

УДК 531/534: [57+61]

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ЗДОРОВОЙ И ПОВРЕЖДЕННОЙ КАРИЕСОМ ЗУБНОЙ ЭМАЛИ С ПОМОЩЬЮ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИЯ

А.Ю. Беляев¹, О.С. Гилева², М.А. Муравьева², А.Л. Свистков¹, А.П. Скачков³

¹ Лаборатория микромеханики структурно-неоднородных сред института механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук, Россия, 614013, Пермь, ул. Академика Королева, 1, e-mail: belyaev@icmm.ru

² Кафедра пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний Пермской государственной медицинской академии им. акад. Е.А. Вагнера, Россия, 614990, Пермь, ул. Куйбышева, 39, e-mail: rav.m@mail.ru

³ Кафедра механики сплошных сред и вычислительных технологий Пермского государственного национального исследовательского университета, Россия, 614990, Пермь, ул. Букирева, 15, e-mail: skachkov@psu.ru

Аннотация. В работе предложен экспериментальный метод определения упругих свойств зубной эмали и ее разрушения с помощью микроиндентирования. Предложен метод обработки экспериментальных данных, при котором исключается большой разброс, связанный с неровностью исследуемой поверхности на микроуровне и существованием пленок инородного материала на поверхности зуба. Исследован эффект зависимости механических свойств от силы внедрения индентора в образец. Проведена серия экспериментов по нахождению отличий в механических свойствах здоровой и пораженной кариесом зубной эмали. Обнаружен эффект различного времени разрушения зубной эмали под действием постоянной силы в здоровой и в кариозной областях.

Ключевые слова: зубная эмаль, микроиндентирование, *NanoTest*, механические свойства.

ВВЕДЕНИЕ

Кариес зубов является широко распространенным стоматологическим заболеванием, которым поражается практически 90% всего населения Российской Федерации. Раннее выявление и своевременное максимально атравматичное лечение начального кариеса зубов (кариеса в стадии пятна) – актуальная проблема современной профилактической и консервативной стоматологии. Важным шагом является исследование особенностей изменения структурного строения эмали и ее физико-механических свойств при появлении и развитии кариозного повреждения эмали.

© Беляев А.Ю., Гилева О.С., Муравьева М.А., Свистков А.Л., Скачков А.П., 2012

Беляев Антон Юрьевич, аспирант, инженер лаборатории микромеханики структурно-неоднородных сред, Пермь

Гилева Ольга Сергеевна, д.м.н., профессор, член-корреспондент РАЕН, заведующая кафедрой пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний, Пермь

Муравьева Мария Анатольевна, аспирант кафедры пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний, Пермь

Свистков Александр Львович, д.ф.-м.н., заведующий лабораторией микромеханики структурно-неоднородных сред, Пермь

Скачков Андрей Павлович, старший преподаватель кафедры механики сплошных сред и вычислительных технологий, Пермь

Большое количество работ отечественных и зарубежных авторов посвящено изучению микроструктуры, топологии и минерального обмена твердых тканей зубов. Этот интерес обусловлен не только уникальными свойствами твердых тканей зуба, но и желанием специалистов научиться прогнозировать, моделировать и корректировать изменения их функционирования под влиянием патологических факторов с целью достижения стабильных результатов лечения основных стоматологических заболеваний.

Наиболее распространенным методом изучения морфологического строения твердых тканей зуба является сканирующая электронная микроскопия, которая широко применяется для исследования микроструктуры эмали и дентина молочных и постоянных зубов, для исследования морфологии отдельных кристаллов апатитов и их ассоциаций-призм. Примером такого исследования могут служить работы [1, 4].

Если бы не происходило повреждение эмали при деформировании, то ее механические свойства хорошо определялись бы моделью анизотропного гукера материала. Соответствующую информацию об упругих свойствах эмали можно получить, используя универсальные машины для механических испытаний [8]. Для этого необходимо вырезать из эмали квадратную область малого размера и исследовать ее в экспериментах на сжатие по разным направлениям. Сделать это крайне трудно ввиду того, что максимальная толщина эмали достигает 2 мм. Когда же речь заходит об исследовании кариозной области, то возникают дополнительные проблемы. Участок зубной эмали, поврежденный кариесом, имеет очень неоднородную пористость и неясно, какой именно поврежденности будут соответствовать экспериментальные данные. У метода микроиндентирования имеются преимущества. При его использовании получают данные о свойствах малых областей с размером в несколько сотен нанометров. Но при этом возникают дополнительные проблемы. Поле напряжений в исследуемом материале очень неоднородно. После индентирования остается четкий след от индентора. Происхождение его связано, по мнению авторов, с растрескиванием и сколами малых участков эмали в перегруженных областях в окрестности кончика зонда. В результате растрескивания существенно меняется область контакта индентора с эмалью. Зависимость площади контакта от глубины внедрения зонда в материал будет существенно отличаться от зависимости, получаемой при внедрении зонда в гукера материал. Поэтому кривые внедрения и обратного хода индентора не совпадают и имеют нелинейный характер. Расшифровке кривых микроиндентирования посвящено много работ. Подробное описание имеется в публикациях [5, 6]. На обратном ходе индентора можно получить информацию об упругих свойствах материала, решая задачу извлечения зонда из поврежденной эмали. Геометрия в такой краевой задаче должна учитывать сформировавшийся отпечаток индентора. Сравнение прямого и обратного хода дает информацию о масштабе возникающей поврежденности в процессе индентирования.

Атомно-силовая микроскопия также является полезным инструментом для исследования зубной эмали. С помощью атомно-силовой микроскопии была проведена работа по исследованию влияния отбеливающих составов на зубную эмаль [2, 3]. Однако, несмотря на полезность атомно-силовой микроскопии при исследовании структурных изменений, этот метод не может помочь в нахождении механических свойств материала. У атомно-силовой микроскопии недостаточно усилие зонда для проникновения в твердую зубную эмаль с целью получения информации о ее механических свойствах, поэтому этот метод используется преимущественно для анализа рельефа поверхности зуба на наноуровне.

В связи с этим метод микроиндентирования представляется более перспективным, хотя и он не лишен недостатков. При интерпретации экспериментальных данных исследователь сталкивается с рядом проблем (большим разбросом экспериментальных данных), решению которых и посвящена данная работа.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЗУБНОЙ ЭМАЛИ МЕТОДОМ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИЯ

Прибор *NanoTest* позволяет изучать механические свойства материалов методом индентирования. Для исследования использовался индентор Берковича с радиусом кончика 200 нм. Оработка методики осуществлялась на здоровой эмали. Экспериментальные данные сильно варьируют (рис. 1). При приближении зонда к поверхности начало отчета контакта зонд-образец начинается от момента соприкосновения с любой неровностью на поверхности зуба, любым инородным телом или пленкой. Так как зубная эмаль на микроуровне имеет достаточно большую шероховатость, при исследовании получается огромный разброс экспериментальных данных. В других работах [6] по исследованию зубной эмали, как правило, поверхность сначала обрабатывали химически или механически для достижения малой шероховатости образца. На взгляд авторов, любая предварительная механическая или химическая обработка может вызвать изменения микроструктуры эмали, и, как следствие, механические свойства будут найдены неточно. Поэтому в данном исследовании поверхность зубов предварительно не обрабатывали.

Полученные с помощью прибора *NanoTest* экспериментальные зависимости силы, приложенной к индентору, от глубины его внедрения в зубную эмаль показаны на рис. 1. Представленная серия экспериментов не подходит для корректного анализа в связи с тем, что в ней имеется существенный разброс опытных данных, поэтому необходима их соответствующая обработка.

Установлено, что результаты экспериментов становятся повторяемыми с удовлетворительной точностью, если по оси абсцисс откладывать значение разности $\Delta z = z - z_0$, где z – текущее значение высоты, на которой располагается в данный момент зонд, z_0 – высоту, которую имеет зонд в момент начала обратного движения из эмали зуба (рис. 2). Данные преобразования сделаны из следующих соображений: на обратном ходе материал работает абсолютно упруго, все необратимые процессы происходят только на прямом ходе. Эмаль представляет собой упругий материал.

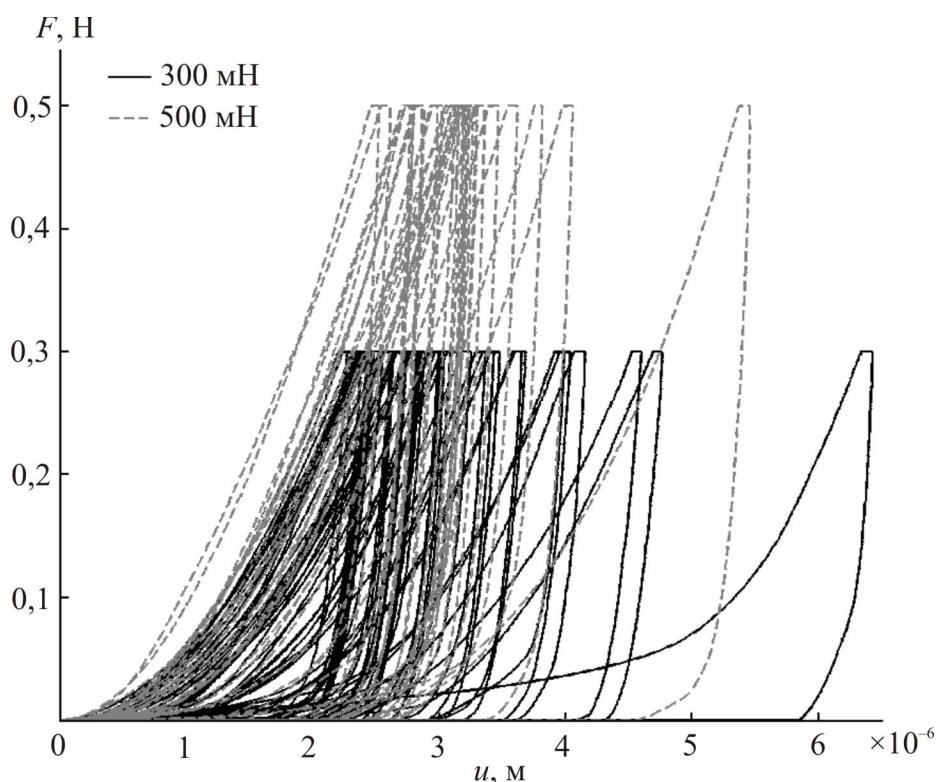


Рис. 1. Силовые кривые прямого и обратного хода при внедрении зонда (индентора) до максимального значения силы 300 и 500 мН

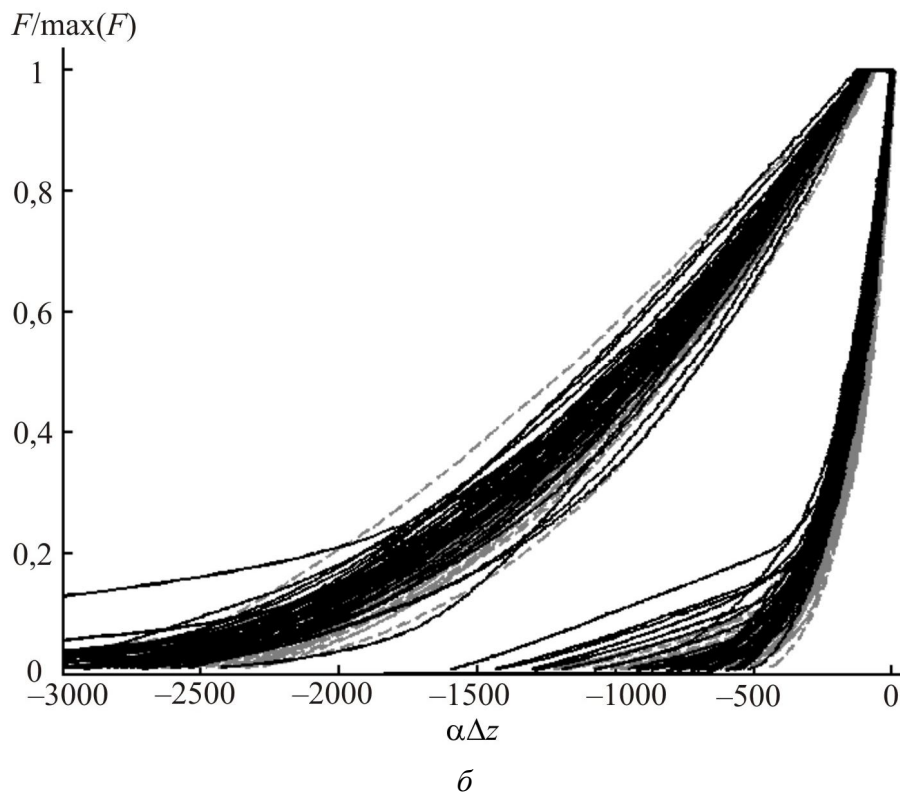
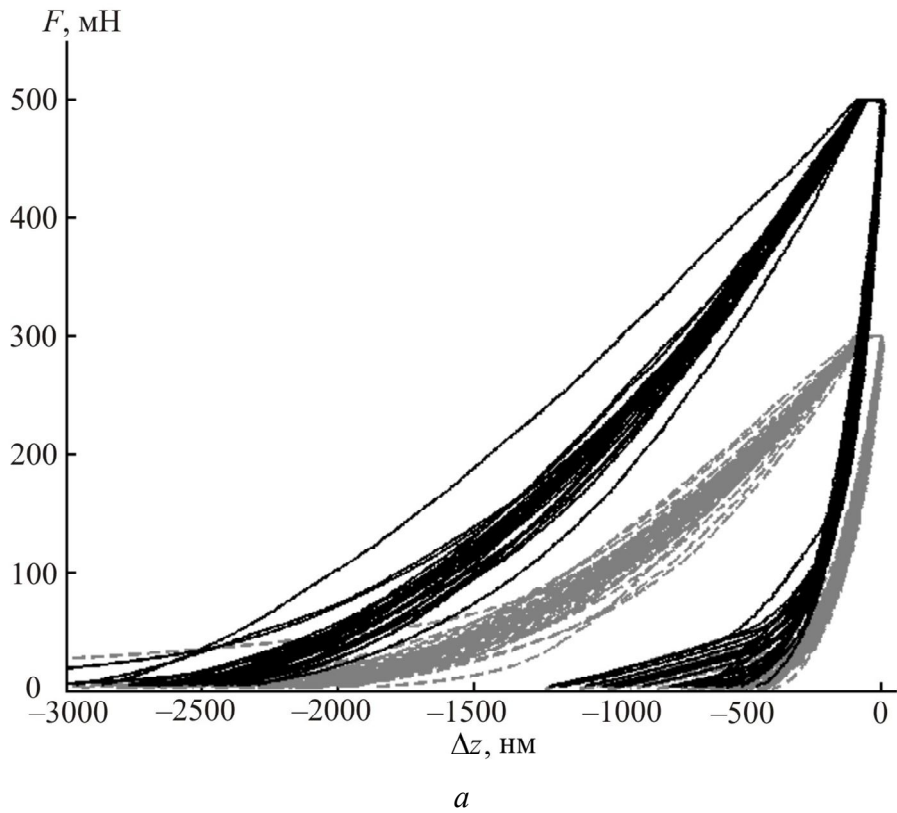


Рис. 2. Зависимость силы, полученной при измерении прямого и обратного хода зонда, от разности Δz (a) и от параметра $\alpha\Delta z$ (b)

Однако можно заметить, что на экспериментальной кривой присутствует участок необратимой деформации, который, по мнению авторов, означает хрупкое разрушение эмали.

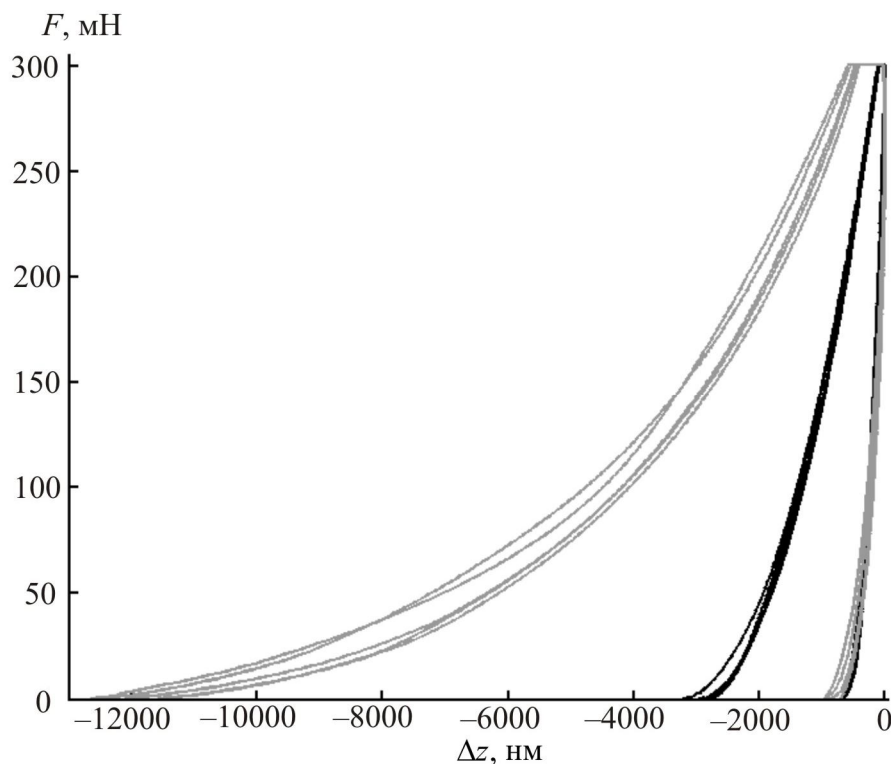


Рис. 3. Силовые кривые прямого и обратного хода при внедрении зонда до максимального значения силы 300 мН, полученные при исследовании здоровой области зуба (черный цвет) и поврежденной кариесом (серый цвет)

Обнаружена интересная закономерность (рис. 3). Если по оси ординат откладывать отношение действующей силы к максимальной силе в данном эксперименте, а по оси абсцисс — значение $\alpha \Delta z$, то кривые прямого хода совпадают для разного вида экспериментов с точностью до естественного экспериментального разброса. Значения коэффициента равны единице в эксперименте с максимальной

силой 500 мН и равны значению $\alpha = \sqrt{\frac{500 \text{ мН}}{300 \text{ мН}}}$ в случае, когда максимальное значение

силы составляет 300 мН. Такая закономерность является следствием теории подобия. Площадь отпечатков линейно зависит от приложенной к индентору силы. Это означает, что отношение квадратов глубин внедрения пропорционально максимальным силам, действующим на индентор. Таким образом, никакие эффекты, связанные с возможным существованием пленок на поверхности зуба или с изменением пористости при удалении от поверхности эмали вглубь зуба, не проявились.

СРАВНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИНДЕНТИРОВАНИЯ ЗДОРОВОЙ И ПОВРЕЖДЕННОЙ КАРИЕСОМ ЭМАЛИ

Сравнение результатов исследования механических свойств здоровой и кариозной областей зуба показано на рис. 3. Видно, что в поврежденную кариесом область зонд проникает на существенно большую величину. При этом процесс разрушения эмали не заканчивается в момент остановки процесса увеличения силы. После достижения максимального значения силы зонд выдерживался под постоянной нагрузкой в течение 20 с. Процесс разрушения эмали не прекращался мгновенно. Это видно по прямолинейным участкам на силовой кривой (рис. 4). Точно так же, как и на этапе увеличения действующей силы, зонд проникает на значительно большую величину в поврежденную кариесом область на этапе действия постоянной силы.

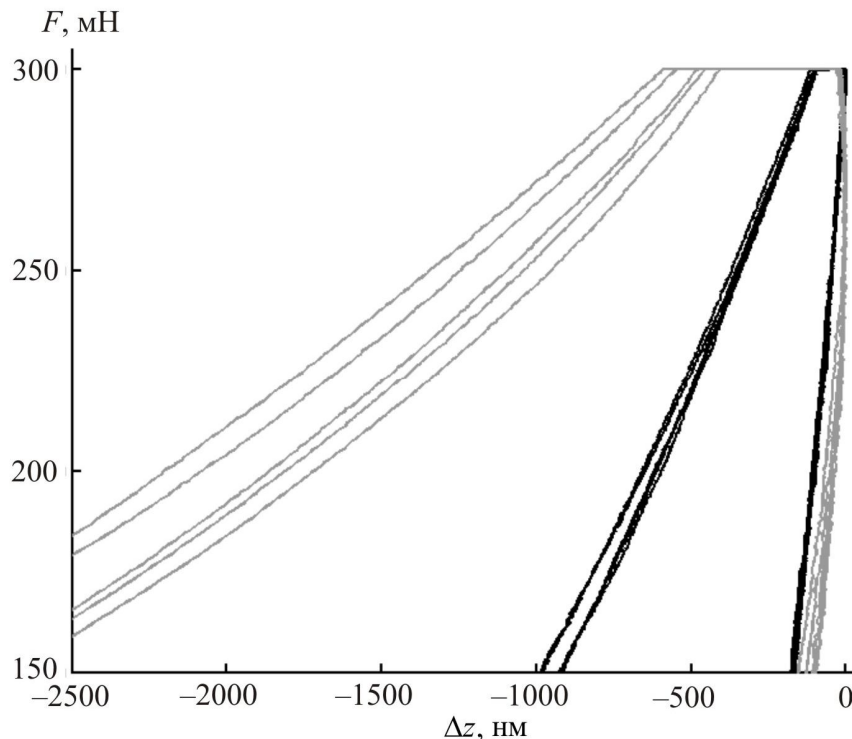


Рис. 4. Отличие силовых кривых прямого и обратного хода в области действия постоянной нагрузки в течение 20 с. Здоровая область зуба (черный цвет) и поврежденная кариесом (серый цвет)

То же самое относится и ко времени продолжения движения зонда. Оно больше, когда индентор внедряется в поврежденную кариесом область. На первый взгляд кажется, что кариозная область эмали более разрушена. В ней больше пор. Объяснить это явление можно, по-видимому, следующим образом: под действием приложенной к зонду силы происходит не только разрушение эмали, но и движение осколков разрушенных частей перед вершиной зонда. Осколки эмали вытесняются, освобождая пространство для зонда. Движение осколков создает дополнительное сопротивление зонду, тормозит скорость его проникновения в эмаль. В поврежденную кариесом область зонд проникает на существенно большую глубину, раздвигая осколки. Для этого требуется более длительное время, чем при внедрении зонда на заметно меньшую глубину при индентировании здоровой эмали. Временные эффекты упоминаются также в работах других авторов [5], однако вероятный механизм их возникновения не обсуждался.

Кривые внедрения индентора в здоровую и в поврежденную кариесом области эмали сильно отличаются. Связано это, как уже отмечалось выше, с различной пористостью эмали. В поврежденной кариесом области зуба зонд проникает на существенно большую величину. В противоположность этому кривые обратного хода индентора (извлечение его из эмали зуба) совпадают. Связано это, по мнению авторов, со следующим: при движении индентора внутрь зуба происходит разрушение эмали, сопровождающееся уплотнением осколков эмали в окрестности индентора. И в здоровой области, и в поврежденной кариесом области достигается одна и та же степень уплотнения разрушенной эмали перед индентором, поэтому и совпадают кривые обратного хода. Извлечение индентора происходит из одинаково разрушенных материалов. Только для достижения такой же степени уплотнения разрушенной эмали в поврежденной кариесом области потребовалось существенно большее продвижение вглубь зуба. Таким образом, с помощью микроиндентирования эмали не удастся обнаружить отличие упругих свойств на этапе извлечения зонда. Определение же упругих свойств на этапе внедрения зонда в эмаль трудно осуществить, поскольку одновременно с процессом деформирования эмали идет процесс ее разрушения.

Интересным является тот факт, что индентирование не позволяет отличить здоровую и кариозную области по упругим свойствам на обратном ходе индентора. Контактная жесткость, входящая в выражение для нахождения упругого модуля, по сути, представляет собой производную dF/dz , т.е. изменение силы при изменении глубины внедрения. Контактная жесткость находится из верхней части силовой кривой обратного хода, там, где материал, предположительно, ведет себя абсолютно упруго [7]. Естественным было ожидать, что кариозное повреждение отразится на изменении упругого модуля материала (ввиду возникновения пор), что, в свою очередь, отразится на силовой кривой. Эксперименты этого не подтвердили. Различия в кривых обратного хода для здоровой и кариозной областей незначительны. Это можно объяснить тем, что при индентировании зонд «утрамбовывает» структуру материала. Закрываются имеющиеся в материале поры около зонда. Таким образом, пористость, вызванная кариозным разрушением, которая должна внести большой вклад в изменение упругих свойств материала, не играет роли в рамках данного эксперимента.

Выводы

Для анализа кривых внедрения зонда в эмаль предложено использовать координаты положения зонда, в которых точкой отсчета является точка наибольшего внедрения зонда в эмаль зуба. Показано, что в этом случае получается хорошая воспроизводимость результатов экспериментальных исследований. Глубина проникновения и время проникновения зонда в кариозную область существенно выше, чем в здоровую область зуба. Установлено, что кривые индентирования на участках извлечения зонда из эмали для кариозной и здоровой частей зуба совпадают. Вероятно, это связано с одинаковым уплотнением эмали при внедрении в нее зонда.

Благодарности

Работа выполнена при поддержке Министерства промышленности, инноваций и науки Пермского края и РФФИ (грант 11-01-96028-р_урал_a, 11-08-96018-р_урал_a).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Борисенко А.В. Секреты лечения кариеса и реставрации зубов. – Киев: Книга плюс, 2002. – 544 с.
2. Морозов И.А., Беляев А.Ю., Изюмов Р.И., Ерофеева Е.С., Гилева О.С. Экспериментальное исследование микроструктуры поверхности эмали человеческих зубов // Материаловедение. – 2012. – Вып. 184, № 7. – С. 50–55.
3. Морозов И.А., Свистков А.Л., Гилева О.С., Ерофеева Е.С. Экспериментальное исследование влияния профессионального отбеливания на микроструктуру поверхности эмали зубов // Российский журнал биомеханики. – 2010. – Т. 14, № 1 (47). – С. 56–64.
4. Нолтинг Б. Новейшие методы исследования биосистем. – М.: Техносфера, 2005. – 256 с.
5. Guidoni G.M., Swain M.V., Jäger I. Wear behavior of dental enamel at the nanoscale with a sharp and blunt indenter tip // Wear. – 2009. – Vol. 266, No. 1–2. – P. 60–68.
6. Lawn B.R., Lee J.J.-W., Chai H. Teeth: among nature's most durable biocomposites // Ann. Rev. Mater. Res. – 2010. – Vol. 40. – P. 55–75.
7. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // Materials Research Society. – 1992. – Vol. 7, No. 6. – P. 1564–1583.
8. Zaitsev D.V., Buzova E.V., Panfilov P.E. Strength properties of dentin and enamel // J. Messenger of TSU. – 2010. – Vol. 15, No. 3. – P. 1198–1203.

RESEARCH WITH MICROINDENTATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF HEALTHY AND DAMAGED ENAMEL

A.Yu. Belyaev, O.S. Gileva, M.A. Muravyova, A.L. Svistkov, A.P. Skachkov
(Perm, Russia)

In this paper, we propose an experimental method for determining the elastic properties of dental enamel and its destruction by means of microindentation. A method of processing the experimental data which excludes the large scatter associated with the roughness of the surface at the microlevel and the existence of films of foreign material on the tooth surface is studied. Also, we report the results of a study of the effect of mechanical properties depending on the force of the penetration of the indenter into the sample. A series of experiments to find differences in the mechanical properties of healthy and diseased tooth enamel are performed. The effect of different time of the dental enamel destruction under a constant force in healthy and carious areas is found in the course of this investigation.

Key words: tooth enamel, microindentation, *NanoTest*, mechanical properties.

Получено 28 мая 2012