex ThermoSens спостерігали найбільші напруження σ_{if} початку генерування АЕ (табл. 1), що характеризує його більшу стійкість до руйнування під дією навантаження розтягу. Зазначимо, що генерування сигналів АЕ у зразках із акрилового полімеру розпочинається за навантаження 257 ± 25 N, а поліаміду – 322 ± 17 N. Відомо [14], що жувальне навантаження зазвичай знаходиться у межах від 50 до 100 N, але воно залежить від низки чинників і може змінюватись. Наприклад, максимальне навантаження під час кусання може становити від 200 до 2000 N [15], а максимальне жувальне навантаження у деяких людей може досягати від 500 до 700 N. Отримані у цьому дослідженні параметри початку руйнування в полімерах входять у зазначені діапазони, а тому мають важливу практичну цінність під час вибору відповідного матеріалу для часткового протезування.

За результатами досліджень для забезпечення максимально можливої фіксації повного знімного протеза на протезному ложі пацієнта в стадії спокою переваги має акриловий полімер із більшою пружністю. Однак для досягнення максимальних значень стабілізації протеза під час його функціонального використання цей параметр не є вирішальним, оскільки не дає змоги повному знімному протезу пристосуватися до змінних різновекторних навантажень. Під час жування вони можуть викликати не лише зміщення протеза з протезного ложа, а й призвести до його руйнування. Таке припущення ґрунтується на значенні відносного видовження, яке для акрилового полімеру набагато менше, ніж для поліаміду. Завдяки значній деформаційній здатності поліаміду протез із нього амортизує жувальне навантаження, що сприяє зменшенню резорбції та атрофії альвеолярного відростка, зменшенню термінів адаптації до знімних протезів.

Аналіз крихкості руйнування стоматологічних полімерів. Для вивчення динаміки руйнування матеріалів ефективно застосовувати аналіз локальних максимумів неперервного вейвлет-перетворення сигналів АЕ, які характеризують кожний елементарний акт руйнування [9, 16].

Згідно з методикою у праці [16], для локальних імпульсів сигналів АЕ визначали енергетичний параметр E_{WT} за формулою

$$E_{WT} = \int_{t_1}^{t_2} |WT_a(t)|^2 dt,$$

де $WT_a(t) = A + B \cdot e^{-0,5(t-C)/D}$ – функція апроксимації локального імпульсу; A, B, C, D – коефіцієнти апроксимації; t – час.

За значеннями параметра E_{WT} ідентифікували тип руйнування матеріалу: $E_{WT} < 0,01$ – пластична деформація; $0,01 \leq E_{WT} < 0,1$ – мікротріщиноутворення; $E_{WT} \geq 0,1$ – ріст макротріщини. Результати обчислень усереднювали для всіх зразків кожного виду матеріалу. Впродовж усього навантаження зразків реєстрували сигнали АЕ з різними показниками E_{WT} . Згідно з критерієм ідентифікування типів руйнування, після пластичної деформації у матеріалі утворювались мікротріщини, які під дією подальшого навантаження поступово зливались у макротріщину, і ці процеси постійно чергувались.

У табл. 2 подано діапазони числових значень енергетичного параметра E_{WT} для різних типів руйнування у базисних полімерах.

Таблиця 2. Діапазони значень енергетичного параметра E_{WT} та частка rE_{WT} типів руйнування під час розтягу базисних полімерів

Матеріал	Тип руйнування					
	Пластична деформація		Мікротріщиноутворення		Макротріщиноутворення	
	E_{WT}	$rE_{WT}, \%$	E_{WT}	$rE_{WT}, \%$	E_{WT}	$rE_{WT}, \%$
Ftoraks	$0,0028 \leq E_{WT} \leq 0,008$	15	$0,01 \leq E_{WT} \leq 0,056$	70	$0,1 \leq E_{WT} \leq 0,4$	15
Villacryl	$0,003 \leq E_{WT} \leq 0,007$	9	$0,01 \leq E_{WT} \leq 0,046$	54	$0,1 \leq E_{WT} \leq 0,15$	37
Vertex ThermoSens	$0,002 \leq E_{WT} \leq 0,009$	14	$0,012 \leq E_{WT} \leq 0,07$	47	$0,1 \leq E_{WT} \leq 0,35$	39

Для Ftoraks значення параметра E_{WT} для всіх типів руйнування більші, ніж для Villacryl, що свідчить про його більшу крихкість. Цей висновок підтверджує відмінність у характері діаграм розтягу цих матеріалів на рис. 2. Сигнали АЕ, які супроводжують мікротріщиноутворення під час руйнування Vertex ThermoSens, мають більші значення енергетичного показника, ніж для інших полімерів. Відомо [17], що амплітуда сигналу АЕ, а отже і його енергія, прямопропорційні площі новоутвореного дефекту. Отже, під час розтягу поліаміду відбувалось руйнування з утворенням нових поверхонь більшого розміру, ніж в акрилових полімерах. Водночас за середньою часткою типів руйнування у всіх досліджуваних матеріалах переважає мікротріщиноутворення.

Для підтвердження зроблених висновків вивчали фрактограми зламів зразків різних матеріалів. Злам зразка полімеру Villacryl (рис. 3а) має велику кількість

квазівідкольних фасеток та мікротріщин, що підтверджує переважання під час його розтягу крихких механізмів мікро- та макротріщиноутворення. На зламі зразка з полімеру Vertex ThermoSens (рис. 3b) добре видно гладкі сколи значно більшої площі, ніж на зламі Villacryl, що підтверджує правильність зроблених висновків на основі аналізу енергетичних параметрів сигналів АЕ.

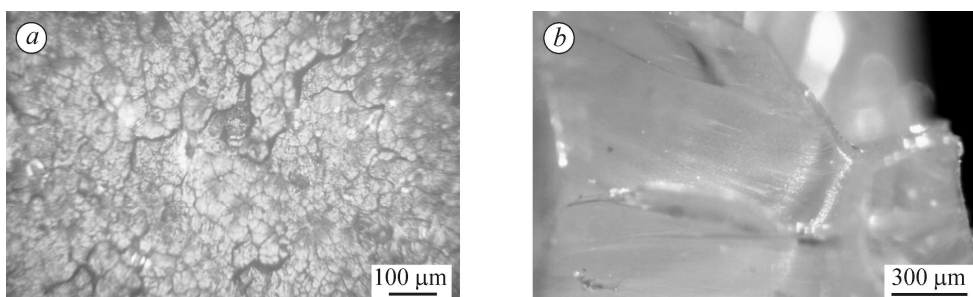


Рис. 3. Фрактограми зламів зразків Villacryl (a) та Vertex ThermoSens (b) після експериментів на розтяг.

Fig. 3. Fracture diagrams of Villacryl (a) and Vertex ThermoSens (b) specimens after tensile experiments.

Оцінювання стану поверхні зразків базисних полімерів. Якісна фінішна обробка поверхні базисів знімних протезів сприяє здоровому функціонуванню прилеглих тканин порожнини рота, бактеріальній колонізаційній резистентності, естетиці та врешті-решт оптимальній довговічності штучної конструкції [18].

Подано (табл. 3) результати обчислень шорсткості поверхні досліджених матеріалів без обробки та після полірування різними пастами. Бачимо, що незалежно від вибраної пасти, внаслідок полірування шорсткість поверхні всіх полімерів зменшується, а найменше її значення забезпечує обробка фінішною пастою Thermogloss.

Таблиця 3. Шорсткість поверхні зразків базисних полімерів

Обробка поверхні	Ra, μm		
	Ftoraks	Villacryl	Vertex ThermoSens
Без обробки	1,79	1,77	2,02
Пастою Blue Shine	0,66	0,57	1,21
Пастою Thermogloss	0,39	0,49	0,88

Для оцінювання якості фінішної обробки полімерних зразків на макрорівні досліджували морфологію їх поверхні. Встановлено, що у всіх полімерів морфологія поверхні без фінішної обробки досить розвинена, має неоднорідну структуру, наявні гребені, ямки, тріщини різної глибини (рис. 4a–c).

Після полірування рельєф поверхні зразків згладжений та має однорідну структуру, однак з'являються численні борозни різної глибини та поодинокі мікропори різного розміру (рис. 4d–f). Найменшу кількість дефектів виявлено на поверхні полімерів акрилової природи (Ftoraks, Villacryl), а найбільшу – в термопластичному полімері (Vertex ThermoSens).

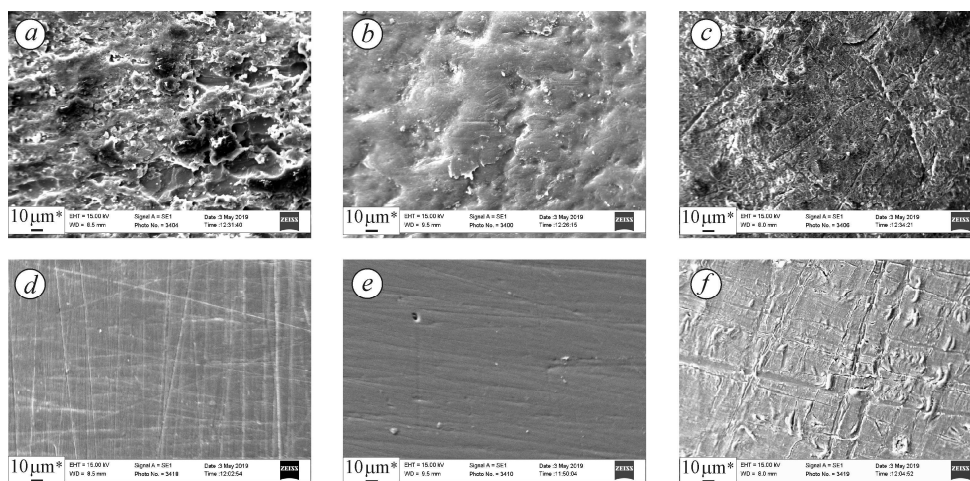


Рис. 4. Видгляд поверхні зразків базисних полімерів до (a–c) та після (d–f) обробки пастою Thermogloss (×1000): a, d – Ftoraks, b, e – Villacryl, c, f – Vertex ThermoSens.

Fig. 4. Surface view of samples of denture base resins before (a–c) and after (d–f) treatment with Thermogloss (×1000): a, d – Ftoraks, b, e – Villacryl, c, f – Vertex ThermoSens.

ВИСНОВКИ

Найбільшу границю міцності має полімер Villacryl, а термопласт Vertex ThermoSens через високу пластичність більше деформується та довше витримує навантаження до повного руйнування. Генерування сигналів АЕ, яке супроводжує дефектоутворення в матеріалі, у поліаміді розпочинається за вищих напружень, ніж в акрилових полімерах. Домінуючим механізмом розвитку руйнування в базисних полімерах є утворення мікротріщин різного розміру з їх подальшим злиттям у макротріщини. Водночас у термопласті утворюються нові дефекти більшої площі, ніж в акрилових полімерах. Обробка фінішними пастами зменшує шорсткість поверхні полімерів: для Ftoraks в 4–4,5 рази, для Villacryl – майже в 4 рази, для Vertex ThermoSens – у 2–2,5 рази. Найменшої шорсткості досягають обробленням пастою Thermogloss. За результатами досліджень базисний полімер Vertex ThermoSens можна рекомендувати для ширшого залучення в повсякденну клінічну практику виготовлення знімних ортопедичних конструкцій. Водночас надзвичайно актуальним є розроблення ефективного алгоритму фінішної обробки термопластичних полімерів.

1. *Prosthetic dental materials: From conventional to unconventional* / F. Saeed, N. Muhammad, A.S. Khan, F. Sharif, A. Rahim, P. Ahmad, and M. Irfan // *Mat. Sci. & Eng. C.* – 2020. – **106**. – P. 110–167.
2. *Alhareb A. O., Akil H. Md., and Ahmad Z. A.* PMMA denture base composites reinforced by nitrile rubber and ceramic fillers // *Polym. Polym. Comp.* – 2016. – **24**, № 1. – P. 71–80.
3. *Thermoplast materials in the dental practice: a review* / B. Chuchulska, S. Yankov, I. Hristov, and S. Aleksandrov // *Int. J. Sci. Res.* – 2017. – **6**, № 12. – P. 1074–1076.
4. *El-Khodary N. M., El-Shabrawy S. M., and NEI-Naihoum W. A.* Laboratory evaluation of newly formulated thermoplastic resin complete denture base materials // *Int. J. Sci. Res.* – 2016. – **5**, № 3. – P. 1815–1821.
5. *Acoustic emission analysis of fiber-reinforced composite in flexural testing* / P. Alander, L. V. J. Lassila, A. Tezvergil, and P. K. Vallittu // *Dent. Mat.* – 2004. – **20**. – P. 305–312.
6. *Strength evaluation of stomatologic polymers by wavelet transform of acoustic emission signals* / V. R. Skal's'kii, V. F. Makeev, O. M. Stankevich, O. S. Kyrmanov, S. I. Vynnyts'ka, and V. K. Opanasovich // *Strength. Mat.* – 2015. – **47**, № 4. – P. 566–572.

7. *Acoustic* properties of interfacial debonding and their relationship with shrinkage stress in Class-I restorations / B. Yang, J. Guo, Q. Huang, Y. Heo, A. Foks, and Y. Wang // *Dent. Mat.* – 2016. – **32**. – P. 742–748.
8. *Adhesion* study in metal-ceramic systems of dental restoration by acoustic emission / V. I. Ortega, M. I. L. Pumarega, N. Nieva, M. P. Gomez, A. Kaplan, and L. Docimo // *Proc. Mat. Sci.* – 2015. – **9**. – P. 477–483.
9. Nazarchuk Z. T., Skal's'kyi V. R., and Stankevych O. M. A method for the identification of the types of macrofracture of structural materials by the parameters of the wavelet transform of acoustic-emission signals // *Materials Science.* – 2014. – **49**, № 6. – P. 841–848.
10. *ISO 20795-1:2013*. Dentistry. Base polymers. Part 1: Denture base polymers.
11. *Acoustic-emission* system for non-destructive testing SKOP-8M. [Електронний ресурс]. – Режим доступу: URL: https://ipm.lviv.ua/our_developments/our_developments_details_id=6.php.
12. *ГОСТ 2789-73*. Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики. – М.: Стандартинформ, 2006.
13. *Tensile* testing for different types of polymers / J. Milisavljević, E. Petrović, I. Ćirić, M. Mančić, D. Marković, and M. Đorđević // *DAS-29, 29th Danubia-Adria Symp.* – Belgrade, 2012. – P. 266–269.
14. *Dubner R., Sessle B., and Storey A.* Neural Basis of Oral and Facial Function. – New York: Plenum Press, 1978. – 483 p.
15. *Koc D., Dogan A., and Bek B.* Bite force and influential factors on bite force measurements: a literature review // *Eur. J. Dent.* – 2010. – **4**, № 2. – P. 223–232.
16. *Stankevych O., and Skalsky V.* Investigation and identification of fracture types of structural materials by means of acoustic emission analysis // *Eng. Fract. Mech.* – 2016. – **164**. – P. 24–34.
17. *Stankevych O., and Skalsky V.* The vibration of a half-space due to a buried mode I crack opening // *Wave Motion.* – 2017. – **72**. – P. 142–153.
18. *Ryzhova I. P., Prisyi A. A., and Salivonchik M. S.* Results of the study of medical properties of modern dental polymers // *Eur. J. Med.* – 2013. – **2**, № 2. – P. 95–100.

Одержано 04.12.2021