

На правах рукописи



Зайцев Дмитрий Викторович

**ФИЗИЧЕСКИЕ МЕХАНИЗМЫ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ
В МАТЕРИАЛАХ С РАЗВИТОЙ ИЕРАРХИЧЕСКОЙ СТРУКТУРОЙ.
ДЕНТИН И ЭМАЛЬ ЗУБОВ**

Специальность 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Екатеринбург – 2015

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

На ранних этапах своего развития, человек использовал природные материалы в хозяйственной деятельности, например, камни, дерево, кости и раковины моллюсков. По мере развития общества, стали появляться материалы искусственного происхождения, чье строение и свойства непрерывно совершенствовались с течением времени. Несмотря на это, существует необходимость в разработке новых легких материалов, обладающих высокими эксплуатационными характеристиками, которые бы сочетали в себе высокую прочность и деформируемость. В последнее время наблюдается тенденция «возврата» к природным материалам, так как благодаря их сложной архитектуре, при малом весе, они обладают высокими прочностными свойствами, которые часто превосходят на несколько порядков свойства их компонентов. Данное направление развития материаловедения, когда создаются материалы с заданными прочностными свойствами благодаря копированию микроструктуры биологических тканей, называется биомиметикой. Понимание механизмов деформации и разрушения в таких природных композициях, открывает широкие возможности создания нового поколения материалов с уникальным сочетанием прочностных свойств. При этом механические характеристики многоуровневых биологических композитов, отражают свойства материала на всех уровнях, поэтому подобного рода исследования должны включать в себя все масштабные уровни: макро, мезо и микроуровень.

Несмотря на развитие физических методов исследования микроструктуры и свойств твердых тел, полностью решить поставленную задачу не удастся. Многие исследователи охарактеризовали микроструктуру широкого спектра природных материалов: дерево, рога, кости, зубы, шелк, рыбью чешую, клювы птиц и раковины моллюсков. Тем не менее, лишь немногие из них всесторонне охарактеризовали механические свойства этих материалов. Еще меньше, выявили механизмы, лежащие в их основе. Существуют примеры получения синтетических копий этих материалов, но их применение в большей степени было неудачным.

Твердые ткани зубов человека (дентин и эмаль) являются примером материалов с высокими эксплуатационными характеристиками, они обладают сложным строением и уникальным сочетанием прочностных свойств, что позволяет им выдерживать воздействие механических нагрузок и агрессивной среды полости рта в течение длительного времени. Поэтому дентин и эмаль зубов человека можно рассматривать, как перспективные материалы для изучения с целью создания научной основы для разработки нового класса материалов. Естественно, что исследование их свойств будет, представляет интерес и для медицинских наук.

Степень разработанности темы

Зуб человека – это орган, который служит для измельчения / перетирания пищи и обладает для этого соответствующей формой и строением. Зуб анатомически принято разделять на две части: коронку и корень. Коронка зуба возвышается над десной и покрыта самой твердой тканью в человеческом организме – эмалью. Корень зуба расположен в ячейке челюстной кости и покрыт цементом, который обеспечивает связку зуба с десной. Основную массу зуба составляет дентин. В середине зуба имеется полость, которая переходит в узкий канал, заканчивающийся отверстием на верхушке корня. В этой области находятся мягкие ткани зуба – пульпа. Она состоит из сплетения нервных волокон и кровеносных сосудов.

Микроструктура твердых тканей зубов человека изучена достаточно подробно. Дентин и эмаль человека принято рассматривать, как развитые иерархические биоконпозиты. В микроструктуре дентина выделяют три структурных уровня. Первый/микроуровень – кристаллы гидроксиапатита кальция, размером 20-50 нм, заполняющие пространство между коллагеновыми волокнами и одиночные коллагеновые волокна, диаметром ~ 100 нм. Второй/мезоскопический – сетка из коллагеновых волокон, ориентированная преимущественно перпендикулярно дентинным каналам, а третий дентинные каналы, диаметром 3-5 мкм, окруженные высоминерализованной оболочкой и располагающиеся на расстоянии ~ 10 мкм друг от друга (рисунок 1). В микроструктуре эмали выделяют до 7 структурных уровней, но классическим считается разделение микроструктуры также на три

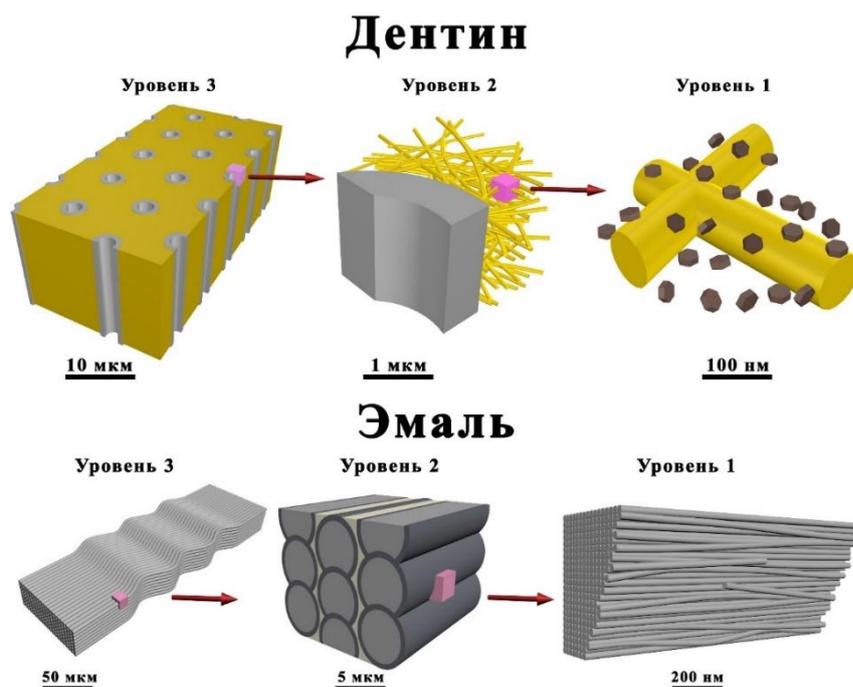


Рисунок 1 – Схематическое изображение микроструктуры дентина и эмали.

уровня (рисунок 1). Первый – это кристаллы гидроксиапатита кальция палочко-видной формы связанные друг с другом органическим энамелином, составляющих стержень и лежащих преимущественно вдоль его оси. Второй структурный уровень это одиночный эмалевый стержень. Третий уровень образуют параллельно расположенные эмалевые стержни, которые волнообразно простираются от границы соединения дентина с эмалью до внешнего слоя эмали.

В процессе жизнедеятельности человеческие зубы работают преимущественно на сжатие и истирание. Уровень напряжений, возникающих в зубах в процессе пережевывания пищи, не превышает 30МПа, хотя жевательный аппарат, в случае необходимости, способен развить усилия до 100кг и создать напряжения на отдельных участках эмали до 2ГПа.

Несмотря на большую практическую и социальную значимость проблемы прочности твердых тканей зубов и большого количества опубликованных работ, по этой теме начиная с конца XIX века (Black (1895)), достоверных механических характеристик получено не было. Данное обстоятельство связано со сложностями изготовления образцов для механических испытаний на макроскопических схемах

деформации, таких как сжатие, изгиб и растяжение. Микроскопические схемы нагружения, например, микро или нано индентирование, не способны описать деформационное поведение таких многоуровневых материалов в целом, хотя они получили широкое применение к изучению свойств дентина и эмали. Действительно, в литературе присутствует множество работ по изучению механических свойств твердых тканей зубов при точечном нагружении, тогда как количество работ по применению макроскопических схем нагружения мало. Изучение механических свойств дентина и эмали при сжатии, показало, что они являются прочными ($\sigma_B \sim 250 \div 350 \text{ МПа}$), практически недеформируемыми ($\sim 3\%$) твердыми тканями (научные группы под руководством Stanford, Peyton и др.). При этом при индентировании, дентин и эмаль ведут себя как высокоупругие и, одновременно, пластичные среды (Marshall и Low).

На способность этих твердых тканей зубов к высокой пластической деформации, указывает механизм их разрушения, когда рост магистральной трещины в дентине и эмали происходит за счет зарождения и слияния сателлитных трещин перед ее вершиной (группы Ritchie и Arola). Подобный механизм роста трещин характерен для пластичных металлов, но не для таких хрупких материалов как дентин и эмаль при сжатии. Такое поведение объясняется образованием органических мостов из колагеновых волокон между краями трещин, которые не разрушаются при прохождении трещины через хрупкий дентин и эмаль. При этом, остается неясным, почему упруго-пластичный материал на микроуровне, ведет себя, как хрупкий на макроуровне, и с чем связано данное обстоятельство, с недостаточной изученностью механических свойств твердых тканей зубов, либо с особенностями их строения? Данное обстоятельство требует детального исследования. Поэтому для определения взаимосвязи между микроструктурой и прочностными свойствами дентина и эмали, необходимо предварительно детально изучить их механические характеристики с позиции их микроструктуры.

Цели и задачи:

Целью представленной работы является определение физических механизмов деформации и разрушения в дентине и эмали зубов человека для создания научной базы, которая будет использована при разработке материалов на основе микроструктуры биологических твердых тканей. Для достижения этого необходимо решить следующие задачи.

1. Разработать методику приготовления малогабаритных образцов из дентина и эмали человека разной геометрии для механических испытаний на сжатие, изгиб, сдвиг и диаметрально сжатие.
2. Изучить микроструктуру образцов твердых тканей зубов после деформации на микро-, мезо- и макро- уровнях.
3. Провести детальное изучение механических свойств дентина, эмали и дентиноэмалевого соединения при комнатной температуре и при температуре жидкого азота.
4. Провести сравнение деформационного поведения твердых тканей зубов с модельными материалами, хрупкими, пластичными и высоко-упругими.

Научная новизна:

1. Определены физические механизмы необратимой деформации в дентине и эмали. Показано, что она реализуется за счет вкладов органической матрицы и пористости межтрубчатого дентина, а в эмали при изгибе эмалевых стержней за счет сцепления между собой палочковидных кристаллов.
2. Впервые показано, что при сжатии дентин способен к большой упругой и значительной необратимой деформации.
3. Впервые показано, что при сжатии эмаль способна выдерживать значительные упругие деформации.

4. Показано, что остановка трещины в дентине при растяжении реализуется за счет органической матрицы. Основным механизмом торможения трещины в эмали является образование мостов на переплетении эмалевых стержней.

Теоретическая и практическая значимость работы:

1. Показано, что деформационное поведение дентина в упругом режиме может быть описано поведением мягкой матрицы, наполненной твердыми частицами ~60% по массе, одинакового размера ~1мкм. Эмаль можно рассматривать, как направленный плотноупакованный волокнистый композит, с волокнами, диаметром ~5мкм, соединенными друг с другом тонкой мягкой прослойкой, где происходит сдвиг стержней относительно друг друга. Данная информация может, использована для разработки моделей, описывающих деформационное поведение этих твердых тканей.
2. Определены оптимальные геометрические параметры образцов дентина и эмали для испытания на сжатие ($d/h=4,0$ и $d/h=2,1$, соответственно).
3. Полученные значения механических величин дентина и эмали могут быть использованы, как эталонные при разработке стоматологических реставрационных материалов, так и при оценке прочностных свойств патологической зубной ткани.

Дентин: Предел прочности 432 ± 16 МПа, модуль Юнга $4,04 \pm 0,12$ ГПа, коэффициент Пуассона $0,14 \pm 0,04$, упругая деформация $13,5 \pm 1,7\%$ и пластическая деформация $13,5 \pm 2,4\%$ (при сжатии).

Эмаль: Предел прочности 363 ± 8 МПа, модуль Юнга $5,64 \pm 0,38$ ГПа и деформация $6,4 \pm 1,1\%$ (при сжатии). Поперечную деформацию эмали ~10% можно принять, как критический параметр определяющий прочность эмали.

4. Разработанные методики приготовления малогабаритных образцов для механических испытаний дентина и эмали на сжатие, изгиб, сдвиг и диаметрально сжатие позволяют проводить исследования их прочностных свойств с высокой степенью достоверности и могут быть применены к изу-

чению прочностных свойств других твердых тканей живых организмов, например, костей.

Методология и методы исследования:

В работе применительно к биологическим тканям применяются традиционные методы физики конденсированного состояния. Изучается взаимосвязь между деформационным поведением и микроструктурой образцов на различных масштабных уровнях:

на микроскопическом масштабе - это структурное состояние образцов. Основными методами исследования микроструктуры являются просвечивающая электронная микроскопия и рентгеноструктурный анализ;

на мезоскопическом масштабе - это изучение распределения дентинных каналов и волокон коллагена в дентине (сканирующая электронная и световая микроскопия);

на макроскопическом масштабе - аттестация морфологии образцов до, в процессе и после механических испытаний методами оптической микроскопии;

На всех уровнях изучается развитие трещин в поле механических сил, как структурных элементов, позволяющих прямыми методами контролировать развитие процесса разрушения. Кроме того, проводятся испытания при температуре жидкого азота для определения вклада органики в пластичность. Дополнительно сравнивается деформационного поведения с хрупкими, пластичными и материалами с промежуточными свойствами. На основании сопоставления полученных данных на всех структурных уровнях, определены физические механизмы деформации и разрушения в дентине и эмали зубов человека.

Положения, выносимые на защиту:

1. Масштабные уровни в материалах с развитой иерархической структурой определяют разные деформационные механизмы, которые активируются в зависимости от схемы нагружения и величины прикладываемой нагрузки.

2. Дентин способен к высокой упругой и значительной необратимой деформации. Эмаль выдерживает значительную упругую деформацию, но способна к необратимой деформации, только тогда, когда нагрузка прикладывается перпендикулярно эмалевым стержням, в противном случае ее можно охарактеризовать, как хрупкий материал.
3. Дентин и эмаль являются анизотропными материалами, но несмотря на это их можно рассматривать, как изотропные до 17% и 5% деформации сдвига, соответственно. Плоскость перпендикулярная дентинным каналам является легкой для разрушения, тогда как в эмали плоскость перпендикулярная стержням является трудной для разрушения.
4. Необратимая деформация в дентине обеспечивается за счет органической фазы и пористости межтрубчатого дентина. При этом при растяжении основной вклад вносит органическая фаза, а при сжатии пористость. Необратимая деформация в эмали реализуется при изгибе эмалевых стержней за счет сцепления между собой палочковидных кристаллов
5. Релаксация напряжения в этих твердых тканях происходит также за счет роста трещин. При этом дентин и эмаль способны эффективно подавлять их рост: дентин, благодаря способности к высокой деформации межтрубчатого дентина; в эмали основным механизмом остановки роста трещины является образование мостов на переплетениях эмалевых стержней. Дентинные каналы включаются в процесс разрушения, когда к образцу прикладываются растягивающие нагрузки, в противном случае, когда сжимающие нагрузки максимальны, разрушение реализуется в межтрубчатом дентине.
6. Соединение дентина с эмалью играет важную роль в деформационном поведении зуба, компенсируя напряжения между этими твердыми тканями, обладающими разными прочностными свойствами. Стабильность соединения достигается за счет того, что механические свойства дентина и эмали снижаются вблизи границы и становятся равными друг другу.

Степень достоверности и апробация результатов работы

Результаты диссертационной работы обсуждались на семинарах в институтах Макс Планка, Дюссельдорф, Германия, 2011; Институте Лейбница, Саарбрюккен, Германия, 2012; Университете калифорнии Сан-Франциско, США, 2012 и Санкт-Петербургском политехническом университете, 2014 и на представительных Международных и Всероссийских конференциях и семинарах: X и XI Молодежной школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния вещества, Екатеринбург, 2009 и 2010; V и VI Российской конференции «Механика микронеоднородных материалов и разрушение», Екатеринбург, 2008 и 2010; IV, V и VIII Всероссийской научно-технической конференции «Ресурс и диагностика материалов и конструкций», Екатеринбург, 2009, 2011 и 2014; XVII; III Международная конференция по механике биоматериалов и тканей, Флорида, США, 2009; VII Семинаре СО РАН – УрО РАН «Термодинамика и материаловедение», Новосибирск, 2010; V и VI Международной конференции «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений», Тамбов, 2010, Тольятти 2011; VI Международной конференции по микроструктуре и микромеханизмам разрушения, Брно, Чехия, 2010; VI Международной конференции «Прочность и разрушение материалов и конструкций», Оренбург, 2010; XVII, XVIII и XIX Зимней школы по механике сплошных сред, Пермь, 2011, 2013 и 2015; XX Петербургских чтениях по проблемам прочности, Санкт-Петербург, 2012, 19 Европейской конференции по разрушению, 2012, Казань, Россия; Всероссийской молодежной научной конференции «Минералы: строение, свойства, методы исследования», Екатеринбург, 2012, 2013; I, II и III Всероссийском рабочем совещании по проблемам фундаментальной стоматологии, Екатеринбург, 2013, 2014; Международном рабочем совещании «Разрушение многофазных материалов при интенсивном нагружении: эксперимент и многоуровневое моделирование», Пермь, 2014; 2 Международная конференция по композитам и полимерам на биологической основе, Вышегород, Венгрия, 2014; Международной конференции «Физическая мезомеханика многоуровневых систем -2014. Моделирование, эксперимент, приложение», 2014, Томск; Международный симпозиум «Перспективные материалы и

технологии”, 2015, Витебск, Беларусь; XIX Международной конференции “Физика прочности и пластичности материалов”, 2015, Самара.

Публикации

Основное содержание работы опубликовано в 1 главе монографии, 1 обзоре, 31 статье и 27 тезисах, в том числе 16 статьях в журналах, рекомендованных ВАК РФ, 12 из которых в списке баз данных Scopus и Web of Science.

Объем и структура диссертации

Диссертация состоит из введения, методики эксперимента, трех глав, основных выводов и списка цитируемой литературы, включающего 227 наименования и списка обозначений и сокращений. Содержание диссертации изложено на 277 страницах, включая 202 рисунка и 45 таблиц.

Первая часть работы содержит литературный обзор и результаты экспериментов по изучению деформационного поведения дентина человека при сжатии, изгибе, сдвиге и диаметральном сжатии – непрямом растяжении. В частности, приведены зависимости механических свойств дентина от соотношений его граней и скорости нагружения, включая ползучесть. Исследовано деформационное поведение дентина в жидком азоте при сжатии и непрямом растяжении. Аттестованы механизмы роста трещины в дентине. Проведено сравнение деформационного поведения дентина с кварцевым стеклом, оксидом алюминия, оргстеклом и ряда наполненных полимеров. В заключении главы сформулированы основные механизмы деформации в дентине.

Вторая часть работы состоит из литературного обзора и результатов экспериментов по изучению деформационного поведения эмали человека при сжатии, сдвиге и диаметральном сжатии – непрямом растяжении. Изучены зависимости механических свойств эмали от соотношений его граней и скорости нагружения, включая ползучесть. Исследовано деформационное поведение эмали в жидком азоте при сжатии и непрямом растяжении. Аттестованы механизмы роста трещины в эмали. В заключении главы сформулированы основные механизмы деформации в эмали.

Третья часть работы состоит из литературного обзора и результатов экспериментов по изучению деформационного поведения дентиноэмалевого соединения человека, как при комнатной температуре, так и при температуре жидкого азота. Изучено деформационное поведение образцов содержащих дентиноэмалевого соединения при сжатии и сдвиге. Оценен вклад дентиноэмалевого соединения в деформационное поведение зуба. Определен механизм обеспечивающий надежность данного соединения.

В заключении сформулированы основные результаты исследований

Исследования, приведенные в диссертационной работе, выполнены при поддержке программы Минобрнауки РФ "Развитие научного потенциала высшей школы" (# 2.2.2.2/5579); грантов Американского фонда гражданских исследований и развития (# RUXO-005- BG4M05, BG7305, BF5M05, BG-9305и BG1305); РФФИ (10-08-09231-моб_з, 11-08-09424-моб_з, 12-02-16088-моб_з_рос, 14-08-31691 мол_а и 15-08-04073 А), ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» № 14.А18.21.1514,РНФ 15-19-10007 и программами развития УрФУ.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Испытания на сжатие

Эксперименты показали, что эффект формы при сжатии свойственен, как дентину, так и эмали. Предел прочности, упругая и пластическая деформация возрастают с увеличением отношения диагонали поверхности сжатия к высоте образца (d/h отношения), тогда как модуль Юнга снижается. Зависимость механических характеристик от отношения в эмали, качественно была похожа на дентин. Однако механические параметры изменялись не так интенсивно, как в дентине.

Происхождение эффекта формы при сжатии может быть связано, как с собственными свойствами материала, так и с некоторыми экспериментальными факторами. Один из них — это трение между поверхностями образца и пуансонами, когда боковая деформация подавляется. Сжатие образца приводит к его расширению и, следовательно, возникают растягивающие напряжения перпендикулярно сжимающим. При малых деформациях распределение напряжений в образце можно считать однородными, тогда как при больших деформациях, данное условие нарушается. В результате образцы дентина с маленьким отношением или высокие образцы, в процессе испытания принимали бочкообразную форму, где уровень растягивающих напряжений в его центральной части превышает их уровень около пуансонов. Для образцов, имеющих большое d/h отношение или плоских образцов, области неоднородных деформаций малы по сравнению с объемом образца. Поэтому распределение напряжений можно принять однородными. Вклад силы трения в деформационное поведение образца возрастает с увеличением отношения граней образца. Растягивающие напряжения или поперечная деформация минимальны, когда вклад сил трения максимален. При испытании плоских образцов, где трение значительно и реализуются условия близкие к трехосевому сжатию, процесс разрушения или зарождения трещин подавлен из-за отсутствия расклинивающих напряжений. Поэтому у плоских образцов предел прочности возрастает. Отношение поперечной деформации к осевой определяет вклад силы трения в деформационное поведение образца. Отношение поперечной

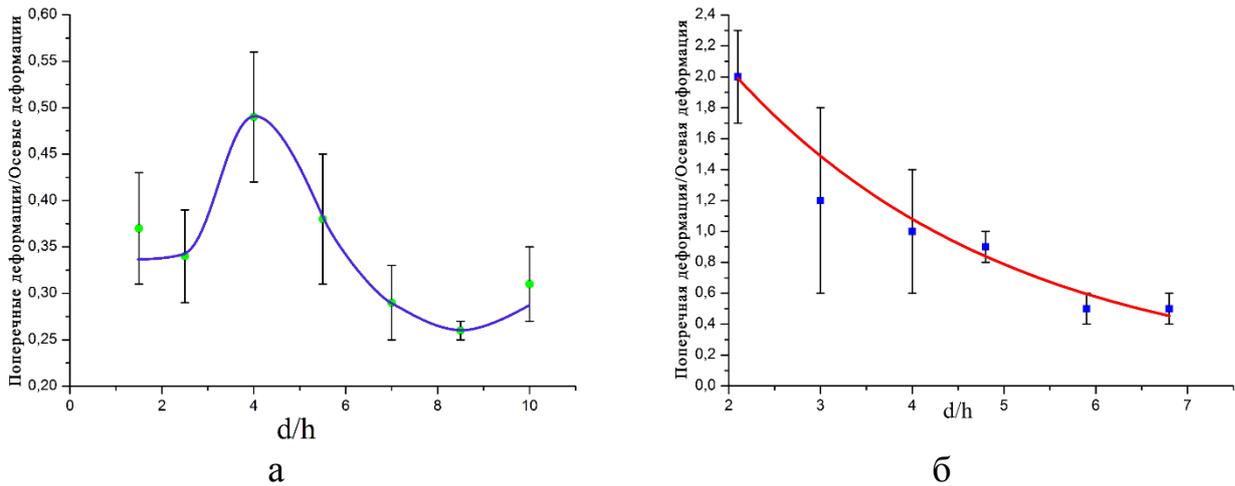


Рисунок 2 – График зависимости отношения растягивающих напряжений к сжимающим в dentине от d/h отношения при сжатии: а – dentин; б – эмаль.

деформации к осевой в dentине, максимально для образцов с $d/h=4$ и минимально для образцов с наибольшим d/h отношением, и промежуточное для образцов с маленьким отношением (рисунок 2а). Образцы эмали под нагрузкой, никогда не приобретали бочкообразную форму, но во всех случаях наблюдался их наклон. Какой-либо зависимости угла наклона от d/h отношения обнаружено не было. После разгрузки угол наклона образца сохранялся. Отношение поперечной деформации к осевой экспоненциально уменьшается с ростом d/h в эмали (рисунок 2б). Следовательно, механические свойства образцов с $d/h=4$ и $d/h=2,1$ наиболее близкие к собственным свойствам dentина и эмали человека, соответственно, когда вклад сил трения минимален в их деформационное поведение.

Другой причиной появления эффекта формы может быть разница между истинными напряжениями и условными, которые рассчитывает машина. Расчет условных напряжений основан, на исходном размере образца, однако, в процессе нагружения, размеры образца, включая их поперечное сечение, изменяются и, следовательно, истинные напряжения отличаются от условных. Это не существенно, когда материал хрупкий и деформация менее 1%, но для высоко деформируемых материалов, таких как dentин человека, когда деформация может достигать несколько десятков процентов, это нужно учитывать. Поэтому эта разница в напряжениях должна приниматься во внимание. Оценка истинных напряжений показала, что истинный предел прочности всегда меньше чем условный. Истин-

ный предел прочности возрастает с ростом d/h отношения, как и условный предел прочности. Поэтому, была выполнена корректировка напряжений в образцах дентина и эмали на расширение, а также корректировка осевой деформации и напряжений в эмали на угол наклона образцов. С учетом скорректированных значений напряжений и деформации также был пересчитан модуль Юнга для обеих тканей. Данная коррекция, позволила во многом объяснить разброс результатов механических испытаний в литературе и получить достоверные данные (Таблица 1).

Испытания на сжатие показали, что дентин человека при сжатии ведет себя, как упруго – пластичное твердое тело. На деформационной кривой дентина, наблюдался линейный и продолжительный нелинейный участок (рисунок 3). Металлографическое изучение образцов дентина до и после сжатия, показало, что после испытаний на их поверхностях появлялись трещины (рисунок 4а). Но, несмотря на появление трещин в образце, его распада на части не происходило. Форма деформационной кривой эмали отличается от дентина (рисунок 3). При сопоставимой с дентином прочности, эмаль была менее деформируема. На кривой для эмали можно выделить два участка: нелинейный и линейный. При этом нелинейный предшествует линейному. Образцы эмали не разрушались в процессе испытания, несмотря на появление большого количества трещин на их поверхности,

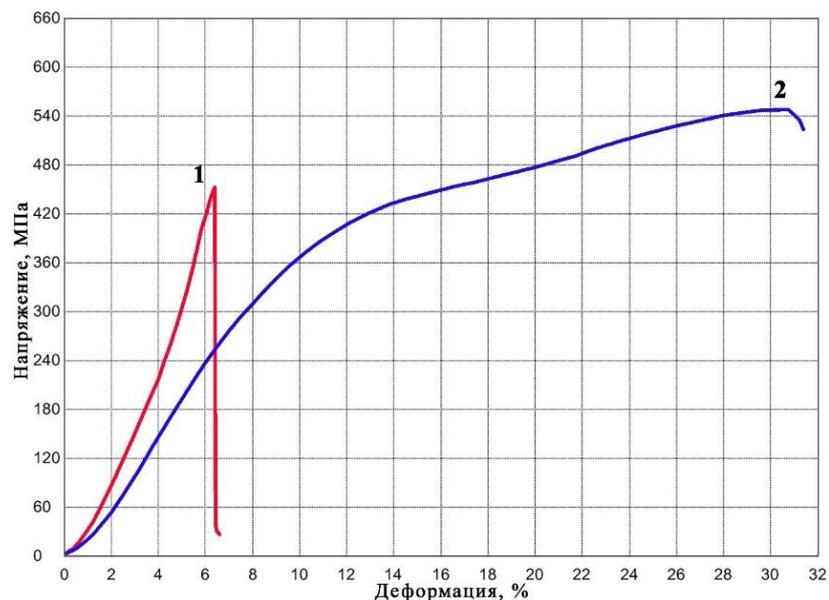


Рисунок 3 – Деформационные кривые при сжатии: кривая 1 – эмаль; кривая 2 – дентин.

хотя в некоторых случаях от краев образцов отделялись крупные фрагменты (рисунок 4б). Следовательно, эмаль можно рассматривать, как прочное тело, способное к большой деформации. Обратимые и необратимые деформации образцов дентина и эмали определялись из их линейных размеров до и после испытания. Разгрузка образцов непосредственно перед разрушением, показало, что деформация эмали упругая на всем диапазоне нагрузок, а необратимая деформация возникает за счет разрушения структуры, тогда как дентин способен к пластической деформации.

Раннее экспериментаторами было показано, что при растяжении дентина рост трещины происходит за счет объединения основной трещины с мельчайшими трещинами в дентинных каналах. Тогда как при сжатии мы видим обратную ситуацию, когда трещины формируются в межтубочковом пространстве, а дентинные каналы не разрушаются. Следовательно, можно сказать, что деформационное поведение дентина человека при сжатии определяется деформационными процессами, происходящими в межтубочковом дентине (рисунок 5).

Изучение трещин в дентине с помощью ПЭМ при увеличениях порядка $\times 10\,000$ показало, что угол раскрытия основной трещины всегда был не менее 10° , а перед ее вершиной происходит утонение материала и образование сателлитных материала (рисунок 6б). Подобная механистическая картина роста трещины

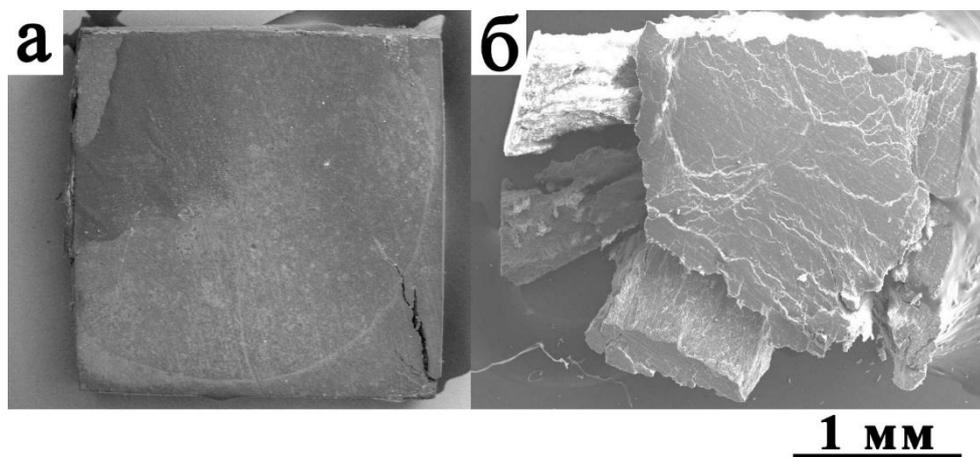


Рисунок 4 – Поверхности сжатия образцов после испытания: а – дентин; б – эмаль.

Таблица 1 – Механические свойства дентина и эмали человека при сжатии

Материал	Е, ГПа	σ , МПа	$\epsilon_{упр}$, %	$\epsilon_{пл}$, %	δ , %
Дентин	4,04±0,12	432±16	13,5±1,7	13,5±2,4	27,0±3,4
Эмаль	5,64±0,38	363±8	6,4±1,1	-	6,4±1,1

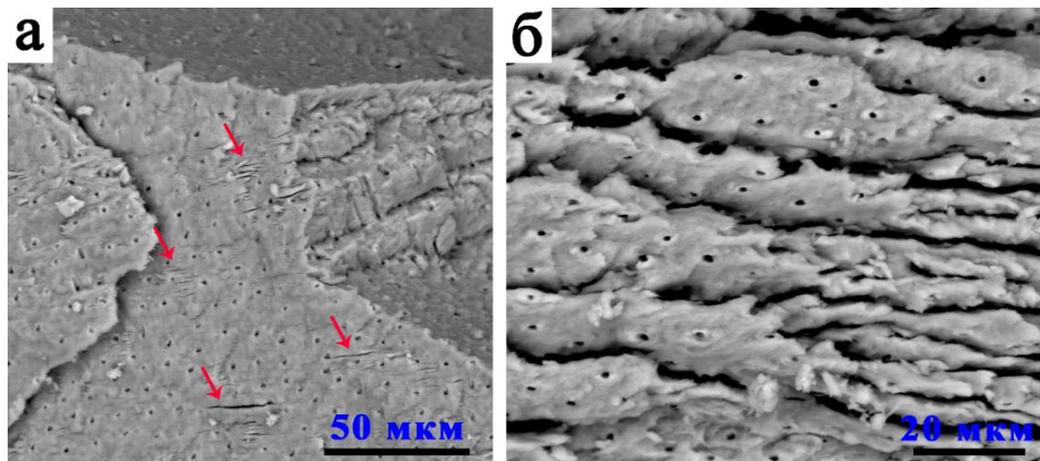


Рисунок 5 – Поверхности излома сжатого образца: а – области сжатого межтрубчатого дентина, отмечены стрелками; б – рост трещин при сжатии.

трещин (рисунок 6а). Наблюдения вершины трещины при больших увеличениях ($\times 100\,000$) подтвердило, это заключение, при этом перед вершиной трещины происходит интенсивное утонение дентинной матрицы, так как изменяется прозрачность. Подобная ситуация имеет место в объемных образцах и тонких фольг пластичных металлов, когда релаксация напряжений в вершине трещины происходит как за счет деформации, так и за счет образования свободной поверхности. На экспериментах в металлах (растяжение непосредственно в колонне ПЭМ) эта конкуренция каналов релаксации напряжений выглядит как интенсивное утонение образца и, после достижения некоторой критической толщины, в утоненной области фольги происходит зарождение трещин и их дальнейшее объединение. Следовательно, дентин способен к упруго-пластичному поведению, как на макро, так и на микроуровне. Траектории роста трещин в эмали были параллельны друг другу на боковой поверхности образца, тогда как на поверхности сжатия они были расположены случайным образом. Данное обстоятельство связано с фактом, что

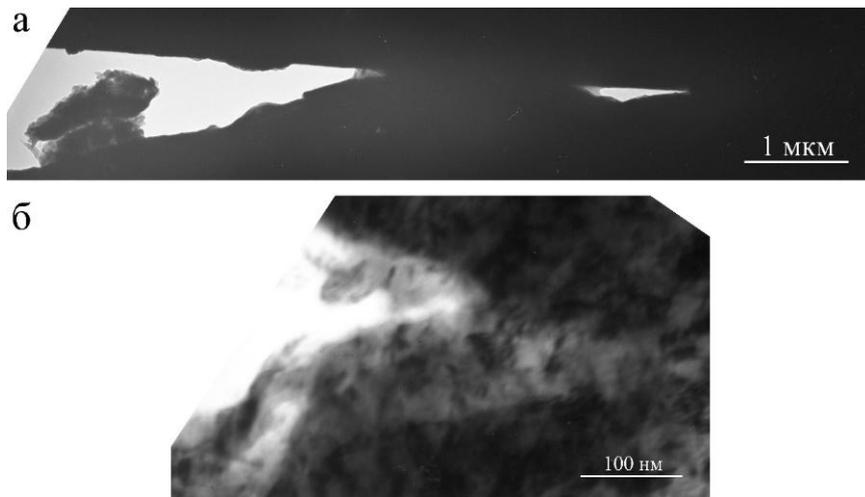


Рисунок 6 – Вершины трещин в дентине, ПЭМ: а – увеличение 7000; б – увеличение 100.000.

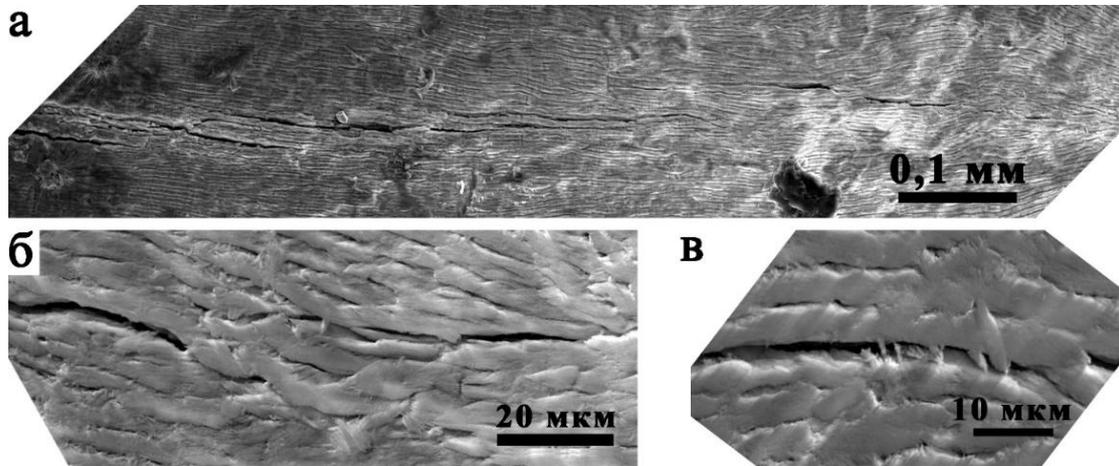


Рисунок 7 – Верхняя часть трещины в эмали: а – наблюдаются сателлитные трещины; б – образование первичных мостов, в местах переплетения эмалевых призм; в – края трещины, между которыми видны вторичные мосты.

рост трещины в эмали реализуется между соседними эмалевыми призмами. Аттестация роста трещины, показала, что механизм роста трещины совпадает с механизмом роста описанным в литературе (рисунок 7). Трещина растет вдоль эмалевых призм за счет объединения с сателлитными трещинами, формирующимися в ее фронте (рисунок 7а). 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 (рисунок 7б). Между краями трещины, также образуются вторичные мосты, толщиной $\sim 0,5\text{ мкм}$ (рисунок 7в). Равенство угла наклона для всех групп образцов эмали при сжатии позволяет сделать заключение, что наклон связан с микроструктурой

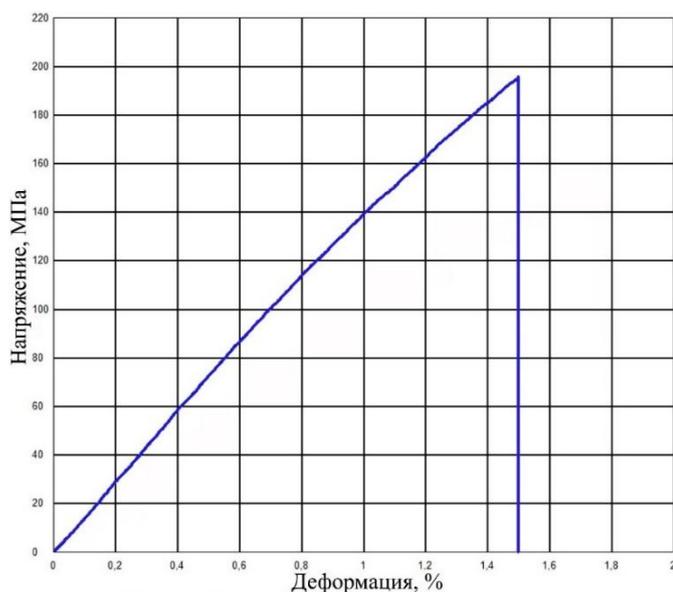


Рисунок 8 – Деформационная кривая дентина при изгибе.

эмали, а не с геометрией образца. Жесткие и малодеформируемые эмалевые стержни проще повернуть, чем согнуть. Кроме того, изначально наклоненные эмалевые стержни к оси сжатия благоприятствуют этому, а протеиновая компонента между стержнями облегчает наклон образца, где происходит сдвиг стержней относительно друг друга. Подобный механизм деформации был предложен ранее при моделировании деформационного процесса при индентировании.

Испытания на изгиб

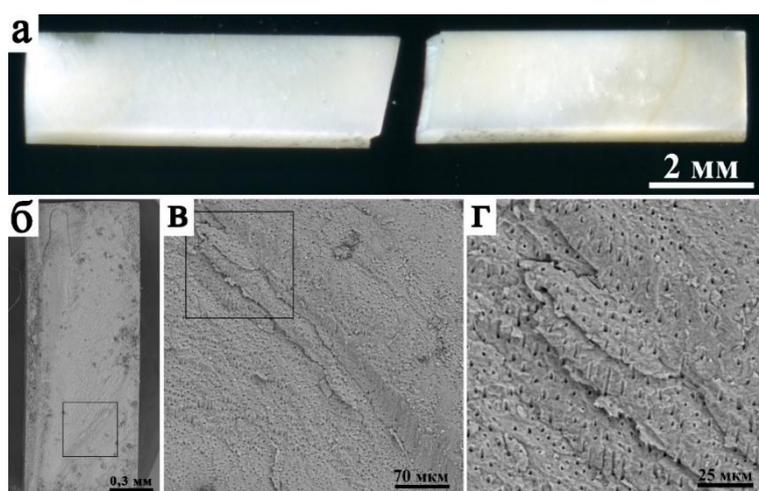


Рисунок 9 – Поверхности изломов дентина при изгибе: а – образец; б – общий вид; в – область из рамки, рисунок 9б; г – область из рамки, рисунок 9в.

Испытания на изгиб позволяют оценить деформационное поведение образцов при высоком уровне растягивающих напряжений в его нижней части. При этом в отличие от растяжения, эта деформационная схема является более мягкой и дает возможность оценить упруго пластичные свойства практически хрупких материалов. Деформационную кривую по характеру поведения можно разделить на два участка: линейный и нелинейный (рисунок 8). Разрушение образцов происходило по достижению деформации $1,5 \pm 0,1\%$, в области линии приложения нагрузки, на две равные части (рисунок 9а). По длине первого линейного участка определили упругую деформацию $\varepsilon_{\text{упр}} = 1,0 \pm 0,1\%$, а по второму пластическую $\varepsilon_{\text{пласт}} = 0,5 \pm 0,1\%$. Предел прочности и модуль Юнга дентина при изгибе равнялся $\sigma_{\text{н}} = 195 \pm 38 \text{ МПа}$ и $E = 14,46 \pm 2,49 \text{ ГПа}$, соответственно. Разрушение образца дентина произошло за счет роста одиночной трещины в месте контакта нагружающей призмы (рисунок 9а). Поверхность излома дентина была неровной (рисунок 9б), на микро уровне наблюдаются небольшие ступеньки (рисунок 9в,г). Это связано с его сложной микроструктурой, где траектория роста трещины может зависеть от ориентировки дентинных каналов в образце при растяжении. Действительно ранее было показано, что поверхность излома при изгибе определяется ориентировкой дентинных каналов в образце. Можно заключить, что дентин ведет себя, как малодеформируемый материал, когда растягивающие напряжения преобладают.

Испытания на диаметрально сжатие – не прямое растяжение

Диаметральное сжатие или не прямое растяжение позволяет испытывать малогабаритные образцы на растяжение. Ранее было показано, что предел прочности, полученный при данном методе, аналогичен полученному при прямом растяжении. Характерные деформационные кривые для дентина и эмали приведены на рисунке 10. Деформационную кривую дентина по характеру поведения можно разделить на два участка линейный, на начальном этапе испытания и до $\sim 60 \text{ МПа}$ и $\sim 3,5\%$, и далее нелинейный до момента разрушения. Предполагается, что на линейном участке образец деформируется упруго, а на нелинейном – пластично. Образец дентина разрушался на три части после испытания. Средняя часть имела

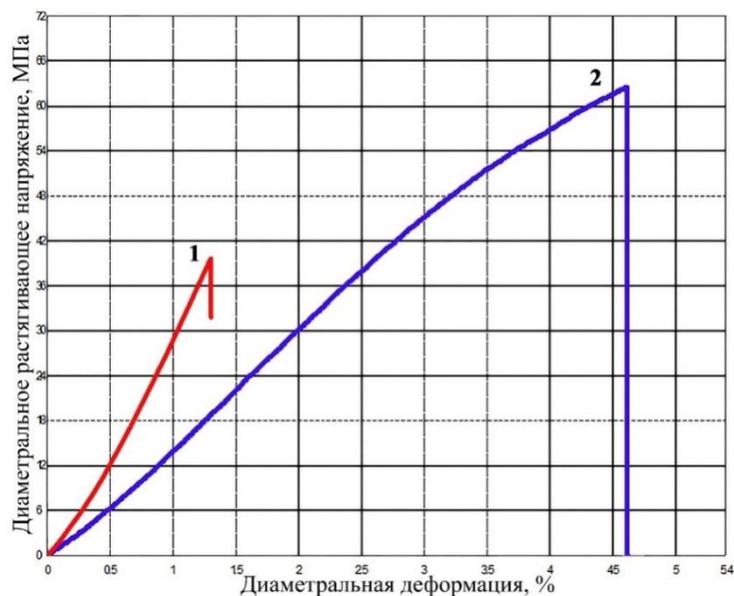


Рисунок 10 – Деформационные кривые образцов при диаметральном сжатии: а – эмаль; б – дентин.

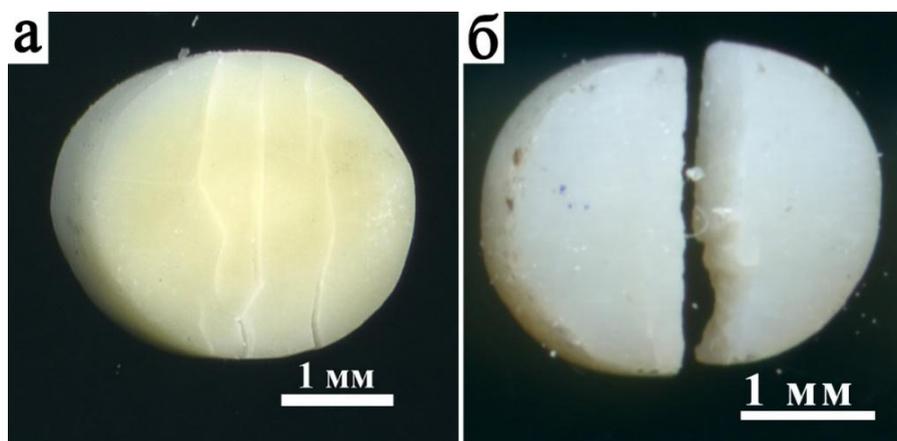


Рисунок 11 – Боковые поверхности образцов после диаметрального сжатия: а – дентин; б – эмаль.

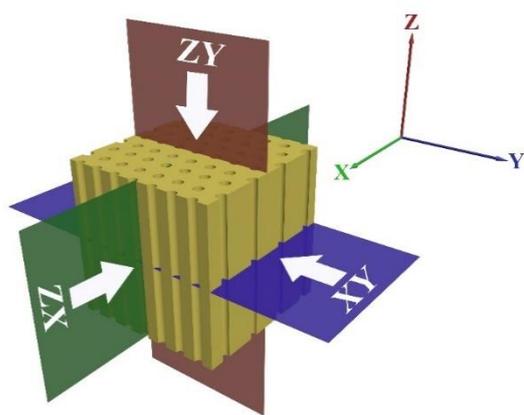
прямоугольный профиль, тогда как боковые части были сегментами. Металлографическая аттестация боковой поверхности образца непосредственно перед разрушением показала, что форма образца после испытания перешла из круглой в эллипсоидальную, а в центральной части образца наблюдается интенсивное расщепление (рисунок 11а). Траектории трещин располагаются параллельно направлению нагружения. Следует отметить, что возникновение трещин не привело к мгновенному разрушению образца, что является характерной особенностью дентина, который способен эффективно подавлять рост трещин. Нелинейный характер деформационного поведения и множественный рост стабильных

Таблица 2 – Механические свойства образцов при диаметральной сжатии.

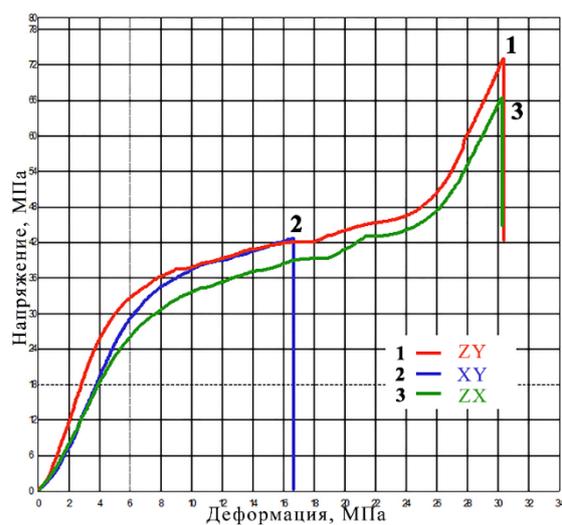
Материал	E, ГПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ , МПа	$\varepsilon_{упр}$, %	$\varepsilon_{пл}$, %	δ , %
Дентин	1,50±0,09	59,6±3,6	62,6±5,2	3,6±0,2	1,1±0,3	4,7±0,6
Эмаль	3,33±0,24	39,9±4,7	39,9±4,7	-	-	1,1±0,1

трещин говорит о высокой пластичности дентина в поле растягивающих напряжений. При этом необратимые деформации приводят к изменению формы образца, вследствие чего линия контакта трансформируется из линии в прямоугольник. Поэтому центральная часть образца подвергается сжатию, тогда как максимальные растягивающие напряжения концентрируются на границах центральной части. В результате этого образец разрушается на три части.

Образец эмали распадался на две равные части по линии нагружения при испытании на диаметральной сжатие (рисунок 11б). Деформационную кривую эмали можно аппроксимировать прямой линией (рисунок 10). Принимая во внимание, линейную зависимость и то, что образец разрушался после испытания, можно заключить, что деформационное поведение эмали человека можно охарактеризовать, как хрупкое. При этом предел прочности эмали при диаметральной сжатии ниже, чем предел прочности дентина при аналогичном испытании (Таблица 2). Это можно объяснить, тем, что дентин ведет себя, не как хрупкий материал при диаметральной сжатии, что связано с большим содержанием органики в дентине. Наблюдение трещин на боковой поверхности образца эмали непосредственно перед разрушением образца показало, что траектория основной трещины лежит вдоль линии нагружения между точками контакта образца с пуансонами, а перед ее вершиной располагается множество сателлитных трещин. Подобная картина разрушения эмали наблюдалась, как при статических, так и при усталостных испытаниях. Было показано, что механизмы остановки роста трещины микроскопические, такие как образование коллагеновых мостов между краями трещины и пересечение эмалевых стержней. Поэтому можно заключить, что деформационное



а



б

Рисунок 12 – Испытания на сдвиг дентина: а – направление плоскостей сдвига; б – деформационные кривые.

поведение эмали при диаметральной сжатии хрупкое, тогда как характер разрушения характерен для пластичных материалов.

Испытания на сдвиг

Для изучения зависимости механических свойств дентина от ориентировки дентинных каналов были испытаны на сдвиг три группы образцов, в которых плоскость сдвига была ориентирована в трех направлениях (рисунок 12а). Механические испытания останавливали, когда происходило разрушение образца, что соответствовало резкому падению напряжения на деформационной кривой (рисунок 12б). Деформационное поведение всех образцов соответствовало поведению высоко упругих и пластичных материалов. На деформационной кривой присутствовал протяжённый линейный и нелинейный участок. Механические свойства дентина для трех характерных направлений приведены в Таблице 3. Механические свойства для направлений ZY и ZX подобны, тогда как деформационная кривая для направления XY совпадает с первыми двумя направлениями, но образцы разрушаются при меньшей деформации (рисунок 12б). Следовательно, деформационное поведение человеческого дентина не зависит от ориентировки дентинных каналов вплоть до ~17%. Поэтому, дентин можно рассматривать, как

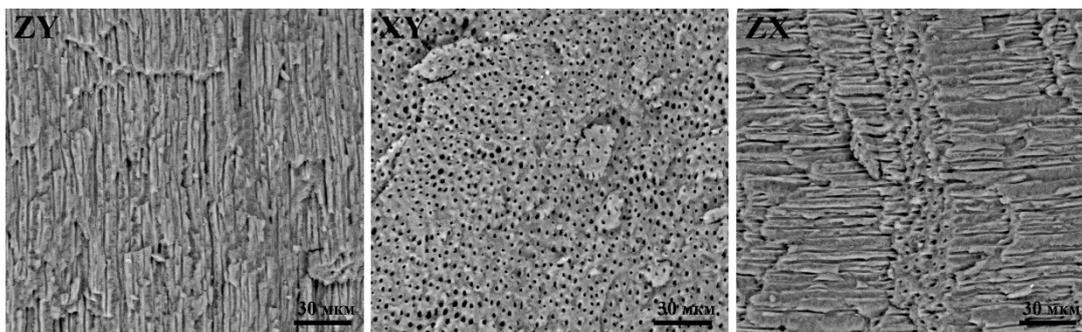


Рисунок 13 – Поверхности изломов дентина при сдвиге.

Таблица 3 – Механические свойства дентина при сдвиге.

	G, ГПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_c , МПа	$\epsilon_{упр}$, %	$\epsilon_{пл}$, %	δ , %
ZX	0,64±0,15	26,4±2,2	70,2±4,1	4,6±1,3	26,1±0,5	30,7±2,2
XY	0,58±0,05	25,5±0,8	42,1±2,3	5,3±0,5	11,6±0,6	16,9±1,3
ZY	0,56±0,08	24,6±0,7	64,0±3,1	5,4±0,9	24,8±1,0	30,2±2,2

изотропное тело в данном диапазоне деформаций, тогда как после $\sim 17\%$, анизотропия должна учитываться. При этом направление перпендикулярное дентинным каналам является легким для разрушения.

Разрушение образцов всегда происходило в плоскости сдвига. Следовательно, направление разрушения определялось геометрией приложенных напряжений. СЭМ изучение поверхностей изломов показало, что они макроскопически гладкие, но наблюдаются небольшие ступеньки в образцах для направлений ZY и ZX (рисунок 13). Данные ступеньки соответствуют переходу трещины на легкое направление разрушения, перпендикулярное дентинным каналам. Предел прочности, при сдвиге, полученный ранее близок к полученным результатам. Следовательно, результат, о том, что плоскость перпендикулярная дентинным каналам является легкой для разрушения, поддерживается полученными результатами. Подобное заключение, было также приведено в другой работе при изучении усталостных свойств дентина при растяжении и изгибе. Однако из этих работ не было ясно, как анизотропия должна была учитываться при описании деформационного поведения дентина. При изучении свойств дентина при сжатии было показано,

что он себя ведет, как изотропное твердое тело при упругой деформации, что также подтверждается в данной работе. Данные исследования позволяют рассматривать дентин человека, как изотропное тело, не только на упругом участке, но и частично на пластичном. Кроме того, из вида деформационных кривых можно сделать заключение,

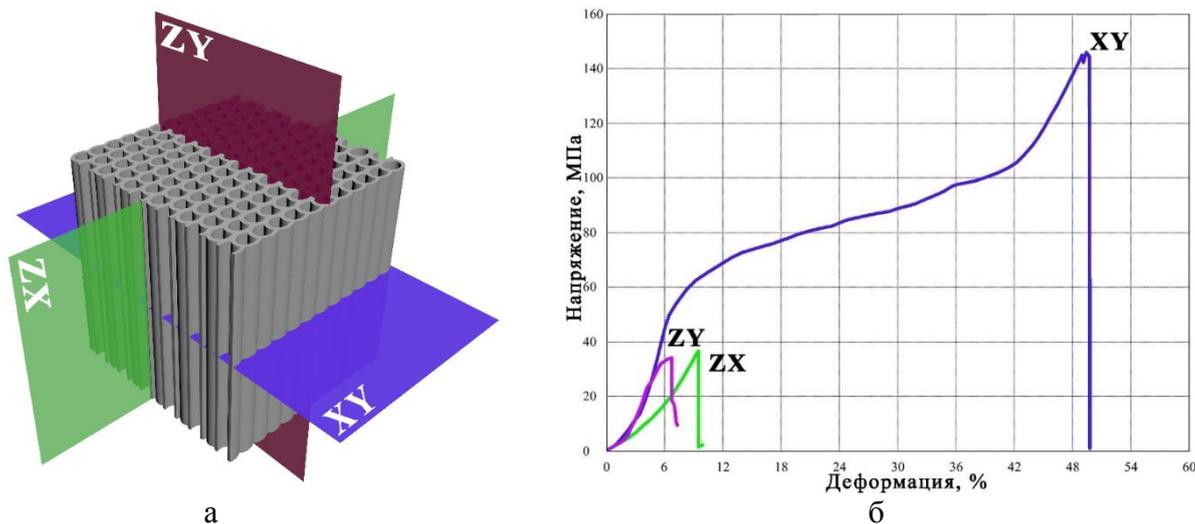


Рисунок 14 – Испытания на сдвиг эмали: а – направление плоскостей сдвига; б – деформационные кривые.

что межтрубчатый дентин определяет деформационное поведение дентина практически вплоть до момента разрушения, тогда как дентинные каналы определяют траекторию разрушения (рисунок 12б). Подобная ситуация реализуется при сжатии образцов, где деформация происходит в межтрубчатом дентине, тогда как дентинные каналы не разрушаются.

Для определения зависимости механических свойств эмали было проведено испытание образцов эмали на сдвиг при трех ориентировках эмалевых стержней относительно плоскости сдвига (рисунок 14а). Все образцы разрушались в процессе испытания, что соответствовало падению напряжения на деформационной кривой (рисунок 14б). Деформационные кривые наиболее близкие к средним представлены на рисунке 14б, а механические свойства в Таблице 4. Механические свойства эмали зависели от ориентировки эмалевых стержней. Деформационное поведение образцов из группы ZY и ZX подобно и близко к полу-хрупким

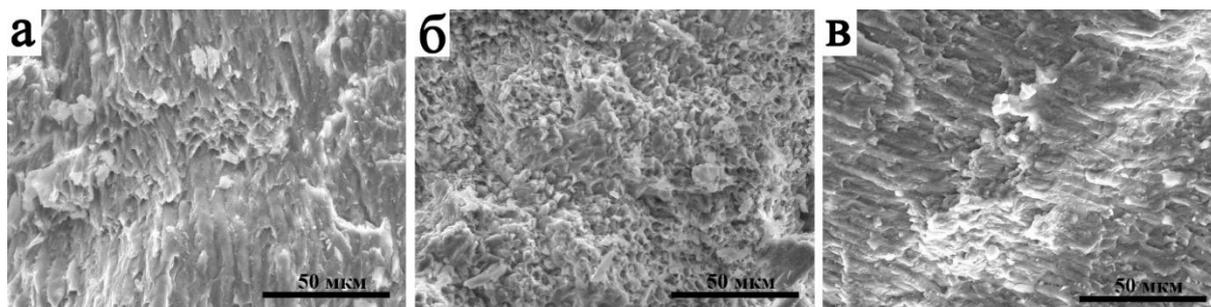


Рисунок 15 – Поверхности изломов эмали при сдвиге: а – ZX; б – XY; в – ZX.

материалам. Релаксация напряжений реализуется преимущественно за счет упругой деформации в направлениях ZY и ZX, $5,5 \pm 1,2\%$ и $9,9 \pm 0,2\%$, соответственно. Небольшая пластичность $1,7 \pm 0,1\%$ присутствует в образцах из ZY группы, тогда как пластичность в ZX группе отсутствует. Пределы прочности на сдвиг в этих группах подобны и равняются ~ 40 МПа. Деформационное поведение образцов из XY группы соответствует поведению упруго-пластичного твердого тела. На деформационной кривой можно выделить три характерных участка. Первый линейный, где образцы деформируются в режиме упругости. Можно предположить, что деформационное поведение образцов из XY группы на первом участке деформационной кривой подобно другим группам. Действительно, модуль сдвига этих групп подобен ~ 1 ГПа с учетом погрешности. Несмотря на это образцы XY не разрушались по достижению предела пропорциональности и продолжали деформироваться дальше. Второй участок нелинейный, тогда как третий опять линейный. Пластическая деформация $42,6 \pm 1,5\%$ дает основной вклад в общую деформацию $51,1 \pm 3,5\%$ XY образцов, и которая реализуется на втором участке деформационной кривой. Предел прочности этой группы $146,7 \pm 5,7$ МПа, больше чем в три раза по сравнению с другими группами. Следовательно, эмаль человека можно рассматривать, как изотропное тело до $\sim 5\%$ сдвиговой деформации, тогда как после этого механические свойства эмали зависят от ориентировки эмалевых стержней или другими словами проявляется ее анизотропия. Плоскость перпендикулярная эмалевым стержням является трудной для разрушения.

Таблица 4 – Механические свойства дентина при сдвиге.

	G, ГПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_c , МПа	$\epsilon_{упр}$, %	$\epsilon_{пл}$, %	δ , %
ZY	1,16±0,29	34,7±1,2	45,9±0,8	5,5±1,2	1,7±0,1	7,2±1,0
XУ	0,90±0,29	53,6±3,5	146,7±5,7	9,5±2,5	42,6±1,5	51,1±3,5
ZX	0,76±0,17	38,4±1,3	38,4±1,3	9,9±0,2	0,0±0,0	9,9±0,5

Разрушение образцов эмали всегда происходило в плоскости сдвига, несмотря на различную ориентировку эмалевых стержней в образцах. Следовательно, направление разрушения определялось геометрией приложенной нагрузки, а не микроструктурой эмали. На поверхностях изломов видны небольшие неровности (рисунок 15). Трещина в образцах ZY росла преимущественно вдоль эмалевых стержней, иногда пересекая их (рисунок 15а). Это связано с пересечением эмалевых стержней в ее среднем слое. Трещина распространялась перпендикулярно или параллельно эмалевым стержням в XУ и ZX группах, соответственно (рисунок 15а и б). Показано, что анизотропия механических свойств в эмали человека появляется, когда происходит пластическая – нелинейная деформация в образце. Это становится возможным, когда сдвиговая нагрузка прикладывается перпендикулярно эмалевым стержням, когда реализуется их изгиб в области сдвига (группа XУ). Небольшая пластичность образцов в группе ZY, также связана с этим (рисунок 15а). Поэтому, основным каналом релаксации напряжений на начальном этапе испытаний является упругая деформация. Пластичность включается, только когда стержни изгибаются, тогда как в противном случае, образцы эмали разрушаются хрупко. При изгибе эмалевого стержня происходит скольжения кристаллов по поверхности друг друга без их разрушения.

Разница в деформационном поведении этих твердых тканей обусловлено значительной разницей в содержании органики в материале. Доля органической фазы в дентине более чем в 15 раз больше по сравнению с эмалью. Действительно, коллагеновые волокна играют основную роль в пластичности и сопротивлении росту трещины в дентине. Кроме того, плоскость перпендикулярная дентинным каналам является легким направлением для разрушения в дентине, тогда как

в эмали плоскость вдоль эмалевых стержней является предпочтительной для разрушения. Трещина в эмали распространяется в узкой области органики между эмалевыми стержнями, тогда как трещина в дентине растет, как в межтрубочковом пространстве, так и по самому каналу. Очевидно, что твердый дентинный канал проще сломать поперек, чем вдоль. При этом стоит отметить высокую прочность эмали в направлении перпендикулярном эмалевым стержням по сравнению с дентином. Это может быть связано с формой кристаллов гидроксиапатита кальция, в эмали они имеют вытянутую форму, тогда как в дентине они тарелкообразные. Кроме того, большинство кристаллов эмали ориентированы вдоль эмалевого стержня, а кристаллы в дентине расположены хаотично.

Низкотемпературные испытания

Хорошо известно, что механические свойства пористых материалов, включая дентин, зависят от жидкой среды. Было показано, что свойства дентина при сжатии изменяются в жидкой среде, в диапазоне вязкости среды от $0,3 \text{ МПа} \cdot \text{с}$ до $1,5 \text{ МПа} \cdot \text{с}$. Принимая во внимание, что вязкость жидкого азота $0,16 \text{ МПа} \cdot \text{с}$, можно заключить, что проникновение его в дентин, не должно влиять на его деформационное поведение. Органика при температуре жидкого азота теряет свою способность к пластической деформации и становится хрупкой. Проведение испытаний дентина и эмали человека на сжатие, позволит оценить вклад органической фазы в общую пластичность. Для проверки влияния жидкого азота на целостность структуры дентина была испытана группа образцов, которая была предварительно выдержана в жидком азоте в течение 30 минут, а потом в течение часа при комнатной температуре. Сравнение показало, что нет никакого различия в деформационном поведении между нормальным дентином и дентином выдержанном в жидком азоте. Кроме того, не было выявлено никаких дефектов в микроструктуре, возникающих из-за влияния жидкого азота. Следовательно, можно заключить, что жидкий азот, кроме температурного влияния, не оказывает влияние на деформационное поведение дентина и тем более на высоко минерализованную эмаль.

Эксперименты показали, что деформационное поведение и характер разрушения дентина человека при сжатии, качественно не меняется при снижении тем-

пературы окружения от 300К до 77К. Однако механические величины дентина изменяются с понижением температуры. Хорошо известно, что прочность и упругость материалов повышается с понижением температуры, механизмы ответственные за это разнообразны. Механизмы, действующие в дентине неизвестны до сих пор. Пластичность материалов в диапазоне d/h отношений от 0,5 до 1,5 отсутствует при температуре жидкого азота (рисунок 16). Повышение температуры до 300К приводит к появлению небольшой пластичности $\sim 2\%$, которая не зависит от

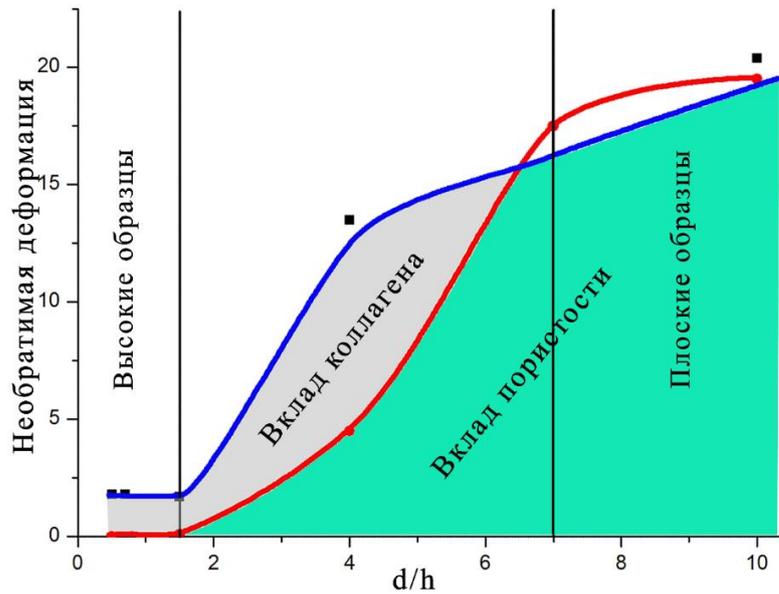
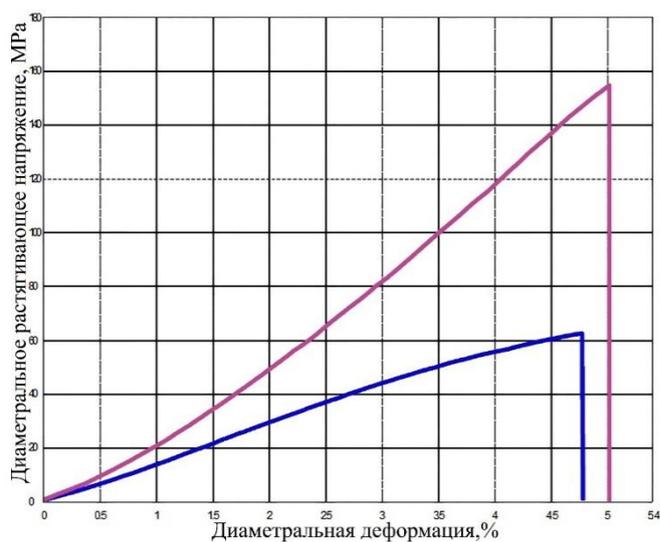


Рисунок 16 – Зависимость пластической деформации образцов дентина при сжатии от их d/h соотношения: верхняя кривая – испытания в жидком азоте; нижняя кривая – комнатные условия.

d/h в диапазоне от 0,5 до 1,5. Следовательно, можно предположить, что коллагеновые волокна определяют пластичность дентина в данном диапазоне отношений при температуре 300К. Образцы с d/h отношением 7-10 в жидком азоте способны к значительной упругой и пластической деформации. Равенство величины пластической деформации при 77К и 300К при d/h отношении от 7 до 10 означает, что вклад коллагеновых волокон в пластичность отсутствует (рисунок 16). Несмотря на это образцы с большим отношением демонстрируют значительную необратимую деформацию $\sim 20\%$ при 77К. Следовательно, пластичность дентина связана с другими факторами. Другим составным элементом дентина является гидроксиапатит кальция, однако известно, что он является хрупким, малодефор-

мируемым материалом, не способным к значительной пластической деформации. При этом рентгеноструктурный анализ дентина и эмали под нагрузкой не выявил уширения пиков, а следовательно их пластической деформации. Известно, что дентин является высокопористым материалом, до ~60%. Поэтому, пористость может быть одним из механизмов необратимой деформации в дентине, наравне с коллагеновыми волокнами. Следовательно, пластичность дентина при температуре жидкого азота обусловлена пористостью дентина, когда дентин начинает компактироваться под нагрузкой. Действительно, аттестация микроструктуры сжатых образцов показала, что при испытании происходит сжатие межтрубчатого дентина, тогда как дентинные каналы остаются целыми. Разница между графиками зависимости пластической деформации и отношением образца при 300К и 77К, определяет вклад коллагеновых волокон в общую пластичность дентина (рисунок 16). Видно, что зависимость вклада коллагена неодинакова в диапазоне средних d/h отношений. Она максимальна для образцов с $d/h=4$. Данное обстоятельство связано с разным соотношением растягивающих напряжений к сжимающим. Коллагеновый вклад максимален, когда преобладают растягивающие напряжение и наоборот, когда они минимальны, вклад пористости максимален. Действительно



а



б

Рисунок 17 – Диаметральное сжатие в жидком азоте: а деформационные кривые, верхняя 77К; б – образец после испытания.

оценка растягивающих напряжений в дентине, показало, что они максимальны у образцов с $d/h=4$. Деформационная кривая дентина при диаметральном сжатии в жидком азоте, может быть аппроксимирована прямой линией (рисунок 17а). Предел прочности и жесткость образцов повысилась с понижением температуры, тогда как полная деформация не изменилась. После испытания образец распадался на две равные части по линии нагружения (рисунок 17б). Линейный характер деформационного поведения и разрушение образца за счет роста одиночной трещины позволяет заключить, что дентин ведет себя, как хрупкий материал в поле растягивающих напряжений при температуре жидкого азота 77К. Отсутствие пластичности при температуре жидкого азота, позволяет заключить, что пластичность в дентине при растяжении реализуется только за счет органических компонент. Тогда как, при сжатии пластичность реализуется, как за счет органики, так и за счет пористости дентина. Также стоит отметить, что в отличие от испытаний при комнатной температуре, когда наблюдается множественный рост стабильных трещин, при низких температурах дентин разрушается за счет роста одиночной трещины, что говорит о высокой значимости коллагеновых волокон в подавлении роста трещины. Повышение прочности примерно в 2,5 раза и жесткости является характерным для испытания материалов при низких температурах. Однако понять механизм этого роста при таком исследовании невозможно. Поверхность излома гладкая, наблюдаются лишь небольшие микроскопические неровности. При сравнении поверхности излома образца дентина диаметально сжатого на воздухе с испытанным в жидком азоте видно, что при испытаниях при комнатной температуре поверхность излома имеет более сложный рельеф. Появление ступенек на поверхности излома при комнатной температуре может быть связано с вкладом коллагеновых волокон, который аннулируется при низких температурах. Кроме того, траектория трещины в дентине при температуре жидкого азота прямолинейна, а вершина острая. Перед вершиной трещины отсутствуют сателлитные трещины, мосты между краями трещины также отсутствуют, как это имеет место при росте трещины в дентине при комнатной температуре. Поэтому можно заклю-

чить, что коллагеновые волокна определяют способность дентина к пластической деформации и остановке роста трещины в поле растягивающих напряжений.

Деформационное поведение образца эмали в поле при сжатии и непрямом растяжении/диаметральном сжатии в жидком азоте качественно не отличалось от поведения образцов испытанных при комнатных условиях. При температуре 77К наблюдалось небольшое увеличение предела прочности и модуля Юнга, тогда как деформируемость снижалась. При этом величины изменений механических параметров эмали в процентах при сжатии и диаметральном сжатии подобен. Что можно также связать с затруднениями скольжения эмалевых призм за счет деформации органической прослойки. Поведение эмали при растяжении и сжатии при температурах 300К и 77К можно охарактеризовать, как хрупкое. Дентин при растяжении был упруго-пластичным при комнатных условиях, а при температуре жидкого азота стал хрупким. Таких кардинальных изменений в эмали не наблюдается, из-за малого содержания органики. Морфология поверхности изломов при диаметральном сжатии при 300К и 77К, одинаковые. Поверхность излома неровная и на ней видны разрушенные эмалевые стержни. Следовательно, можно заключить, что механизм сопротивления роста трещины за счет образования перемычек между краями трещины на переплетениях эмалевых стержней, активен при температуре жидкого азота, а его вклад основной.

Испытания дентиноэмалевого соединения

Также были проведены испытания образцов на сдвиг в плоскости дентино-эмалевого соединения (ДЭС). Сферическое расположение ДЭС в зубе не позволяет изготовить образец, содержащий абсолютно плоский участок ДЭС. Поэтому можно сказать, что испытания были выполнены в области наиболее близкой к поверхности ДЭС. Кроме того, микроскопическая аттестация ДЭС в образцах, показала, что на микроуровне ДЭС имеет волнообразный профиль с отклонением от плоскости $\sim 10\mu\text{м}$, что является характерной структурной особенностью ДЭС. Разрушение образцов всегда происходило в плоскости сдвига, когда достигалось максимального напряжения. Деформационную кривую можно аппроксимировать прямой линией (рисунок 18). Следовательно, поведение ДЭС является хрупким.

Механические свойства ДЭС были значительно ниже, чем у образцов дентина и эмали с ориентировками структурных элементов аналогичными ориентировкам вблизи ДЭС. Прочность на сдвиг ДЭС была в $\sim 2,5$ раза меньше чем у дентина и в ~ 9 раз меньше эмали, а модуль сдвига меньше в ~ 2 и ~ 3 раза, соответственно. Дентин и эмаль при данных ориентировках способны к значительной пластической деформации, тогда как в ДЭС пластичность отсутствует. Величина упругой деформации ДЭС сопоставима с дентином и в два раза ниже, чем у эмали.

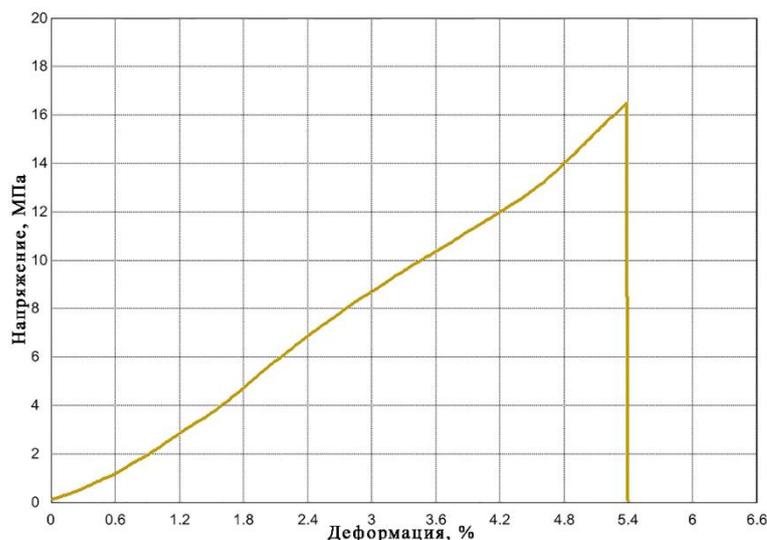


Рисунок 18 – Деформационная кривая ДЭС при сдвиге.

Анализ поверхностей излома, как со стороны эмали, так и со стороны дентина показал, что поверхность излома макроскопически гладкая, а разрушение может происходить, как по дентину, так и по и эмали (рисунок 19). На образце со стороны эмали видны участки дентина, а на образце дентина наблюдаются

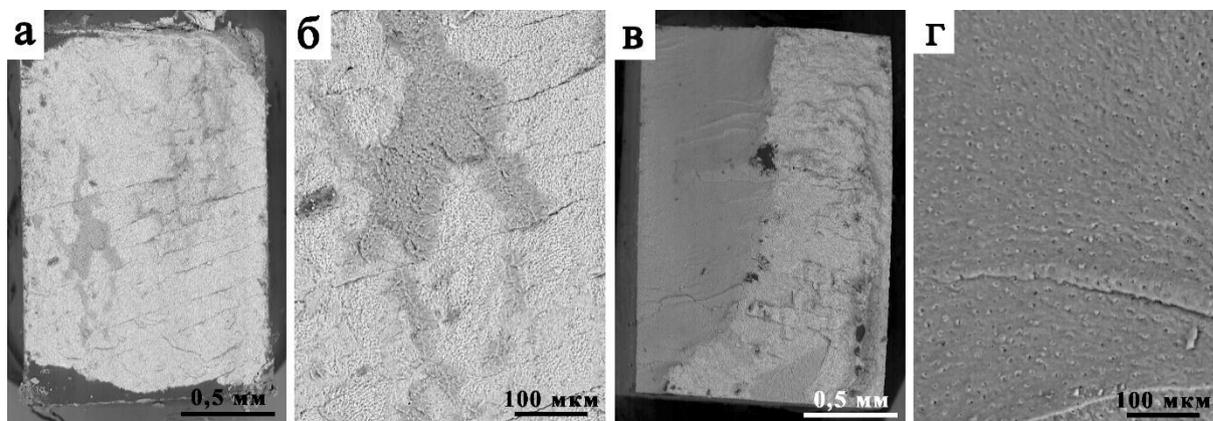


Рисунок 19 – Поверхности изломов ДЭС при сдвиге: а – эмаль; б – участки дентина на эмали; в – дентин с участками эмали; г – ступеньки на дентине.

участки эмали. Поэтому, можно заключить, что траектория роста трещины определяется не микроструктурой, а направлением приложенных напряжений. На образце эмали видны строго ориентированные трещины, расположенные под наклоном к боковой поверхности и перпендикулярно к плоскости сдвига (рисунок 19а). Известно, что трещины в эмали растут преимущественно вдоль эмалевых стержней и поэтому можно предположить, что перед разрушением в плоскости сдвига непосредственно перед разрушением образца, происходило зарождение трещин в эмали перпендикулярно направлению сдвига. На микроуровне, поверхность излома дентина более гладкая по сравнению с эмалью, что объясняется, тем, что направление сдвига в дентине является легким для разрушения, тогда как в эмали трудным (рисунок 19г). В дентине видны небольшие бороздки ориентированные аналогично трещинам в эмали (рисунок 19г). Было показано, что при остановке трещины в области ДЭС происходит ее проникновение в дентин на небольшое расстояние. Поэтому, можно предположить, что поперечные трещины, возникающие в эмали перед разрушением, проникают в дентин, образуя на поверхности излома ступеньки. Предел прочности эмали и дентина на сдвиг выше по сравнению с ДЭС. Действительно, стоматологическая практика показывает, что разрушение здорового зуба происходит по ДЭС. Поэтому можно заключить, что свойства дентина и эмали снижаются в области ДЭС, а независимость траектории роста трещины от микроструктуры, указывает на факт, что эти свойства становятся одинаковыми. При этом разрушение эмали происходит в плоскости параллельной эмалевым стержням и никогда поперек, но трещина в эмали может распространяться поперек эмалевым стержням в области близкой к ДЭС. Известно, что жестко соединённые два материала будут обладать высокими прочностными свойствами, а соединение не будет разрушаться, если свойства этих материалов будут близки друг к другу. Действительно было показано, что ДЭС играет большое значение в деформационном поведении образцов содержащих ДЭС при сжатии.

Обобщение

Проведенные исследования показали, что дентин является высоко упругой и прочной тканью способной к значительной необратимой деформации и эффективно подавлению роста трещин. При этом дентин является вязкоупругим телом, так как его механические характеристики зависят от времени. Следовательно, релаксация напряжений в дентине происходит за счет двух каналов: деформации и развития трещин – образования свободной поверхности. При этом вклады между упругостью и пластичностью могут быть равноправными, как это было показано при сжатии образцов дентина с d/h отношением 4. Соотношение между вкладами упругой и необратимой деформации могут изменяться в зависимости от условий испытаний или, другими словами, соотношения растягивающих напряжений к сжимающим. Необратимая деформация минимальна, когда растягивающие напряжения максимальны и наоборот. Необратимая деформация в дентине обусловлена двумя факторами: органической матрицей и пористостью межтрубчатого дентина. Вклад пористости активизируется, когда вклад растягивающих напряжений не большой и достигает своего максимального значения, при сжатии плоских образцов, где реализуется ситуация близкая к трех-осевому сжатию. При растяжении вклад пористости нулевой и пластичность определяется только коллагеновыми волокнами. При этом эти механизмы деформации могут быть активны одновременно. Максимальный вклад в пластичность дентина от коллагеновых волокон при сжатии у образцов с d/h отношением 4, поскольку у этих образцов максимальны однородные растягивающие нагрузки, так как у образцов с меньшим отношением, образцы приобретают бочкообразную форму. Следовательно, деформации и напряжения распределены в образце неоднородно, что приводит к разрушению при напряжениях, прикладываемых к образцу меньших, чем реальный предел прочности. Рост трещины затруднен при сжимающих нагрузках, когда оба вклада в пластичность активны. Необратимая деформация максимальна у плоских образцов и соответственно минимальна у высоких образцов. Поэтому механизм остановки трещин более эффективен, когда растягивающие нагрузки максимальны. При этом дентин может себя вести подобно хрупкому телу, как это имеет ме-

сто при изгибе и диаметральном сжатии. Предполагается, что деформация в дентине реализуется в межтрубочковом дентине. Это подтвердилось при изучении микроструктуры сжатого образца. Данное обстоятельство также подтверждается испытаниями дентина на сдвиг в трех направлениях относительно дентинных каналов. Показано, что дентин можно рассматривать, как изотропное тело до 17% деформации, когда дентин подвергается упругой и значительной необратимой деформации. Дентинные каналы определяют только характер разрушения, когда к образцу прикладываются растягивающие нагрузки. В этом случае разрушение всегда реализуется через дентинные каналы, при этом плоскость перпендикулярная им является легкой для разрушения. При росте трещины вдоль дентинного канала, ее траектория может измениться на ортогональную, вследствие чего на поверхностях излома образуются ступеньки. При большой величине сжимающих нагрузок разрушение может происходить только в межтрубочковом дентине. Поэтому анизотропия механических свойств не проявляется при испытании на сжатие. По деформационному поведению в упругой области, дентин человека можно отнести к наполненному полимеру. Упругие свойства дентина можно описать мягкой матрицей наполненной твердым наполнителем, при этом не требуется многоуровневых моделей. Однако, для достижения описания деформационного поведения дентина в режиме упругости и пластичности, данного допущения недостаточно.

Деформационное поведение эмали можно рассматривать, как хрупкое при сжатии и растяжении, тогда как при приложении напряжений перпендикулярно эмалевым стержням она способна к значительной необратимой деформации. Изгиб эмалевых стержней упрощает их разрушение, поскольку кристаллы эмали, обладающие палочкообразной формой, не разрушаются, а скользят и отделяются друг от друга, благодаря чему достигается необратимая деформация. Эмаль демонстрирует анизотропию механических свойств, но в отличие от дентина, где плоскость перпендикулярная дентинным каналам является легкой для разрушения, направление перпендикулярное эмалевым стержням наиболее трудное для роста трещины, которые всегда растут между стержнями, что связано с вытянутой

формой кристаллитов, преимущественно ориентированных вдоль оси стержня. Напротив, кристаллы в дентине не имеют выделенного направления и обладают тарелкообразной формой. Поэтому, дентинный канал проще сломать поперек, чем вдоль. При этом эмаль можно рассматривать, как изотропное твердое тело до сдвиговой деформации ~5%. Несмотря на то, что эмаль это макроскопически хрупкое тело, даже при растяжении трещина может в ней остановиться, а характер роста схож с дентином или другими упруго – пластичными материалами. Основным механизмом остановки трещины в эмали является образование мостов из стержней между краями трещины из-за их переплетения. Вклад органики в этот процесс мал, органическая матрица обеспечивает сдвиг стержней относительно друг друга. Испытания на направленные на изучение зависимости механических свойств эмали от скорости воздействия, также не выявили вязкоупругого поведения эмали и, следовательно, какого-либо значительного влияния органики на деформационное поведение эмали. Необходима деформация растяжения порядка 10% для разделения стержней друг от друга. Поэтому эту деформацию можно рассматривать, как критический параметр, определяющий ее прочность.

Соединение между дентином и эмалью играет важную роль в деформационном поведении зуба человека. Она компенсирует напряжения между эмалью и дентином, так как механические свойства этих твердых тканей кардинально отличаются друг от друга. Дентин это упруго-пластичный материал, тогда как, эмаль можно рассматривать, как хрупкое тело. Для компенсации напряжений дентин и эмаль изменяют свои свойства в непосредственной близости от границы между ними. Свойства снижаются и становятся равными друг другу. Кроме того, дентиноэмалевое соединение предохраняет зуб от разрушения, предотвращая проникновение трещин из эмали в дентин. При этом стоит отметить, большой вклад органической фазы в дентиноэмалевое соединение, так как при испытаниях в жидком азоте трещина могла свободно проникать через дентиноэмалевое соединение.

Заключение

При проведении данного исследования были получены следующие результаты.

1. Масштабные уровни в материалах с развитой иерархической структурой определяют разные деформационные механизмы, которые активируются в зависимости от схемы нагружения и величины прикладываемой нагрузки.
2. Дентин способен к высокой упругой и значительной необратимой деформации. Эмаль выдерживает значительную упругую деформацию, но способна к необратимой деформации, только тогда, когда нагрузка прикладывается перпендикулярно эмалевым стержням, в противном случае ее можно охарактеризовать, как хрупкий материал.
3. Дентин и эмаль являются анизотропными материалами, но несмотря на это их можно рассматривать, как изотропные до 17% и 5% деформации сдвига, соответственно. Плоскость перпендикулярная дентинным каналам является легкой для разрушения, тогда как в эмали плоскость перпендикулярная стержням является трудной для разрушения.
4. Необратимая деформация в дентине обеспечивается за счет органической фазы и пористости межтрубчатого дентина. При этом при растяжении основной вклад вносит органическая фаза, а при сжатии пористость. Необратимая деформация в эмали реализуется при изгибе эмалевых стержней за счет сцепления между собой палочковидных кристаллов
5. Релаксация напряжения в этих твердых тканях происходит также за счет роста трещин. При этом дентин и эмаль способны эффективно подавлять их рост: дентин, благодаря способности к высокой деформации межтрубчатого дентина; в эмали основным механизмом остановки роста трещины является образование мостов на переплетениях эмалевых стержней. Дентинные каналы включаются в процесс разрушения, когда к образцу прикладываются растягивающие нагрузки, в противном случае, когда сжимающие нагрузки максимальны, разрушение реализуется в межтрубчатом дентине.

6. Соединение дентина с эмалью играет важную роль в деформационном поведении зуба, компенсируя напряжения между этими твердыми тканями, обладающими разными прочностными свойствами. Стабильность соединения достигается за счет того, что механические свойства дентина и эмали снижаются вблизи границы и становятся равными друг другу.

БЛАГОДАРНОСТИ

В заключение работы хотелось бы поблагодарить научного консультанта Панфилова П.Е. (УрФУ); Антонову О.В. (ИФМ УРО РАН), Мушину О.В. (Российский НИИ Трубной промышленности) и Главатских С.П. (ИГГ УРО РАН) за помощь в проведении микроскопических исследований; Григорьева С.С., Мандра Ю.В., Бузову Е.В., Власову М.И. и Ивашова А.С. (УГМУ) за консультации в области медицины и предоставление экспериментальных образцов для исследований; Ермакова А.В. и Бочегова А.А. (Урал Интех) за предоставления керамики; Старцеву А.С. (АО "НПЦ газотурбостроения "Салют" филиал "Завод Прибор") за изготовления приспособлений для выполнения механических испытаний; профессору Маршала Г.В. (Marshall G.W. – University of California, San Francisco), Свайна М.В. (Swain M.V. – University of Sydney), Тейлоу Д. (Taylor D. – Trinity Colledge, Dublin), Фабритциуса Х.О (Fabritius H-O – MPI, Dusseldorf), Гуткина М.Ю. (Институт проблем машиноведения РАН), Пилюгина В.П. (ИФМ УРО РАН), Гладковского С.В. (ИМАШ УРО РАН) и Горностырева Ю.Н. (Институт квантового материаловедения) за обсуждение результатов работы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ОПУБЛИКОВАНО

В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ

Статьи в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК

1. Zaytsev, D. Anisotropy of the mechanical properties of human dental enamel/ D. Zaytsev, P. Panfilov // Materials Letters.– 2015. – V. 159. – P. 428 – 431.

2. Zaytsev, D. Correction of some mechanical characteristics of human dentin under compression considering the shape effect/ D. Zaytsev // *Materials Science and Engineering C.*– 2015. – V. 49. – P.101 – 105.
3. Zaytsev, D. Anisotropy of the mechanical properties of human dentin under shear testing/ D. Zaytsev, A. S. Ivashov, P. Panfilov // *Materials Letters.*– 2015. – V. 138. – P. 219 – 221.
4. Zaytsev, D. On some features of the shape effect in human dentin under compression/ D. Zaytsev, P. Panfilov // *Materials Science and Engineering C.*– 2014. – V. 45. – P. 205 – 209.
5. Zaytsev, D. Deformation behavior of human enamel under diametral compression/ D. Zaytsev, P. Panfilov // *Materials Letters.*– 2014. – V. 136. – P. 130 – 132.
6. Zaytsev, D. Influences of the sample shape and compression temperature on the deformation behavior and mechanical properties of human dentin/ D. Zaytsev, P. Panfilov // *Materials Science and Engineering C.*– 2014. – V. 43. – P. 607–613.
7. Zaytsev, D. Deformation behavior of human dentin in liquid nitrogen: A diametral compression test/ D. Zaytsev, P. Panfilov // *Materials Science and Engineering C.*– 2014. – V. 42. – P. 48 – 51.
8. On the deformation behavior of human dentin under compression and bending/ D. Zaytsev, A. S. Ivashov, J. V. Mandra, P. Panfilov // *Materials Science and Engineering C.*– 2014. – V. 41. – P. 83 – 90.
9. Zaytsev, D. Deformation behavior of human enamel and dentin-enamel junction under compression/ D. Zaytsev, P. Panfilov // *Materials Science and Engineering C.*– 2014. – V. 34. – P. 15 – 21.
10. Влияние жидкости на деформационное поведение человеческого дентина/ Д. В. Зайцев, Н. В. Селезнева, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // *Физикохимия поверхности и защита материалов.* – 2013. – Т. 49. – N 5. С. 479–482.
11. Зайцев, Д. В. Сравнение деформационного поведения дентина человека с наполненным полимерным материалом на примере Filtek Ultimate A3В/ Д. В. Зайцев, А. С.Ивашов, Ю. В. Мандра // *Перспективные материалы.* –2013. – Т. 6. –С. 27–32.

12. Zaytsev, D. Deformation behavior of human dentin under uniaxial compression/ D. Zaytsev, S. Grigoriev, P. Panfilov //International Journal of Biomaterials.– 2012. – V. 2012. Article ID 854539.
13. Деформация и разрушение зубной эмали человека/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, О. В. Мушина, П. Е. Панфилов // Деформация и разрушение материалов. – 2011. – Т. 12. – С. 24 – 30.
14. Zaytsev, D. Deformation behavior of root dentin under Sjögren's syndrome/ D. Zaytsev, S. Grigoriev, P. Panfilov // Materials Letters.– 2011. – V. 65. – P. 2435 – 2438.
15. Деформация и разрушение человеческого дентина/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, О. В. Антонова, П. Е. Панфилов // Деформация и разрушение материалов.–2011. – Т. 6. –С. 37 – 43.
16. Зайцев, Д.В. Прочностные свойства дентина и эмали/ Д. В. Зайцев, Е. В. Бузова, П. Е. Панфилов //Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки – 2010. – Т. 15. – N 3. – С. 1198 – 1202.

Монография

Зайцев, Д. В. Механизмы деформации и разрушения в твердых тканях зубов человека / Д. В. Зайцев // Перспективные материалы и технологии в 2 т под редакцией В. В. Клубовича., Витебск: УО «ВГТУ», 2015. – Т. 1. – Гл. 2. – С. 27-48.

Другие публикации

Обзор

Зайцев, Д. В. Дентин человека как объект исследования физического материаловедения/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // Проблемы Стоматологии –2013. –N3. – С. 3–13.

Статьи

1. Обоснование использования керамики на основе оксида алюминия с помощью изучения её механических свойств / Д. С. Жолудев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов, Д. В. Зайцев // Современные проблемы науки и образования. – 2014. – N 3. – Режим доступа: www.science-education.ru/117-13584.

2. Ивашов, А. С. Изучение физико-механических свойств образцов дентина и композиционного материала Filtek Ultimate (3M ESPE) в адгезивном соединении / А. С. Ивашов, Д. В. Зайцев, Ю. В. Мандра // Проблемы стоматологии –2014. –N 5. – С. 20 – 22.
3. Ивашов, А. С. Изучение образцов композитного материала повышенной конверсии после разрушения при сжатии и изгибе по данным сканирующей электронной микроскопии/ А. С. Ивашов, Д. В. Зайцев, Ю. В. Мандра // Проблемы стоматологии –2014. –N 5. – С. 18 – 19.
4. Ивашов, А. С. Экспериментальное обоснование применения композиционных материалов повышенной конверсии при пломбировании жевательных зубов/ А. С. Ивашов, Д. В. Зайцев, Ю. В. Мандра //Уральский медицинский журнал – 2014. – Т. 5. – N 119. –С. 62 – 66.
5. Прочностные особенности адгезивного соединения при одноосном сжатии/ А. С. Ивашов, Д. В. Зайцев, Ю. В. Мандра, П. Е. Панфилов //Проблемы стоматологии –2013. –N2. –С. 30–33.
6. Ивашов, А. С. Изучение механических свойств Filtek Ultimate при изгибе в зависимости от температуры полимеризации/ А. С. Ивашов, Д. В. Зайцев // Современные проблемы науки и образования –2012. – Т. 6.–N651. (5 стр.).
7. Проблемы прочности: сравнение и взаимодействие реставрационного материала SDR с дентином/ А. С. Ивашов, Ю. В. Мандра, Д. В. Зайцев, П. Е. Панфилов //Проблемы стоматологии –2012. – N2. –С. 26–29.
8. Ивашов, А. С. Зависимость прочностных свойств современных композиционных материалов при сжатии от температуры полимеризации/ А. С. Ивашов, Д. В. Зайцев, Ю. В. Мандра // Проблемы стоматологии –2011. – N 5. – С. 30–34.
9. Микроструктура зубов, облученных в условиях *in vivo* и *in vitro*/ Е. В. Бузова, Г. И. Ронь, Д. В. Зайцев, О. В. Мушина // Аллергология и иммунология – 2011. – Т. 12. –N 1. –С. 126.
10. Прочностные свойства дентина подвергнутого ионизирующему излучению// Е. В. Бузова, Д. В. Зайцев, Г. И. Ронь, О. В. Мушина // Эндодонтия today–

2011. – Т. 3. – С. 37 – 41.

Статьи в трудах конференций

1. Панфилов, П. Е. Деформационное поведение твердых тканей зубов человека/ П. Е. Панфилов, Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев //Проблемы фундаментальной стоматологии: Сборник статей I Всероссийского рабочего совещания. Екатеринбург. – 2013. – С. 247 – 269.
2. Зайцев, Д. В. Деформационное поведение дентина и эмали при сжатии/ Д. В. Зайцев, П. Е. Панфилов // «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений»: Сборник докладов VI Всероссийской молодежной научной конференции. Тольятти. – 2011. – С. 72 – 76.
3. Зайцев, Д. В. Разрушение твердых тканей человеческих зубов/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // «Физика прочности и пластичности материалов»: труды XVII Международной конференции. Самара. – 2009. – С. 82 – 87.
4. Механическое поведение человеческого дентина в условиях одноосного сжатия/ Д. В. Зайцев, Е. В. Бузова, Г. И. Ронь, П. Е. Панфилов // «Ресурс и диагностика материалов и конструкций»: Материалы IV Российской научно-технической конференции. Екатеринбург. – 2009. – Режим доступа: <http://www.imach.uran.ru/conf/rdmk/rdmk16.htm>.
5. Зайцев, Д. В. Особенности разрушения человеческого дентина/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // «Механика микронеоднородных материалов и разрушение»: Материалы V Российской конференции. Екатеринбург. – 2008. - N 47-28-02-08.

Тезисы

1. Зайцев, Д. В. Механизмы релаксации напряжений в эмали человека/ Д. В. Зайцев, П. Е. Панфилов //Механика сплошных сред: Сборник тезисов докладов XIX Зимней школы. Пермь. – 2015. – С. 118.
2. Механические испытания в стоматологии. Опыт практического использования в научных исследованиях/ Д. В. Зайцев, П. Е. Панфилов, С. С. Григорьев, Ю. В. Мандра //Проблемы фундаментальной стоматологии: Материалы

- III Всероссийского рабочего совещания. Екатеринбург. – 2014. – С. 137 – 138.
3. Зайцев, Д. В. Механизмы деформации и разрушения твердых тканей зубов человека/ Д. В. Зайцев, П. Е. Панфилов // «Физическая мезомеханика многоуровневых систем -2014. Моделирование, эксперимент, приложение»: Сборник тезисов Международной конференции. Томск. – 2014. С.95.
 4. Zaytsev, D. Comparison of deformation behavior of human tooth hard tissues with the resin-based composite materials/ D. Zaytsev, P. Panfilov // Bio-based Polymers and Composites: Abstract of 2 International Conference. Visegrad, Hungary. – 2014.D-40.
 5. Зайцев, Д. В. Деформационное поведение дентина и эмали человека с позиции их иерархического строения/ Д. В. Зайцев, П. Е. Панфилов // «Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций»: Сборник тезисов VIII Российской научно-технической конференции. Екатеринбург. – 2014. – С. 47.
 6. Zaytsev, D. Deformation and fracture behavior of human dentin at low temperature/ D. Zaytsev, P. Panfilov // “Failure of Heterogeneous Materials under Intensive Loading: Experiment and Multi-scale Modeling”: Proceedings of International Workshop. Perm. – 2014.–P. 79.
 7. Панфилов, П. Е. Деформационное поведение твердых тканей зубов человека/ П. Е. Панфилов, Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев // Проблемы фундаментальной стоматологии: Материалы II Всероссийского рабочего совещания. Екатеринбург. – 2013. – С.72.
 8. Зайцев, Д. В. Сравнение деформационного поведения дентина человека при сжатии и изгибе/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // Механика сплошных сред: Сборник тезисов докладов XVIII Зимней школы. Пермь. – 2013. – С. 136.
 9. Особенности микроструктуры и механического поведения дентина человека/ Д. В. Зайцев, А. С. Ивашов, С. П. Главатских и др. // «Минералы: строение, свойства, методы исследования»: Сборник материалов Всероссийской

- молодежной научной конференции. Екатеринбург.– 2012. –С. 143.
10. Зайцев, Д. В. Прочностные свойства человеческого дентина/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // “XX Петербургские чтения по проблемам прочности”: Сборник материалов. Санкт-Петербург. – 2012. – Ч. 2. – С. 22.
 11. Zaytsev, D. Competition between deformation and fracture in human tooth hard tissues/ D. Zaytsev, P. Panfilov // Fracture: Abstract booklet of the 19th European Conference. Kazan. – 2012. – P. 396.
 12. Зайцев, Д. В. Физические механизмы релаксации напряжений в природных материалах с иерархической структурой/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений»: Сборник тезисов докладов VI Всероссийская молодежная научная конференция. Тольятти. – 2011. –С. 227.
 13. Зайцев, Д. В. Деформация дентина и эмали при сжатии/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // «Ресурс и диагностика материалов и конструкций»: Сборник тезисов докладов V Российской научно-технической конференции. Екатеринбург.– 2011. – С. 71.
 14. Зайцев, Д. В. Причины высокой упругости одновременно с пластичностью в человеческом дентине/ Д. В. Зайцев, Е. В. Бузова, П. Е. Панфилов // Проблемы физики конденсированного состояния: Сборник тезисов докладов XI Всероссийской молодежной школы-семинара. Екатеринбург. – 2010. – С. 151.
 15. Зайцев, Д. В. Развитие трещин в твердых тканях зубов/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // «Прочность и разрушение материалов и конструкций»: Сборник материалов VI Международной конференции. Оренбург. – 2010. –С. 624.
 16. Zaitsev, D. Relationship between morphology and deformation of pathological tooth hard tissues/ D. Zaitsev, S. Grigoriev, P. Panfilov // Materials Structure and Micromechanics of Fracture: in Abstract booklet of the 6th International Conference. Brno, Czech Republic. – 2010. – P. 193.
 17. Зайцев, Д. В. Прочностные свойства дентина и эмали / Д. В. Зайцев, Е. В.

- Бузова, П. Е. Панфилов // «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений»: Труды участников V Международной конференции. Тамбов. – 2010. – Т. 15. №3. – С. 925.
18. Панфилов, П. Е. Механизмы релаксации напряжений в твердых тканях зубов/ П. Е. Панфилов, Д. В.Зайцев, С. С. Григорьев // «Механика неоднородных материалов и разрушение»: Сборник тезисов докладов VI Всероссийской конференции. Екатеринбург. – 2010. – С.111.
 19. Влияния минерализации на прочностные свойства дентина при синдроме Шегрена/ Д. В. Зайцев, Е. В. Самылова, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // «Термодинамика и материаловедение»: Сборник тезисов докладов 7го семинара СО РАН – УрО РАН. Новосибирск. – 2010. – С. 44.
 20. Accommodation of stress in human dentin and enamel: Crack growth vs elastic deformation/ P. Panfilov, D. Zaitsev, E. Akhidova, S. Grigoriev // Mechanics of Biomaterials and Tissues: in Delegate Manual of Third International Conference. Florida, USA. – 2009. –Abstract O75.
 21. Механизмы релаксации механических напряжений в твердых тканях зубов / Д. В. Зайцев, Е. В. Самылова, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // Проблемы физики конденсированного состояния: Сборник тезисов докладов X Всероссийской молодежной школы-семинара. Екатеринбург. – 2009. – С. 175.
 22. Зайцев, Д. В. Особенности распространения трещин в твердых тканях человеческих зубов/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е.Панфилов // «Физика прочности и пластичности материалов»: Сборник тезисов докладов XVII Международной конференции. Самара.– 2009. – С. 100.
 23. Механическое поведение человеческого дентина в условиях одноосного сжатия/ Д. В. Зайцев, Е. В. Бузова, Г. И. Ронь, П. Е. Панфилов // «Ресурс и диагностика материалов и конструкций»: Сборник тезисов докладов IV Российской научно-технической конференции. Екатеринбург.– 2009. – С. 36.
 24. Зайцев, Д. В. Пластическая зона перед вершиной трещины в твердых тканях зубов/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // Проблемы физики конденсированного состояния: Сборник тезисов докладов IX Всероссийской

- молодежной школы-семинара. Екатеринбург. – 2008. – С. 128.
25. Зайцев, Д. В. Особенности разрушения человеческого дентина/ Д. В. Зайцев, С. С. Григорьев, П. Е. Панфилов // «Механика микронеоднородных материалов и разрушение»: Сборник тезисов докладов V Российской конференции. Екатеринбург.– 2008. – С. 33.
26. Зайцев, Д. В. Анизотропия механических свойств дентина и эмали зубов человека/ Д. В. Зайцев, П. Е. Панфилов // Сборник тезисов докладов Международного симпозиума «Перспективные материалы и технологии». Витебск, Беларусь. – 2015 – С. 90.
27. Зайцев, Д. В. Механизмы деформации и разрушения твердых тканей зубов человека/ Д. В.Зайцев, П. Е. Панфилов // В сборнике тезисов XIX Международной конференции «Физика прочности и пластичности». Самара. – 2015. – С. 103.

Подписано в печать 28 декабря 2015 г.