

Оцінювання міцності стоматологічних полімерів за вейвлет-перетворенням сигналів акустичної емісії

В. Р. Скальський^{а,1}, В. Ф. Макєєв^б, О. М. Станкевич^{а,2}, О. С. Кирманов^б,
С. І. Винницька^в, В. К. Опанасович^г

^а Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів, Україна

^б Львівський національний медичний університет ім. Данила Галицького, Львів, Україна

^в Національний університет “Львівська політехніка”, Львів, Україна

^г Львівський національний університет ім. І. Франка, Львів, Україна

¹ skal@ipm.lviv.ua

² stan_olena@yahoo.com

Розглянуто особливості руйнування полімерних матеріалів, які використовуються у стоматологічній практиці для виготовлення тимчасових конструкцій. Показано, що під дією навантаження у полімерах протікають різного типу руйнування (в'язке, в'язко-крихке, крихке), які чергуються між собою. За значенням критеріального параметра оцінено типи руйнування таких матеріалів під час квазістатичного розтягу та проведено їх ранжування за показником крихкості.

Ключові слова: стоматологічні полімери, акустична емісія, вейвлет-перетворення, крихке руйнування, квазістатичне навантаження.

Вступ. Друга половина ХХ ст. ознаменувалася інтенсивним дослідженням і виробництвом полімерів [1]. За своїми властивостями полімерні матеріали вигідно відрізняються від природних: довговічніші, не зазнають корозії, мають невелику густину та високу питому міцність, їх легко формувати, обробляти, забарвлювати тощо. Велика кількість полімерів становить основу пластмас. На сьогодні у багатьох галузях, зокрема в стоматології, використовується декілька тисяч пластмас, що мають різні склад і властивості.

Стан проблеми. Полімерні матеріали мають широке застосування, зокрема, у стоматологічній практиці. В останні роки на стоматологічному ринку з'явилась велика кількість різних за структурою і способом обробки нових матеріалів для виготовлення провізорних конструкцій (коронки, мостовидні протези, вкладки і накладки тощо) [2–4]. Для тимчасових коронок і мостів використовують такі матеріали, як Palavit-55, Revotek, RegularSet, Temphase, Protemp, Luxatemp, Trim, Acrodent, Struktur, Tempron та ін. При виборі відповідного матеріалу для виготовлення вищевказаних конструкцій необхідно мати повноцінну інформацію про характеристики його міцності. На їх показники впливає низка чинників: хімічно активні компоненти їжі сприяють зниженню міцності і поверхневої твердості; для великих мостів характерні підвищені навантаження на матеріал; дефекти і брак матеріалу в критичних областях; стан поверхні конструкції тощо.

Відомо ряд досліджень механічних властивостей матеріалів для тимчасових ортопедичних конструкцій та результатів їх порівняння [5–8]. Так, у [5] визначали розподіл напружень у конструкціях із полімерних матеріалів у залежності від відстані від краю зразка. Для матеріалу Trim виявили деяку деформацію без руйнування на відстані 0,4–1,0 мм від краю, для Protemp – 0,8 мм, а для Luxatemp і швидкотвердучого Temphase – понад 0,6 мм. За даними роботи [6], для провізорних

матеріалів Jet, Provipont DC, Protemp II і Protemp Garant напруження згину змінюється від 150,9 до 54,2 МПа.

У [7] представлено порівняльні результати механічних властивостей матеріалів Voco Structur-Premium, 3M ESPE Experimental Protemp, Shermack Acrytemp, Kaniedenta Kanitemp-Royal, Dentsply Integrity-Fluorescence та DMG Luxatemp-Fluorescence. Встановлено, що тріщиностійкість матеріала Protemp порівняно з іншими є найвищою. Дослідження механічних характеристик акрилової пластмаси Acrodent при розтязі, стиску і згині та статистична обробка результатів дозволили встановити середні значення його механічних параметрів: модуль Юнга $E = 2,6 \cdot 10^3$ МПа; коефіцієнт Пуассона $\mu = 0,33$; границя міцності $\sigma_B = 33 \pm 5$ МПа [8].

Для ефективного клінічного використання тих чи інших полімерних матеріалів, окрім їх механічних властивостей важливо знати динаміку процесів руйнування. Таку інформацію можна отримати під час механічних випробувань за допомогою методу акустичної емісії (АЕ). У багатьох роботах [8–12] представлено результати використання АЕ при дослідженні різних полімерних матеріалів. Так, в [9] на прикладі таких матеріалів, як Nylon-6.6, Diakon, Polypropylene та деяких композитів, показано, що фізико-хімічні зміни в полімерах можна виявити за зміною параметрів сигналів АЕ. Кореляцію між напруженнями, АЕ та формуванням вільних радикалів у полімерних матеріалах під навантаженням встановлено у [10]. Метод АЕ використовували також для вивчення полімерних композитів із наповнювачем PP/talc [11]. Виявлено, що генерування сигналів АЕ внаслідок ударних навантажень може бути пов'язане зі зміною морфології частинок другої фази в матриці, а активність АЕ залежить від ступеня дисперсності наповнювача в ній. У [12] досліджували розвиток руйнування полімерного покриття різної товщини за чотириточкового згину. Під час пластичної деформації зразків покриттів спостерігали релаксацію напружень і одночасно збільшення активності АЕ, що пов'язано з розвитком макротріщин і їх поширенням уздовж всієї товщини покриття. Установлено кореляцію таких типів руйнування, як порушення зчеплення наповнювача, відшарування шару покриття від основи, зародження та поширення тріщин, з інтенсивністю та амплітудою сигналів АЕ.

Успішно зарекомендував себе метод АЕ також при дослідженні полімерів, які застосовують у стоматологічній практиці, хоча таких робіт відомо небагато. Так, у [13] проаналізовано концентрацію напружень і руйнування навколо краю зубного композитного закріплювача Polymethyl Methacrylate (PMMA) шляхом вимірювання навантаження на зовнішній поверхні зубної підкладки кільцевого типу. У всіх протестованих зразках у процесі полімеризаційної усадки генерувались сигнали АЕ в діапазоні частот 100...200 кГц. Їх розподіл під час твердіння суттєво відрізнявся від аналогічного, який генерувався внаслідок поширення тріщин у міжфазних ділянках. Збільшення величини міжфазного розриву призводило до інтенсивнішого розтріскування вздовж краю і відповідно до зростання інтенсивності АЕ.

Отже, метод АЕ дає можливість ідентифікувати різні механізми руйнування у конструкційних матеріалах (полімерні, композитні), а їх часову локалізацію забезпечує вейвлет-перетворення (ВП) сигналів АЕ [14].

Метою дослідження є оцінювання міцнісних характеристик та типів руйнування полімерів за результатами ВП сигналів АЕ при квазістатичному розтязі пластинчастих зразків.

Обґрунтування методики досліджень. У залежності від величини пружно-пластичної деформації конструктивного елемента за навантаження, що відповідає макроруйнуванню (ріст тріщини), методом АЕ розрізняють крихке (або квазікрихке) та в'язке руйнування. Більшість відомих критеріїв ідентифікування типів руйнування побудовано на основі аналізу частотного спектра сигналу, який отримують за допомогою перетворення Фур'є [15]. Водночас важливу інформацію про особливості

протікання процесів дефектоутворення у твердих тілах можна отримати, скориставшись ВП сигналів АЕ.

Вейвлет-перетворення – це розкид сигналу за базисом, сконструйованим із вейвлет-функцій, які отримують з однієї базової (материнської) функції шляхом її зсуву та розтягу вздовж осі часу [16]. Принципове значення має те, що за допомогою вейвлетів можна аналізувати сигнали, спектральні характеристики яких істотно змінюються у часі, і тривалість цих змін є різною. Розкладення у набір вейвлет-функцій таких сигналів гарантує проведення його локального аналізу: якщо певний коефіцієнт розкиду має велике значення, то, встановивши ділянку часу, якій він відповідає, можна її детально проаналізувати, визначити частотний склад та тривалість.

Раніше [17] для кількісної оцінки сигналів АЕ під час руйнування різних типів скломатеріалів на основі безперервного вейвлет-перетворення (БВП) запропоновано критеріальний параметр κ , який враховує параметри вимірювального тракту та особливості спектрів сигналів АЕ:

$$\kappa = \frac{WT_{\max} \Delta f_0}{\Delta f}, \quad (1)$$

де WT_{\max} – максимальне значення вейвлет-коефіцієнта для події АЕ; Δf – ширина частотної смуги в координатах $WT-f$; Δf_0 – ширина робочої смуги АЕ-тракту, що визначається конструкцією первинного перетворювача. Безперервне вейвлет-перетворення сигналів АЕ здійснювалось у програмному середовищі AGU-Vallen Wavelet [18], де за материнський матеріал вибрано вейвлет Габора. У залежності від значення експериментально встановленого критеріального параметра тип макроруйнування конструкційних матеріалів поділено на в'язке ($\kappa < 0,1$), в'язко-крихке ($0,1 \leq \kappa < 0,2$) та крихке ($\kappa \geq 0,2$) руйнування.

Результати досліджень та їх обговорення. Методику досліджень реалізували при руйнуванні під час квазістатичного розтягу полімерних зразків із провізорних матеріалів Protemp™ 4 (3M ESPE, США), Acrodent (AT СТОМА, Україна), Struktur 2SC (VOCO, Німеччина), Tempron 1-IPKG (GC, Японія), Ceramill PMMA (AmannGirrbach, Австрія). Розміри полімерних зразків показано на рис. 1.

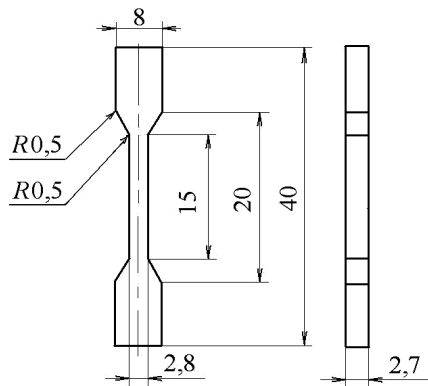


Рис. 1. Полімерні зразки.

Зразки піддавали розтягу на розривній машині типу СВР-5, розробленій в Фізико-механічному інституті ім. Г. В. Карпенка НАН України, зі швидкістю навантаження $4 \cdot 10^{-7}$ м/с. Одночасно записували АЕ-інформацію з використанням системи SKOP-8M [19] за допомогою двох вимірювальних АЕ-каналів, здійснивши відповідні налаштування: тривалість вибірки становила 0,5 мс, період дискретизації аналогового сигналу – 0,25 мкс, частота зрізу фільтра низьких частот – 1000 кГц, високих –

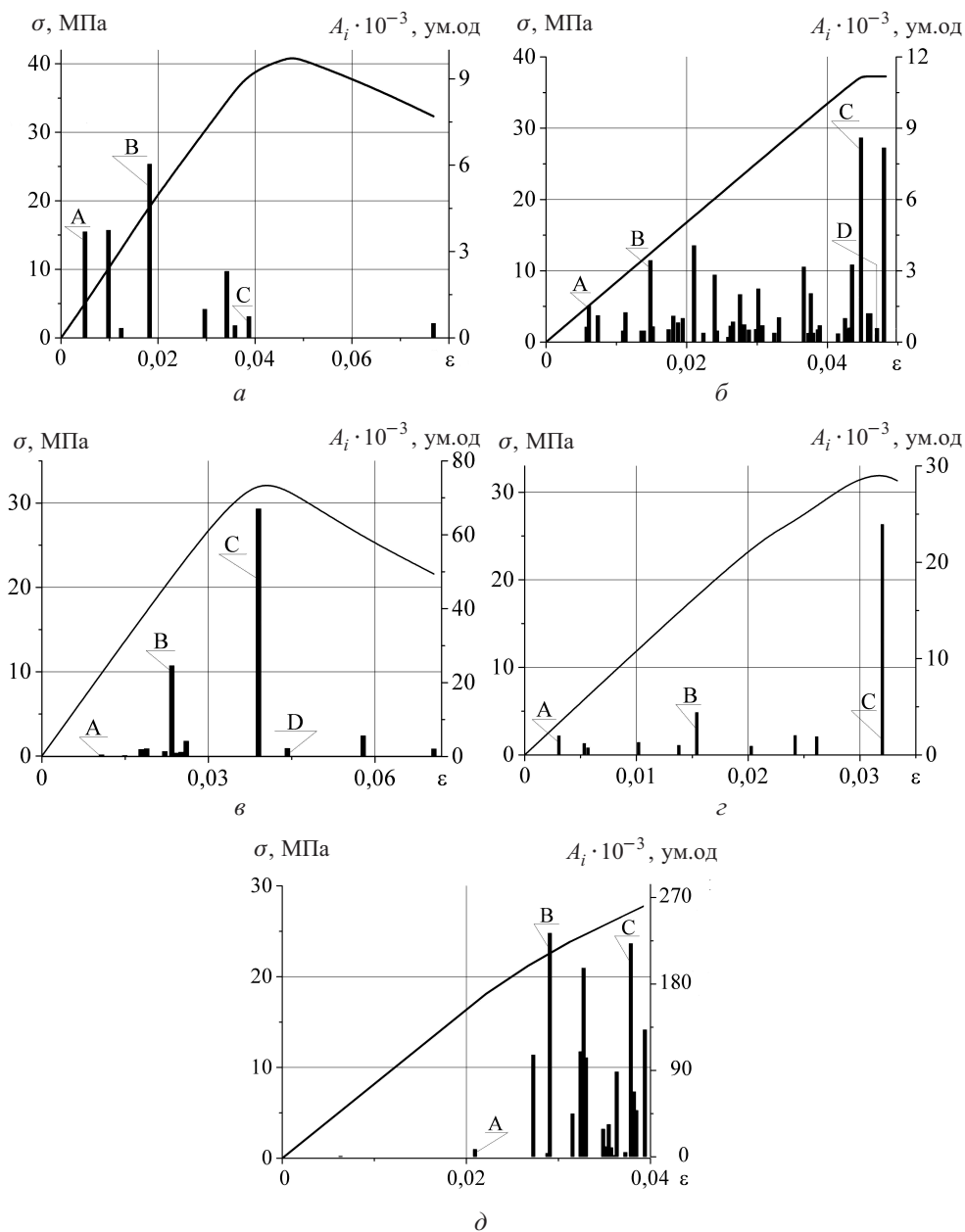


Рис. 2. Діаграми розтягу та розподіл амплітуд сигналів АЕ для зразків із полімерних матеріалів: а – Protemp; б – Acrodent; в – Struktur; з – Tempron; д – Ceramill.

100 кГц, поріг дискримінації знаходився у межах 30%. Коефіцієнт підсилення АЕ-тракту дорівнював 70 дБ (40 дБ для попереднього підсилювача). Частотну смугу вимірювального АЕ-тракту визначали за робочою частотною смугою первинного перетворювача сигналів АЕ, у даному випадку вона становила 0,2...0,6 МГц. У режимі постобробки будували діаграми розтягу і розподіл амплітуд (рис. 2) та здійснювали БВП зареєстрованих сигналів АЕ.

Із рис. 2 випливає, що всі досліджувані полімери руйнуються квазікрихко, що характерно для такого роду матеріалів [20]. Для оцінки типів руйнування полімерів

здійснювали безперервне ВП для сигналів АЕ, отриманих на початку навантаження (на рис. 2 т. А), на середній ділянці діаграми (т. В) та за досягнення критичного значення навантаження (т. С і D). Обчислені за співвідношенням (1) значення критеріального показника κ представлено у таблиці.

Значення критеріального параметра κ для відповідних сигналів АЕ за різних значень навантаження зразків полімерів (рис. 2)

Полімер	κ для точок			
	A	B	C	D
Struktur 2SC	0,01...0,04	0,5; 1,0	0,53; 1,03	0,19
Tempron 1-IPKG	0,11	0,13	0,44	–
Acrodent	0,13	0,18	0,28	0,09
Protemp™ 4	0,14	0,54	0,12	–
Ceramill PMMA	0,12	0,13; 0,46	0,29; 0,44	–

Згідно з критерієм ідентифікування типів руйнування конструкційних матеріалів за даними БВП на початкових стадіях у більшості полімерів (Tempron, Acrodent, Protemp, Ceramill) генеруються сигнали АЕ, що відповідають в'язко-крихкому руйнуванню ($0,1 \leq \kappa < 0,2$). У матеріалі Struktur спочатку з'являються сигнали АЕ, які відповідають в'язкому руйнуванню ($\kappa < 0,1$), а за подальшого навантаження переважають крихкі механізми, про що свідчать високі показники критеріального параметра відповідних сигналів АЕ ($\kappa > 0,5$). Появу сигналів АЕ з високими та низькими значеннями показника κ (таблиця) можна тлумачити як чергування макророзтріскування матеріалу з утворенням пластичних зон перед макротріщиною.

За результатами аналізу БВП особливістю сигналів АЕ, які з'являються під час крихкого руйнування, є порівняно велике значення максимального вейвлет-коефіцієнта WT_{\max} та вузька частотна смуга Δf у проекції $WT-f$ на рівні $0,7WT_{\max}$. Для БВП сигналів АЕ, які відповідають в'язкому чи в'язко-крихкому руйнуванню, величина WT_{\max} є значно меншою, ніж для крихкого, а відповідна частотна смуга суттєво ширшою. Частота f_{\max} , за якої досягається WT_{\max} , у випадку крихкого руйнування є меншою, ніж за в'язкого чи в'язко-крихкого, оскільки збільшення розмірів дефекту сприяє зменшенню домінуючої частоти відповідних пружних коливань [21].

На рис. 3 показано БВП характерних сигналів АЕ (т. В і С на рис. 2,а), які відповідають крихкому та в'язко-крихкому руйнуванню провізорного матеріалу Protemp.

У даному випадку для сигналу АЕ у т. В (рис. 2,а) за крихкого руйнування максимальний вейвлет-коефіцієнт WT_{\max} складає 0,15, ширина частотної смуги Δf у проекції $WT-f$ на рівні $0,7WT_{\max}$ – 0,11 МГц, частота f_{\max} , що відповідає WT_{\max} , – 312 кГц (рис. 3,в); для сигналу АЕ у точці С (рис. 2,а) за в'язко-крихкого руйнування – $WT_{\max} = 0,046$, $\Delta f = 0,15$ МГц, $f_{\max} = 359$ кГц (рис. 3,г).

Під час навантаження зразків полімерних матеріалів Tempron та Acrodent спостерігали чергування сигналів АЕ з більшими і меншими значеннями критеріального параметра, які аналогічно до попереднього матеріалу відповідали крихкому та в'язко-крихкому руйнуванню (таблиця). Особливістю БВП сигналів АЕ під час руйнування матеріалів Struktur та Ceramill є наявність за короткий проміжок часу декількох локальних максимумів вейвлет-коефіцієнтів. Це може означати накладання у часі різних типів руйнування, які за значеннями критеріального параметра відповідають крихкому або в'язко-крихкому.

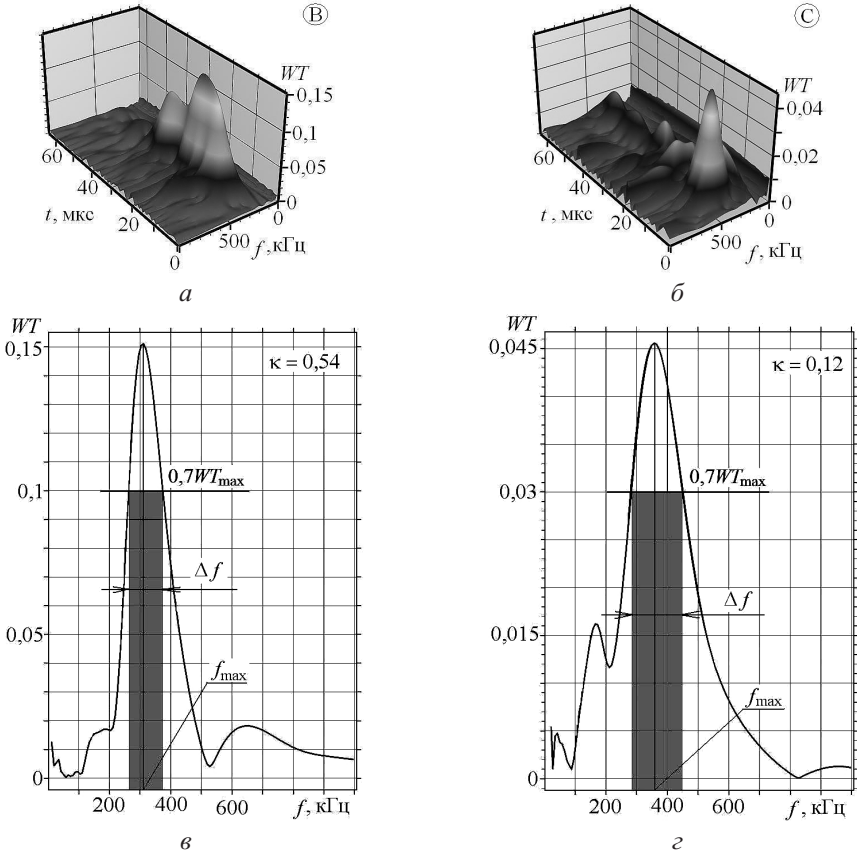


Рис. 3. Безперервне вейвлет-перетворення сигналів АЕ за крихкого (а, в) та в'язко-крихкого (б, г) руйнування матеріалу Protemp: а, б – 3D-зображення; в, г – проєкція на площину $WT - f$ у момент досягнення WT_{max} .

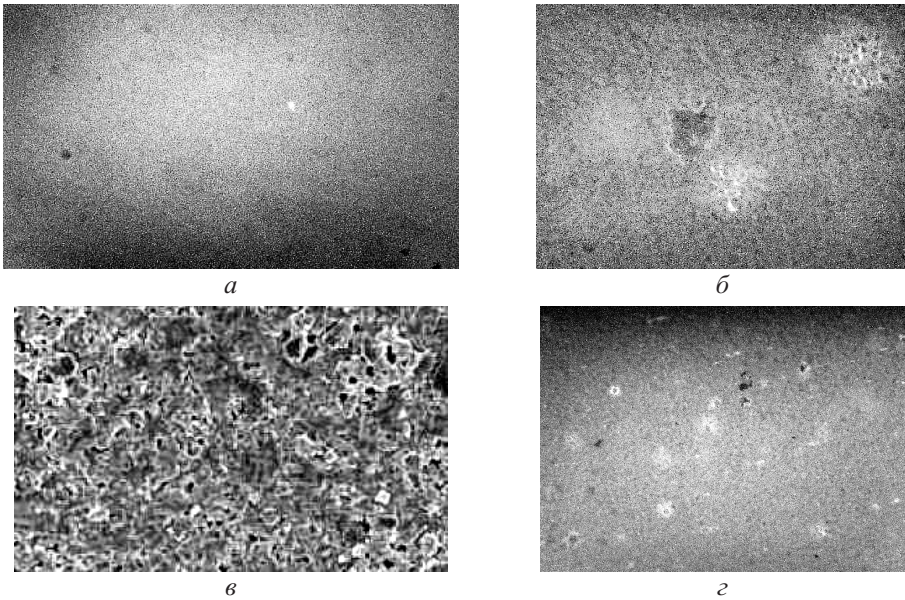


Рис. 4. Мікроструктура провізорних полімерів Protemp (а), Acrodent (б), Struktur (в) і Tempron (г).

Для розуміння природи процесів руйнування, які відбуваються під дією навантаження у полімерних матеріалах, вивчали їх мікроструктуру. Із рис. 4,а видно, що матеріал Protemp порівняно з іншими має найвищу гомогенність. Матеріал Tempgon характеризується дрібнодисперсною структурою з незначною кількістю порожнин (рис. 4,з), Acrodent має значно більшу пористість з її локальним зосередженням (рис. 4,б). Для матеріалу Struktur пори більших розмірів чергуються з кластерними ділянками мікрочастинок наповнювача. Отримані результати збігаються з представленими у роботі [4]. На основі проведеного аналізу можна пояснити те, що під час руйнування матеріалу Acrodent генерується найбільша кількість сигналів АЕ внаслідок його значної пористості, а Protemp завдяки своїй гомогенності є найменш АЕ-активним (рис. 2). Оскільки в матеріалі Struktur пори найбільших розмірів спричинюють максимальну крихкість, то й амплітуди сигналів АЕ та значення критеріального показника κ є найвищими. Особливістю полімеру Ceramill є найнижча міцність (рис. 2,д), але значне зростання АЕ-активності відбувається за навантажень більших, ніж для інших матеріалів.

Висновки

1. На основі проведеного аналізу діаграм руйнування, мікроструктури поверхні матеріалів та значень критеріального показника типів руйнування κ можна стверджувати, що всі використані в експериментах стоматологічні полімери руйнуються квазікрихко. Найміцнішим є матеріал ProtempTM 4, а найкрихкішим можна вважати Struktur 2SC. Полімер Ceramill РММА має найменшу міцність, але починає руйнуватись за навантажень, що перевищують цей показник для решти полімерів.

2. Для вивчення динаміки й ідентифікування типів руйнування полімерних матеріалів доцільно застосовувати безперервне вейвлет-перетворення сигналів АЕ. Чергування сигналів АЕ з різними значеннями критеріального показника κ свідчить про наявність в'язкого, в'язко-крихкого чи крихкого руйнування попри те, що макро-доломи зразків усіх полімерів є крихкими.

Резюме

Рассмотрены особенности разрушения полимерных материалов, используемых в стоматологической практике для изготовления временных конструкций. Показано, что под действием нагрузки в полимерах происходят различного типа разрушения (вязкое, вязко-хрупкое, хрупкое), которые чередуются между собой. По значению критеріального параметра оценены типы разрушения таких материалов при квазистатическом растяжении и осуществлено их ранжирование по показателю хрупкости.

1. Берлин А. А. Современные полимерные композиционные материалы (ПКМ) // Соросовский образоват. журн. – 1995. – № 1. – С. 57–65.
2. Balkenhol M., Ferger P., Mautner M. C., and Wöstmann B. Provisional crown and fixed partial denture materials: mechanical properties and degree of conversion // Dent. Mater. – 2007. – 23, No. 12. – P. 1574–1583.
3. Struktur 2SC // http://www.voco.com/ru/products/products/struktur_2_SC/Structur_Premium_Structur_2_RU_0710.pdf.
4. ProtempTM 4 // http://multimedia.3m.com/mws/meda-webserver?mwsId=SSSSSufSevTsZxtUOx2Bmx_GevUqevTSevTSevTSevSSSSSS-&fn=protemp_pl-clinresult.pdf.
5. Kim S. H. and Watts D. C. In vitro study of edge-strength of provisional polymer-based crown and fixed partial denture materials // Dent. Mater. – 2007. – 23, No. 12. – P. 1570– 1573.

6. Scherrer S. S., Wiskott A. H. W., Coto-Hunziker V., and Belser U. C. Monotonic flexure and fatigue strength of composites for provisional and definitive restorations // *J. Prosthet. Dent.* – 2003. – **89**, No. 6. – P. 579–588.
7. Babčić V., Perry R., and Kugel G. Selected Mechanical Properties of Temporary Crown and Bridge // <https://iadr.confex.com/iadr/2008Dallas/techprogram/abstract/99941.htm>.
8. Арутюнов С. Д., Чумаченко Е. Н. Анализ прочностных характеристик конструкционного материала “Акродент”, используемого в технологии провизорных протезов // *Панорама ортопед. стоматологии.* – 2005. – № 4. – С. 34–37.
9. Betteridge D., Connors P. A., Lilley T., et al. Analysis of acoustic emissions from polymers // *Polymer.* – 1983. – **24**, No. 9. – P. 1206–1212.
10. Betteridge D., Cridland J. V., Lilley T., et al. Acoustic emission and e.s.r. studies of polymers under stress // *Ibid.* – 1982. – **23**, No. 2. – P. 178–184.
11. Xu T., Lei H., and Xie C. S. Investigation of impact fracture process with particle-filled polymer materials by acoustic emission // *Polymer Testing.* – 2002. – **21**, No. 3. – P. 319–324.
12. Xu Y. and Mellor B. G. Application of acoustic emission to detect damage mechanisms of particulate filled thermoset polymeric coatings in four point bend tests // *Surf. Coat. Technol.* – 2011. – **205**, No. 23-24. – P. 5478–5482.
13. Choi N. S., Gu J. U., and Arakawa K. Acoustic emission characterization of the marginal disintegration of dental composite restoration // *Composites Part A: Appl. Sci. Manufact.* – 2011. – **42**, No. 6. – P. 604–611.
14. Ni Q. Q. and Iwamoto M. Wavelet transform of acoustic emission signals in failure of model composites // *Eng. Fract. Mech.* – 2002. – **69**. – P. 717–728.
15. Скальський В. Р., Ботвіна Л. Р., Станкевич О. М. та ін. Діагностування механізмів руйнування сталі 38ХНЗМФА за вейвлет-перетворенням сигналів акустичної емісії // *Техн. диагностика и неразрушающий контроль.* – 2011. – № 3. – С. 12–17.
16. Добеши И. Десять лекций по вейвлетам / Пер. с англ. – Ижевск, 2001. – 464 с.
17. Skal'skii V. R., Builo S. I., and Stankevich E. M. A criterion for evaluating the brittle fracturing of glass using acoustic emission signals // *Russian J. Nondestr. Testing.* – 2012. – **48**, No. 5. – P. 277–284.
18. Vallen Systeme: The Acoustic Emission Company // <http://www.vallen.de/products/software/wavelet>.
19. Скальський В. Р., Клим Б. П., Плахтій Р. М. та ін. Портативна система SKOP-8M для вимірювання та аналізу сигналів акустичної емісії // *Наука та інновації.* – 2010. – **6**, № 3. – С. 20–29.
20. Божидарнік В. В., Скальський В. Р., Матвіїв Ю. Я. Діагностування скловолоконних композитів методом акустичної емісії. – Київ: Наук. думка, 2012. – 255 с.
21. Скальський В. Р., Станкевич О. М., Станкевич В. З., Матвіїв Ю. Я. Амплітудно-частотні характеристики пружних коливань поверхні півпростору, послабленого дископодібною тріщиною відриву // *Мости та тунелі: теорія, дослідження, практика: Зб. наук. праць ДНУЗТ ім. В. Лазаряна.* – 2012. – Вип. 3. – С. 175–180.

Поступила 06. 05. 2014