

УДК 678.5-1

УСАДОЧНЫЕ ДЕФОРМАЦИИ И НАПРЯЖЕНИЯ ПРИ СВЕТОТВЕРЖДЕНИИ СТОМАТОЛОГИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА «МИГРОФИЛ»

М. И. КУЗЬМЕНКОВ, А. Л. НАРКЕВИЧ⁺, В. П. СТАВРОВ, Г. Г. ЧИСТЯКОВА

УО «Белорусский государственный технологический университет», ул. Свердлова, 13а, 220050 г. Минск, Беларусь.

Предложены методы оценки качества светоотверждаемых стоматологических материалов по степени завершения процесса полимеризации и по усадочным напряжениям. Показано, что стоматологический материал «Мигрофил» обладает более мягким режимом полимеризации при светоотверждении и меньшим уровнем усадочных деформации и напряжений по сравнению с некоторыми распространенными в практике зарубежными материалами.

Введение

Восстановление твердых тканей зуба обеспечивается пломбировочными материалами. В числе важнейших требований к ним – достаточная прочность, долговечность, технологичность и отсутствие ингредиентов, выделяющихся после установки пломбы. Постоянно возрастающие требования к качеству стоматологических услуг обусловили все более широкое применение в практике эстетической реставрации зубов светоотверждаемых полимерных пломбировочных материалов (фотополимеров) [1–3]. Фотополимеры зарубежного производства имеют высокую стоимость, поэтому используются преимущественно (до 90%) в коммерческих кабинетах [4]. В последнее время разработаны и освоены в производстве в ОАО «Гродненский научно-исследовательский и проектный институт азотной промышленности и продуктов органического синтеза» («ГИАП») более дешевый отечественный стоматологический материал «Мигрофил» (ТУ ВУ 500028540.008) с однокомпонентной адгезивной системой «Мигробонд» (ТУ ВУ 500028540.010) и «Мигрофил-М» (ТУ 500028540.011). Эти материалы прошли государственную регистрацию и допущены к производству и применению в Республике Беларусь.

Светоотверждаемые материалы представляет собой микронаполненную рентгеноконтрастную композицию, не уступающую по уровню физико-механических свойств зарубежным аналогам [5]. Они не требуют смешивания компонентов перед пломбированием, сохраняют требуемую вязкость в течение достаточно длительного времени. В

процессе облучения должна достигаться высокая степень полимеризации, так как в случае неполной полимеризации неизбежно сохранение исходных мономеров, способных вызвать аллергические реакции.

Для минимизации содержания мономеров в композите необходимо либо более длительное однократное, либо повторное облучение. Это касается материалов темных оттенков, высоконаполненных и микрофильных. В результате возрастают затраты времени на установку пломбы, ее стоимость, повышается опасность вредного воздействия света на глаза. Кроме того, в этом случае увеличивается объемная усадка материала, достигающая 3,5% [6], что приводит к возникновению усадочных деформаций и растягивающих напряжений. В стоматологии это явление называют «усадочным стрессом». Усадочные напряжения могут привести к растрескиванию материала, его отслоению от основы, к повреждениям основы – от микротрещин в эмали до разрыва твердых тканей зуба [7, 8].

Известны приемы, позволяющие уменьшить усадку и ее негативное влияние. В их числе – снижение интенсивности светового потока, периодическое изменение его интенсивности. За счет этого увеличивается продолжительность вязкопластического состояния матричного полимера, создаются условия для релаксации усадочных напряжений. Разработаны светоотверждающие аппараты с «мягким стартом», позволяющие изменять мощность светового потока, подбирая подходящий режим отверждения [9, 10]. Однако отечественные стоматологические учреждения осна-

⁺ Автор, с которым следует вести переписку.

щены преимущественно аппаратами, настроенными на режим интенсивной полимеризации, и предоставляющие лишь ограниченные возможности управления кинетикой процесса полимеризации, минимизации полимеризационной усадки и ее нежелательных последствий.

Негативное влияние усадки может быть снижено также за счет изменения положения световода по отношению к поверхности, послойных аппликаций и отверждения. При пломбировании больших полостей более эффективным остается изготовление вкладок [6–8].

Для управления процессом отверждения, сопровождающей его усадкой и обусловленными усадкой напряжениями необходимы характеристики поведения материала на стадии отверждения как функции интенсивности и продолжительности светового воздействия. Такие данные отсутствуют как для светоотверждаемого материала «Мигрофил», так и для применяемых в стоматологической практике зарубежных аналогов. Сравнение материала «Мигрофил» с зарубежными аналогами по значениям усадочных напряжений и деформаций даст более объективную оценку его качества, позволит рекомендовать наиболее подходящие режимы отверждения.

Цель работы – получить сравнительную оценку качества отечественного стоматологического материала «Мигрофил» и его зарубежных аналогов по уровню возникающих при светоотверждении усадочных деформаций и напряжений.

Методика исследования

Исследовали стоматологический материал «Мигрофил», состав которого разработан в ОАО «ГИАП» на кафедре общей стоматологии Белорусского государственного медицинского университета [5]. Материал «Мигрофил» включает однокомпонентную светоотверждаемую адгезивную систему «Мигробонд».

Полимерная матрица (20 мас.%) содержит олигокарбонатметакрилат, бисфенол А, диглици-

дилметакрилат, камфорохинон, 2-(2-гидрокси-5-метилфенил) бензотриазол, триэтиленгликольдиметакрилат (ТЕГДМА), уретандиметакрилат (УДМА), 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенол, дифенилдиодонийгексафторфосфат, LUMILUX-Blue пигмент, бутилметакрилат, полиметилметакрилат. Наполнитель (80 мас.%) – гидрофобный аэросил DT4, обработанный силаном порошок стекла.

В качестве зарубежных аналогов для испытаний выбраны Charisma (изготовитель Heraeus Kulzer) и Nexcomp (Coreu).

Как показали предварительные тесты, при отверждении исследуемых материалов выделяется тепло, поэтому изменение температуры образца в процессе может дать информацию о кинетике полимеризации. С учетом этого кинетику процесса отверждения полимерной матрицы изучали, измеряя температуру образца, находящегося под воздействием светового излучения и при повторном нагреве таким же световым воздействием.

Слой материала толщиной 1 мм наносили на тонкий медный диск диаметром 7 мм. К другой поверхности медного диска предварительно припаявали термопару ТХК(L)–1199/52/2/1500/0,3 (НПООО «Энергоприбор», Беларусь) с диаметром проволоки 0,3 мм.

Образец облучали ультрафиолетовой лампой LED curing light типа Bluedent LED (BG Light Ltd., Болгария) в нормальном режиме, время экспозиции (облучения) – 20 сек. Торец лампы располагали на расстоянии 2–7 мм от поверхности полимеризуемого образца (рис. 1, а). Термопару подключали к ПЭВМ через аналого-цифровой преобразователь ADAM 4018 с интерфейсом ADAM 4520 (Advantech Automation Corp., Тайвань) по схеме, показанной на рис. 1, б.

Чтобы исключить влияние конвекции воздуха на результаты измерений, установку помещали в закрытую камеру объемом около 10 л. Исходная температура воздуха в камере 20–22 °С.

Значения температуры регистрировали с интервалом 0,3 сек в процессе облучения (20 сек) и после облучения несколько секунд, чтобы прове-

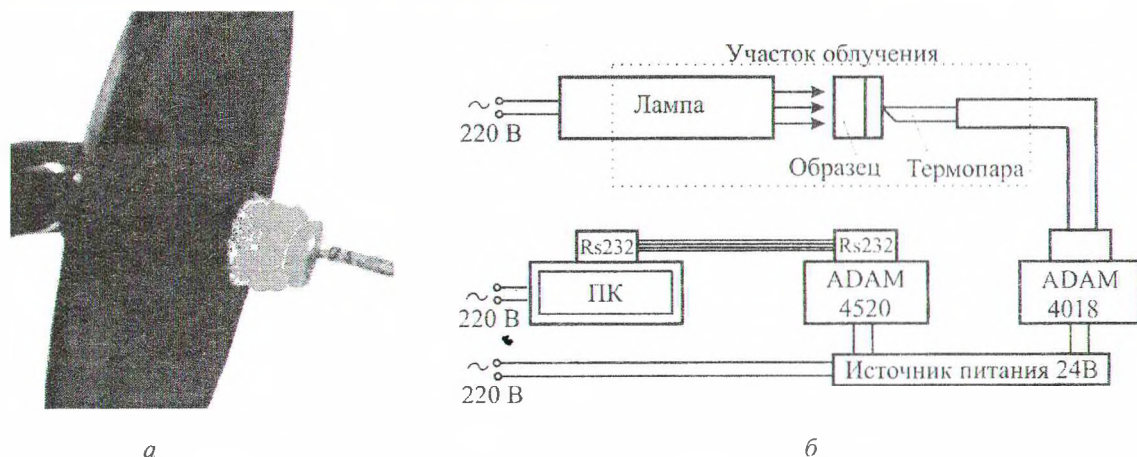
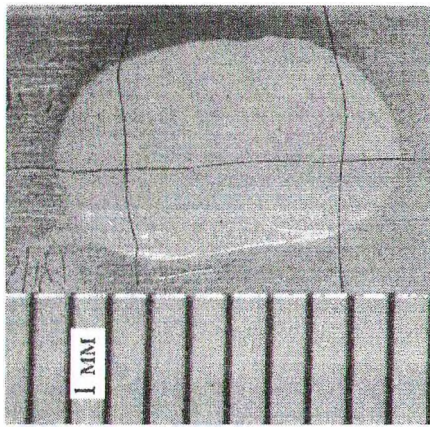
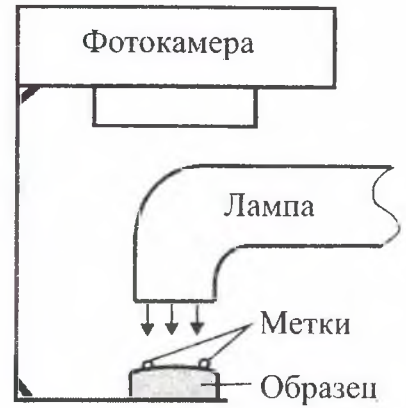


Рис. 1. Расположение образца с термопарой относительно лампы (а) и схема измерения температуры (б)



а



б

Рис. 2. Образец с метками (а) и схема устройства для измерения усадки (б)

рить соответствие пика температуры моменту отключения лампы.

Для определения свободной линейной усадки на образец материала в виде пластинки с размерами $(8 \pm 1) \times (4,5 \pm 0,5)$ мм толщиной 1 мм наносили метки – нити диаметром 10 мкм (рис. 2, а). Для обеспечения свободной усадки (исключения прилипания) образцы формировали на промасленной бумаге. Положение нитей регистрировали с помощью фотокамеры, настроенной на макросъемку и жестко скрепленной с основанием, на котором размещались образцы (рис. 2, б).

Положение нитей, связанных с поверхностью образца, фиксировали после однократного светового воздействия с интервалом 2 мин в течение первых 20 мин и затем через каждые 15 мин в течение 5 ч после облучения образца. Фотографии воспроизводили на мониторе и с помощью средств компьютерной графики определяли расстояние между точками пересечения нитей (погрешность не более 2%). Линейную усадку материала определяли по относительному изменению исходного расстояния между этими точками. Объемную усадку вычисляли как утроенное значение линейной усадки.

Усадочные напряжения, возникающие в процессе отверждения материала, оценивали по методу измерения деформаций тонкой упругой подложки, связанной со слоем отверждаемого материала.

В качестве подложки использовали алюминиевую фольгу (модуль Юнга – 72 ГПа, температурный коэффициент линейного расширения – $24 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) толщиной 1 мм. На подложку в виде пластинки шириной 4 мм предварительно наклеивали тензорезистор КФ5П1 (КОСПА, г. Киев) с базой 5 мм с номинальным сопротивлением 100 Ом. Базу тензорезистора ориентировали по длине пластинки. На другую поверхность подложки, тщательно обезжиренную и покрытую универсальной адгезивной системой для обеспечения прочной связи, наносили слой материала толщиной $(1,1 \pm 0,2)$ и $(1,7 \pm 0,2)$ мм.

Тензорезистор подключали к ПЭВМ через мостовую схему и аналого-цифровой преобразователь ADAM 4018 (рис. 3) и градуировали в единицах деформации. Образец облучали ультрафиолетовой лампой в течение 20 с.

Сигнал тензорезистора регистрировали от начала облучения образца до завершения усадоч-



Рис. 3. Схема измерения усадочных деформаций

ных процессов (до достижения стабильного значения – в течение 3–5 мин). Регистрируемая по такой схеме усадочная деформация системы имеет две составляющие: собственно усадочную (от полимеризационной усадки) и термоструктурную – от изменения температуры слоев, имеющих различные температурные коэффициенты линейного расширения.

По значениям деформации алюминиевой подложки, зарегистрированным с помощью тензорезистора, находили кривизну двухслойной системы, показанной на рис. 3, б, и усадочные деформации в слое испытываемого материала. Усадочные напряжения в слое испытываемого материала вычисляли из условия равновесия двухслойной системы, деформированной в результате усадки слоя.

При каждом виде испытаний было не менее трех образцов. В качестве результата измерений принимали среднее арифметическое значение.

Результаты измерений и их обсуждение

В результате измерений (рис. 4) установлено, что материал «Мигрофил» имеет более «мягкий» режим отверждения и меньшее максимальное зна-

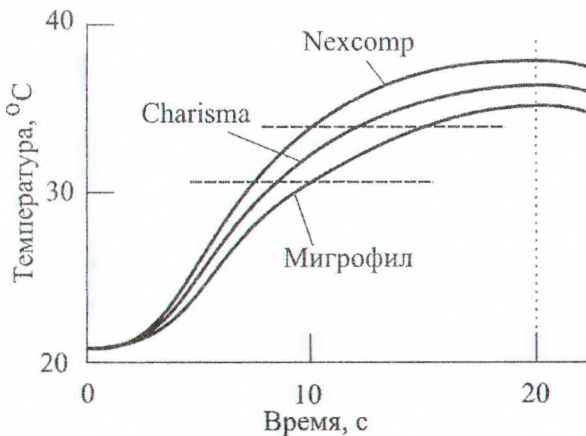


Рис. 4. Кинетика изменения температуры при отверждении материалов

чение температуры, соответствующее окончанию процесса отверждения. Это означает, что процесс полимеризации при одинаковых условиях светового воздействия протекает медленнее, а потому условия отверждения при постоянном уровне светового потока более благоприятны для релаксации усадочных напряжений, чем у материалов-аналогов. Благодаря более низкому значению максимальной температуры пика полимеризации «Мигрофил» снижается опасность ожога пульпы при пломбировании канала зуба.

Измерение температуры образцов при повторных облучениях (рис. 5) показывает, что процесс полимеризации практически полностью завершается после второго облучения.

Степень отверждения материала «Мигрофил», достигаемая после первого облучения, несколько ниже, чем у материалов-аналогов. Наложение кривых для третьего и четвертого облучений (см. рис. 5) свидетельствует о том, что увеличение температуры происходит лишь за счет нагрева излучением лампы. Можно сделать вывод, что для полного завершения процесса полимеризации материала «Мигрофил» достаточен один повторный нагрев. Более низкая степень полимеризации после первого облучения также способствует релаксации усадочных напряжений.

Измеренные значения свободной линейной усадки исследованных материалов различаются незначительно, хотя ее среднее значение у материала «Мигрофил» несколько меньше, чем у аналогов (табл. 1).

Таблица 1. Свободная усадка материалов

Материал	Усадка, %	
	линейная	объемная
Мигрофил	0,8–0,9	2,4–2,7
Charisma	0,9–1,0	2,7–3,0
Nexcomp	0,8–1,0	2,4–3,0

Изменение усадки с течением времени (в пределах указанной выше продолжительности измерений) не отмечалось. Это также свидетельствует о

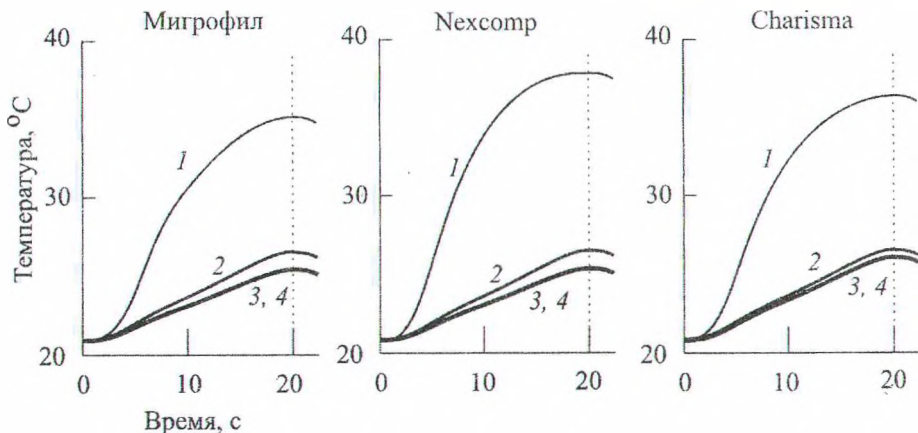


Рис. 5. Кинетика изменения температуры образцов при повторных облучениях. Числа возле кривых указывают номер цикла облучения (кривые 3 и 4 совпадают)

завершенности процесса отверждения исследованных материалов после двукратного облучения.

Значение объемной усадки материала «Charisma», указанное в табл. 1, удовлетворительно согласуются со значениями, приведенными в литературе: 2,6–2,8% [10] и 3,3% [11].

Результаты определения усадочных (остаточных) деформаций образцов, связанных с алюминиевой подложкой, и возникающих при этом напряжений (табл. 2) свидетельствуют о существенной зависимости этих показателей от толщины слоя материала.

Таблица 2. Усадочные деформации и напряжения материалов на алюминиевой подложке

Материал	Линейная усадка, % при толщине образца, мм		Усадочные напряжения, Па
	1,1	1,7	
Мигрофил	0,032	0,125	5,5
Charisma	0,070	0,250	11,0

Усадочные деформации слоя из материала «Мигрофил» примерно вдвое меньше, чем деформации слоя такой же толщины из материала «Charisma». Соответственно меньше и уровень усадочных напряжений в слое из материала «Мигрофил». Это означает, что в пломбах из этого материала могут возникнуть более низкие напряжения, а это, в свою очередь, снижает опасность отрыва пломбы от стенок полости зуба и деформации ее в области бугров.

Как отмечалось выше, значения линейной усадки двух сравниваемых в табл. 2 материалов в случае отверждения без связи с подложкой различаются незначительно, не столь существенно различаются они и по кинетике отверждения (сравнение рис. 5 для Мигрофила и Nexcomp). Очевидно, что материал «Мигрофил» обладает большей способностью к релаксации усадочных напряжений. Отсюда следует также, что сравнение полимерных пломбировочных материалов только по критерию свободной усадки недостаточно для оценки их склонности к возникновению усадочных напряжений и деформаций в условиях применения, т.е. в связанной системе.

Заключение

Отечественный стоматологический материал

«Мигрофил» обладает более мягким режимом полимеризации при светоотверждении и меньшим уровнем усадки по сравнению с зарубежными материалами-аналогами. Он позволяет достичь более высокого качества пломб по критерию усадочных деформаций и напряжений. Предложенные методы исследований могут быть использованы, например, для сертификации светоотверждаемых стоматологических материалов.

Литература

1. Грютцнер, А. Дайрект экстра – универсальный реставрационный материал / А. Грютцнер // Дент Арг. – 2005. – № 2. – С. 41–51.
2. Клемин, В.А. Комбинированные зубные пломбы / В.А. Клемин, А.В. Борисенко, П.В. Ищенко. – М., 2008. – 304 с.
3. Попков, В.А. Стоматологическое материаловедение: учебное пособие / В.А. Попков, О.В. Нестерова, В.Ю. Решетняк, И.Н. Аверцева. – М.: МЕДпресс-информ, 2006. – 384 с.
4. Горегляд, А.А. Восстановление твердых тканей зуба светоотверждаемыми композитными материалами / А.А. Горегляд // Стоматол. журнал. – 2008. – Т. IX, № 4. – С. 346–347.
5. Чистякова, Г.Г. «Мигрофил» – универсальный микрогибридный светоотверждаемый реставрационный материал / Г.Г. Чистякова, Ю.Н. Изобелло // Стоматол. журнал. – 2011. – Т. XII, № 4. – С. 317–319.
6. Бок, В.И. О современных стоматологических композитах: усадка и внутренние напряжения // [Электронный ресурс]. – 2000. Режим доступа: <http://www.rusdent.com/articles/02-2000/compos/comp.htm>. – Дата доступа: 11.11.2010.
7. Круглик, О.А. Влияние метода полимеризации на деформацию композиционного материала / О.А. Круглик // Современная стоматология. – 2006. – № 4. – С. 49–52.
8. Луцкая, И.К. Эстетическая стоматология / И.К. Луцкая. – Минск: Беларус. навука, 2000. – 250 с.
9. Светоотверждаемые (светоактивируемые) композиты (фотополимеры) // Медицинский портал – Современная медицина и лечение болезней – Терапевтическая стоматология [Электронный ресурс]. – 2010. Режим доступа: http://for-medic.info/2010/10/polimerizaciya_kompozitov. – Дата доступа: 11.11.2010.
10. Аппараты для светового отверждения // Портал для зубных техников и врачей-ортопедов – Общие вопросы – Основы стоматологического материаловедения [Электронный ресурс]. – 2011. Режим доступа: http://www.dentaltechnic.info/index.php/obshic-voprosy/osnovystomatologicheskogo-materialovedeniya/1190-apparaty_dlya_svetovogo_otverzheniya. – Дата доступа: 26.06.2011.
11. Gee et Ceas, Anton J. Усадка и усадочный стресс при полимеризации композитных материалов // Институт стоматологии. Газета для профессионалов – 2008. – № 4(5). – С. 12.

Kuzmenkov M. I., Narkevich H. L., Stavrov V. P., and Chistyakova G. G. Shrinkage strain and stress at light-curing for dental material «Migrofil».

The methods for assessing the quality of light-curing dental materials on the degree of completion of the polymerization and shrinkage stress. It is shown that dental material «Migrofil» milder regime light-curing polymerization and lower level shrinkage strain and stress compared to some common practices in foreign materials.

Поступила в редакцию 07.02.2013.

© М. И. Кузьменков, А. Л. Наркевич, В. П. Ставров, Г. Г. Чистякова, 2013.