

DOI 10.31718/2077–1096.21.3.164

УДК 616.314-089.27-17:620.179.17

Макєєв В.Ф., Кухта В.С., Курманов О.С., Ключковська Н.Р.,  
Скальський В.Р., Станкевич О.М.**ОЦІНЮВАННЯ ПАРАМЕТРІВ МІЦНОСТІ ПОЛІМЕРНИХ КОМПОЗИТІВ  
ЩО ЗАСТОСОВУЮТЬСЯ ДЛЯ ПЛОМБУВАННЯ ЗУБІВ  
МЕТОДОМ АКУСТИЧНОЇ ЕМІСІЇ**Львівський національний медичний університет імені Данила Галицького  
Фізико-механічний інститут імені Г.В. Карпенка НАН України, м. Львів

*Метою дослідження є створення методики та здійснення механічних випробувань на предмет визначення міцнісних характеристик стоматологічних композитів із позицій лінійної механіки руйнування та із застосуванням явища акустичної емісії із визначенням особливостей зародження та розвитку руйнування стоматологічних композитів світлової полімеризації під дією квазістатичного навантаження локального стиску. Для порівняльних досліджень обрані наступні гібридні стоматологічні композити вітчизняного та зарубіжного виробництва: Latelux (Latus, Україна), TETRIC N-CERAM (Ivoclar Vivadent, Ліхтенштейн), CHARISMA CLASSIC (Kulzer, Німеччина). Для випробувань за темою досліджень використовували дискові зразки діаметром 13 мм та товщиною 5 мм по 10 зразків кожного матеріалу, які були виготовлені у спеціально розробленій формі. Пакування і формування матеріалу у форму проводили в лабораторних умовах за температури повітря 18 – 21<sup>0</sup> С. Перед випробуваннями зразки витримували протягом 24 год. за температури 37<sup>0</sup> С у фізіологічному розчині. Зразки навантажували на установці СВР-5 за допомогою кульового індентора. Під час експериментів одночасно записували акустико-емісійну інформацію за допомогою виміральної системи SKOP-8. У режимі постпрацювання будували залежності зміни навантаження впродовж експерименту, розподіл амплітуд зареєстрованих сигналів акустичної емісії та їх суми від часу. З отриманих залежностей визначали навантаження руйнування, переміщення індентора, та вивчали особливості руйнування композитів на основі аналізу генерування акустичної емісії під дією навантаження. Аналіз параметрів сигналів акустичної емісії показав, що найбільшу амплітуду та енергію мали сигнали, під час руйнування композиту Tetric N-Ceram, найменшу – Latelux.*

Ключові слова : полімерні композити, міцність, метод акустичної емісії

*Дослідження проведені в рамках науково-дослідної роботи кафедри ортопедичної стоматології Львівського національного медичного університету імені Данила Галицького "Розпрацювання та удосконалення методів діагностики, клінічних методів та технологічних засобів комплексного лікування дефектів зубних рядів, деформації і щкоджень зубо-щелепної системи" (номер державної реєстрації 011U000112)*

**Вступ**

Через високу інтенсивність та значну поширеність провідне місце серед актуальних проблем сучасної стоматології посідає ураження зубів карієсом: руйнування зубів, утворення порожнин та інфекції кореневих каналів [1,2,3,4]. Усі ці проблеми зумовлені бактеріальною інфекцією зубів, яка пошкоджує структуру зуба [5]. Для лікування пошкодженого зуба стоматологи рекомендують видалення карієсу та заповнення порожнин відповідними матеріалами.

На сьогодні полімерні композити широко використовують для реставрації зубів через такі їхні властивості, як біосумісність, естетичні, антибактеріальні і нетоксичні характеристики порівняно зі старими пломбувальними матеріалами. Вони мають добрі фізико-механічні, термічні і трибологічні властивості [6]. Для заповнення порожнин переважно використовують стоматологічні полімерні композити на основі бісфенолу А-гліциділметакрилату (Bis-GMA), який має низьку полімеризаційну усадку і високу в'язкість. Уретандиметакрилат (UDMA) має меншу в'язкість, але вищу міцність, ніж Bis-GMA, ним можна замінити останній. Для зни-

ження в'язкості і як розріджувачі в стоматологічних композитах застосовують триетилєнгліко-льдиметакрилат (TEGDMA) і 2-гідроксietилметакрилат (HEMA) [7,8,9,10]. Останнім часом для зміцнення стоматологічних полімерних композитів широко використовують наноаповнювачі з обробкою силаном [11].

Поява нових композитних матеріалів з різними властивостями сприяє диференційованому використанню в кожному конкретному клінічному випадку пломбувального матеріалу з урахуванням механічних характеристик, фізіологічного стану зуба, розміру дефекту, віку пацієнта та активності каріозного процесу [12].

За останнє десятиліття композитні стоматологічні реставраційні матеріали значно розвинулись [13]. Хоча ще існують проблеми з напруженнями стиску внаслідок полімеризації, суттєвими відмінностями в коефіцієнті теплового розширення композитів порівняно зі структурою зуба і з деякою чутливістю методик, постійно тривають роботи зі створення нових композитів, удосконалення технологій наноаповнювача і поліпшення системи зв'язування, які можуть вирішити ці проблеми [14]. Зі зростанням потреб пацієнтів в естетичних рестав-

раціях використання композитних матеріалів прямого наповнення збільшуватиметься і надалі.

Сьогодні під назвою “композиційні матеріали”, “композити” розуміють матеріали, які поєднують дві фази: органічну – органічної матриці (акрилової основи) та неорганічну – неорганічного наповнювача, уведеного до матриці для поліпшення властивостей композиту. Крім того, до їх складу можуть входити силани, ініціатори полімеризації, стабілізатори, барвники та пігменти [14].

Підсилюючу фазу в стоматологічних композитах зазвичай утворюють частинки барієвого скла, кераміки, кварцу, кремнію діоксиду тощо. Їх додавання до органічної матриці підвищує міцність та зносостійкість, зменшує усадку та знижує температурне розширення композиту.

Залежно від кількості неорганічного наповнювача, стоматологічні композити поділяють на сильно наповнені (понад 75% наповнювача) та слабо наповнені (66% або менше). Перші стійкі до жувального тиску, а тому універсальні в застосуванні, другі використовують, коли реставрація або пломба не зазнають жувального тиску.

Сучасна стоматологія значно розвинулась за останні кілька десятиліть. Нові методи змінили традиційні підходи до лікування, оскільки застосування нових стоматологічних матеріалів дає кращі результати.

Водночас важливе значення для використання та розроблення нових матеріалів має дослідження їх механічних, фізичних, теплових властивостей, біосумісності, чутливості методик, режимів та швидкості виходу з ладу реставрацій упродовж їх клінічного застосування [15,16,17].

Одним із методів визначення фізико-механічних властивостей композитних пломбувальних матеріалів є метод акустичної емісії (АЕ).

Метод АЕ, який ґрунтується на реєстрації та опрацюванні пружних хвиль, що виникають внаслідок формування, зміни та руйнування структури різних матеріалів, на сьогодні є найефективнішим для вивчення процесів і стадій розвитку дефектності їх структури [18]. Він може виявити зародження руйнування, початкове розташування пошкоджень, їх поширення, точно встановити максимальну міцність матеріалу та виявити механізми руйнування. Перевагами методу є можливість отримання інформації про руйнування уже на ранніх стадіях, а також його висока чутливість, оскільки дає змогу виявляти навіть невеликі дефекти.

Три типи стоматологічних композитів (мікротамакронаповнені, гібридні) вивчали у праці [19, 20], використовуючи метод АЕ. Визначали

міцність на згин та в'язкість руйнування за триточкового згину.

Стійкість до руйнування стоматологічних композитів, використовуючи триточковий згин та метод АЕ, вивчали у праці [21]. Досліджували три групи зразків: неармований композит BelleGlass HP (NRC), однонапрявлений (UFRC) та мультнапрявлений (MFRC), який одночасно включав однонаправлені Stick і мультнаправлені StickNet волокна. Встановили, що напруження та амплітуди сигналів АЕ початку руйнування значно нижчі, ніж остаточного. Найвищі напруження початку та повного руйнування мав однонапрявлений композит.

Нову методику вимірювання міцності зв'язку між композитом та дентином подано у праці [22]. Досліджували діаметральним стиском зразки композиту у вигляді диску, які містили в середині частину дентину з внутрішньоканальним штифтом або без нього.

За аналогічною методикою досліджували міцність зв'язку між композитами та дентином у праці [23]. Зразки виготовляли у формі дисків (діаметром 5 мм та товщиною 2 мм) із двох композитів Z100 та Filtek Z250, які стискали діаметрально. Для відновлення зубів використали три адгезивні системи Adper Easy Bond, Adper Scotchbond Multi-Purpose і Adper Single Bond. Методом АЕ та кореляції цифрових зображень моніторили відшарування композиту від дентинного кільця. Міцність з'єднання до руйнування під навантаженням визначали за допомогою методу скінчених елементів. Використовуючи метод сканівної електронної мікроскопії, вивчали механізми руйнування.

Полімеризаційну усадку, модуль пружності та усадкові напруження двох об'ємонаповнених композитів із великою в'язкістю (SonicFill (SF)/Tetric N-Ceram Bulk-Fill (TNB)) та двох із низькою (Filtek Bulk-Fill (FB)/SureFil SDR Flow (SDR)), а також традиційних із великою (Filtek Z250 (Z250)) та низькою (Filtek Z350 XT Flowable (Z350F)) в'язкістю композитів визначали у праці [24]. Аналіз АЕ використали для оцінювання міжфазного розшарування між зубом та композитом під час полімеризації у порожнинах класу I на молярах. У композитах із низькою в'язкістю виявили більшу усадку та нижчий модуль пружності, ніж у композитах із великою в'язкістю.

На усадкові напруження впливають декілька чинників, наприклад, властивості матеріалу, методика відновлення і конфігурація порожнини. Останній чинник часто характеризують C-коефіцієнтом реставрації, який визначають як співвідношення зв'язаних ділянок до незв'язаних [25, 26]. У праці [27] вивчали *in vitro* вплив C-коефіцієнта на міжфазне розшарування під час полімеризації композитних рестав-

рацій (композит Z100), використовуючи метод АЕ.

Метод АЕ та скінчено-елементний аналіз застосували для дослідження композитів на основі метакрилату (Clearfil AP-X) та силорану (Filtek P90) під час реставрації зубів із різними С-коефіцієнтами [28].

У праці [29] оцінювали вплив глибини порожнини (класу I) і типу композиту на міжфазне розшарування. Порожнини (глибиною 2 та 4 мм) відновлювали за допомогою традиційного пастоподібного (Filtek Z100), текучого (G-Unial Universal Flo), об'ємнонаповненого (Tetric EvoCeram Bulk Fill) та об'ємнонаповненого текучого (SDR) композитів. Сигнали АЕ реєстрували від початку полімеризації протягом 20 хв. Встановили, що як тип композиту, так і глибина порожнини впливають на кількість АЕ подій.

Репрезентативні мікроскопічні зображення показали більшу площу розшарування для порожнини глибиною 4 мм.

Аналогічні дослідження виконували для трьох груп стоматологічних композитів із різним рівнем усадки у праці [30].

У працях [31, 32] використовували метод АЕ для виявлення міжфазного розшарування зуба і композитного матеріалу під час відновлення та вивчення впливу композиту та адгезиву на характеристики АЕ. Визначили усадку під час полімеризації, максимальну швидкість усадки, модуль згину і усадкові напруження трьох композитів (універсального гібридного на основі метакрилату (Filtek Z250), рідкого (Filtek Z350 flowable) і на основі силорану (Filtek P90)), використовуючи для відновлення п'ять різних адгезивних систем (Scotchbond-Multipurpose, Single-Bond-2, Clearfil-SE-Bond, Easy-Bond, P90-System-Adhesive).

Досліджуючи усадку під час полімеризації стоматологічного композиту у штучному зубному кільці з порожниною I класу, у праці [33] ідентифікували сигнали АЕ, які супроводжували руйнування композиту або адгезивного шару. Для цих сигналів амплітуди були в діапазоні 25...45 дБ, а частоти 100...200 кГц або 240...300 кГц.

У праці [34] перевіряли *in vitro* вплив різних способів протоколів полімеризації (попереднє нагрівання, час дії світлового потоку та додавання олігомера) об'ємнонаповнених композитів на усадкові напруження, зміну внутрішньопульпової температури та ступінь конверсії. Для оцінювання усадкових напружень використали метод АЕ.

Отже, як свідчить аналіз літературних джерел, метод АЕ є ефективним інструментарієм моніторингу в реальному часі процесів руйнування стоматологічних композитів.

## Мета дослідження

Визначення параметрів міцності різних типів стоматологічних композитів за квазістатичного навантаження з використанням методу акустичної емісії (АЕ), який характеризується високою чутливістю до зародження і розвитку руйнування матеріалу в його малому об'ємі.

## Матеріали і методи дослідження

Для порівняльних досліджень обрані наступні гібридні стоматологічні композити вітчизняного та зарубіжного виробництва.

LATELUX (*Latus, Україна*). Latelux призначений для використання у терапевтичній стоматології для пломбування каріозних порожнин усіх класів за Блеком, відновлення анатомічної форми і особливо для естетичної реставрації коронкових частин передніх зубів [35].

Tetric N-Ceram (*Ivoclar Vivadent, Ліхтенштейн*). Tetric N-Ceram – фотополімерний рентгеноконтрастний наногібридний композит для прямих реставраційних процедур у фронтальному та жувальному відділах [36].

CHARISMA CLASSIC (*Kulzer, Німеччина*). Charisma Classic – фотополімерний рентгеноконтрастний мікрогібридний наповнений композит, що представляє друге покоління технології наповнювачів Microglass [37].

Для випробувань використовували дискові зразки діаметром 13 мм та товщиною 5 мм. Зважаючи на особливості світлової полімеризації стоматологічних композитів (обмежена товщина одного шару), для підготовки експериментальних зразків виготовили спеціальну форму з отворами конічної форми (рис. 1). Така конструкція забезпечує можливість освітлення зразка фотополімеризаційним світлом із двох сторін. Форма розрахована на одночасне виготовлення 10 зразків товщиною до 6 мм.

Для проведення досліджень виготовили по 10 зразків кожного стоматологічного полімерного композиту. Пакування і формування матеріалу у форму проводили в лабораторних умовах за температури повітря 18 – 21<sup>0</sup> С.

Форму для виготовлення зразків розташовували на гладкому склі товщиною 3 мм. У комірці, зі сторони протилежної до скла, малими порціями, вносили відповідний композит світлового затвердіння з подальшою конденсацією до скла та стінок комірки за допомогою стоматологічного штопфера для композитів (тип Ladmore, TNBBL2, виробник: Hu-Friedy). Після заповнення усієї комірки відповідним матеріалом за допомогою гладилки для композитів (тип Goldstein, TNCIGFT4, виробник: Hu-Friedy) усували зайвий матеріал, шляхом згладжування поверхні композиту до рівня комірки.

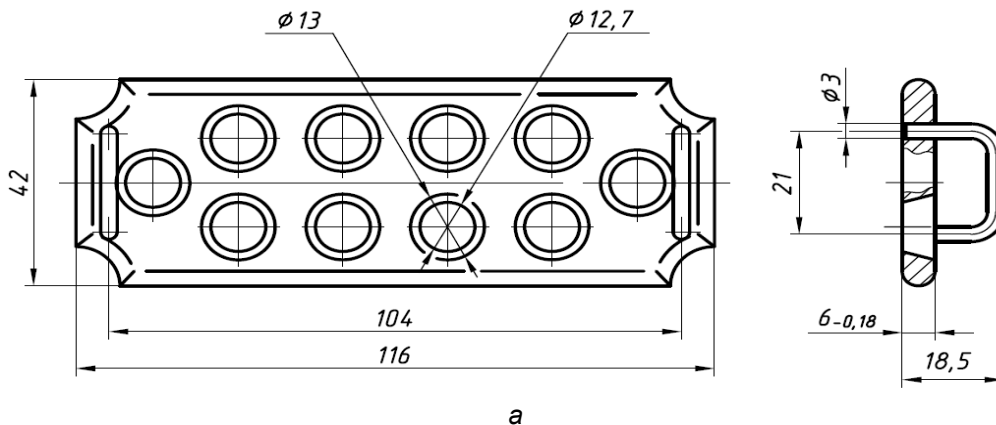


Рисунок 1 – Конструкція форми (а) для виготовлення дискових зразків зі стоматологічних композитів та її загальний вигляд (б)

Далі проводили полімеризацію відповідного матеріалу за допомогою ультрафіолетового опромінення з довжиною хвилі 420...480 нм з інтенсивністю світлового потоку 2,0...2,2 мВ/см<sup>2</sup> (TURBO Program), використовуючи світлодіодну безпроводну фотополімерну лампу Bluephase 20i (G2) (Ivoclar Vivadent). Спочатку світловий потік скеровували зі сторони протилежної до скла, підносячи світловод фотополімерної лампи максимально близько, але не торкаючись до поверхні матеріалу у комірці. Експозиція становила 20 секунд. Далі здійснювали полімеризацію матеріалу зі сторони гладкого прозорого скла, приставляючи щільно до скла світловод зазначеного вище джерела світла навпроти комірки з композитом протягом 20 секунд. Описану процедуру проводили по-

слідовно у кожній із 10 комірок. Після полімеризації матеріалу в усіх комірках скло відділяли від кювети і протягом 10 секунд освітлювали кожен з поверхонь ще раз. Далі поверхню зразків обережно шліфували абразивним папером (абразивність 320 гріт). Полірування зразків здійснювали до появи сухого блиску поверхні, після чого кожен із них оглядали візуально з метою виявлення можливих дефектів у товщі, дефектів полімеризації і структури, що могло призвести до хибних результатів під час проведення випробувань [38]. Перед випробуваннями зразки витримували протягом 24 год. за температури 37<sup>0</sup> С у фізіологічному розчині.

На рис. 2 показано загальний вигляд зразків перед випробуваннями.

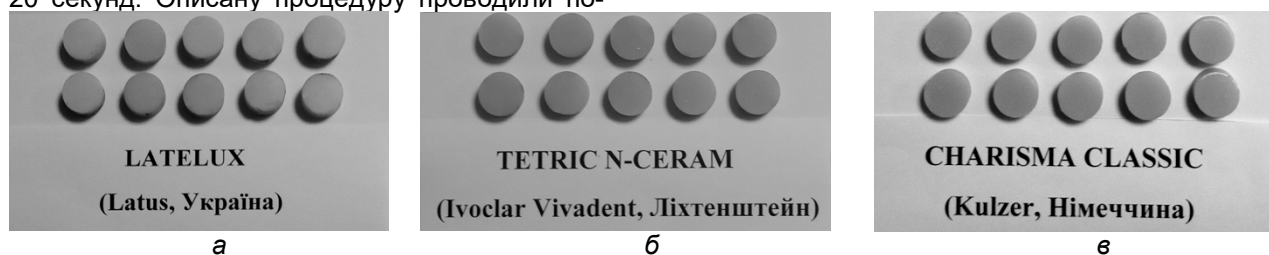


Рисунок 2. Загальний вигляд зразків стоматологічних композитів: а – Latelux; б – Tetric N-Ceram; в – Charisma Classic

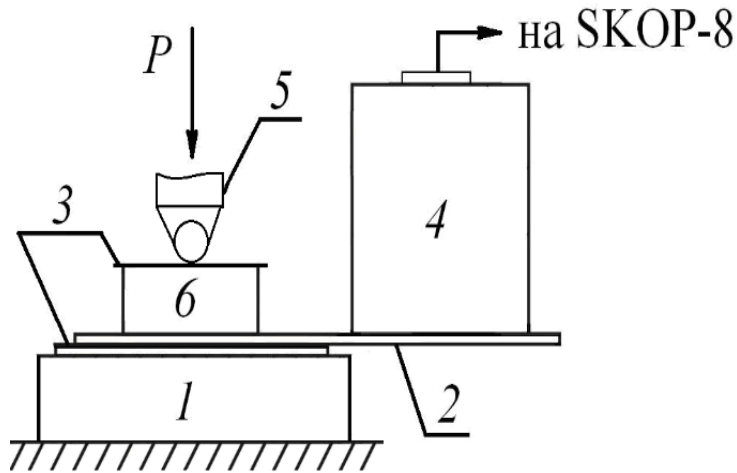


Рисунок 3. Схема експериментальних досліджень

Зразки навантажували на установці СВР-5 за допомогою кулькового індентора (діаметр кульки  $D = 4$  мм сталь ШХ15, модуль пружності  $E_1 = 211$  ГПа, коефіцієнт Пуассона  $\nu_1 = 0,25$ ) зі швидкістю його переміщення  $0,002$  мм/с.

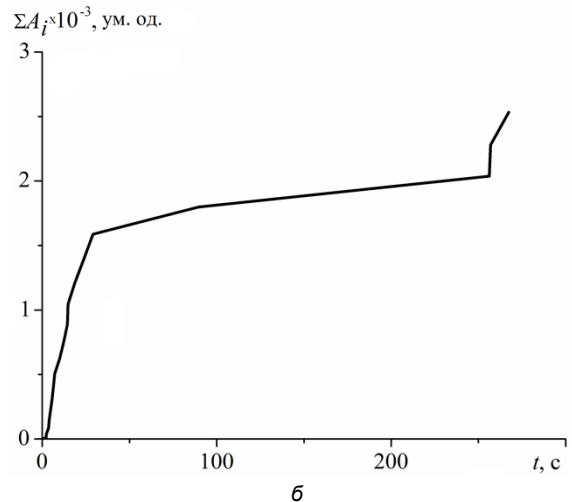
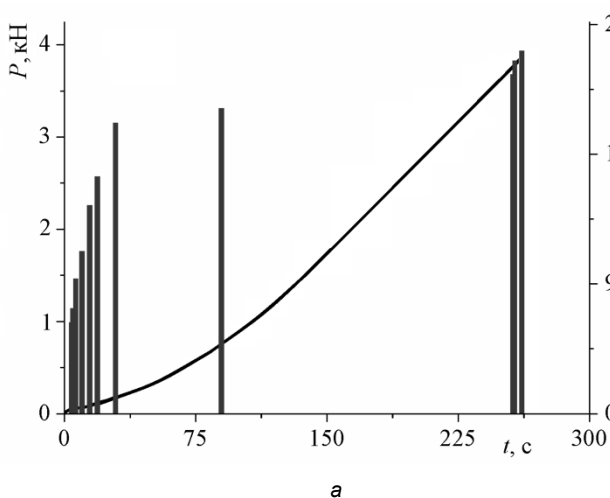
На рис. 3 представлено структурну схему навантаження та відбору АЕ-інформації. Зразок 6 встановлювали на опорі 1, навантаження здійснювали за допомогою кулькового індентора 5. Для усунення завад від тертя зразка 6, опори 1 і кулькового індентора 5 між ними використовували відповідні прокладки 3. Для відбору АЕ-інформації на хвилевід 2 встановлювали ПАЕ 4, використавши для забезпечення кращого акустичного контакту спеціальне мастило – літол-24. Під час експериментів одночасно записували акустико-емісійну інформацію за допомогою виміральної системи SKOP-8.

У режимі постопрацювання будували залежності зміни навантаження впродовж експерименту, розподіл амплітуд зареєстрованих сигналів АЕ та їх суми від часу. З отриманих залежностей визначали навантаження руйнування, переміщення індентора, та вивчали особливості руйнування композитів на основі аналізу генерування АЕ під дією навантаження [39].

#### Результати дослідження та їх обговорення

На рис. 4 зображено типові залежності зміни навантаження з розподілом амплітуд та зміни суми амплітуд сигналів АЕ від часу.

Із рис. 4 (а, в, д) бачимо, що під час навантаження зразків реставраційних полімерів руйнування у різних матеріалах протікає по-різному. На початковому етапі навантаження (у часових межах до 50 с від початку експерименту) у всіх зразках спостерігали активне генерування сигналів АЕ, що викликане втисканням кульки індентора у поверхню зразка.



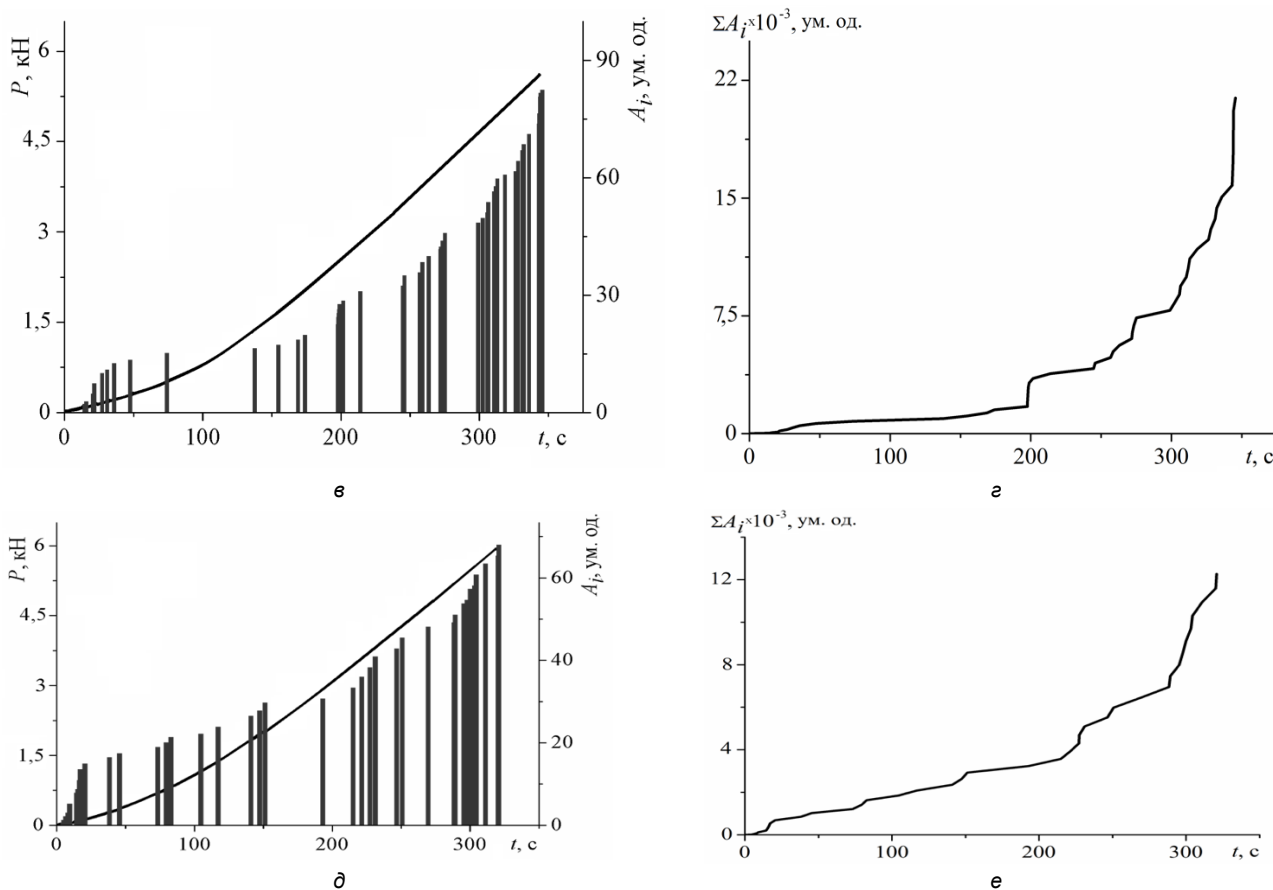


Рисунок 4. Типові залежності зміни навантаження із розподілом амплітуд (а, в, д) та зміни суми амплітуд (б, г, е) сигналів АЕ від часу за навантаження локальним стиском композитів (1 ум. од. = 100 мкВ): а, б – Latelux; в, г – Tetric N-Ceram; д, е – Charisma Classic

За подальшого зростання навантаження у зразках Latelux (рис. 4, а) генерувались поодинокі сигнали АЕ, кількість яких стрімко зростала на кінцевому етапі експерименту, що свідчить про інтенсифікацію поширення тріщин у зразку аж до поділу його на частини. Така особливість генерування відображається у наявності тривалого плато впродовж експерименту на графіку суми амплітуд сигналів АЕ (рис. 4, б) та його різкого стрибка на прикінцевому етапі. Середнє значення суми амплітуд становить  $2,23 \pm 0,34$  ум. од.

Під час навантаження стиском кульковим індентором зразків Tetric N-Ceram (рис. 4, в) сигнали АЕ генерувались значно активніше, ніж у випадку композиту Latelux. Це свідчить про інтенсивніше протікання руйнування в матеріалі і підтверджується аналізом зруйнованих фрагментів зразків: під час навантаження у зразках очевидно поширювалась численні тріщини, що призвело до поділу їх на велику кількість частин. Середнє значення суми амплітуд становить  $17,57 \pm 4,24$  ум. од., що на порядок перевищує аналогічний показник для матеріалу Latelux, а плато на графіку зміни суми амплітуд (рис. 4, г) має значно меншу тривалість.

На відміну від інших матеріалів особливістю руйнування композиту Charisma Classic (рис. 4,

д) є те, що згідно з АЕ процес утворення та поширення нових дефектів у ньому під дією навантаження триває майже безперервно. Середнє значення суми амплітуд (рис. 4, е) становить  $18,62 \pm 6,39$  ум. од., що загалом співмірно з випадком матеріалу Tetric N-Ceram.

За експериментальними даними переміщення індентора для різних матеріалів під час навантаження мало відрізняється, однак із рис. 4 бачимо, що час до повного руйнування зразків із різних матеріалів різний. Хоча міцність полімеру Tetric N-Ceram не найбільша (табл. 3.1), середній час до повного руйнування складає  $317,53 \pm 55,85$  с і є найбільший серед інших. Деяко менший аналогічний показник для композиту Charisma Classic з найбільшою міцністю –  $311,73 \pm 15,02$  с, найменший для композиту Latelux –  $284,67 \pm 35,92$  с.

У табл. 1 подано діапазони числових значень енергетичного параметра для різних типів руйнування у стоматологічних композитах. Найбільші значення енергетичного показника мали сигнали АЕ під час руйнування Tetric N-Ceram, найменші – Latelux. Для матеріалу Charisma Classic не вдалось зареєструвати сигнали АЕ, що супроводжували пластичну деформацію.

За спектральним аналізом сигналів АЕ

встановили, що пластичну деформацію супроводжували сигнали АЕ з частотним діапазоном 300...350 кГц, мікротріщиноутворення –

200...240 кГц, поширення макротріщин – 110...130 кГц.

Таблиця 1.  
Діапазони значень критеріального параметра  $E_{WT}$  для стоматологічних композитів

Назва пластмаси	Тип руйнування		
	пластична деформація	поширення мікротріщин	поширення макротріщин
Latelux	$0,0068 \leq E_{WT} < 0,01$	$0,018 \leq E_{WT} \leq 0,096$	$0,1 \leq E_{WT} \leq 0,8$
Tetric N-Ceram	$0,0082 \leq E_{WT} < 0,01$	$0,042 \leq E_{WT} \leq 0,1$	$0,1 \leq E_{WT} \leq 2,32$
Charisma Classic	–	$0,039 \leq E_{WT} \leq 0,091$	$0,1 \leq E_{WT} \leq 1,35$

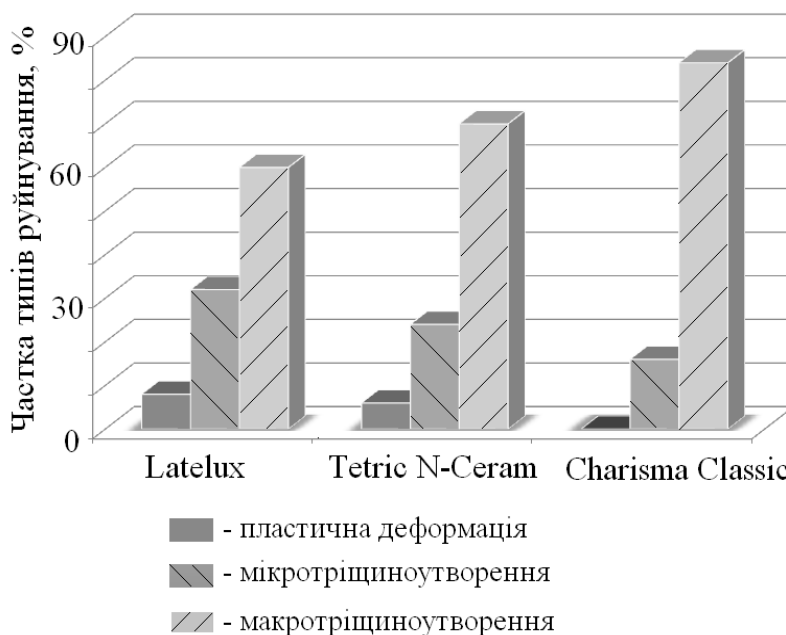


Рисунок 5. Частка різних типів руйнування стоматологічних композитів

На рис. 5 подано розподіл кількості сигналів АЕ, що характеризують кожний тип руйнування у відсотках від загальної кількості зареєстрованих. Бачимо, що під час локального стиску стоматологічних композитів переважає високоенергетичне в'язко-крихке та крихке руйнування, що свідчить про поширення під навантаженням у матеріалах мікро- та макротріщин різної площі.

### Висновок

Визначено, що характер руйнування всіх композитів однаковий: пружно-пластичний на початковому етапі навантаження з переходом до крихкого за його подальшого зростання. Спостерігаються три типи руйнування композитів: правильний, неправильний та змішаний. Перший переважав під час руйнування під дією локального навантаження композиту Latelux, для матеріалів Tetric N-Ceram та Charisma Classic характерний змішаний тип руйнування.

У перспективі подальших досліджень, планується подальше визначення міцностних харак-

теристик гібридних композитів для пломбування зубів під час їх локального навантаження.

### Література

1. Khomenko LO, Bidenko NV, Ostapko OI, et al. Kontrol' nad kariесom zuba: evoliutsiia kontseptcii [Control of tooth caries: evolution of concepts]. Detskaia stomatologіia. 2013; 1(8): 53–65. (Ukrainian)
2. Borisenko AV. Sekrety lecheniya kariyesa i restavratsii zubov [Secrets of caries treatment and dental restoration]. K.: Kniga plyus, 2002. 544 s. (Russian)
3. Ostapko OI. Urazhenist kariесom postiinykh zubiv u ditei riznykh rehioniv Ukrainy ta ekolohichniy vplyv dovkillia [Caries incidence of permanent teeth in children of different regions of Ukraine and ecological impact of the environment]. Profilaktychna ta dytiacha stomatolohіia. 2010; 1(2): 43–46. (Ukrainian)
4. Ostapko OI. Khimichnyy sklad emali ta stan tverdykh tkanyn postiinykh zubiv u ditei v riznykh za ekolohichnoiу sytuatsіiу rehionakh Ukrainy [Chemical composition of enamel and the condition of hard tissues of permanent teeth in children in ecologically different regions of Ukraine]. Novyny stomatolohіi. 2007; 4: 38–42. (Ukrainian)
5. Wu YR, Chang CW, Ko CL, et al. The morphological effect of calcium phosphates as reinforcement in methacrylate-based dental composite resins on mechanical strength through thermal cycling. Ceram. Int. 2017; 43: 14389–14394.
6. Wille S, Hölken I, Haidarschin G, Adlung R, Kern M. Biaxial flexural strength of new Bis-GMA/TEGDMA based composites with different fillers for dental. Dent. Mater. 2016; 32: 1073–1078.

7. Shin S, Kim YJ, Toan M, et al. Property enhancement of dental composites prepared with an isosorbide-based photocurable compound by mixing with TEGDMA. *Eur. Polym. J.* 2017; 92: 338–345.
8. Aguiar AE, da Silva LG, de Paula Barbosa HF, et al. Synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> fillers by sol-gel method for dental resin composites. *J. Non-Cryst. Solids.* 2017; 458: 86–96.
9. Srivastava R, Wolska J, Walkowiak-Kulikowska J, et al. Fluorinated bis-GMA as potential monomers for dental restorative composite materials. *Eur. Polym. J.* 2017; 90: 333–343.
10. Okulus Z, Voelkel A. Mechanical properties of experimental composites with different calcium phosphates fillers. *Mater. Sci. Eng. C.* 2017; 78: 1101–1108.
11. Ai M, Du Z, Zhu S, et al. Composite resin reinforced with silver nanoparticles laden hydroxyapatite nanowires for dental application. *Dent. Mater.* 2017; 33: 12–22.
12. Moskalenko AM. Efektyvnist zastosuvannya plomбуvalnykh materialiv rіznykh klasiv dlia restavratsii bichnykh zubiv [Different filling materials efficiency for distal teeth restoration]. *Profіlaktichna ta dytiacha stomatolohiia.* 2013; 2(9): 40–44. (Ukrainian)
13. Yadav R, Kumar M. Dental restorative composite materials: a review. *Journal of Oral Biosciences.* 2019; 61: 78–83.
14. Nidzelskyi MYa, Korotetska-Zinkevych VL. Stomatolohichni kompozytni materialy, yikh vlastyvoli ta zastosuvannya [Dental composite materials, their properties and applications]. *VISNYK VDNZU "Ukrainska medychna stomatolohichna akademiia".* 2012; 12: 4(40): 222–224. (Ukrainian)
15. Ravi RK, Alla RK, Shammam M, Devarhulii A. Dental composites – a versatile restorative material: a review. *Indian Journal of Dental Sciences.* 2013; 5(5): 111–115.
16. Zhou X, Huang X, Li M, et al. Development and status of resin composite as dental restorative materials. *Journal of Applied Polymer Science.* 2019; 48180.
17. Riva YR, Rachman SF. Dental composite resin: a review. *AIP Conference Proceedings.* 2019; 2193(1): 5139331.
18. Nazarchuk Z, Skalskyi V, Serhiyenko O. Acoustic emission. Methodology and Application. Springer International Publishing AG. 2017; XIV: 283.
19. Kim KH, Park JH. Fracture toughness and acoustic emission behavior of dental composite resins. *Engineering Fracture Mechanics.* 1991; 40(415): 811–819.
20. Kim KH, Park JH, Imai Y, Kishi T. Fracture behavior of dental composite resin. *Boi-Medical Materials and Engineering.* 1991; 1(1): 45–57.
21. Ereifej NS, Oweis YG, Altarawneh SK. Fracture of fiber-reinforced composites analyzed via acoustic emission. *Dental Materials Journal.* 2015; 34(4): 417–424.
22. Huang SH, Lin LS, Rudney J, et al. A novel dentin bond strength measurement technique using a composite disk diametral compression. *Acta Biomaterialia.* 2012; 8: 1597–1602.
23. Carrera CA, Chen YC, Li Y, et al. Dentin-composite bond strength measurement using the Brazilian Disk Test. *Journal of Dentistry.* 2016; 52: 37–44.
24. Kim R-J-Y, Kim Y-J, Choi N-S, Lee I-B. Polymerization shrinkage, modulus, and shrinkage stress related to tooth-restoration interfacial debonding in bulk-fill composites. *Journal of Dentistry.* 2015; 43(4): 430–439.
25. Braga RR, Boaro LC, Kuroe T, et al. Influence of cavity dimensions and their derivatives (volume and 'C' factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations. *Dental Materials.* 2006; 22(9): 818–823.
26. Watts DC, Satterthwaite JD. Axial shrinkage-stress depends upon both C-factor and composite mass. *Dental Materials.* 2008; 24(1): 1–8.
27. Liu X, Li H, Li J, et al. An acoustic emission study on interfacial debonding in composite restorations. *Dental Materials.* 2011; 27: 934–941.
28. Park J-H, Gu J-U, Choi N-S. Acoustic emission characteristics of methacrylate-based composite and silorane-based composite during dental restoration according to a variety of C-factor. *Journal of Mechanical Science and Technology.* 2017; 31(9): 4067–4072.
29. Ende A, Lise DP, Munck JDe, et al. Strain development in bulk-filled cavities of different depths characterized using a non-destructive acoustic emission approach. *Dental Materials.* 2016; 33(4): e165–e177.
30. Yang B, Guo J, Huang Q, et al. Acoustic properties of interfacial debonding and their relationship with shrinkage stress in Class-I restorations. *Dental Materials.* 2016; 32: 742–748.
31. Cho NY, Ferracane JL, Lee IB. Acoustic emission analysis of tooth-composite interfacial debonding. *Journal of Dental Research.* 2013; 92(1): 76–81.
32. Cho NY. Time domain analysis of de-bonding of composite – tooth interface using acoustic emission. 24<sup>th</sup> American Dental Research & Future Dentistry & 3<sup>rd</sup> Annual Meeting on Pedodontics and Geriatric Dentistry. 2018; 8: 60.
33. Gu JU, Arakawa K, Choi N-S. Time-based characteristics of acoustic emission during dental composite restoration. *Transactions of the Korean Society of Mechanical Engineers A.* 2011; 35(2): 169–174.
34. Erhardt MCG, Goulart M, Jacques RC, et al. Effect of different composite modulation protocols on the conversion and polymerization stress profile of bulk-filled resin restorations. *Dental Materials.* 2020; 36(7): 829–837.
35. Latelux (Sistemnyi kompleks) [Internet]. – Available from: <http://www.latus.com.ua/ru/products/plombirovochnyye-materialy/latelux-syst.html>
36. Ivoclar Vivadent. Tetric N-Ceram. Efficient restoration of anterior and posterior teeth [Internet]. – Available from: <https://highlights.ivoclarvivadent.com/dentist/en-asian/tetric-n-ceram>
37. Kulzer. Charisma Classic [Internet]. – Available from: [https://www.kulzer.com/int2/int/dentist/products\\_from\\_a\\_to\\_z/charisma\\_1/charisma\\_classic.aspx](https://www.kulzer.com/int2/int/dentist/products_from_a_to_z/charisma_1/charisma_classic.aspx)
38. GOST R 56924-2016 (ISO 4049:2009) Stomatologiya. Materialy polimernye vosstanovitelnye [Dentistry. Polymer-based restorative materials] [Internet]. – Available from: <http://docs.cntd.ru/document/1200135162> (Russian)
39. Skalskyi VR, Makieiev VF, Stankevych OM ta in. Metod akustychnoi emisii v doslidzhenni stomatolohichnykh polimeriv [Acoustic emission method in the study of dental polymers and composites]. Lviv: Kvart, 2015. 150 s. (Ukrainian)

### Реферат

ОЦЕНКА ПАРАМЕТРОВ ПРОЧНОСТИ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ ПРИМЕНЯЕМЫХ ДЛЯ ПЛОМБИРОВАНИЯ ЗУБОВ МЕТОДОМ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ

Макеев В.Ф., Кухта В.С., Кырманов А.С., Ключковская Н.Р., Скальский В.Р., Станкевич О.М.

Ключевые слова: полимерные композиты, прочность, метод акустической эмиссии

Целью исследования является создание методики и осуществление механических испытаний на предмет определения прочностных характеристик стоматологических композитов с позиций линейной механики разрушения и с применением явления акустической эмиссии с определением особенностей зарождения и развития разрушения стоматологических композитов световой полимеризации под действием квазистатической нагрузки локального сжатия. Для сравнительных исследований выбраны следующие гибридные стоматологические композиты отечественного и зарубежного производства: Latelux (Latus, Украина), TETRIC N-CERAM (Ivoclar Vivadent, Лихтенштейн), CHARISMA CLASSIC (Kulzer, Германия). Для испытаний по теме исследований использовали дисковые образцы диаметром 13 мм и толщиной 5 мм по 10 образцов каждого материала, которые были изготовлены в специально разработанной форме. Паковку и формирование материала в форму проводили в лабораторных условиях с температурой воздуха 18 - 21° С. Перед испытаниями образцы выдерживали в течение 24 часов при температуре 37° С в физиологическом растворе. Образцы нагружали на установке СВР-5 с помощью шарикового индентора. Во время экспериментов одновременно записывали акустико-эмиссионную информацию с помощью измерительной системы SKOP-8. В режиме постобработки строили зависимости изменения нагрузки в течение эксперимента, распределение амплитуд зарегистрированных сигналов АЭ и их суммы от времени. Из полученных зависимостей определяли нагрузки разрушения, перемещения индентора и изучали особенности разрушения композитов на ос-



нове анализа генерирования АЕ под действием нагрузки. Анализ параметров сигналов АЭ показал, что наибольшую амплитуду и энергию имели сигналы при разрушении композита Tetric N-Ceram, а наименьшую - Latelux.

### **Summary**

EVALUATION OF STRENGTH PARAMETERS OF POLYMER COMPOSITES USED FOR DENTAL RESTORATION BY THE METHOD OF ACOUSTIC EMISSION

Makeev V.F., Kukhta V.S., Kyrmanov O.S., Kliuchkovska N.R., Skalsky V.R., Stankevich O.M.

Key words: polymer composites, strength, acoustic emission method

The aim of the study is to create a technique and perform mechanical tests to determine the strength parameters of dental composites from the standpoint of linear fracture mechanics, and using the phenomenon of acoustic emission to determine the origin and development of destruction of light-curing dental composites under quasi-static local compression load. The following hybrid dental composites of domestic and foreign manufacturers were selected for comparison: Latelux (Latus, Ukraine), TETRIC N-CERAM (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein), CHARISMA CLASSIC (Kulzer, Germany). 10 disc samples of 13 mm diameter and 5 mm thick of each material were made by using a specially designed mould for study purposes. Packaging and moulding of the material into the mould was performed in laboratory conditions at an air temperature of 18 – 21°C. Before testing, the samples were kept for 24 hours at a temperature of 37°C in saline solution. The samples were loaded on the SVR-5 machine using a ball indenter. During the experiments, acoustic emission data were simultaneously recorded using the SKOP-8 measuring system. In the post-processing stage, the dependencies of the load change during the experiment, the distribution of the amplitudes of the registered AE signals and their sum over time were recorded. The fracture load, indenter displacement, and the features of composite fracture were determined from the obtained dependencies based on the analysis of AE generation under the load. Analysis of the parameters of the AE signals showed that during the destruction of the Tetric N-Ceram composite the signals had the largest amplitude and energy, and of Latelux had the smallest ones.