

## ЛЕКЦИИ

© ШАСТИН В.И., ВЯЗЬМИН А.Я., МОКРЕНКО Е.В. - 2016  
УДК 616.31(571.53)

### МИКРОУРОВНЕВЫЙ АНАЛИЗ ПОВЕРХНОСТЕЙ СТОМАТОЛОГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ. МЕТОДОЛОГИЯ

Владимир Иванович Шастин<sup>1</sup>, Аркадий Яковлевич Вязьмин<sup>2</sup>, Евгений Владимирович Мокренко<sup>2</sup>

(<sup>1</sup>Иркутский государственный университет путей сообщения, ректор – д.т.н., проф. А.П. Хоменко, научно-образовательный центр современных технологий, системного анализа и моделирования, зав. – д.т.н., проф. С.В. Елисеев; <sup>2</sup>Иркутский государственный медицинский университет, ректор – д.м.н., проф. И.В. Малов, кафедра ортопедической стоматологии, зав. – д.м.н., проф. А.Я. Вязьмин)

**Резюме.** Статья посвящена актуальным вопросам экспериментального исследования стоматологических материалов для зубных протезов и реставраций. Авторы предлагают методики комплексной оценки параметров, оказывающих влияние на эрозионную стойкость и износостойкость, адгезионную и когезионную прочность, микротвердость, а также несущую способность композиционного стоматологического материала. Методики предусматривают дифференциальный микроанализ физико-механических свойств поверхностного слоя. В основу методик исследования положены процессы, происходящие в жидких средах при возбуждении в них ультразвуковых колебаний высокой интенсивности. В работе приведено описание экспериментального оборудования, методик проведения и анализа исследуемых параметров.

**Ключевые слова:** стоматологические материалы, поверхностный слой, микроанализ, износостойкость, лазерное излучение, эрозионная стойкость.

### THE METHODOLOGY OF MICRO-LEVEL ANALYSIS OF THE SURFACES OF DENTAL MATERIALS

V.I. Shastin<sup>1</sup>, A.Y. Vyazmin<sup>2</sup>, E.V. Mokrenko<sup>2</sup>

(<sup>1</sup>Irkutsk State University of Transport and Communications; <sup>2</sup>Irkutsk State Medical University, Russia)

**Summary.** The article is devoted to the topical problems of research of materials for dentures and restorations. Methodology is proposed for complex estimation of the parameters affecting a number of indicators, such as erosional and wear resistance, adhesive and cohesive strength, microhardness, and the carrying capacity of a dental material. The methodology provides a differential microanalysis of physical and mechanical properties of the outward layer. The base of the methods of investigation is the process occurring in liquid environments upon excitation of ultrasonic vibrations of high intensity. The paper has a brief description of the experimental equipment, the methods of conducting and analysis of the investigated parameters.

**Key words:** dental material, the outward layer, microanalysis, durability, laser radiation, erosion resistance.

Стоматология в наши дни развивается в стремительном темпе, постоянно появляются новые композиционные материалы, и совершенствуются методы их исследования. Поэтому для правильного выбора стоматологического материала необходимо иметь полную характеристику его основных химических, биологических и физико-механических свойств. В практике всё большее распространение получают комплексные, многофакторные научно-обоснованные методики экспериментальных исследований.

Материалы, используемые в стоматологии для замещения твердых тканей зуба, должны быть устойчивыми ко всем факторам и условиям, воздействующим на них в ротовой полости, иначе они не смогут должным образом выполнять возложенные на них функции. Задача исследования состоит в том, чтобы создать такую экспериментальную модель полости рта, использование которой реально воспроизводит воздействие этих факторов и нагрузок. Кроме этого, модель должна быть легко управляемой, модифицируемой и обеспечивать возможность контроля исследуемых показателей. В результате этого можно оценить такие важные характеристики материала, как эрозионная, коррозионная и износостойкость, адгезионная и когезионная прочность, микротвердость и др., причем, как отдельных компонентов, составляющих комбинированные конструкции, так и объекта в целом.

В многочисленных экспериментах по определению долговечности стоматологических материалов [5,6,7], уделялось мало внимания таким параметрам как эрозионная стойкость, когезионная прочность и несущая способность, что обуславливает необходимость более тщательного исследования этих показателей. Кроме этого, современные методики и оборудование должны отвечать условиям мобильности, универсальности, позволять реализовывать ускоренный режим испытания, с учетом соблюдения основных параметров

моделирования. Этим требованиям в достаточной степени отвечает концепция дифференциального микроуровневого анализа, используемая при исследовании металлов и сплавов [3].

На практике невозможно достичь оптимальных свойств поверхностного слоя материала без использования эффективных средств контроля и испытания. Данный этап является, пожалуй, основополагающим, обеспечивающим надёжность и долговечность объекта. Для контроля параметров поверхности существует большое разнообразие методов и средств. Однако, большинство из них являются пассивными, констатирующими отдельные показатели физико-механических свойств, например контактную жёсткость, прочность и различные виды износостойкости по отдельности. Их большое разнообразие приводит часто к рассеиванию результатов исследования. Естественно, это говорит о необходимости создания унифицированных многофакторных методик испытания, учитывая при этом, что зубные протезы и реставрации, как правило, находятся в непосредственном контакте, образуя композицию. При этом важным параметром такой композиции является адгезионная составляющая, которая также должна быть объектом исследования. При таком подходе, становится возможным получить наиболее полную информацию о механизме изнашивания каждого монослоя по отдельности и в совокупном их рассмотрении.

Для проведения исследования стоматологических материалов нами разработаны экспериментальные методики и подана заявка на изобретение «Способ определения износостойкости стоматологических восстановительных материалов» от 31.08.2016 г.

#### 1. Методика анализа эрозионной стойкости объектов

В основу рассматриваемых методик положены процессы, происходящие в жидких средах при возбуждении в них ультра-

травуковых колебаний высокой интенсивности. Известно, что большая часть процессов в жидкостях сопровождается явлениями ультразвуковой кавитации и акустическими течениями. Несмотря на недостаточную изученность кавитационных процессов [3], их использование позволило получить целый ряд объективных данных, характеризующих свойства изучаемых поверхностей. Это стало возможным при микроуровневом подходе исследования с использованием в качестве изучаемого объекта микрошлифа композиционного материала. Данная методика применима также для изучения свойств различных покрытий зубных протезов и вариантов модифицирования стоматологических материалов. Кроме этого, способ позволяет оценить прочностные характеристики различных структурных составляющих, межфазных границ, элементов композиций и т.д., которые традиционными способами определить не представляется возможным. Одновременное, равномерное и дозированное гидродинамическое воздействие на исследуемую многослойную структуру поверхности позволяет дифференцированно, на основе сравнительного анализа, получить объективную оценку этих параметров, сопоставляя показатели эрозионной стойкости, с микро-

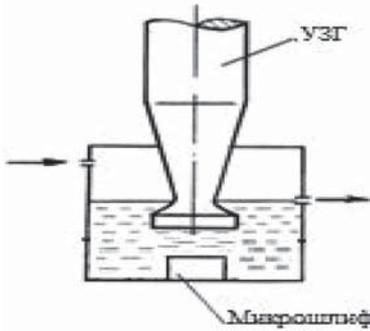


Рис. 1. Принципиальная схема экспериментальной установки.

структурой монослоев. На рис. 1 показана общая для рас-

сматриваемых методик принципиальная схема экспериментальной установки. Анализ исследуемых параметров осуществляется путем изучения профиля обработанной поверхности, исходя из сопоставления записанных профилограмм.

Такой анализ позволяет дать не только качественную оценку стойкости исследуемых зон, но и количественно определить относительную эрозионную стойкость  $\epsilon$ , по отношению к эталонному материалу (слою):  $\epsilon = \Delta h_z / \Delta h_{\text{эт}}$ , где  $\Delta h_z$  – глубина износа слоя эталонной зоны образца;  $\Delta h_{\text{эт}}$  – глубина износа исследуемой зоны.

В качестве эталонного можно использовать показатели материала с известными характеристиками, например литой коронки из хромоникелевого сплава. Предложенный способ позволяет вести обработку в стоячих или близких к стоячим звуковым волнам, обеспечивающих равномерный износ исследуемой поверхности в широком диапазоне плотности звуковой мощности. Для интенсификации кавитационных процессов обработки, и/или с целью проведения ускоренных испытаний, целесообразно использование повышенного гидростатического давления в рабочей камере [3].

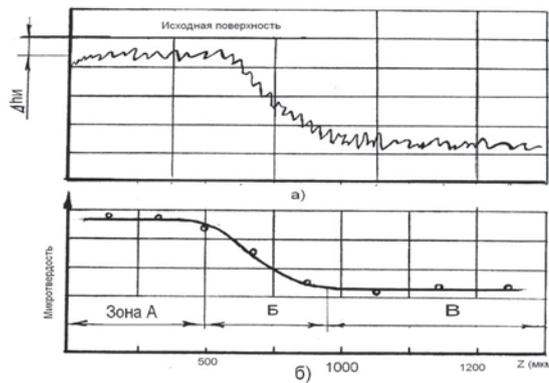
Лабораторные испытания подтвердили перспективность данного метода. В качестве ультразвукового генератора использовался магнитострикционный диспергатор УЗДЛ – 1 с частотой колебаний 22 кГц. В качестве рабочей среды на первом этапе использовалась дистиллированная вода. Обработка полученных данных велась путем анализа записанных профилограмм исследуемой зоны коронки. Полученные таким образом кривые профиля поверхности микрошлифов, изготовленных из металлического протеза с упрочненным излучением лазера поверхностным слоем, хорошо согласуются с кривой зависимости показателя микро-

## II. Методика микроанализа износостойкости

Методика, в основном, аналогична вышеизложенной, однако позволяет дополнительно моделировать процессы абразивного изнашивания материалов. Это реализуется путём введения в жидкость частиц абразива различного гранулометрического состава. При возбуждении ультразвуковых колебаний в жидкой среде частицы абразива переходят во взвешенное состояние и совершают колебательные движения между рабочей поверхностью ультразвукового излучателя и исследуемой поверхностью. Динамическое воздействие этих частиц имитирует абразивный процесс изнашивания, равномерно воздействуя на поверхность [3].

В кавитационной области воздействия ультразвуковых колебаний происходит имитация эрозионно-абразивного износа, а в докавитационной – превалирует абразивный вид изнашивания. Частицы свободного абразива в суспензии, ударяясь с большой скоростью о поверхность твёрдого тела, существенно ускоряют процесс износа. Качественная и количественная оценка параметров износостойкости исследуемых микрообъектов осуществляется по аналогии с методикой эрозионного износа.

Для экспериментального исследования эрозионно-абразивного износа из фрагмента цельнолитого каркаса протеза с лазерным упрочнением поверхностного слоя был изготовлен микрошлиф. После полирования и травления, структура зоны лазерной обработки приобрела мелкозернистую (аморфизированную) форму (рис. 2). При этом изменение микроструктуры сопровождалось увеличением показателя микротвёрдости в 2-2,5 раза. На рис. 2а показана кривая профиля поверхности микрошлифа и график зависимости микротвёрдости в его сечении (рис. 2б). Анализ полученной профилограммы и зависимости показателя микротвёрдости в зоне обработки свидетельствуют об увеличении износо-



а) профилограмма;  
б) график зависимости микротвёрдости по глубине зоны обработки; зона А – термоупрочненный слой; Б – переходная зона; В – исходный материал;  
в) микроструктура литого протеза после лазерной обработки (верхний светлый слой – зона лазерного термоупрочнения).

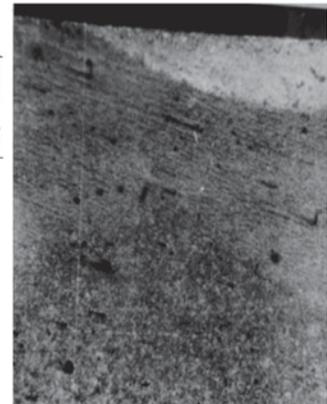


Рис. 2. Результаты исследования эрозионно-абразивного износа упрочненной лазерным излучением стенки литой коронки.

стойкости модифицированного слоя (зона А) по отношению к и исходному материалу, не подвергнутому упрочнению (зона В), и переходному слою (зона Б). Кривая профиля поверхности при этом практически дублирует кривую распределения твёрдости по глубине модифицированной поверхности.

## III. Методика гидроабразивного определения микротвёрдости

Возвращаясь к анализу профилограмм поверхности микрошлифа (рис. 2в) и учитывая неравнозначную шероховатость в различных зонах А, Б и В от лазерного воздействия, возникли предположения использования этого наблюдения для определения показателя микротвёрдости. В основу предлагаемой методики положен традиционный метод индентирования [1], позволяющий получать пластические отпечатки практически на любых твердых материалах.

Сущность метода состоит в следующем: исследуемая поверхность образца стоматологического материала подверга-

ется размерной гидроабразивной акустической обработке. Отпечатки на поверхности объекта получают за счёт соударения с ней твёрдых частиц абразива. Энергия и частота соударения определяются мощностью и частотой ультразвукового излучателя. Однородное распределение звукового поля в рабочей зоне обеспечивает равномерность воздействия твёрдых частиц на единицу площади. Время испытания зависит от концентрации частиц и ограничено количеством (плотностью) отпечатков, необходимых для расчёта средней величины диаметра, площади или диагонали, в зависимости от формы частиц абразива (индентора).

Оценка показателя микротвёрдости определяется в относительных единицах путём вычисления среднего значения геометрического показателя отпечатка в исследуемой зоне к его величине в эталонной зоне, измеренного с помощью микроскопа. За эталонную принимается поверхность с известным показателем микротвёрдости, например, литого протеза из хромоникелевого сплава.

Предлагаемые методики использованы в 2015-16 гг. при проведении экспериментальных исследований сотрудниками кафедры ортопедической стоматологии Иркутского государственного медицинского университета на базе отделения ортопедической стоматологии Клиник ФГБОУ ВО ИГМУ Минздрава России [4]. Проведенный с помощью описанных методик лабораторный сравнительный анализ эрозионной стойкости, когезионной прочности, несущей способности и показателя микротвёрдости ряда композиционных стоматологических материалов показал удовлетворительную воспроизводимость полученных результатов по сравнению

с традиционным методом идентирования. Анализ полученных в исследовании результатов будет изложен в последующих публикациях.

На основании полученных результатов исследований можно сделать следующие выводы: 1) основываясь на принципах концепции микроуровневого анализа [3] представляется возможным проведение комплекса исследований различных стоматологических материалов; 2) анализ исследуемых свойств материалов, используя вышеизложенные методики, позволяет выявить влияние различных факторов полости рта на показатели эрозионной- и износостойкости, адгезионной и когезионной прочности, а также микротвёрдости стоматологического материала; 3) предлагаемые в работе методики позволяют повысить достоверность, а также статистически значимые взаимосвязи между используемыми материалами, методами и средствами воздействия на них.

**Конфликт интересов.** Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

**Прозрачность исследования.** Исследование не имело спонсорской поддержки. Исследователи несут полную ответственность за предоставление окончательной версии рукописи в печать.

**Декларация о финансовых и иных взаимодействиях.** Авторы принимали участие в разработке концепции и дизайна исследования и в написании рукописи. Окончательная версия рукописи была одобрена всеми авторами. Авторы не получали гонорар за исследование.

**Работа поступила в редакцию:** 05.09.2016 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Мощные ультразвуковые поля / Под ред. Л.Д. Розенберга. – М.: Наука, 1968. – 266 с.
2. Справочник технолога-машиностроителя / Под ред. А.Г. Косиловой, Р.К. Мещерякова, А.М. Дальского, А.Г. Сулова. – В 2-х т. Т. 1. – М.: Машиностроение, 2001. – 856 с.
3. Шастин В.И., Коновалов Н.П. Микроанализ износостойкости поверхностных слоев материалов // Современные концепции научных исследований. – 2015. – №4. – С.28-30.
4. Шастин В.И., Вязьмин А.Я., Кострицкий И.Ю. Способ определения эрозионной стойкости твердых микро- и нано-объектов // Патент РФ №2568167, приор. от 14.10.2015 г.
5. Attin T., Vataschki M., Hellwig E. Properties of resin-modified glass-ionomer restorative materials and two polyacid-modified resin composite materials // Quintessence Int. – 1996. – Vol. 27. – P.203-209.
6. Barnes C.M. Airpolishing: A Mainstay for Dental Hygiene. A Continuing Education Course. Penn-well Publications. – April, 2013. – P.1-11.
7. Cochis A., Fini M., Carrassi A., et al. Effect of air polishing with glycine powder on titanium abutment surfaces // Clin Oral Implant Res. – 2013. – Vol. 24. – P.904-909.

## Информация об авторах:

Шастин Владимир Иванович – к.т.н., старший научный сотрудник, научно-образовательный центр современных технологий, системного анализа и моделирования, e-mail: kafedra-td@mail.ru; Вязьмин Аркадий Яковлевич – д.м.н., профессор, заведующий кафедрой ортопедической стоматологии, тел.: +7(3952)240688, e-mail: igmu.ortstom@mail.ru; Мокренко Евгений Владимирович – к.м.н., ассистент кафедры ортопедической стоматологии, e-mail: newstom@mail.ru.

## Information About the Authors:

Shastin V.I. – PhD, senior researcher, scientific educational center of modern technologies, systems analysis and modeling of Irkutsk State University of Transport and Communications, e-mail: kafedra-td@mail.ru; Vyazmin A.Y. – MD, PhD, DSc (Medicine), Professor, Head of Department of Prosthetic Dentistry of Irkutsk State Medical University, tel.: +7 (3952) 240688, e-mail: igmu.ortstom@mail.ru; Mokrenko E.V. – MD, PhD (Medicine), Assistant of Prof., Department of Prosthetic Dentistry of Irkutsk State Medical University, e-mail: newstom@mail.ru.

## REFERENCES

1. Powerful ultrasonic fields / Ed. L.D. Rosenberg. – Moscow: Nauka, 1968. – 266 p. (in Russian)
2. Directory technologist-mechanic. In 2. vol. Vol.1 / Ed. A.G. Kosilovoy, R.K. Mesheryakova, A.M. Dalskogo, A.G. Suslova. – Moscow: Mashinostroenie, 2001. – 856 p. (in Russian)
3. Shastin V.I., Konovalov N.P. Microanalysis of wear resistance of the surface layers of materials // Sovremennye Kontsepsii nauchnikh issledovanij. – 2015. – №4. – P.28-30. (in Russian)
4. Shastin V.I., Vyazmin A.Y., Kostriksky I.Y. The method for determining the erosion resistance of solid micro- and nano-objects // RF patent №2568167, Prior. from 10.14.2015. (in Russian)
5. Attin T., Vataschki M., Hellwig E. Properties of resin-modified glass-ionomer restorative materials and two polyacid-modified resin composite materials // Quintessence Int. – 1996. – Vol. 27. – P.203-209.
6. Barnes C.M. Airpolishing: A Mainstay for Dental Hygiene. A Continuing Education Course. Penn-well Publications. – April, 2013. – P.1-11.
7. Cochis A., Fini M., Carrassi A., et al. Effect of air polishing with glycine powder on titanium abutment surfaces // Clin Oral Implant Res. – 2013. – Vol. 24. – P.904-909.