

ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ ТВЕРДЫХ ТКАНЕЙ ЗУБОВ ЧЕЛОВЕКА

Панфилов П.Е.¹, Зайцев Д.В.¹, Григорьев С.С.²

¹ – Институт естественных наук УрФУ.

² – ГБОУ ВПО Уральская государственная медицинская академия Минздрава России,
г. Екатеринбург

АННОТАЦИЯ

Доклад посвящен применению методов физического материаловедения к решению важной для фундаментальной стоматологии проблемы – поиску причин снижения прочности зубов человека. Установлено, что механические свойства твердой основы зуба (дентина и эмали, обладающих развитой иерархической структурой), существенным образом отличаются от свойств большинства природных и синтетических материалов. Так при сжатии они демонстрируют одновременно высокую упругость и прочность, а дентин еще и способен выдерживать значительную пластическую деформацию. На это также указывает и характер распространения трещин в этих твердых тканях, который подобен механизму разрушения пластичных металлов. Однако при изгибе, и дентин, и эмаль ведут себя как хрупкие материалы, распадаясь на части практически сразу после приложения нагрузки. Физические механизмы, обуславливающие такое деформационное поведение остаются невыясненными.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: эмаль, дентин, прочность, физические характеристики

ABSTRACT

The report focuses on the use of physical materials to the solution of fundamental importance to dental problems – finding reasons why the strength of human teeth decreases. Found that the mechanical properties of the solid support of the tooth (dentin and enamel, a developed hierarchical structure), significantly different from those of the majority of natural and synthetic materials. Since compression they demonstrate both high elasticity and strength, and more dentin and can withstand significant plastic deformation. This is also indicated by the nature of the crack propagation in these hard tissues, which is similar to the mechanism of failure of ductile metals. However, when bending, and dentin and enamel behave as brittle materials, breaking apart almost immediately after application of the load. The physical mechanisms underlying such deformation behavior remain unclear.

KEYWORDS: enamel, dentin, strength, physical characteristics

Введение

В настоящее время междисциплинарные подходы широко используются при решении различных фундаментальных и прикладных задач. Не является исключением и медицинская наука, где физические методы стали едва ли не рутинными в диагностике и лечении заболеваний. Значительно меньше медицинскому сообществу известно о подходах, принятых в физическом материаловедении, и которые можно использовать при исследовании строения и изучении свойств тканей живых организмов. В их основу положено изучение структуры твердых тел прямыми методами, начиная с макроскопического уровня (увеличения до 20 крат), через промежуточный (мезоскопический) диапазон (увеличения $\times 100$ - $\times 10000$) и заканчивая атомным (микроскопическим) масштабом, и их механических (макроскопических) свойств. Конечной же целью любого материаловедческого исследования является установление взаимосвязи между структурой и прочностными свойствами материала. Очевидно, что если в качестве лабораторных образцов использовать ткани живых организмов, например, дентин и эмаль зубов человека, то результаты исследований могут представить определенный интерес для исследователей, занимающихся медицинской наукой. В докладе обсуждается, насколько такой подход, может быть применим в фундаментальной стоматологии.

Методики приготовления образцов и экспериментов

Одним из важнейших элементов, обеспечивающим объективность и, в конечном итоге, успех материаловедческого и не только исследования является приготовление образцов. Для зубов человека – это резка образцов и подготовка их рабочих поверхностей (шлифов) для металлографических исследований и механических испытаний. Понятно, что при этом повреждение ткани должно сводиться к минимально возможному уровню. Использование для резки зубов пилу со стоматологическими алмазными дисками диаметром 45 мм и толщиной 0.1 мм, установленную на инструментальном микроскопе БМИ-1, позволяет получать качественные плоскопараллельные срезы с зубов толщиной до 0,5 мм. Окончательную “доводку” образцов проводили на наждачных бумагах разной абразивности. Образцы для металлографических исследований на оптических микроскопах (ОМ) и просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) дополнительно травил в концентрированной ортофосфорной кислоте. На рис. 1 приведены базовые схемы разрезки зубов на образцы (рис. 1а – для металлографического исследования; а рис. 1б и 1в – для механических испытаний). На рис. 2 и 3 показаны образцы для металлографии в исходном (после резки) и в готовом состоянии (после полировки и травления), а на рис. 4 – готовые образцы дентина и эмали для механических испытаний на сжатие и изгиб. Металлографические исследования структуры твердых тканей зубов проводили методами оптической (металлографический микроскоп МИМ-8М (на отражение) и биологический микроскоп МБИ-6 (на просвет)) и электронной микроскопии на отражение (сканирующий микроскоп JEOL JSM-6490) и на просвет (просвечивающий микроскоп JEM-200СХ). Атомную структуру гидроксипатита кальция дентина и эмали аттестовали методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ДРОН-4 (Cu k_{α} - излучении). Механические испытания на сжатие и изгиб выполняли на разрывной машине Shimadzu AG-X 50kN.

Строение дентина и эмали

Детальная металлографическая аттестация наших лабораторных образцов дентина показала, что их структура соответствует строению нормального дентина человека, описанного в специальной литературе [1-3]. Дентин равномерно пронизан прямыми дентинными каналами диаметром 3÷5 мкм, располагающимися друг от друга на расстоянии порядка 10 мкм (см. рис. 5) [4]. При этом диаметр каналов, их ориентировка и плотность менялась в зависимости от положения в зубе. ПЭМ исследование микроструктуры при больших увеличениях ($\geq \times 100\ 000$) показало, что дентин представляет собой поликристаллический агрегат, состоящий из ультрамелкодисперстных кристаллитов с размером порядка 20÷40 нм (рис. 6). Анализ дифрактограмм, снятых с образцов постоянного дентина позволяет утверждать, что структурный тип гидроксипатита кальция ($\text{Ca}_3\text{HPO}_4(\text{PO}_4)_2\text{OH}$ (Space Group P63/m (176); $a = 9,441 \text{ \AA}$; $c = 6,881 \text{ \AA}$; $c/a = 0,729$; Crystallite (Scherrer) 200A) не зависит от местоположения в зубе (рис. 7). Пики на дифрактограмме значительно уширены по сравнению с образцами синтетического гидроксипатита. И, следовательно, можно заключить, что гидроксипатит кальция дентина человека находится в рентгено-аморфном состоянии, что согласуется с данными ПЭМ.

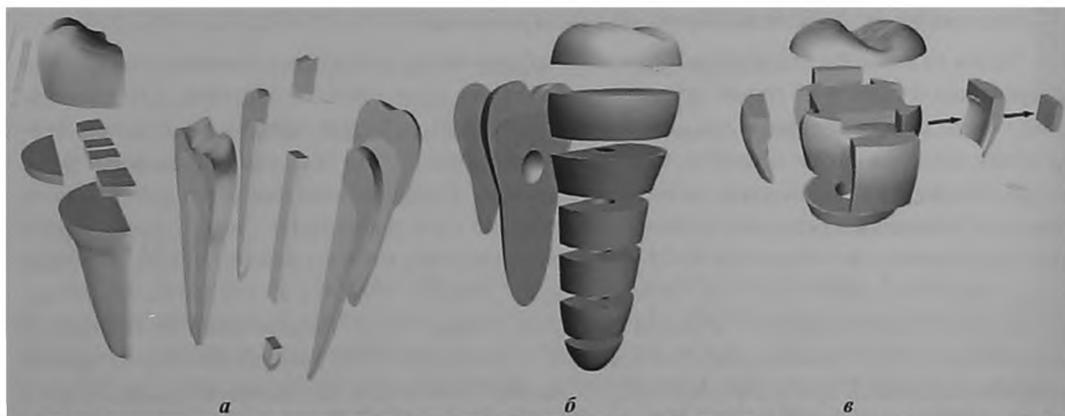


Рис. 1. Схема разрезки зуба на образцы: а – для металлографического исследования структуры; б – для испытаний дентина на сжатие и изгиб; в – для испытаний эмали на сжатие



5 mm

а



5 mm

б

Рис. 2. Продольный разрез зуба для металлографического исследования: а – после резки; б – после механического утонения и химического травления



5 mm

а



5 mm

б

Рис. 3. Поперечный разрез зуба для металлографического исследования: а – после резки; б – после механического утонения и химического травления

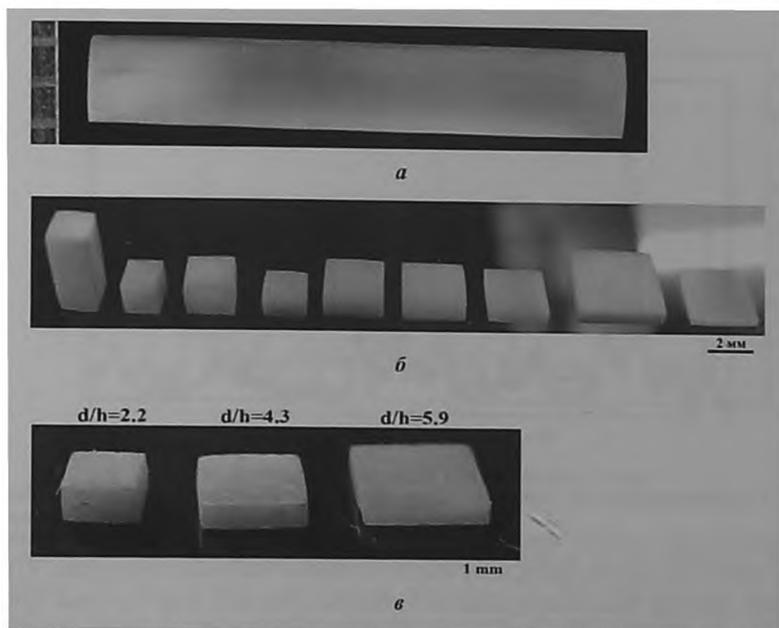


Рис. 4. Образцы для механических испытаний: а – дентин на сжатие; б – дентин на изгиб; в – эмаль на сжатие

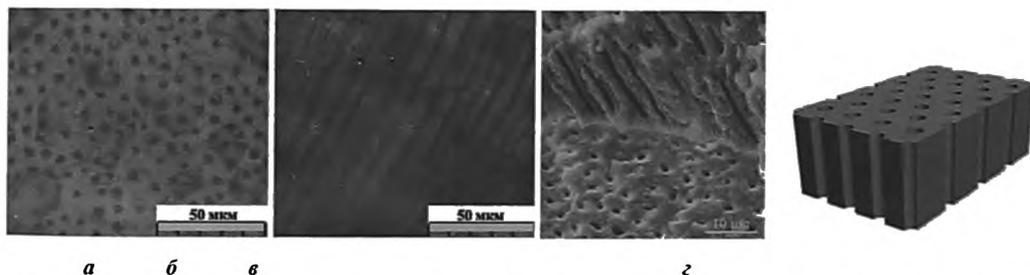


Рис. 5. Структура дентина на мезоскопическом уровне: а – каналы ориентированы перпендикулярно рабочей поверхности образца, ОМ на просвет; б – каналы ориентированы параллельно рабочей поверхности образца, ОМ на просвет; в – каналы ориентированы перпендикулярно рабочей поверхности образца, СЭМ; г – схематическое изображение дентин

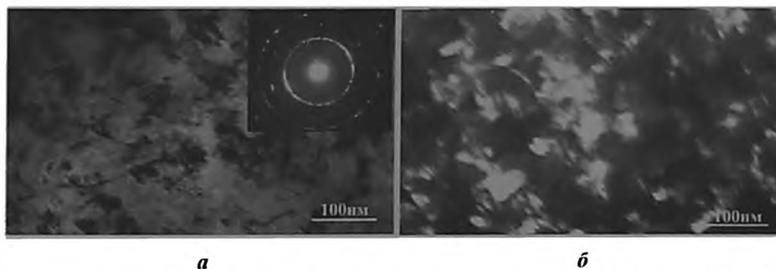


Рис. 6. Структура дентина человека на микроскопическом уровне (просвечивающий электронный микроскоп): а – светловальное изображение; б – темнопальное изображение

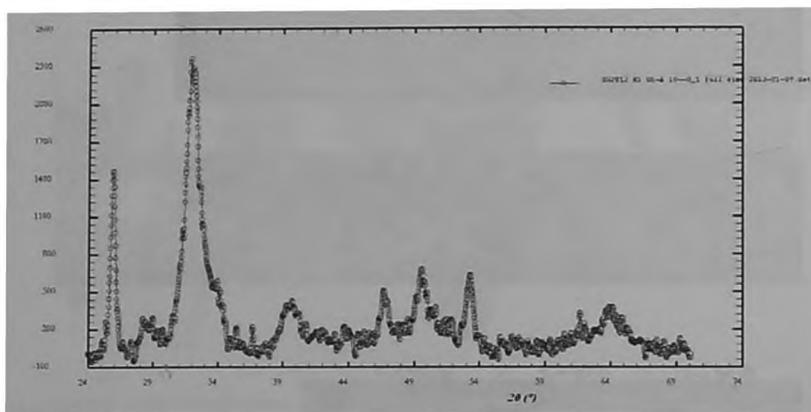


Рис. 7. Дифрактограмма, снятая с образца корневого дентина постоянных зубов

На мезоскопическом уровне, эмаль можно представить как композит, образованный плотно соединенными друг с другом стержней, получивших название эмалевых призм (рис. 8) [5]. В отличие от дентинных каналов, эмалевые призмы не являются прямыми, хотя соседние призмы всегда расположены параллельно друг другу. Они плотно прилегают друг к другу и имеют диаметр приблизительно 8 мкм. По своей длине они могут волнообразно изгибаться, придерживаясь выбранного направления. Пики на дифрактограммах, снятых с эмали, также были значительно уширены, что указывает на рентгено-аморфное состояние этой твердой ткани. При этом структурный тип гидроксипатита кальция эмали определить не удастся, скорее всего это смесь разных типов (рис. 9).

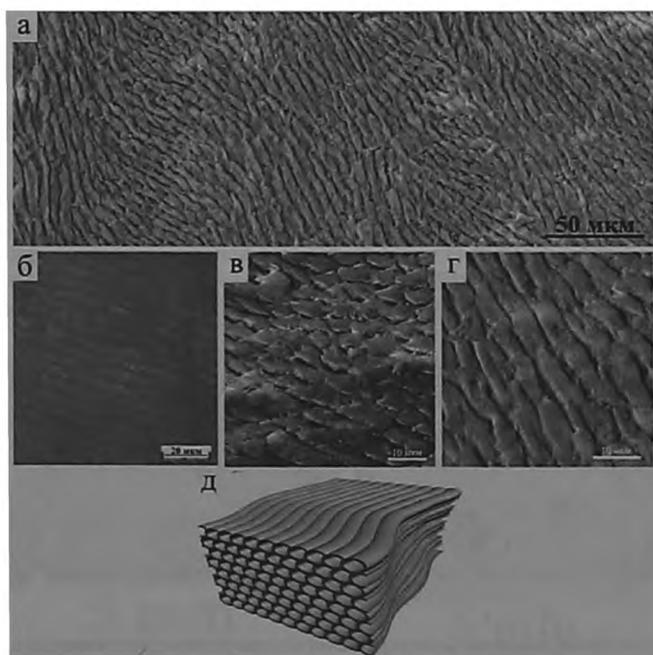


Рис. 8. Структура эмали человека на мезоскопическом уровне: а – эмалевые призмы в образце, СЭМ; б – эмалевые призмы ориентированы параллельно рабочей поверхности образца, ОМ на просвет; в – эмалевые призмы ориентированы перпендикулярно рабочей поверхности образца, СЭМ; г – эмалевые призмы ориентированы параллельно рабочей поверхности образца, СЭМ; д – схематическое изображение микроструктуры эмали

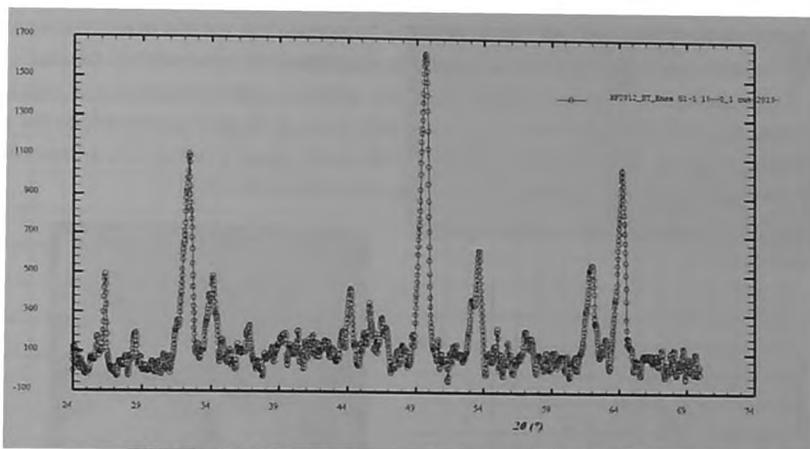


Рис. 9. Дифрактограмма, снятая с образца эмали

Механические свойства дентина и эмали

Испытание на одноосное сжатие было проведено на наборе из 20 образцов дентина размерами $2 \times 2 \times 0.65 \text{ мм}^3$ [6]. Нагружение прекращали, как только на деформационной кривой возник скачок. Поскольку после первого сжатия образцы на части не распадались, их удавалось продеформировать несколько раз подряд. Типичные деформационные кривые для трех последовательных сжатий образцов из дентина показаны на рис. 10 а. Ход кривых качественно не отличался друг от друга. Механические характеристики образцов дентина выбранной геометрии, полученные при одноосном сжатии, приведены в таблице 1. Видно, что модуль Юнга и предел прочности уменьшаются после каждого испытания. Величина упругой деформации остается постоянной, тогда как пластическая деформация резко уменьшается после первого сжатия. Поэтому полная деформация образцов дентина, также резко уменьшается после первого сжатия и продолжает уменьшаться после следующего испытания. Металлографическая аттестация образцов до и после сжатия, показала, что после испытаний на их поверхности появлялись трещины (рис. 10 б, в). Следовательно, зарождение и рост трещин можно рассматривать, как основную причину появления перелома на деформационной кривой. Несмотря на появление трещин в образце после испытания, его распада на части не происходило, тогда как при последующих сжатиях, количество и длина трещин на их поверхностях увеличивалось (рис. 10 г, д).

Таблица 1

Механические свойства дентина человека при сжатии

	Е, ГПа	σв, МПа	εупр, %	εпласт, %	ε, %
Сжатие 1	4,02±0,24	582±27	14,2±1,0	13,2±1,9	27,5±2,2
Сжатие 2	3,21±0,22	438±22	14,7±1,0	4,3±0,7	19,0±0,8
Сжатие 3	3,04±0,27	365±27	13,9±1,2	2,4±0,9	16,3±0,6

Испытания на трехточечный изгиб проводили вплоть до резкого падения прикладываемого к образцу напряжения на деформационной кривой, что соответствовало распаду образца на части (рис. 11 а, б). Разрушение образцов всегда происходило по линии приложения нагрузки, то есть траектория движения магистральной трещины была близка к прямой линии. Поверхность разрушения дентина была макроскопически ровной, несмотря на наличие микроскопического рельефа на изломе (см. рис. 11 б), как это наблюдается в хрупких материалах. На деформационной кривой можно выделить 2 участка. Первый линейный начинался из нуля и заканчивался при $\sim 120 \text{ МПа}$ и $\sim 0,9\%$. Второй участок был нелинейным и заканчивался при $\sim 190 \text{ МПа}$ и $\sim 1,5\%$. Модуль Юнга определялся по наклону первого участка ($14,46 \pm 2,49 \text{ ГПа}$). Точка максимального напряжения принималась, как предел прочности дентина при изгибе ($195 \pm 38 \text{ МПа}$) и полная дефор-

мация ($1,5 \pm 0,1\%$). Снижение сопротивления росту трещины при изгибе относительно сжатия, связан с практически отсутствием расклинивающих напряжений при сжатии плоских пластичных образцов. Такое явление наблюдается при больших деформациях металлов под действием сдвига под давлением по методу Бриджмена. При этом деформация может достигать сотен процентов, а образец сохранять свою целостность [12]. Действительно ранее отмечалось снижение прочности образцов при увеличении отношения высоты образца к его ширине [13].

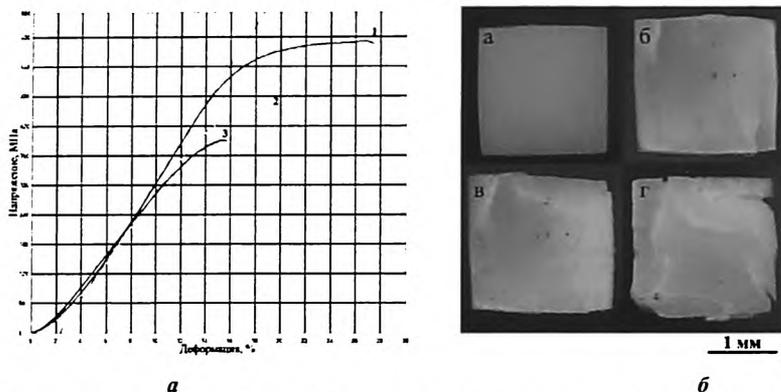


Рис. 10. Механические свойства дентина при сжатии: а – деформационные кривые; б – образцы до и после испытаний

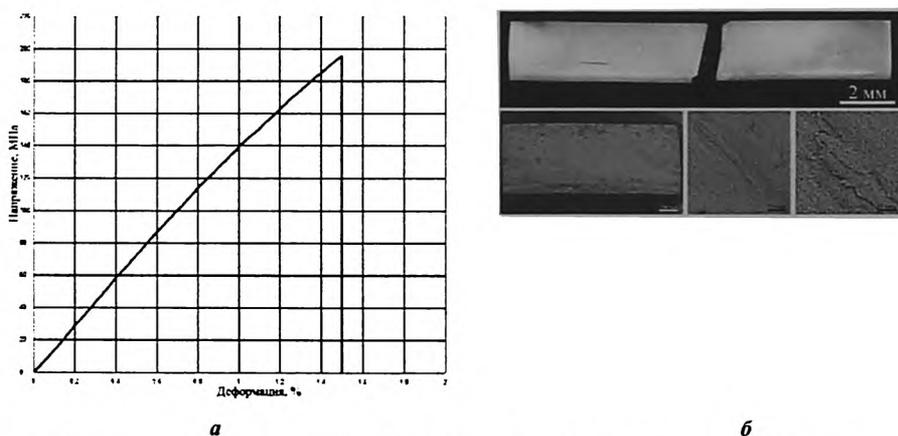


Рис. 11. Механические свойства дентина при изгибе: а – деформационная кривая; б – поверхности излома образца

Испытания эмали в режиме одноосного сжатия провели на 20 образцах размером $2 \times 2 \times 0,65 \text{ мм}^3$. Нагружение прекращали при появлении на деформационной кривой перелома. Как и в случае с дентином, образцы эмали на части не распадались, однако провести повторное их сжатие не удалось, поскольку они начинали крошиться сразу при приложении нагрузки. Ход деформационных кривых эмали отличался от дентина – линейный участок там отсутствовал (рис. 12 а). Поэтому определить модуль Юнга для эмали было невозможно. Предел прочности эмали при одноосном сжатии был $\sigma_b = 538 \pm 87 \text{ МПа}$ при осадке $\epsilon = 11,2 \pm 1,0\%$. Измерение линейных размеров образцов до и после испытания, показало, что величина необратимой деформации дентина при сжатии составляет $\epsilon_{\text{пласт}} = 3,5 \pm 1,9\%$ и, следовательно, на обратимую деформацию приходится $\epsilon_{\text{упр}} = 7,7 \pm 2,0\%$. Металлографическая аттестация образцов эмали до и после сжатия показала, что после испытания в них появляется большое количество трещин (рис. 12 б, в), рост которых при повторном испытании приводил к моментальному раскрашиванию образцов.

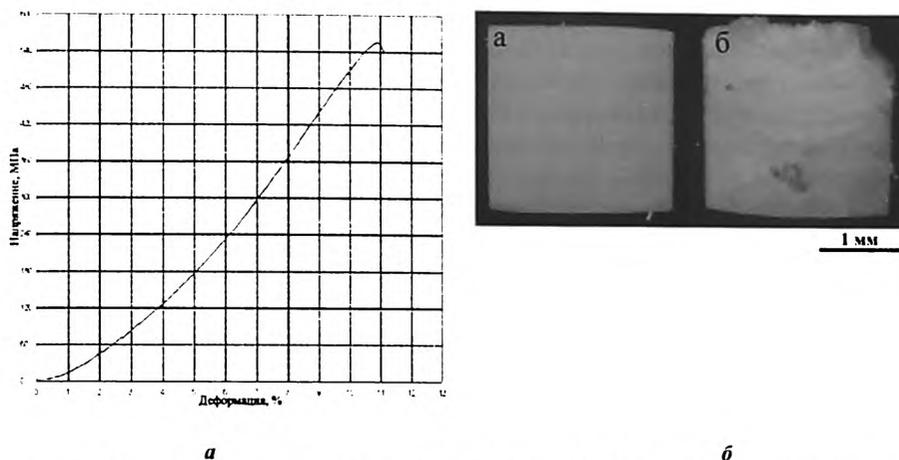


Рис. 12. Механические свойства эмали при сжатии: а – деформационная кривая; б – образец до и после испытания

Трещины в массивных образцах дентина по форме близки к клиновидным трещинам в пластичных, но разрушающихся хрупко металлах, таких как вольфрам или иридий: их края неровные, вершины острые, но угол раскрытия большой – около 10° (рис. 13 а). Анализ показывает, что направление роста трещины в дентине определяется геометрией приложенных напряжений и не зависит от ориентировки дентинных каналов. Перед вершиной трещины можно наблюдать более мелкие трещины, напоминающие поры (рис. 13 а). У них также острые вершины и большие углы раскрытия ($\sim 10^\circ$). Поэтому, можно предположить, что магистральная трещина в дентине развивается за счет объединения с порообразными мелкими трещинами, благодаря чему она приобретает сложный ломаный профиль. Изучение трещин в дентине в ПЭМ при увеличениях порядка $\times 10\,000$ показало, что их угол раскрытия всегда был порядка 10° , а перед вершинами происходит интенсивное утонение образца – образование развитой пластической зоны, где формируются порообразные трещины (рис. 13 б). Изучение области вершины трещины в дентине при больших увеличениях ($\times 100\,000$) подтвердило эти данные, полученные на мезоскопическом уровне. Край микроскопических трещин неровные, их вершины заметно затуплены, а перед ними происходит интенсивное утонение материала – образование пластической зоны (рис. 13 в).

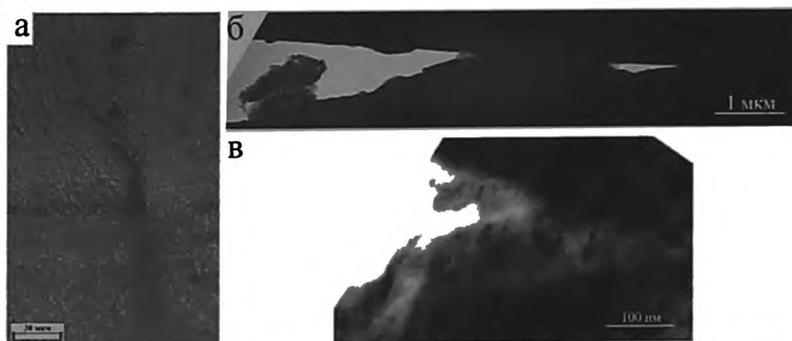


Рис. 13. Трещины в дентине: а – массивный образец (увеличение $\times 500$); б – тонкая фольга для ПЭМ (увеличение $\times 10\,000$); в – тонкая фольга для ПЭМ (увеличение $\times 100\,000$)

На рис. 14 а-в показаны трещины, распространяющиеся в массивном образце эмали. Трещина растет вдоль эмалевых призм путем объединения с более мелкими порообразными трещинами. При этом наблюдать пластическую зону в массивных образцах не удастся (как и в случае с дентином). При больших увеличениях четко видны первичные мосты между краями трещины, которые образуются в областях переплетения эмалевых призм за счет перехода трещины с одной

стороны призмы на другую (рис. 14 б). Между краями трещины, также образуются вторичные мосты, толщиной ~0.5мкм (рис. 14 в). Наблюдать развитую пластическую зону перед вершиной трещины в эмали удается в тонких образцах в проходящем свете (рис. 14 г). Вершины трещин в тонком образце эмали затуплены, а перед ней наблюдается узкая светлая полоска, лежащая на ее траектории предполагаемого роста. В верхней части трещины можно видеть участки неразрушенной эмали, а в полоске вблизи вершины магистральной трещиной происходит утонение материала и формирование порообразных трещин. Таким образом, показано, что механизм роста в трещин в дентине и эмали одинаков и во многом близок к механизму разрушения пластичных металлов. Число трещин в эмали, намного больше, чем в дентине. Большинство трещин растущих в эмали по направлению от ее внешней границе к внутренней, останавливаются на соединении дентина и эмали. Трещины, растущие вдоль этой границы, могут прорасти в эмаль, но они никогда не проникают в более пластичный дентин (рис. 15). Исходя из подобия механизмов роста трещин в дентине и эмали, можно сделать заключение, что в дентине рост трещин подавляется более эффективно, чем в эмали.

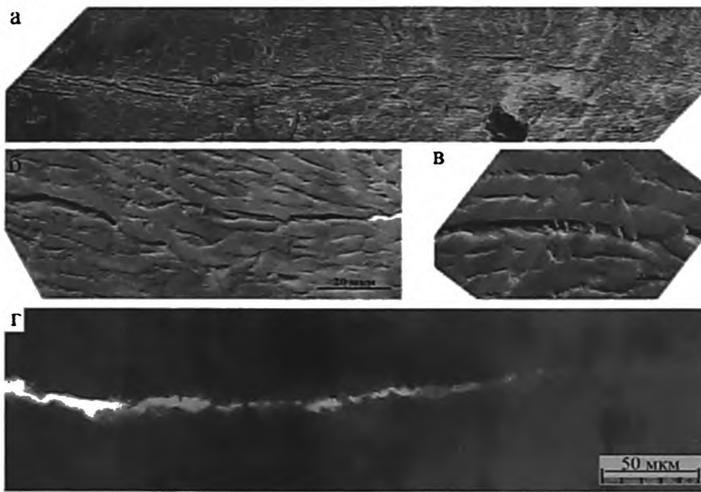


Рис. 14. Трещины в эмали: а, б и в – массивный образец (СЭМ); г – тонкий образец (ОМ на просвет)

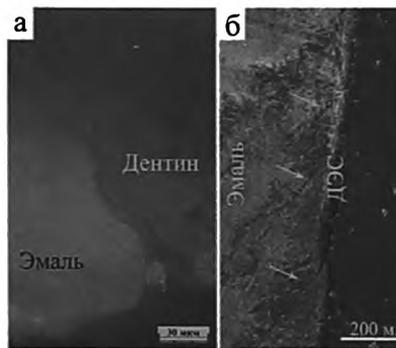


Рис. 15. Трещины на границе «эмаль-дентин, трещины проникают в эмаль (белые стрелочки)

Полученные результаты позволяют утверждать, что при сжатии дентин и эмаль ведут себя подобно некоторым наполненным полимерам – обнаруживают способность к значительной упругой и некоторой пластической деформации. Также как и в случае резин, пластичность этих твердых тканей существенным образом зависит от «степени наполнения» матрицы (чем она выше, если судить по соотношению неорганика-органика в матрице, тем пластичность ниже). Однако предел

прочности дентина и эмали в разы больше, чем у самых прочных резин. достигая величин, характерных для низколегированных сталей. При изгибе же, и дентин, и эмаль демонстрируют хрупкое поведение [7, 8].

Столь кардинальное различие можно объяснить сложным иерархическим строением этих тканей и разными схемами нагружения. При сжатии, когда уровень расклинивающих напряжений в образце минимален, дентинные каналы и эмалевые призмы не будут являться концентраторами напряжений, на которых возникают опасные трещины. Однако, если трещины все же появятся, их рост будет блокирован за счет достаточно высокой пластичности дентина или эмали, подобно тому как это происходит в металлах. При изгибе уровень растягивающих напряжений в образце сопоставим с испытаниями на одноосное растяжение. И, значит, любые дефекты сплошности матрицы, как то дентинные каналы или стыки эмалевых призм, становятся мощными концентраторами механических напряжений – местами наиболее вероятного появления трещин, и пластичность твердой ткани уже не способна подавить их роста. Вопрос о том, за счет каких физических механизмов в гидроксипатите кальция становится возможной значительные упругая и пластическая деформации остается открытым и требует дальнейших исследований.

Заключение

Показано, что дентин человека – это высоко упругая и одновременно пластичная прочная твердая ткань. Эмаль, также способна выдерживать значительную упругую деформацию, однако ее пластичность значительно ниже, чем у дентина при сопоставимом пределе прочности. Такое деформационное поведение хорошо согласуется с тем, что механизм разрушения этих твердых тканей одинаков и близок к тому, что наблюдается при разрушении пластичных металлов. Механизмы, обусловившие подобное поведение дентина и эмали, основой которых является гидроксипатит кальция, остаются невыясненными и их аттестация – задача для будущих исследований.

Исследование выполнено при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, соглашение 14.А18.21.1514.

ЛИТЕРАТУРА

1. Kinney J.H., Marshall S.J., Marshall G.W. The mechanical properties of human dentin: a critical review and re-evaluation of the dental literature// *Crit. Rev. Oral. Biol. Med.* -2003, vol. 14, №1, pp. 13-29;
2. He L.H., Swain M.V. Understanding the mechanical behavior of human enamel from its structural and compositional characteristics// *JMBBM* -2008, vol. 1, pp.18-29;
3. Stanford, J.W., Weigel, K.V., Paffenberger, G.C., Sweeney, W.T. Compressive properties of hard tooth tissues and some restorative materials// *Journal of the American dental Association* -1960, vol. 60, pp. 746-751;
4. Kinney J.H., Balooch M., Marshall G.W., Marshall S.J. A micromechanics model of the elastic properties of human dentine// *Archives of Oral Biology* -1999, vol. 44, pp. 813-822;
5. Hsiung L.L. Depth dependence of the mechanical properties of human enamel by nanoindentation// *J Biomed. Mat. Res.* -2006, part A, pp. 1-28;
6. Зайцев Д.В., Григорьев С.С., Антонова О.В., Панфилов П.Е. Деформация и разрушение человеческого дентина// *Деформация и разрушение материалов*-2011, том 6, с. 37-43;
7. Bajaj D., Nazari A., Eidelman N., Arola D.D. A comparison of fatigue crack growth in human enamel and hydroxyapatite// *Biomaterials* -2008, vol. 29, pp. 4847-4854;
8. Imbeni V., Kruzic J.J., Marshall G.W., Marshall S.J., Ritchie R.O. The dentin – enamel junction and the fracture of human teeth//*Nature Materials* -2005, vol. 4, pp. 229-232.