

УДК: 615.462.03:546.821:616.314–089.28].07

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОЛИМЕРНОГО БАЗИСНОГО МАТЕРИАЛА ПРИ ВВЕДЕНИИ В ЕГО СОСТАВ НАНОРАЗМЕРНОГО ДИОКСИДА ТИТАНА

Шулятникова О.А.¹, Рогожников Г.И.¹, Порозова С.Е.², Рогожников А.Г.¹, Белоногов Н.С.², Биккулова А.В.²

¹ ФГБОУ ВО «Пермский государственный медицинский университет им. академика Е.А. Вагнера» Минздрава России, г. Пермь, Россия

² Лаборатория биохимии развития микроорганизмов Института экологии и генетики микроорганизмов УрО РАН, г. Пермь, Россия

Аннотация

Предмет. Приобретенные дефекты и деформации челюстно-лицевой области в большинстве случаев требуют ортопедического этапа лечения. При этом, выбирая конструкционный материал для базиса сложно-челюстного протеза, следует учитывать функциональные нагрузки, которые будет испытывать протез, зависящие от клинической ситуации и отличные от нормальных условий, что требует повышенных прочностных характеристик. В статье рассматривается вариант упрочнения полимерного конструкционного материала при изготовлении базисов сложно-челюстных протезов посредством наноразмерных компонентов в минимальных количествах. Особенностью данного способа является введение в полиамидный базисный материал наноразмерного диоксида титана.

Цель. Разработка новой стратегии упрочнения стоматологических базисных конструкционных материалов полимерной природы.

Методология. Исследование полиамидного материала Vertex ThermoSens с введенным в состав наноразмерным диоксидом титана в качестве армирующего компонента в количестве до 1 мас.%, проводили на контрольных и экспериментальных образцах. Изучали прочность на трехточечный изгиб (σ_{max}, МПа) и модуль упругости (E, Мпа) как наиболее информативные для оценки прочности стоматологического конструкционного материала, позволяющие учитывать вертикальные и горизонтальные силы, аналогичные силам, влияющим на зубы и конструкционный материал зубных протезов во время функции жевания.

Результаты исследования экспериментальных образцов из полиамида с введенным в состав наноразмерным диоксидом титана до 1 мас.% показывают увеличение максимального напряжения на 8,4%, а модуля Юнга – на 7,2% по сравнению с материалом группы контрольных образцов, без введения наноразмерного диоксида титана.

Выводы. Результаты исследования имеют практическое значение для упрочнения конструкционного базисного полиамидного материала при изготовлении сложно-челюстных протезов и аппаратов пациентам с переломами, приобретенными дефектами и деформациями челюстно-лицевой области, уменьшая риск переломов базиса сложно-челюстного протеза при воздействии на него повышенных функциональных нагрузок, отличных от нормальных условий.

Ключевые слова: стоматология ортопедическая, диоксид титана, полиамид, увеличение прочности

Признательность

Авторы выражают благодарность аспиранту кафедры «Материалы, технологии и конструирование машин» Пермского национального исследовательского политехнического университета Гурову А.А. за помощь в изготовлении наноразмерного порошка диоксида титана.

Статья подготовлена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 15-08-02222 а.

Адрес для переписки:

Оксана Александровна ШУЛЯТНИКОВА

кандидат медицинских наук, доцент, кафедра ортопедической стоматологии, Пермский государственный медицинский университет им. академика Е.А. Вагнера Минздрава России, Пермь, Российская Федерация
614007, г. Пермь, ул. Революции, 18-15.
Тел. +7 (902) 838-62-22, 8 (342) 233-08-97
anasko06@mail.ru

Correspondence address:

Oksana A. SHULIATNIKOVA

Candidate of Medical Sciences, Associate Professor of the Department of Orthopaedic Dentistry, Perm State Medical University Named After Academician E.A. Wagner, Perm, Russian Federation
614007, Perm, Revolution str., 18-15.
Phone: +7 (902) 838-62-22, 8 (342) 233-08-97
anasko06@mail.ru

Образец цитирования:

Шулятникова О. А., Рогожников Г. И., Порозова С. Е., Рогожников А. Г., Белоногов Н. С., Биккулова А. В.
«Экспериментальное исследование физико-механических характеристик полимерного базисного материала при введении в его состав наноразмерного диоксида титана»
Проблемы стоматологии, 2017, Т. 13, № 1. С.46-50
doi: 10.18481/2077-7566-2017-13-1-46-50
© Шулятникова О. А. и соавт., 2017

For citation:

Shulyatnikova O. A., Rogozhnikov G. I., Porozova S. E., Rogozhnikov A. G., Belonogov N. S., Bikkulova A. V.
«Pilot study of the physicomchanical characteristics of basic polymeric material with introduction of nanodimensional titanium dioxide»
The actual problems in dentistry,
2017, Vol. 13, № 1, pp. 46-50
DOI: 10.18481/2077-7566-2017-13-1-46-50

PILOT STUDY OF THE PHYSICOMECHANICAL CHARACTERISTICS OF BASIC POLYMERIC MATERIAL WITH INTRODUCTION OF NANODIMENSIONAL TITANIUM DIOXIDE

Shulyatnikova O. A.¹, Rogozhnikov G. I.¹, Porozova S. E.², Rogozhnikov A. G.¹, Belonogov N. S.², Bikkulova A. V.²

¹ Perm State Medical University of the Academician E. A. Wagner, Perm, Russian Federation

² Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russian Federation

Abstract

Background In most cases, acquired defects and deformations of the maxillofacial area require an orthopaedic stage of treatment. At the same time, when choosing the constructional material for complex maxillary prosthesis, it is necessary to consider the functional strain that will be experienced, which, in turn, depends on the clinical situation and any abnormal conditions that demand increased strength characteristics. In the article, options for reinforcing polymeric constructional materials for complex maxillary prostheses by means of nanodimensional components in minimal quantities at the production stage are considered. One feature of this approach is the introduction of nanodimensional titanium dioxide to the polyamide basic material.

Objectives The development of a new approach for strengthening basic polymeric dental construction materials.

Methods The study of the Vertex ThermoSens polyamide material with nano-sized titanium dioxide introduced as a reinforcing component in an amount up to 1 wt.% was performed on control and experimental samples. The strength of the three-point bend (σ_{max} , MPa) and the elasticity modulus (E, MPa) are the most informative for the evaluation of the strength of dental structural materials since they take into account both vertical and horizontal forces, similar to the forces affecting the teeth and the material used for construction of dentures during chewing function.

Results. The research of experimental samples from polyamides with nanodimensional titanium dioxide entered into the structure at 1 wt. % show an increase in the maximum tension of 8.4% and Young's modulus of 7.2% in comparison with the material used in a group of control samples lacking the introduction of nanodimensional titanium dioxide.

Conclusions. The research results are of practical importance for strengthening the structural base of polyamide materials used in the manufacture of complex-maxillary prostheses and devices for patients with fractures, acquired defects and deformities of the maxillofacial area, in terms of reducing the risk of fractures in the base of hard-mandibular prosthesis when exposed to high functional loads under abnormal conditions.

Keywords: orthopaedic stomatology, titanium dioxide, polyamide, increase in durability

Acknowledgments

The authors express gratitude to Gurov A.A., a postgraduate student of the «Materials, Technologies and Construction Machinery» Department of the Perm National Research Polytechnic University, for assistance in the manufacture of nanosized titanium dioxide powder. The article was supported by the Russian Foundation for Basic Research, scientific project № 15-08-02222 a.

Введение

Приобретенные дефекты и деформации челюстно-лицевой области в большинстве случаев требуют ортопедического этапа лечения, основной целью которого является восполнение эстетических и функциональных параметров. При этом в 95% случаев съёмные конструкции, в том числе сложно-челюстные протезы, изготавливают из акриловой пластмассы [1], имеющей ряд общеизвестных недостатков: остаточный мономер, аллергические реакции, усадка, дезинтеграция структуры акриловых полимеров в процессе использования, микробная обсемененность [2, 3]. На современном этапе развития стоматологического материаловедения постоянно совершенствуются базисные конструкционные материалы, что связано с поиском безупречных, отвечающих повышенным требованиям к прочностным и эстетическим характеристикам, особенно при изготовлении сложных и объёмных конструкций, которыми являются протезы для пациентов с приобретенными дефектами и деформациями челюстных костей. Так, известны труды по разработке и внедрению поликарбоната, термопластов, карбодента, полистирола, полиуретана. Особый интерес для изготовления сложно-челюстных протезов, по нашему мнению, представляют полиамидные термопласты, имеющие минимальную усадку в процессе изготовления протеза, небольшой удельный

вес, отсутствие остаточного мономера и металлических частей в конструкции протеза, возможность проведения при необходимости лабораторной коррекции (перебазировки) протезов. При этом, выбирая конструкционный материал для базиса протеза, следует учитывать, что функциональные нагрузки, которые испытывает сложно-челюстной протез, будут зависеть от клинической ситуации и отличаться от нормальных условий, что требует его повышенных прочностных характеристик. Известны различные варианты улучшения прочности базисного материала путем армирования металлическими сетками, арамидными нитями и др. Особый интерес представляют наноструктурированные компоненты, введенные в состав основного материала и способные в минимальных количествах изменять физико-механические характеристики [4]. Кроме этого, предварительно полученные нами результаты исследования свидетельствуют о возможности ингибирования образования биопленки наномодифицированным диоксидом титана [5], что имеет определенную ценность в случае изготовления сложно-челюстных протезов данной категории пациентов.

Целью данной работы явилось изучение прочностных характеристик полиамидного материала с введенным в его состав наноразмерным диоксидом титана.

Материалы и методы исследования

Основой для методики испытания послужил стандарт ГОСТ 31572–2012 «Материалы полимерные для базисных зубных протезов. Технические требования. Методы испытаний», модифицированный по отношению к международному стандарту ISO 1567:1999 Dentistry – Denture base polymers (Стоматология. Полимеры для базисов зубных протезов).

В качестве базисного конструкционного материала нами был выбран Vertex ThermoSens (Vertex-Dental B. V., Нидерланды; ISO-Сертификат 9001:2008), по классификации представленного стандарта относится к 3-му типу (термопластичная заготовка или гранулы) и используется для изготовления базисов съёмных частичных и полных протезов. Наноразмерный порошок диоксида титана с размером частиц 25–35 нм синтезировали из водно-этанольных растворов с полимерными добавками. В связи с тем, что нами было предложено армирование данного термопласта путем введения наноразмерного диоксида титана в качестве наполнителя для улучшения прочностных характеристик конструкционного материала (заявка на изобретение № 2016144010 от 08.11.2016 г.), определенный интерес для дальнейших исследований представляло изучение прочности на изгиб (σ_{\max} , МПа) и модуль упругости (E , МПа) модифицированного термопласта. Рекомендованный вид испытания на трехточечный изгиб является наиболее информативным для оценки прочности стоматологического конструкционного материала, так как позволяет учитывать вертикальные и горизонтальные силы, аналогичные силам, влияющим на зубы и конструкционные материалы зубных протезов во время функции жевания [6].

Для проведения испытаний на трехточечный изгиб было изготовлено по технологии термолитьевого прессования и отобрано две группы образцов полосок в количестве 20 шт. с размерами 2×30×10 мм (рис. 1а):

1 группа (контрольная) – базисный материал Vertex ThermoSens,

2 группа (экспериментальная) – базисный материал Vertex ThermoSens, с введенным в состав наноразмерным диоксидом титана.

Каждая группа состояла из пяти образцов. Геометрические измерения образцов проводились с точностью до 0,001 мм.

Испытания проводились на базе Центра экспериментальной механики, кафедры механики композиционных материалов и конструкций ПНИПУ (зав. кафедрой, д. физ.-мат. н., проф. В. Э. Вильдеман). Исследование проводилось с использованием электромеханической системы Instron 5965 с максимальным развиваемым усилием 5 кН (рис. 2). Нагружение образца осуществлялось через оснастку, предназначенную для испытаний материалов на трехточечный изгиб, включающую центральный плунжер и станину с установленными на ней цилиндрическими опорами. Для минимизации погрешности, вносимой нагружающей цепью системы, при определении прогиба был использован навесной дефлектометр Epsilon. Расстояние между опорами

было принято 20 мм. Скорость нагружения составляла 5 мм/мин, температура 22°C. Нагружение осуществлялось до достижения перемещением значения 4 мм, после чего испытание останавливалось, образец разгружался и вынимался из приспособления.

В результате испытаний были получены зависимости сила-прогиб. В дальнейшем осуществляли переход к зависимостям напряжения-деформации.

Определяли модуль Юнга ($E = \frac{\Delta F l^3}{4bh^3 \Delta w}$)

и максимальные напряжения ($\sigma_{\max} = \frac{3F_{\max} l}{2bh^2}$),

где:

ΔF – приращение нагрузки;

Δw – приращение прогиба в середине образца, соответствующее изменению нагрузки;

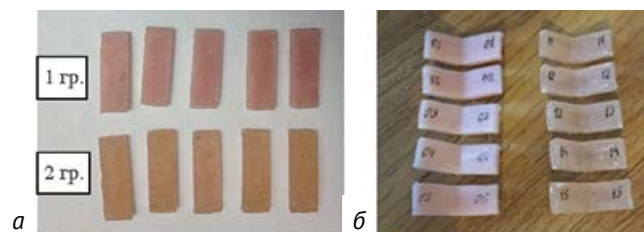


Рис. 1. а) Контрольные и экспериментальные образцы, подготовленные для исследований физико-механических характеристик из полиамида Vertex ThermoSens, армированные наноструктурированным диоксидом титана; б) эти же образцы после испытаний

Fig. 1. a) Control and experimental samples prepared for research of physico-mechanical characteristics from Vertex ThermoSens polyamide, reinforced by the nanostructured titanium dioxide; b) the same samples after tests

Источник: данные авторского исследования
Source: Author's research data

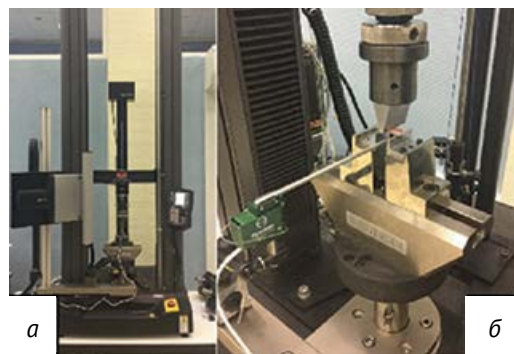


Рис. 2. а) Внешний вид электромеханической системы Instron 5965; б) экспериментальный образец, установленный в испытательной оснастке
Fig. 2. a) Exterior view of the Instron 5965 electromechanical system; b) experimental sample installed in the test equipment

Источник: данные авторского исследования
Source: Author's research data

Таблица 1
Значения максимальных напряжений и модуля Юнга испытанных образцов

Table 1
Values of the maximum tension and Young's modulus of the tested samples

Группа 1 (Vertex ThermoSens)			Группа 2 (Vertex ThermoSens +TiO ₂ нано)		
№ образца	Прочность на изгиб σ_{max} МПа	Модуль упругости E , МПа	№ образца	Прочность на изгиб σ_{max} МПа	Модуль упругости E , МПа
1	96	1055	1	101	1089
2	92	986	2	105	1122
3	95	1058	3	103	1092
4	94	1028	4	102	1114
5	95	1050	5	105	1131
$x_{cp} \pm \Delta x$	95±2	1035±37	$x_{cp} \pm \Delta x$	103±2	1110±23

Источник: данные авторского исследования
Source: Author's research data

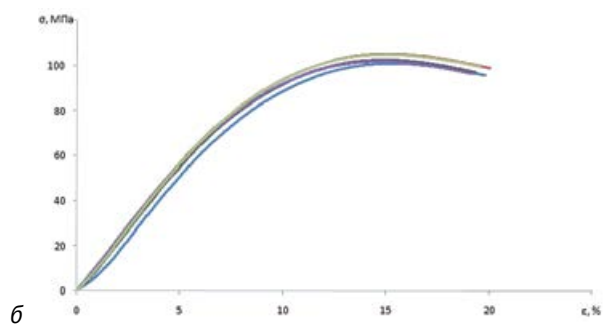
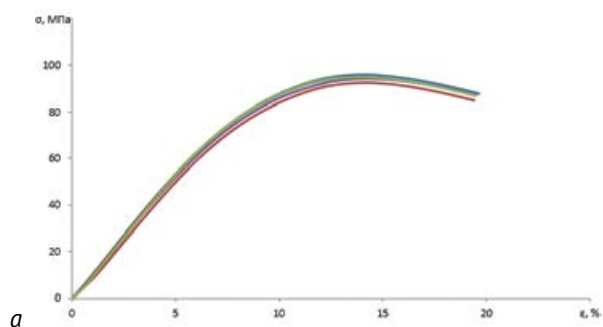


Рис. 3. а) диаграммы деформирования контрольных образцов (Vertex ThermoSens)
б) диаграммы деформирования экспериментальных образцов (Vertex ThermoSens+TiO₂ наноразмерный)
Fig. 3. a) Control sample deformation diagrams (Vertex ThermoSens); b) experimental sample deformation diagrams (Vertex ThermoSens + nanodimensional TiO₂)

Источник: данные авторского исследования
Source: Author's research data

F_{max} – максимальная нагрузка;
 b – ширина образца;
 h – высота образца;
 l – расстояние между опорами.
По определяемым величинам для двух групп материалов проведена статистическая обработка с выделением доверительного интервала с вероятностью 95%.

Результаты исследований

В процессе исследования на трехточечный изгиб ни один из 20-ти испытуемых образцов не подвергся разрушениям (рис. 1б).

Анализируя полученные данные после испытаний, необходимо отметить большие величины максимальных напряжений и модуля Юнга полиамидного материала Vertex ThermoSens второй группы образцов, с введенным в качестве армирующего компонента наноразмерного диоксида титана (табл. 1). Диаграммы деформирования образцов в контрольной и экспериментальных группах представлены на рис. 3.

Результаты и обсуждение

Все исследованные образцы из Vertex ThermoSens, в том числе с введенным в качестве армирующего компонента наноразмерным диоксидом титана, соответствовали нормативам стандарта ISO 1567:1999 Dentistry – Denture base polymers (Стоматология. Полимеры для базисов зубных протезов), что свидетельствует об их соответствии современным требованиям. При этом экспериментальные образцы из полиамида Vertex ThermoSens с введенным в состав наноразмерным диоксидом титана в виде порошка до 1 мас.% показывают увеличение максимального напряжения на 8,4%, а модуля Юнга – на 7,2% по сравнению с материалом первой группы, без введения наноразмерного диоксида титана.

Выводы

Введение в состав полиамидного материала Vertex ThermoSens порошка наноразмерного диоксида титана в количестве до 1 масс.% приводит к увеличению максимального напряжения на 8,4%, а модуля Юнга – на 7,2%.

Показатели испытания на трехточечный изгиб образцов полиамида, армированного наноразмерным диоксидом титана, соответствуют нормам ГОСТ 31572–2012 «Материалы полимерные для базисных зубных протезов. Технические требования. Методы испытаний», модифицированный по отношению к международному стандарту ISO 1567:1999 Dentistry – Denture base polymers (Стоматология. Полимеры для базисов зубных протезов).

Таким образом, полученные результаты, экспериментального исследования и ранее опубликованные нами данные по изучению возможности ингибирования образования биопленки на конструкционном материале с нанесенным поверхностным наномодифицированным слоем из диоксида титана имеют перспективное практическое направление в области

ортопедической стоматологии, а именно, при изготовлении сложно-челюстных протезов и аппаратов пациентам с переломами, приобретенными дефектами и деформациями челюстно-лицевой области [5]. При этом уменьшается риск возникновения воз-

можных осложнений воспалительного характера у данной категории пациентов в процессе пользования конструкцией и перелом базиса сложно-челюстного протеза при воздействии на него повышенных функциональных нагрузок, отличных от нормальных условий.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Литература

1. Зотов, А. И. Базисные полимеры, применяемые в стоматологии для изготовления съёмных пластиночных протезов и аппаратов / А. И. Зотов, Д. Н. Демченко // Молодой ученый. – 2015. – № 13. – С. 270–274.
2. Ворожко, А. А. Возможности индивидуального подхода к планированию ортопедического лечения с учетом аллергического анамнеза пациента / А. А. Ворожко, В. А. Клемин // Современная ортопедическая стоматология. – 2015. – № 23. – С. 27–29.
3. Дезинтеграция структуры в стоматологических протезах, изготовленных из акриловых пластмасс, в процессе пользования ими по данным электронной микроскопии / М. Я. Нидзельский [и др.] // Современная стоматология. – 2013. – № 2. – С. 88–90.
4. Температурная зависимость модуля Юнга нанотрубок на основе диоксида титана TiO₂: молекулярно-механическое моделирование / С. И. Лукьянов [и др.] // Физика твердого тела. – 2015. – № 12 (57). – С. 2391–2399.
5. Ингибирование образования микробной пленки при наноструктурировании поверхности конструкционного материала / О. А. Шулятникова [и др.] // Уральский медицинский журнал. – 2016. – № 7 (140). – С. 20–24.
6. Гаврюшина, Н. Т. Исследование прочности армированных композиционных образцов при трехточечном изгибе / Н. Т. Гаврюшина, Б. В. Букеткин // Наука и образование. – 2014. – № 12. – С. 832–841.

References

1. Zotov A.I., Demchenko D.N. [The basic polymers applied in stomatology to production removable the plastinochnykh of artificial limbs and devices]. *Molodoj uchenyj = The Young scientist*, 2015, no. 13, pp. 270–274. (In Russ.)
2. Vorozhko A.A., Klemm V.A. [Possibilities of individual approach to planning of orthopedic treatment taking into account the allergic anamnesis of the patient]. *Sovremennaja ortopedicheskaja stomatologija = Modern orthopedic stomatology*, 2015, no. 23, pp. 27–29. (In Russ.)
3. Nidzel'skij M.Ja. et al. [Disintegration of structure in the dental artificial limbs made of acrylic plastic in the course of use of them according to electronic microscopy]. *Sovremennaja stomatologija = Modern stomatology*, 2013, no. 2, pp. 88–90. (In Russ.)
4. Luk'janov S.I. et al. [Temperature dependence of the module of Jung of nanotubes on the basis of dioxide of the titan TiO₂: molecular and mechanical modeling]. *Fizika tverdogo tela = Physics of a solid body*, 2015, no. 12 (5), pp. 2391–2399. (In Russ.) doi: 10.1134/S1063783415120239
5. Shuliatnikova O.A. et al. [Inhibition of formation of a microbic film when nanostructuring a surface of constructional material]. *Ural'skij medicinskij zhurnal = Ural medical magazine*, 2016, no. 7, pp. 20–24. (In Russ.) doi: 10.18481/2077-7566-2016-12-3-65-72
6. Gavryushina N.T., Buketkin B.V. [Research of durability of the reinforce.composite samples at a three-point bend]. *Nauka i obrazovanie = Science and education*, 2014, no. 12, pp. 832–841. (In Russ.) doi: 10.7463/1214.0750942.

Авторы:

Оксана Александровна ШУЛЯТНИКОВА

кандидат медицинских наук, доцент, каф. ортопедической стоматологии, Пермский государственный медицинский университет им. академика Е. А. Вагнера Минздрава России, Пермь, Российская Федерация / anasko06@mail.ru

Геннадий Иванович РОГОЖНИКОВ

доктор медицинских наук, профессор, Заслуженный деятель науки РФ, заведующий кафедрой ортопедической стоматологии, Пермский государственный медицинский университет им. академика Е. А. Вагнера, Пермь, Российская Федерация / info@digident.ru

Светлана Евгеньевна ПОРОЗОВА

доктор технических наук, профессор, кафедра «Материалы, технологии и конструирование машин», Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Российская Федерация / sw.porozova@yandex.ru

Алексей Геннадьевич РОГОЖНИКОВ

кандидат медицинских наук, доцент, кафедра ортопедической стоматологии, Пермский государственный медицинский университет им. академика Е. А. Вагнера Минздрава России, Пермь, Российская Федерация / alekstomat@yandex.ru

Николай Сергеевич БЕЛОНОГОВ

инженер, Центр экспериментальной механики, Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Российская Федерация / cem.belonogov@gmail.ru

Анастасия Владимировна БИККУЛОВА

младший научный сотрудник, Центр экспериментальной механики, Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Российская Федерация / cem.bikkulova@gmail.com

Authors:

Oksana A. SHULIATNIKOVA

Candidate of Medical Sciences, Associate Professor of the Department of Orthopaedic Dentistry, Perm State Medical University Named After Academician E. A. Wagner, Perm, Russian Federation anasko06@mail.ru

Gennady I. ROGOZHNIKOV

Doctor of Medical Sciences, Professor, Honoured Science Worker of the RF, Head of the Orthopaedic Dentistry Department, Perm State Medical University of the Academician E. A. Wagner, Perm, Russian Federation / info@digident.ru

Svetlana E. POROZOVA

Doctor of Technical Sciences, Professor, Department «Materials, Technologies and Construction Machinery», Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russian Federation sw.porozova@yandex.ru

Aleksey G. ROGOZHNIKOV

Candidate of Medical Sciences, Associate Professor of the Department of Orthopaedic Dentistry, Perm State Medical University of the Academician E. A. Wagner, Perm, Russian Federation alekstomat@yandex.ru

Nikolay S. BELONOGOV

Engineer, Centre for Experimental Mechanics, Perm National Research Polytechnical University, Perm, Russian Federation cem.belonogov@gmail.ru

Anastasia V. BIKKULOVA

Researcher, Centre for Experimental Mechanics, Perm National Research Polytechnical University, Perm, Russian Federation cem.bikkulova@gmail.com