



УНИВЕРЗИТЕТ У КРАГУЈЕВЦУ
ФАКУЛТЕТ ИНЖЕЊЕРСКИХ НАУКА

Марко М. Пантић

**ТРИБОЛОШКА КАРАКТЕРИЗАЦИЈА
НАПРЕДНИХ СТОМАТОЛОШКИХ
МАТЕРИЈАЛА**

- ДОКТОРСКА ДИСЕРТАЦИЈА -

Крагујевац, 2017. година

ИДЕНТИФИКАЦИОНА СТРАНИЦА ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ

<i>I. Аутор</i>
Име и презиме: Марко Пантић
Датум и место рођења: 19.11.1982., Крагујевац
Садашње запослење: Факултет инжењерских наука Универзитета у Крагујевцу
<i>II. Докторска дисертација</i>
Наслов: ТРИБОЛОШКА КАРАКТЕРИЗАЦИЈА НАПРЕДНИХ СТОМАТОЛОШКИХ МАТЕРИЈАЛА
Број страница: 251
Број слика: 173
Број библиографских података: 402
Установа и место где је рад израђен: Факултет инжењерских наука, Центар за трибологију
Научна област (УДК): 621.891:615.463./466
Ментор: Проф. др Слободан Митровић
<i>III. Оцена и одбрана</i>
Датум пријаве теме: 18.12.2013.
Број одлуке и датум прихватања докторске дисертације: 01-1/885-13 од 20.03.2014.год.
Комисија за оцену подобности теме и кандидата:
<ol style="list-style-type: none"> 1. Др Слободан Митровић, ванредни професор, Универзитет у Крагујевцу, Факултет инжењерских наука, уже научне области: Производно машинство, индустријски инжењеринг 2. Др Мирослав Бабић, редовни професор, Универзитет у Крагујевцу, Факултет инжењерских наука, уже научне области: Производно машинство, индустријски инжењеринг 3. Др Драган Адамовић, редовни професор, Универзитет у Крагујевцу, Факултет инжењерских наука, уже научне области: Производно машинство, индустријски инжењеринг 4. Др Александар Венцл, ванредни професор, Универзитет у Београду, Машински факултет, ужа научна област: Технологија материјала – Трибологија 5. Др Татјана Кањевац, доцент, Универзитет у Крагујевцу, Факултет медицинских наука, ужа научна област: Дечја и превентивна стоматологија
Комисија за оцену докторске дисертације:
<ol style="list-style-type: none"> 1. Др Мирослав Бабић, редовни професор, Универзитет у Крагујевцу, Факултет инжењерских наука, уже научне области: Производно машинство, индустријски инжењеринг 2. Др Драган Адамовић, редовни професор, Универзитет у Крагујевцу, Факултет инжењерских наука, уже научне области: Производно машинство, индустријски инжењеринг 3. Др Александар Венцл, редовни професор, Универзитет у Београду, Машински факултет, ужа научна област: Технологија материјала – Трибологија 4. Др Татјана Кањевац, ванредни професор, Универзитет у Крагујевцу, Факултет медицинских наука, уже научна област: Дечја и превентивна стоматологија 5. Др Данимир Јевремовић, ванредни професор, Универзитет Привредна академија у Новом Саду, Стоматолошки факултет Панчево, уже научна област: Клиничка стоматологија
Комисија за одбрану докторске дисертације:
<ol style="list-style-type: none"> 1. Др Мирослав Бабић, редовни професор – Председник комисије, Универзитет у Крагујевцу, Факултет инжењерских наука, уже научне области: Производно машинство, Индустријски инжењеринг 2. Др Драган Адамовић, редовни професор, Универзитет у Крагујевцу, Факултет инжењерских наука, уже научне области: Производно машинство, Индустријски инжењеринг 3. Др Александар Венцл, редовни професор, Универзитет у Београду, Машински факултет, ужа научна област: Технологија материјала – Трибологија 4. Др Татјана Кањевац, ванредни професор, Универзитет у Крагујевцу, Факултет медицинских наука, уже научна област: Дечја и превентивна стоматологија 5. Др Данимир Јевремовић, ванредни професор, Универзитет Привредна академија у Новом Саду, Стоматолошки факултет Панчево, уже научна област: Клиничка стоматологија
Датум одбране дисертације: 2017.

*Лазару, Елени и својој животној сапутници који
представљају инспирацију у свему што радим*

ИЗРАЗИ ЗАХВАЛНОСТИ

Најпре желим да се искрено захвалим свом ментору, проф. др Слободану Митровићу, који је пре свега својим указаним поверењем, несебичној помоћи и корисним саветима допринео да овај вишегодишњи рад буде успешно реализован.

Велику захвалност дугујем свом професору и руководиоцу Пројекта TR35021, проф. др Мирославу Бабићу, на велкој подршци, стручношћу и указаној прилици да будем део његовог успешног истраживачког тима свих ових година.

Речи захвалности упућујем и свим члановима комисије ове докторске дисертације, проф. др Татјани Кањевац, проф. др Данимиру Јевремовићу, проф. др Александру Венцлу и проф. др Драгану Адамовићу, без чијих корисних сугестија, уложене енергије и помоћи око набавке и припреме материјала ова докторска дисертација не би имала исти ток и вредност.

Такође, захваљујем се свим својим професорима, колегама и пријатељима који су на било који начин дали свој, можда за њих мали али за мене огроман допринос током израде ове докторске дисертације.

На крају, бескрајну захвалност дугујем својим родитељима, супрузи и својој деци на огромној подршци, мотивацији и стрпљењу током реализације овог великог личног успеха, који у потпуности посвећујем њима.

Аутор

ТРИБОЛОШКА КАРАКТЕРИЗАЦИЈА НАПРЕДНИХ СТОМАТОЛОШКИХ МАТЕРИЈАЛА

РЕЗИМЕ

Предмет истраживања ове докторске дисертације се заснива на механичким и триболошким испитивањима напредних стоматолошких материјала на бази безметалних керамичких система, у циљу објашњења уочених феномена. Испитиване су четири керамике различитог типа, које тренутно представљају најновије материјале у данашњој естетској стоматологији: леуцит (*IPS Empress CAD*), литијум дисиликат (*IPS e.max CAD*), фасетна керамика (*IPS e.max Ceram*) и цирконијум (*IPS e.max ZirCAD*). Контактне површине испитиваних материјала су третиране различитим завршним обрадама: полирањем, глазирањем и брушењем.

Путем микро/нано утискивања добијени су бројни резултати механичких карактеристика материјала, у виду вредности тврдоћа и модула еластичности контактних слојева. Триболошка испитивања су изведена у условима присуства вештачке пљувачке са циљем одређивања зависности триболошких феномена трења и хабања од промене контактних параметара, брзине клизања и нормалног оптерећења. Нанотрибометар је као лабораторијски инструмент, представљао основу за реализацију таквих испитивања. Експериментална истраживања су омогућила дефинисање најутицајнијих параметара, како контактних, тако и структурних на триболошке карактеристике испитиваних материјала. Такође, дефинисани су доминантни механизми хабања и услови под којим они настају путем оптичке и скенирајуће електронске микроскопије.

Експерименталним истраживањем дошло се до оригиналних резултата који представљају добру основу за сва будућа механичка и триболошка испитивања стоматолошких материјала сличног типа. Такође, овом дисертацијом је у великој мери умањен недостатак домаће литературе из области трибологије стоматолошких материјала на бази безметалне керамике.

Кључне речи: безметална керамика - литијум дисиликат, леуцит, фасетна керамика и цирконијум, трење, хабање, механичка карактеризација

Захвалност: Ова дисертација је настала као резултат истраживања на пројекту ТР35021 кога финансира Министарство просвете, науке и технолошког развоја Републике Србије.

TRIBOLOGICAL CHARACTERIZATION OF ADVANCED DENTAL MATERIALS

ABSTRACT

The subject of this doctoral dissertation is based on the mechanical and tribological testing of advanced dental materials which are based on all-ceramic system, in order to explain the observed phenomena. Four different types of ceramics were tested, which currently represent the latest materials in modern aesthetic dentistry: leucite (*IPS Empress CAD*), lithium disilicate (*IPS e.max CAD*), veneering ceramic (*IPS e.max Ceram*) and zirconium (*IPS e.max ZirCAD*). The contact surfaces of the tested materials were treated with different final treatments: polishing, glazing and grinding.

Numerous results of mechanical characteristics of materials were obtained by micro/nano indentation in form of values of hardness and elasticity modulus of the contact layers. Tribological tests were realised in artificial saliva medium in order to determine the dependence of tribological phenomenon of friction and wear on the change of contact parameters, sliding speed and normal load. Nano-tribometer, as a laboratory instrument, was the basis for the realization of such tests. Experimental studies enabled the defining of the most influential parameters, both contact and structural parameters on the tribological characteristics of the tested materials. Likewise, the dominant wear mechanisms were defined, as well as, the conditions under which they were formed by using optical and scanning electron microscopy.

The experimental results led to the original results, which represent a basis for all future mechanical and tribological testing of dental materials of a similar type. Also, this doctoral thesis has largely minimized the lack of the local literature from the tribology field of dental materials based on all-ceramic system.

Key words: All-ceramic systems - lithium disilicate, leucite, veneering ceramic and zirconium, Friction, Wear, Mechanical characterization

Acknowledgment: This dissertation is the result of research on project TR35021 funded by the Ministry of Science and Technological Development of the Republic of Serbia.

САДРЖАЈ

1	УВОДНА РАЗМАТРАЊА	1
2	БЕЗМЕТАЛНИ КЕРАМИЧКИ МАТЕРИЈАЛИ У СТОМАТОЛОГИЈИ	5
2.1	Стакло керамика	10
2.1.1	Леуцитна керамика (<i>IPS Empress CAD, Ivoclar Vivadent</i>)	13
2.1.2	Литијум дисиликат (<i>IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent</i>)	16
2.1.3	Фасетна керамика (<i>IPS e.max Ceram, Ivoclar Vivadent</i>)	20
2.2	Цирконијум диоксид	25
2.2.1	Цирконијум (<i>IPS e.max ZirCAD, Ivoclar Vivadent</i>)	29
3	ПРЕГЛЕД АКТУЕЛНОГ СТАЊА ТРИБОЛОШКИХ ИСТРАЖИВАЊА ПРИРОДНИХ И ВЕШТАЧКИХ СТОМАТОЛОШКИХ МАТЕРИЈАЛА	32
3.1	Анатомија и функција људских зуба	35
3.2	Трибологија природних зуба	38
3.2.1	Орално окружење	39
3.2.2	Биомеханика	40
3.2.3	Утицај патолошких фактора на хабање зуба	43
3.2.3.1	Ерозија зуба	43
3.2.3.2	Бруксизам	45
3.2.3.3	Ксеростомија	47
3.2.4	Ефекат прања зуба	47
3.3	Методе испитивања хабања	49
3.3.1	<i>In vivo</i> студија	49
3.3.2	<i>In vitro</i> експериментална студија	50
3.3.3	<i>In situ</i> испитивање	52
3.4	Триболошко понашање природних зуба	53
3.5	Триболошко понашање вештачких стоматолошких материјала	56
3.5.1	Метали и легуре	57
3.5.2	Композити	59
3.5.3	Керамике	61
4	МЕРНИ УРЕЂАЈИ ЗА ЕКСПЕРИМЕНТАЛНА ТРИБОЛОШКА ИСПИТИВАЊА	72
4.1	Оптички микроскопи	72

4.2	Микроскоп атомских сила (AFM)	73
4.3	Наноутискивач (NHT)	76
4.4	Микро скреч тестер (MST)	80
4.5	Нанотрибометар	84
4.6	Скенирајући електронски микроскоп (SEM)	87
4.7	План испитивања	91
4.7.1	Одређивање карактеристика храпавости	92
4.7.2	Одређивање механичких карактеристика	92
4.7.3	Трибо-механичка испитивања	93
4.7.4	Триболошка испитивања	94
4.7.5	Анализа механизма хабања на основу SEM и EDS анализе	94
5	РЕЗУЛТАТИ ИСПИТИВАЊА И ЊИХОВА АНАЛИЗА	96
5.1	Припрема узорака за експериментална испитивања	97
5.2	Одређивање карактеристика храпавости AFM анализом	100
5.2.1	Добијени резултати храпавости	100
5.2.2	Анализа добијених резултата храпавости	107
5.3	Наноутискивање	111
5.3.1	Резултати испитивања механичких карактеристика комерцијалног литијум дисиликата (<i>IPS e.max CAD</i>)	113
5.3.2	Резултати испитивања механичких карактеристика комерцијалне леуцитне керамике (<i>IPS Empress CAD</i>)	120
5.3.3	Резултати испитивања механичких карактеристика комерцијалне фасетне керамике (<i>IPS e.max Ceram</i>)	127
5.3.4	Резултати испитивања механичких карактеристика комерцијалног цирконијума (<i>IPS e.max ZirCAD</i>)	133
5.3.5	Анализа добијених резултата наноутискивања	140
5.4	Трибо-механичка испитивања	150
5.4.1	Добијени резултати скреч теста	151
5.4.2	Анализа добијених резултата скреч теста	156
5.5	Триболошка испитивања	165
5.5.1	Резултати испитивања триболошких карактеристика комерцијалног литијум дисиликат (<i>IPS e.max CAD</i>)	167
5.5.2	Резултати испитивања триболошких карактеристика комерцијалне леуцитне керамике (<i>IPS Empress CAD</i>)	170

5.5.3	Резултати испитивања триболошких карактеристика комерцијалне фасетне керамике (<i>IPS e.max Ceram</i>)	174
5.5.4	Резултати испитивања триболошких карактеристика комерцијалне цирконијум керамике (<i>IPS e.max ZirCAD</i>)	177
5.5.5	Анализа добијених триболошких резултата	181
5.6	Анализа механизма хабања на основу SEM микроскопије и EDS спектроскопије	188
6	ЗАКЉУЧНА РАЗМАТРАЊА	208
7	ЛИТЕРАТУРА	212
	ПРИЛОГ	238

ПРЕГЛЕД СКРАЋЕНИЦА И СТРАНИХ РЕЧИ И ИЗРАЗА

AFM	Микроскоп атомских сила (<i>Atomic Force Microscopy</i>)
ASTM	Америчко удружење за тестирања и материјале (<i>American Society for Testing and Materials</i>)
BSE	Електрони рефлектовани од површине која се испитује (<i>Back-Scattered Electrons</i>)
CAD/CAM	Компјутерски подржани процес обраде готових керамичких блокова (<i>Computer-Aided-Design/Computer-Aided-Manufacture</i>)
CFOA	Бесконтактне оклузалне области (<i>Contact Free Occlusal Areas</i>)
CL	Катодолуминесценција (<i>Cathodoluminescence</i>)
COF	Коефицијент трења (<i>Coefficient of Friction</i>)
CTE	Коефицијент термичког ширења (<i>Coefficient of Thermal Expansion</i>)
EDS	Енергетско-дисперзивна спектроскопија (<i>Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy</i>)
FESEM	Скенирајући електронски микроскоп са емисијом поља (<i>Field Emission Scanning Electron Microscopy</i>)
FIB	Јонизација брзим јонима (<i>Fast Ion Bombardment</i>)
FOS	Оптички сензор на нанотрибометру (<i>Fiberoptic Sensors</i>)
ISO	Међународна организација за стандардизацију (<i>International Standards Organisation</i>)
MST	Микро скреч тестер (<i>Micro Scratch Tester</i>)
NHT	Уређај за наноутискивање (<i>Nanoindenter</i>)
OCA	Оклузалне контактне области (<i>Occlusal contact area</i>)
OM	Оптички микроскоп (<i>Optical Microscope</i>)
PMF	Порцеланске навлаке са металном основом (<i>Porcelain fused to metal</i>)
PRESS	Технологија пресовања (<i>PRESS technology</i>)
PSPD	Фото сензор кретања код AFM уређаја (<i>Position Sensing Photo Detector</i>)

RDA	Релативне дентална абразија (<i>Relative Dentin Abrasivity</i>)
SE	Секундарни електрони (<i>Secondary Electron</i>)
SEM	Скенирајући електронски микроскоп (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)
USPHS	Систем јавних здравствених услуга Сједињених Америчких Држава (<i>U.S. Public Health Service</i>)
Y-TZP	Пресинтерован итријум-стабилизован и тетрагонални цирконијум поликристал (<i>Pre-sintered yttrium-stabilized zirconium oxide block</i>)

ПРЕГЛЕД ЗНАЧАЈНИХ ОЗНАКА

β	Константа која зависи од геометрије утискивача (јед. 6)
ε	Константа која зависи од геометрије утискивача (јед. 4)
μ	Коефицијент трења
ν	Поасонов коефицијент (јед. 5)
ν_i	Поасонов коефицијент утискивача (јед. 5)
a	Константа за одређени материјал (јед. 7)
A, A_c	Површина насталог отиска приликом утискивања (јед. 1 и 3)
A_p	Пројектована површина отиска утискивања
d	Величина (дијагонала) добијеног отиска (јед. 7)
E	Модул еластичности (јед. 5)
E_i	Модул еластичности утискивача (јед. 5)
E_r	Редуковани модул еластичности (јед. 5)
F	Сила утискивања (јед. 2)
F_n	Нормално оптерећење
F_t	Сила трења
H	Тврдоћа материјала (јед. 1)
h	Дубина утискивања
h_c	Контактна дубина која одговара стварној вредности контакта материјала и утискивача (јед. 3,4 и 6)
h_r	Тангентна дубина отиска
h_p	Дубина отиска утискивања након растерећења
h_{max}	Максимална дубина продирања утискивача (јед. 4)
H_{IT}	Инструментална тврдоћа
HV	Ознака тврдоће измерене <i>Vickers</i> -овом методом (јед. 2)

P	Сила утискивања (јед. 7)
n	<i>Meuer</i> -ов индекс, представља вредност утицаја оптерећења на тврдоћу материјала (јед. 7)
P_{max}	Максимална вредност оптерећења које делује на утискивач приликом испитивања (јед. 1 и 4)
P_d	Дубина продирања
R_a	Средње аритметичко одступање профила храпавости од средње линије профила на дужини оцењивања
R_d	Дубина након еластичне релаксације материјала
R_{max}	Максимална висина профила на дужини оцењивања
R_q	Средње квадратно одступање профила на дужини оцењивања
R_z	Средња висина профила на дужини оцењивања
S	Контактна крутост (јед. 4)
s	Пређени пут, [m] (јед. 8)
T_G	Температура раста кристала
T_g	Температура стакла
T_m	Температура топљења
T_N	Температура нуклеације
V	Похабана запремина материјала, [mm ³] (јед. 8)
W	Степен хабања, [mm ³ /m] (јед. 8)
W_{plast}	Пластична деформација
W_{elast}	Еластична деформација

1

УВОДНА РАЗМАТРАЊА

Проучавање трења, хабања и подмазивања вековима представља област од значајне важности, управо због чињенице да је функционисање многих комплексних механичких, електромеханичких и биолошких система у основи одређено одговарајућим вредностима трења и хабања [Babić M. (2004), Babić M. (2008)]. Непрестани развој и напредак нано технологија омогућава широку примену у различитим областима испитивања материјала, нарочито у области медицине. Нано/микро трибологија обећава решења многих до сада нерешивих проблема код система нових генерација базираних на нано и микро системима [Bhushan B. (1995)].

Данас савремена стоматологија на пољу естетских материјала тежи константном истраживању и развоју нових материјала који ће у потпуности задовољити све захтеве пацијената и својим карактеристикама омогућити потпуну природну замену структуре зуба. Губитак зуба и прекомерно хабање зубне глеђи данас је велики и трајан проблем готово сваког човека. Из тог разлога, проучавање трења и хабања већ дужи низ година је од изузетног значаја у стоматологији, тако да се данас у свету поклања велика пажња триболошким истраживањима на микро/нано нивоу као и развоју нових производних технологија [Pantić M. (2015)]. Разлика између макро-трибологије и микро- и нано-трибологије првенствено се огледа у релативно великој маси тела у контакту са примењеним великим оптерећењем (макро-трибологија) у односу на релативно мале масе оптерећења малим силама (микро- и нано-трибологија) [Bhushan B. (1995), Bhushan B. (1999), Bhushan B. (2011)]. Област микро/нано-трибологије се бави експерименталним и теоријским проучавањем процеса на нивоу атома и молекула све до микро скале, који се јавља током процеса адхезије, трења, хабања и подмазивања у танком слоју површина при међусобном релативном кретању [Bhushan B. (1995)]. Нано и микро трибологија ће кроз истраживања различитих утицаја пружити одговоре на многа питања, као што су присутни механизми хабања, начини смањења хабања, фрикциони одговори материјала на промене температуре и/или на агресивна окружења, проблеме трибокорозије, начине лома и пуцања материјала, као даљег развоја пукотина и многих других проблема који још увек нису разјашњени [Živić F. (2011)]. На тај начин, микро/нано-трибологија је отворила многе правце будућег истраживања, обећавајући значајне резултате.

Као суштински важан задатак у области стоматологије, са аспекта смањења трења и хабања материјала, је унапређење реалних трибомеханичких система што уједно представља и основне хипотезе ове докторске дисертације. Основни начин решавања тог задатка блиско је повезан са развојем нових и унапређењем постојећих материјала. Револуција у развоју естетских материјала, нових технологија и високо технолошке опреме у стоматологији, условљена је како захтевима пацијената, тако и све већом конкуренцијом међу водећим компанијама и произвођачима стоматолошких материјала и опреме. Из године у годину, расту стандарди и критеријуми онога, што се сматра лепом и креативном имитацијом природног зуба. Развојем науке уопште и развојем стоматологије, кроз различита научна и стручна истраживања, естетски материјали за протетску намену су се развили готово до те границе да својим карактеристикама у потпуности замењују природну структуру зуба и задовољавају све протетске захтеве пацијената у виду естетике, функције и биокомпатибилности. Један од таквих напредних материјала у рестауративној стоматологији је безметална керамика, која представља врхунац данашње естетске стоматологије. Комбинацијом безметалне керамике и *CAD/CAM* технологије (*Computer-Aided-Design/Computer-Aided-Manufacture*), добијају се савршени протетски радови у виду различитих зубних рестаурација. *CAD/CAM* технологија представља најсавременији компјутерски подржани процес обраде готових керамичких блокова, процесом глодања (фрезовања). На тај начин знатно је побољшана прецизност и брзина израде, као и сам изглед естетских надокнада у односу на претходну класичну технологију израде зубних надокнада која се изводила ручним путем. Доскора је у стоматологији, што се тиче естетике, метало-керамика представљала најбољу могућу замену за природни зуб. Данас се савремена естетска стоматологија не може замислити без употребе безметалних керамичких система током протетске рехабилитације зуба јер својим изгледом испуњавају очекивања и најзахтевнијих пацијената. За разлику од класичних метало-керамичких надокнада, који се састоје од металне основе и керамике која се наноси преко ње као завршни изглед рестаурације, безметалне керамичке надокнаде су комплетно израђене од одређеног керамичког материјала. Бројним истраживањима је утврђено да безметална керамика не изазива никакве штетне ефекте по организам, и да у контакту са меким ткивима и костима нема никакве нежељене или алергијске реакције. Карактеристике које одликују ове материјале су дуготрајност, висока чврстоћа, потпуна биокомпатибилност, непостојање алергије на овај материјал, непостојање биметализма код безметалних рестаурација (стварање струје ниског напона између два метала, нпр. између металокерамичке крунице и амалгамске пломбе), потпуна безметална конструкција и одлична естетика.

Основни циљ ове докторске дисертације је детаљна триболошка и механичка карактеризација безметалних керамичких система на нано/микро нивоу и прописивање методологије лабораторијских испитивања за сва будућа

триболошка истраживања стоматолошких материјала сличног типа. Експериментална испитивања омогућила су дефинисање најутицајнијих параметара, како контактних, тако и структурних на триболошке карактеристике безметалних керамичких система у функцији више варираних контактних параметара.

Методе истраживања ове докторске дисертације се заснивају на бројна трибометријска истраживања у циљу објашњења уочених феномена. Планом експеримента, реализована су бројна триболошка испитивања, као и анализа механичких карактеристика самих површина материјала. Трибологија је по својој природи увек била одређена начином на који површине при релативном контакту реагују на оптерећење, релативно кретање и физичко-хемијске реакције. Експериментална истраживања су вршена у лабораторијским условима уз варирање различитих контактних параметара, брзине релативног кретања и контактне оптерећења уз присуство вештачке пљувачке. Нанотрибометар, као лабораторијски инструмент који омогућава квантификовање триболошких карактеристика материјала је представљао основу за реализацију таквих испитивања. Дефинисани су доминантни механизми хабања и услови под којим они настају путем оптичке и скенирајуће електронске микроскопије. Такође, одређене су и поједине механичке карактеристике материјала на микро/нано нивоу кроз бројна експериментална истраживања на тренутно најсавременијој опреми. Експерименталним истраживањем дошло се до оригиналних резултата који представљају основу за сва будућа триболошка испитивања материјала сличног типа. Такође, овом дисертацијом је у великој мери умањен недостатак домаће литературе из области трибологије стоматолошких материјала на бази безметалне керамике.

У оквиру ове докторске дисертације, испитана су четири типа комерцијалних материјала на бази безметалних керамичких система, који тренутно представљају најновије материјале у данашњој естетској стоматологији: леуцит (*IPS Empress CAD*), литијум дисиликат (*IPS e.max CAD*), фасетна керамика (*IPS e.max Ceram*) и цирконијум (*IPS e.max ZirCAD*). Детаљан преглед и опис свих ових материјала у виду естетских, хемијских, механичких и структурних особина, дат је у Поглављу 2. Такође, детаљно су описане карактеристичне термичке обраде (кристализација и синтеровање) сваког материјала, као и начини њиховог добијања.

У Поглављу 3 је поклоњена пажња прегледу актуелног стања триболошких истраживања природних и вештачких стоматолошких материјала. Представљена су бројна научна достигнућа из области био-трибологије, са циљем приказивања постојећих трендова и разумевања присутних механизма хабања стоматолошких материјала, који се јављају у пракси. Тренутни истраживачки напори у свету су увелико усмерени ка узајамном повезивању *in vitro* експериментална са *in vivo* клиничким пробама, ради бољег разумевања присутних механизма хабања, како код нових стоматолошких материјала, тако и код оних који се већ примењују.

Поглавље 4 обухвата детаљан приказ свих мерних уређаја који су коришћени за бројна експериментална испитивања структурних, механичких и триболошких карактеристика поменутих материјала. Испитивања су реализована на најсавременијим уређајима за трибодијагностику на нано/микро нивоу, у зависности од плана експеримента, који је детаљно приказан на крају поглавља. Поред датих техничких могућности опреме, представљен је и детаљан принципи рада сваког уређаја, као и конкретна примењена методологија прикупљања и анализе резултата испитивања.

Резултати испитивања и њихово детаљно тумачење у виду анализе добијених резултата, на крају сваког експеримента, дати су у Поглављу 5 и представљени су оним редом којим су експериментална испитивања вршена. На самом почетку поглавља, дата је детаљна процедура припреме узорака завршним обрадама (полирање, глазирање и брушење). Одређивање храпавости контактних површина свих узорака реализовано је уз помоћ микроскопа атомских сила (AFM), где су добијени резултати представљени у виду изабраних параметара храпавости, 3D топографије површина и профила храпавости. Механичке карактеристике материјала су добијене помоћу наноутискивача и приказане су у виду нанотврдоће, модула еластичности и максималне дубине утискивања. Анализа трагова нано утискивања извршена је помоћу AFM микроскопа. За испитивање трибо-механичких карактеристика узорака, третираних завршном обрадом глазирањем, коришћен је микро скреч¹ тестер (MST). Триболошка испитивања су реализована на нанотибометру, где су као излазни резултати представљене вредности коефицијената трења и степени хабања материјала. Анализа трагова хабања настали при контакту површине материјала са Al₂O₃ куглицом, пречника 1.5 mm, спроведена је помоћу оптичког и скенирајућег електронског микроскопа (SEM) у виду представљања доминантних механизма хабања материјала при различитим завршним обрадама. Такође у склопу SEM анализе, приказана је и EDS спектроскопија одабраних трагова хабања свих испитиваних материјала.

У Поглављу 6 дата су закључна разматрања свих експерименталних истраживања, односно сумирање информација изложених у свим претходним поглављима. Посебна пажња је посвећена закључцима који се односе на испитивања механичких и триболошких карактеристика безметалних керамичких система третираних различитом завршном обрадом.

На самом крају ове докторске дисертације налази се списак литературних извора (Поглавље 7), као и Прилог у коме су дати резултати испитивања који своје место нису нашли у презентованом делу докторске дисертације. Прилог се односи на бројне приказе оптичких слика трагова хабања, при максималном нормалном оптерећењу (1 N) и средње вредности брзине клизања (8 mm/s), као и на дијаграмске приказе њихових коефицијента трења при истим поменутих параметрима испитивања.

¹ Гребанье/браздање површинског слоја материјала одређеним утискивачем.

2

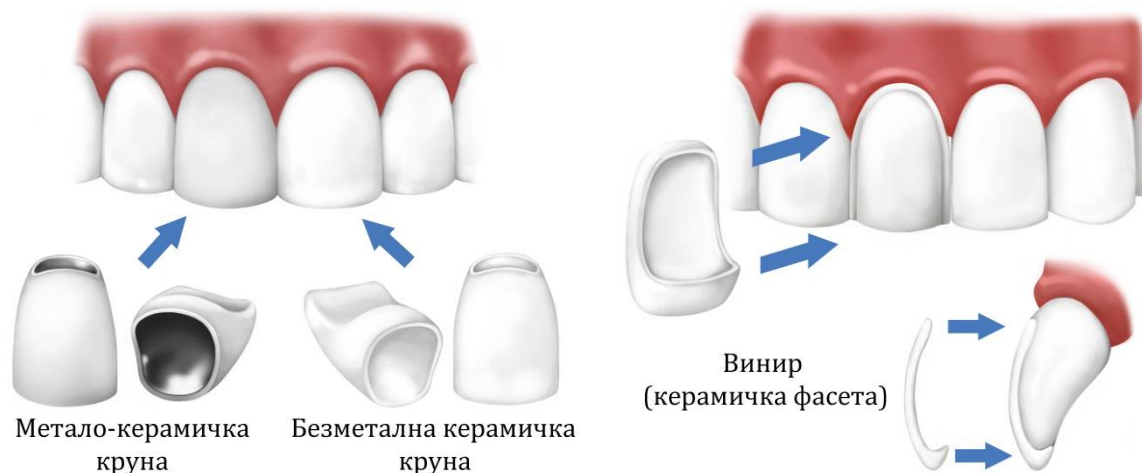
БЕЗМЕТАЛНИ КЕРАМИЧКИ МАТЕРИЈАЛИ У СТОМАТОЛОГИЈИ

У оквиру овог поглавља, на самом почетку представљен је сажети преглед историје развоја керамике као и њен постепени ток развоја ка новим напредним керамичким материјалима који данас своју примену налазе у естетској стоматологији. С обзиром да су се у оквиру ове докторске дисертације експериментално испитивали нови безметални керамички системи, представљене су четири групе комерцијалних материјала произвођача *Ivoclar Vivadent* на бази безметалне керамике: леуцит (*IPS Empress CAD*), литијум дисиликат (*IPS e.max CAD*), фасетна керамика (*IPS e.max Ceram*) и цирконијум (*IPS e.max ZirCAD*). У оквиру поглавља, дат је детаљан преглед и опис свих поменутих материјала који се односи на њихове естетске, хемијске, механичке и структурне особине. Такође, детаљно је описан и начин њиховог добијања кроз карактеристичне термичке обраде материјала, тј. процесом кристализације и синтеровања.

По дефиницији, керамика је неоргански, неметални материјал који се очвршћава помоћу процеса загревања и има приближно 30 % кристалне структуре [Hennicke H.W. (1967)]. У стоматологији се одувек тежило и тежиће се проналаску нових материјала који ће својим карактеристикама што прецизније заменити природну структуру зуба. Развојем науке уопште и развојем стоматологије, кроз различита научна и стручна истраживања, естетски материјали за протетску намену су се развили готово до те границе да својим својствима задовољавају све тражене захтеве, у виду естетике, функције и биокомпатибилности [Pantić M. (2015)]. Одличне карактеристике омогућиле су широку примену керамике као рестауративног материјала у области естетске стоматологије. Керамички материјали имају три главне примене [Garber D.A. (1994), van Noort R. (2007)], Слика 2.1:

1. Метало-керамичке круне и мостови,
2. Безметалне керамичке круне, мостови и винири¹, и
3. Керамички зуби за протезе.

¹ Винири су танке љуспице (керамичке фасете) које се користе за прекривање оштећених области на предњој страни зуба са циљем побољшања самог естетског изгледа.



Слика 2.1 Приказ различите примене керамичких материјала [Iuliadent (2016), Veneers (2016)]

Историја денталне керамике датира још из периода древних фараона када су се зубне навлаке и протезе израђивале од стакла или слоноваче, и уз помоћ златних нити или жица фиксирале на својим местима. Египћани су 3.000 год. пре нове ере стоматологе сматрали као докторе специјалисте. Египатски записи су детаљно описали успостављање медицинских и хируршких процедура које су се користиле у лечењу стоматолошких проблема. Порцелан који се користио за декорацију је први пут примењен у Кини за време владавине Танг династије (618–907). Они су први развили технику комбиновања одговарајућих хемијских компоненти и њихово печење на екстремно високом температурама. На тај начин је полако и еволуирала производња порцеланских зубних навлака. Европски произвођачи су покушали да самостално произведу порцелан, али је ова тема веома дуго била предмет тајности. Ипак, неки од њихових експеримената су резултирали стварањем меког порцелана. Прва европска врста меког порцелана произведена је у Фиренци (Италија) око 1575. године [El-Meliegy E. (2012)]. Међутим, од 1700-те је почела производња порцелана у многим деловима Европе, и започело је такмичење са кинеским порцеланом. Француска, Немачка, Италија и Енглеска су постале највећи центри производње порцелана у Европи. Француски језуитски ходочасник отац *d'Enrtecolles*, је био тај који је 1717. године открио тајне заната производње порцелана током мисије у *King Te Tching*-у, у то време највећем кинеском центру порцелана. То је довело до откривања хемијских компоненти, као и њиховог процентуалног односа, које су користили кинески грнчари (минерала каолина 50 %, фелдспата 25-30 % и силицијум диоксида 20-25 %). Примена порцелана у стоматологији датира још из 1774. године, када је француски апотекар по имену *Alexis Duchateau* размотрио могућност замене своје зубне протезе израђене од слоноваче, протезом од порцелана. На идеју је дошао тако што је у својој кући приметио велику механичку чврстоћу и хемијску отпорност свог порцеланског посуђа које је користио, а уједно се уверио и да слоновача као материјал показује бројне негативне карактеристике (порозност, упијање течности, стварање лошег задаха). Тако да су *Duchateau* и француски стоматолог *Nicolas Dubois de Chemant* уз помоћ произвођача

порцелана у фабрици *Guerhard у Saint Germain en Laye* успели да направе прву порцеланску протезу. Након тога су остали материјали, као што је полиметил-метакрилат, полако замењени порцеланом у производњи денталних надокнада [El-Meliegy E. (2012), Shen J.Z. (2014)].

Седамдесетак година касније, 1837. године *Stockton* је био први који је направио порцелански зуб. После њега је 1889. *H. Charles* развио и патентирао порцеланску навлаку (круницу) која је даље развијана и коришћена све до 1950-тих. Карактеристике денталног порцелана су побољшане увођењем процедуре вакум-печења 1949. године. С обзиром на ограничења у погледу јачине и издржљивости порцелана, током 1950-их дошло је до великих побољшања у области порцеланских навлака ојачањем металном основом. Комбинација оба материјала, метала и порцелана, омогућила је производњу композитних материјала који се одликују изузетним механичким и естетским својствима (метал обезбеђује крутост и чврстоћу, док је порцелан задужен за естетику). Ови сложени системи су познати као порцеланске навлаке са металном основом PMF (*porcelain fused to metal*) или метало-керамички системи [Ubassy G. (1993), Powers J.M. (2008), Shen J.Z. (2014)]. Метало-керамички системи се састоје од металне основе, одређене врсте метала, и керамике која се наноси преко ње и даје завршни изглед круници. Метална основа обезбеђује крутост и јачину система, док фасетна керамика пружа потпуну естетику. Као основа за израду метало-керамичких круница се користе легуре које садрже висок проценат племенитих метала (легуре на бази злата) или базне легуре (кобалт-хром, никл-хром, алуминијум-паладијум итд.). Међутим, карактеристика непрозирности чини да ови системи изгледају прилично неприродно у поређењу са безметалним керамичким рестаурацијама. Осим тога, присуство метала може изазвати појаву алергијских реакција [Touati B. (1999), Powers J.M. (2006), Vallittu P. (2013)].

Клинички недостатак метало-керамичких система се огледа у чињеници да је потребно уклонити већи део зубне супстанце (ткива) од неколико милиметара, како би се повећала дебљина надокнаде. Док са друге стране, надокнаде од нове безметалне керамике нпр. на бази цирконијум-оксида захтевају уклањање зубне супстанце у количини од само 0.3 - 0.5 mm.

Најчешћи узроци неуспеха метало-керамичких и безметалних рестаурација су везани за проблем деламинације фасетне керамике са њеном основом и настајање напрстина у порцеланској основи. Имајући ово у виду, посебна пажња је посвећена адхезији денталне рестаурације и зубног ткива. Област денталне керамике је све мање фокусирана на употребу базних и племенитих метала услед могућег присуства алергена, као што су берилијум (Be) и никл (Ni). Слободно се може рећи да из дана у дан расте све већа употреба безметалних керамичких система, што због своје брзе израде CAD/CAM технологијом, тако и због својих одличних естетских и механичких карактеристика [Ho G.W. (2011a)].

Керамике која се користи у естетској стоматологији могу бити подељене у неколико категорија у зависности од температуре загревања (температуре синтеровања или кристализације). Према температури керамички материјали се деле на:

- Ниско-температурне, 870 °C – 1065 °C,
- Средње-температурне, 1090 °C – 1260 °C, и
- Високо-температурне, 1315 °C – 1370 °C.

Ниско-температурна керамика користи се за израду метало-керамичких система, средње-температурна керамика се користи за израду керамичких круница, док се високо температурни керамички материјали користе за израду протезних зуба. Високо-температурне керамике се одликују високом тврдоћом и отпорношћу на хабање па се на основу тога углавном користе за израду денталних протеза [Touati B. (1999), Powers J.M. (2006)].

Традиционални керамички материјали се заснивају на фелдспату, који се састоји од минералног фелдспата ($KAlSi_3O_8$), кварца (SiO_2), или каолина ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$) и пече се на температури од 870 °C. Најзначајније карактеристике фелдспат керамике су хемијска отпорност, отпорност на хабање (абразију) и биокомпатибилност (не изазива никакве иритације и алергијске реакције у контакту са ткивима) [Hämmerle C. (2008), Ho G.W. (2011a), Lung C.Y.K. (2012)]. С обзиром да непрозирне металне компоненте могу негативно утицати на транспарентност и естетику саме зубне надокнаде, тренутни трендови у естетској стоматологији теже константном развоју керамичких система који ће у потпуности задовољити све тражене захтеве, у виду високе естетике, функције и биокомпатибилности. Како би се обезбедиле што боље механичке и оптичке карактеристике безметалних система, дошло се до развоја нових врста материјала са високим садржајем кристала алуминијум-триоксида (Al_2O_3) и цирконијум-диоксида (ZrO_2) [Touati B. (1999)].

Безметалне керамике које се користе у естетској стоматологији су састављене од широког спектра кристалних фаза (~99 % запреминског удела). Безметалне рестаурације се одликују изузетним естетским својствима, уз висок степен кртости и ломљивости у оралном окружењу. Естетски изглед и биомеханичка својства материјала увелико зависе од расподеле и величине честица, као и концентрације присутних кристала у самој основи. Безметалне керамичке конструкције могу бити произведене применом различитих метода [Schmalz G. (2009), Kaminski H.D. (2009)]:

- Синтеровањем,
- Топлим пресовањем,
- Техником инфилтрације (*slip-casting*),
- Машинском *CAD/CAM* обрадом.

Керамичке надокнаде су много комплексније протетичке структуре које у потпуности замењују спољашњу структуру зуба. Надокнаде могу бити израђене на металној основи, керамичкој основи високе чврстоће и потпуно израђене од естетских керамичких материјала. Код другог случаја, где чврстоћа и крутост основе постају битан предуслов успешности рестаурације, посебно у случају бочних зуба који су под већим степеном оптерећења, углавном се примењују стакло керамике на бази литијум дисиликата. За много екстензивније рестаурације попут мостова, у зависности од зоне оптерећења, могућа је примена оксидних керамика у комбинацији са стакло керамичким материјалима. Дакле, дентална керамика прати широк спектар керамичких система [El-Meliegy E. (2012)].

Данас је у стоматологији присутно неколико различитих типа керамичких система који испуњавају високе естетске стандарде пацијената. У циљу њиховог лакшег сагледавања, могуће је направити поделу према њиховом хемијском саставу и одређеним механичким карактеристикама (вредност савојне чврстоће), као што је приказано у Табели 2.1.

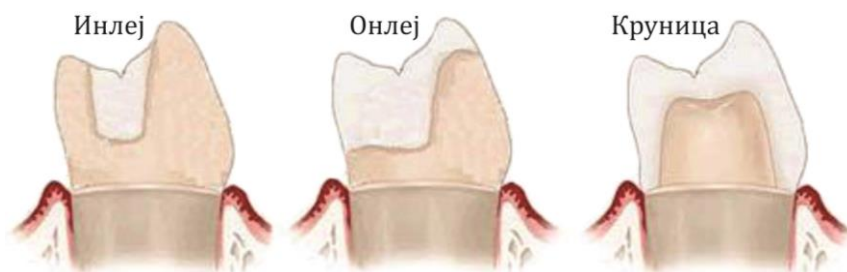
Табела 2.1 Подела керамичких система

Типови керамике	Њихов назив и хемијски састав	Савојна чврстоћа
Фелдспатна керамика	Фасетирајућа керамика ($KAlSi_3O_8$)	90 – 110 МПа
Стакло керамика	Флуороапатит ($SiO_2-Li_2O-Na_2O-K_2O-ZnO-Al_2O_3$)	90 – 110 МПа
	Леуцит ($SiO_2-Al_2O_3-K_2O$)	110 – 160 Ма
	Литијум дисиликат $Li_x(SiO_2)_y$	350 – 400 МПа
Оксидна керамика	Алуминијум триоксид (Al_2O_3) _x	600 – 800 МПа
	Цирконијум диоксид (ZrO_2) _x	900 – 1200 МПа

Фелдспатна керамика је класична керамика и припада традиционалним керамичким материјалима који се примењују у стоматологији већ дужи низ година, док у "безметалне керамике" спадају стакло керамике и оксидне керамике. У наставку овог поглавља, дат је њихов детаљан опис, као и опис свих безметалних керамичких материјала који су испитивани у оквиру ове докторске дисертације.

2.1 СТАКЛО КЕРАМИКА

Стакло керамика је у последњих неколико година постала веома важан и један од најчешће коришћених материјала у протетици, искључиво због својих одличних естетских карактеристика, доброј механичкој чврстоћи и дуготрајности надокнада. Постоји велики број различитих врста стакло керамика, и у зависности од њихових хемијских, механичких и оптичких карактеристика, ове керамике се могу користити у виду: инлеја², онлеја³, зубних надокнада – круница (Слика 2.2), фасета (вид танких превлака) и мостова који су причвршћени за природне зубе или уграђене кочиће. Поред своје одличне биокompatбилности, материјали на бази стакло керамике увек теже да имају исте карактеристике природног зуба у погледу естетике, механичке чврстоће, хабања и хемијске издржљивости у оралном окружењу [Shen J.Z. (2014)].



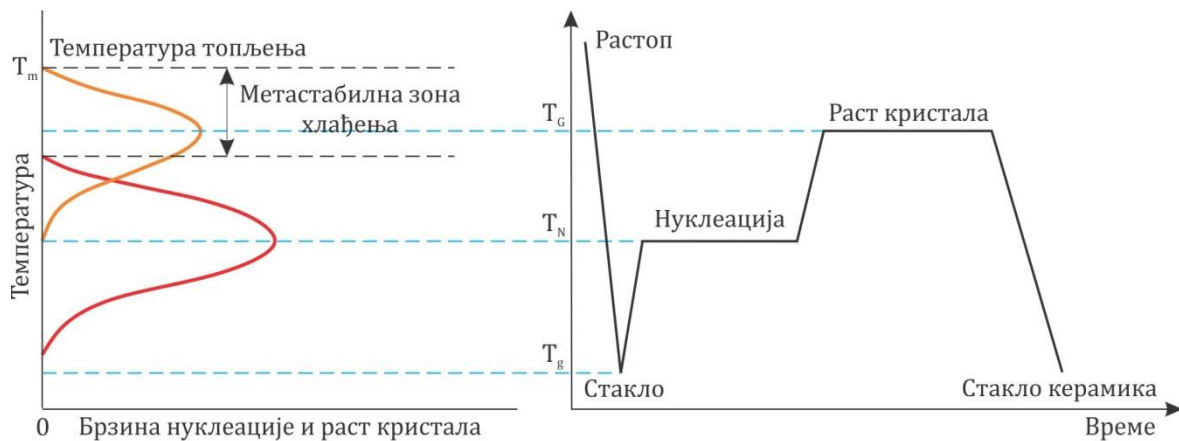
Слика 2.2 Изглед различитих зубних рестаурација (инлеј, онлеј и круница) [Zahn (2016)]

Стакло керамике су поликристална чврста тела добијена путем контролисане кристализације честица стакла, након које се формира фино-гранулирана и хомогена структура [McMillan P.W. (1979)]. Одлика стакло керамика је та што кристали при самој кристализацији не расту спорадично, насумично или случајно унутар стаклене матрице. То би довело до неконтролисаног раста кристала и резултирало би нехомогеној структурној расподели самих кристала. Поступак добијања стакло керамике најчешће подразумева топљење стаклених честица уз присуство одређених оксида као агенаса нуклеације, који убрзавају сам процес кристализације. Већина нанокристала се ствара већ при ниској температури топљења формирајући подлогу за даљи раст кристала. Следеће две температурне обраде се бирају тако да се достигне први температурни опсег максималне нуклеације, а затим температурни опсег максималне кристализације. Величина и број кристала се најбоље може контролисати путем јасног одвајања температурних распона максималне нуклеације и максималног раста кристала (Слика 2.3). С обзиром да се стакла уобичајено формирају у току хлађења растопа иницијално одржаваног на температури изнад температуре топљења (T_m), утицај температуре на нуклеацију традиционално прати исти смер, од више ка нижој

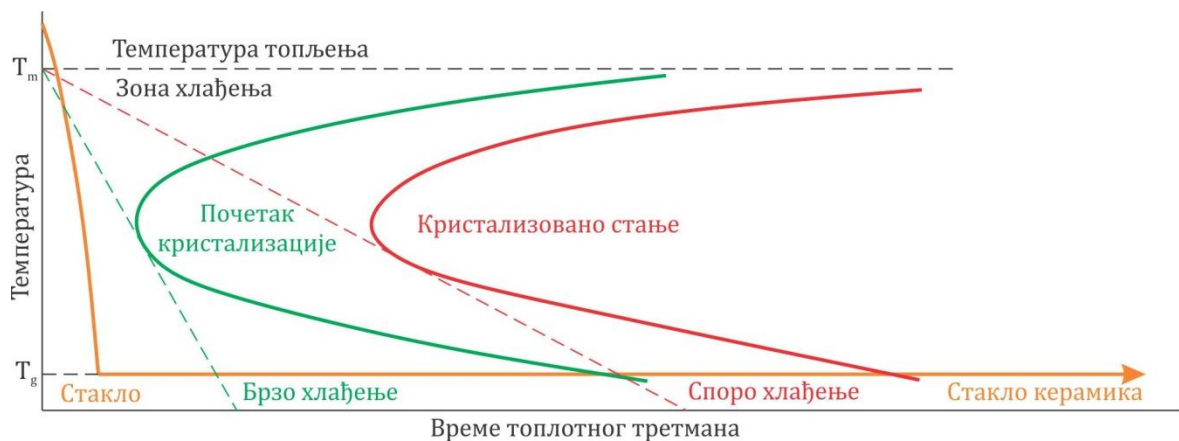
² Зубне надокнаде које не захтевају квржице зуба. Кврџица је узвишење на зубу, која се састоји из врха и четири гребена.

³ Зубне надокнаде које обухватају квржицу или више квржица зуба.

температури. Самим тим, нуклеација и раст кристала се дешавају симултано за време хлађења растопа, са брзинама које се континуално мењају са опадањем температуре. Све комбинације времена и температуре термичких режима које се налазе лево од приказане зелене криве (Слика 2.4) водиће формирању узорака са мањим запреминским уделом кристала од специфицираног, док ће било која комбинација времена и температуре са десне стране криве довести до формирања узорка са већим запреминским уделом кристала [Shelby J.E. (2005)]. Естетски изглед и биомеханичка својства материјала одређени су расподелом и величином честица, као и концентracијом присутних кристала [Völkel T. (2006), Воšković М. (2008), Lakshmanan А. (2012), Vallittu P. (2013)].



Слика 2.3 Утицај температуре на брзину нуклеације и кристални раст [Phase T. (2016)]



Слика 2.4 Временско-температурна трансформација криве формирања стакла из растопа [Phase T. (2016)]

Стакло керамике се могу класификовати на пример према хемијском саставу, или према њиховој области примене. Аутор Бил [Beall G.H. (1992)] је стакло керамике на бази силиката класификовао у три групе на основу главне кристализујуће минералне фазе:

1. Силикате као што су литијум метасиликат, литијум дисиликат, енстатит (MgSiO_3), диопсид ($\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$) и воластонит (CaSiO_3).
2. Алуминијум силикате са главном фазама као што су кордиерит, бетакварц, бета-сподумен, бета-еукрипит и анортит.

3. Флуоросиликате, који обухватају стакло керамике од лискуна са садржајем флуора, као што су флуор-флогопит ($\text{K,Na Mg}_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}\text{F}_2$), тетра силикат лискун ($\text{KMg}_{2,5}\text{Si}_4\text{O}_{10}\text{F}_2$), каназит и флуор-рихтерит.

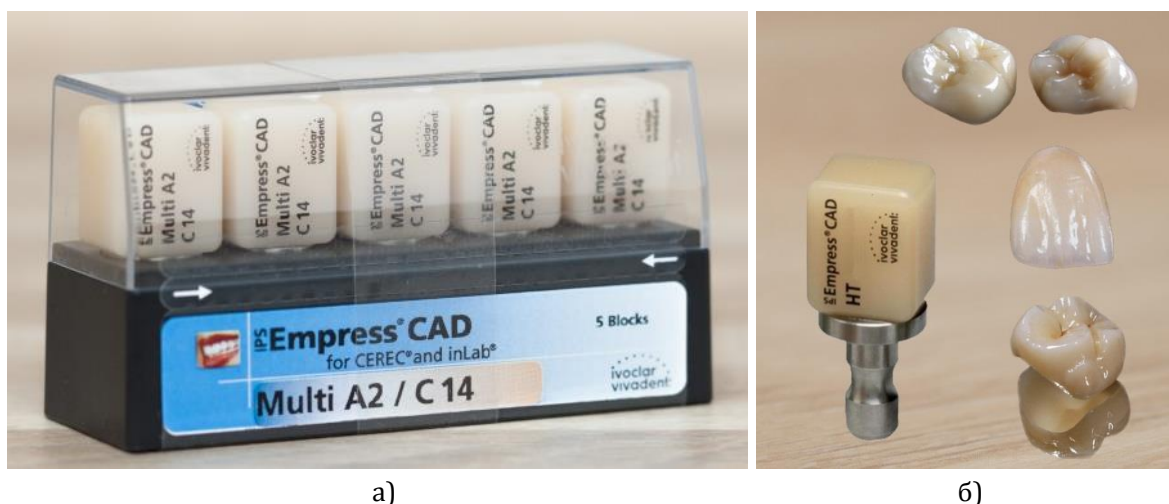
Постепена експанзија технологија у производњи стакло керамика је довела до нових начина коришћења у бројним фазама производње разних индустријских производа. Најпознатије стакло керамике са најширом применом су оне које се заснивају на $\text{Li}_{20}\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ систему и које поседују високу отпорност на термички шок због своје ниске термалне експанзије. Оне се користе нпр. за грејне плоче (рингле), врата пећница или телескопска огледала [Bach H. (1995)]. Такође, стакло керамика је идеалан материјал за дизајн и производњу биокерамике коју карактерише изузетна механичка својства. Веома је важно узети у обзир допринос доминантног распореда минералне фазе у биокерамици. Стакло керамика базирана на формирању апатит⁴ кристалне фазе је по хемијском саставу веома блиска људским костима, али је примена ових материјала у ортопедији ограничена услед недостатака механичке чврстоће и издржљивости материјала [El-Meliegy E. (2012)].

У естетској стоматологији први прави продор у развоју стакло керамика начинила је фирма *Ivoclar Vivadent* са својим *IPS Empress* системом, 1991. године. То је леуцитна стакло керамика којој су отпорност, оптички квалитет, као и нова топло пресујућа технологија обликовања материјала отворили пут ка успеху [ISO 23146 (2008)]. Даљи развој стаклених керамика је постигнут 1998. године појавом *IPS Empress 2* система који је заснован на литијум дисиликату [ASTM C1161 (2002)]. Материјал карактерише висока вредност савојне чврстоће и широка примена у изради надокнада и мостова. За постизање додатног естетског ефеката развијен је *IPS Eris for E2* где кристали флуоропатита представљају главни део који је одговоран за оптичке карактеристике материјала. На основу идеје да је будућност безметалних система у коришћењу *PRESS* (технологија пресовања) и *CAD/CAM* технологије развијен је нови напредни безметални систем под називом *IPS e.max (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein)*. Он обухвата врхунске естетске и високо-отпорне материјале намењене за *PRESS* и *CAD/CAM* технологију. *IPS e.max* систем покрива широк спектар индикација безметалних рестаурација у различитим зонама оптерећења, комбинујући велику савојну чврстоћу, естетику и једноставност израде. Развојем нових оксидних керамика на бази цирконијума постигнут су још бољи резултати у виду веће вредности савојне чврстоће материјала. Савојна чврстоћа *Y-TZP* (пресинтерован итријум-стабилизовани тетрагонални цирконијум) је веома слична металима, тако да се он већ користи као потпуна замена металним керамичким системима. У последњих неколико година, *CAD/CAM* технологије све више добијају на важности и без њих је потпуно незамислива израда безметалних естетских надокнада [Ivoclar – Vivadent (2005), Ritzberger C. (2016)].

⁴ Минерал који припада групи фосфата, и по хемијском саставу је хлорофосфат или флуорофосфат калцијума.

2.1.1 Леуцитна керамика (*IPS Empress CAD, Ivoclar Vivadent*)

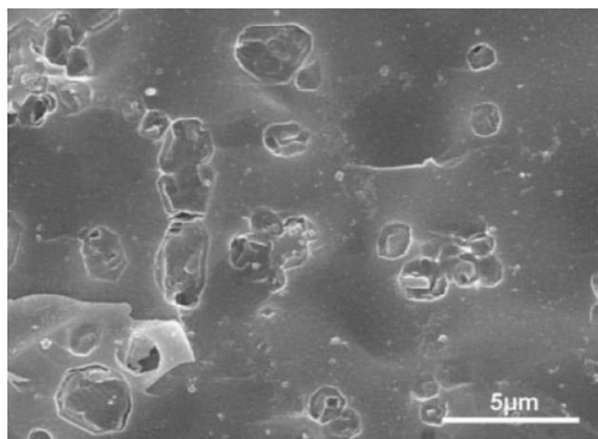
Комерцијални материјал *IPS Empress CAD*, произвођача *Ivoclar Vivadent (Lichtenstein)*, је стакло керамика на бази леуцита фазног система $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$ намењена за *CAD/CAM* технологију. Блокови су изливени у једном комаду и налазе се у полу кристализованој фази, Слика 2.5а. Сиров материјал омогућава брзу обраду на *CAD/CAM* систему у жењени облик, где се након кристализације добија завршни облик леуцитне надокнаде (савојне чврстоће од 160 МПа), Слика 2.5б. *IPS Empress CAD* има одличан естетски изглед захваљујући високој и прилагодљивој транспарентности⁵ самог материјала, из разлога што кристали и стакла имају сличан индекс преламања. Такође имају и могућност бојења стакла у нијансама које скроз одговарају природном зубу, додавањем пигмената оксида метала. Иако је савојна чврстоћа леуцитне стакло керамике 120-150 МПа насупрот 90 МПа конвенционалних порцелана, она је и даље недовољна за фиксне мостове у зонама великих оптерећења. Њихова примена углавном обухвата зоне фасета, инлеје и онлеје као и антериорне једночлане надокнаде (крунице) [Shen J.Z. (2014)].



Слика 2.5 Приказ леуцитних блокова (*IPS Empress CAD*), а) изглед сировог материјала, б) изглед кристализованог блока обрађеног *CAD/CAM* системом

Микроструктура *IPS Empress CAD*-а се састоји од стаклене матрице леуцитних кристала (KAlSi_2O_6) који чине 35-45 % запреминског удела, док је садржај K_2O ~12 % масеног удела. Кристали су тетрагоналног облика, величине 1-5 μm , при чему су уједначено и густо распоређени у самој матрици стакла (Слика 2.6). Расподела и величина леуцитних кристала увелико утичу на механичке и естетске карактеристике саме рестаурације. Количина кристала и кинетика кристализације су одређене термичком обрадом и хемијским саставом третираног стакла [Bühler-Zemp P. (2011), Shen J.Z. (2014)]. Типичан хемијски састав комерцијалне стакло керамике *IPS Empress CAD* дат је у Табели 2.2.

⁵ Природна белина керамике и способност да пропушта светлост (транспарентност), као и да осигурава могућност савршене имитације природног зуба.



Слика 2.6 SEM микрографија површине леуцита (*IPS Empress CAD*), нагрижене са 2.5 % флуороводичне киселине 3 секунде [Höland W. (2002)]

Табела 2.2 Хемијски састав комерцијалног материјала *IPS Empress CAD* [Bühler-Zemp P. (2011)]

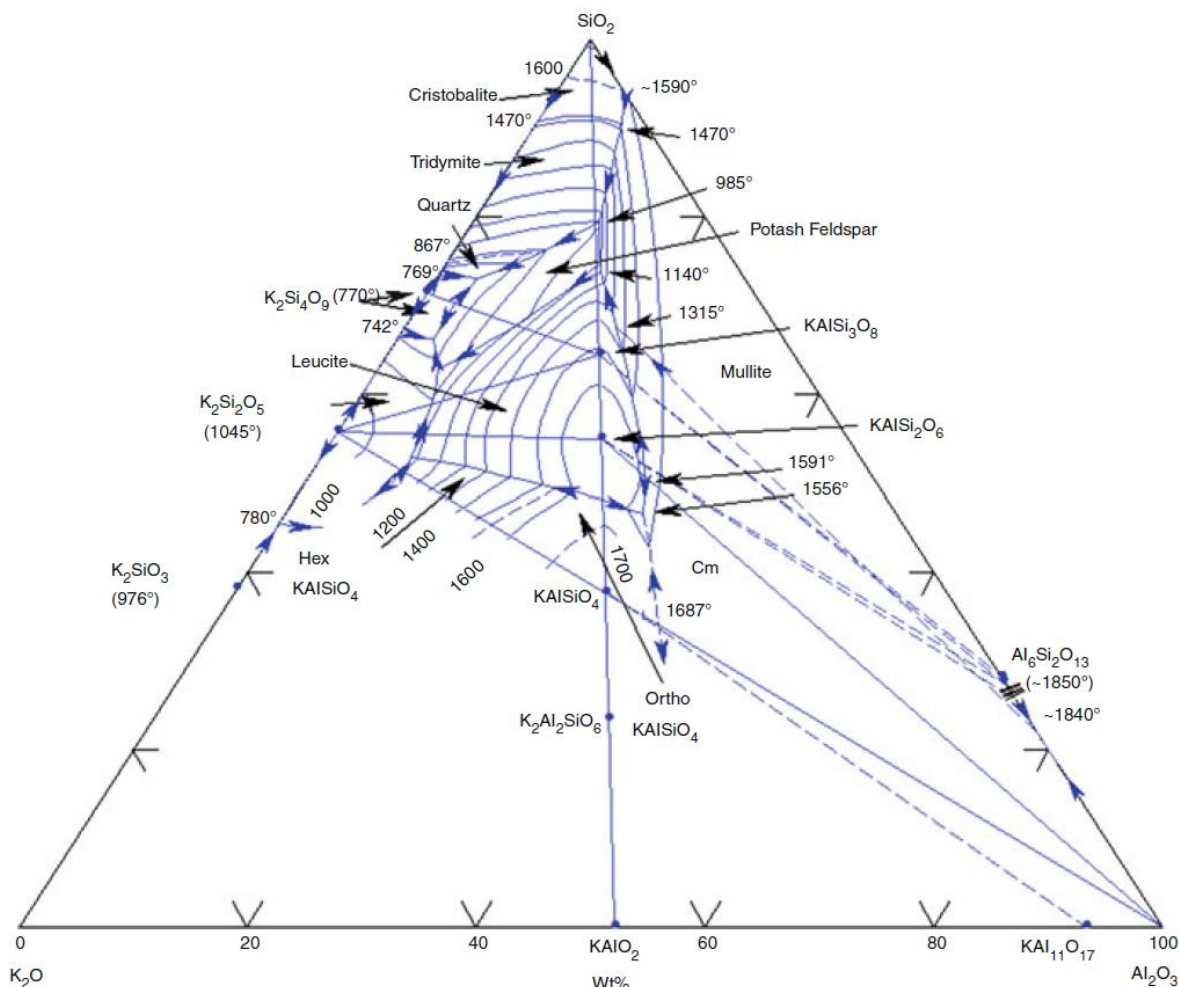
Стандардни састав	масени %
SiO ₂	60 – 65
Al ₂ O ₃	16 – 20
K ₂ O	10 – 14
Na ₂ O	3.5 – 6.5
Остали оксиди	0.5 – 7
Пигменти	0.2 – 1

Табела 2.3 Физичко-механичке карактеристике комерцијалног материјала *IPS Empress CAD* [Bühler-Zemp P. (2011)]

Физичко-механичке карактеристике	Кристализован материјал
Савојна чврстоћа (ISO 6872)	160 МПа
Отпорност на лом	1.3 МПа·m ^{1/2}
Тврдоћа (<i>HV</i>)	6200 МПа
Модул еластичности	62 GPa
Коефицијент термичког ширења (СТЕ)	17.5 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Густина	25 ±0.1 g/cm ³
Хемијска растворљивост	25 µg/cm ²
Провидност	0.4 – 0.7
Температура трансформације	625 ±20 °C

На Слици 2.7 представљен је фазни дијаграм стакло керамике на бази леуцита. Кристали леуцита (KAlSi₂O₆) се формирају у контролисаном процесу кристализације. У првој фази кристали се ујезгравају у стакленој матрици и прогресивно расту из сваке fine честице, при температури од 950 °C. Услед поменутог процеса, леуцитна кристална матрица формира скоро у потпуности кристализован и хомоген блок стакло керамике. Како би се побољшала брзина раста кристала, потребна је још једна термичка обрада (друга фаза) на 1050 °C, која даје стакло керамици савојну чврстоћу од 160 МПа. Додавањем компоненти као што су Na₂O (минимум 12 % масеног удела), Li₂O (1-3 %) у систем K₂O-Al₂O₃-SiO₂, у виду нуклеацијских агенса, смањује се температурна фузија стакла и

убрзава се процес саме кристализације. Финална микроструктура кристализованог леуцита у потпуности одговара његовим физичко-механичким карактеристикама, које су представљене у Табели 2.3. Велики број тетрагоналних кристала, густо распоређених у стакленој матрици, формирају кристалну структуру и својом расподелом увелико отежавају настанак напрлина и њихово евентуално ширење.



Слика 2.7 Приказ фазног система $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ [El-Meliegy E. (2012)]

Леуцитни блокови (*IPS Empress CAD*) доступни су у различитим бојама и нијансама трансlucentије, као и у виду мулти-блокова. Мулти блокови су најистакнутији производ из палете *IPS Empress CAD*. Због своје потпуно природне боје и флуоресценције, као и постепеног прелаза између дентинског и оклузалног подручја, они рестаурацијама дају максималну естетику и потпуно природан изглед, без додатних карактеризација. Блокови које карактерише висока трансlucentност углавном се користе за израду мањих рестаурација (нпр. инлеја), обзиром на њихов природни „камелеонски“ изглед. Док су блокови са мањом трансlucentијом идеални за израду већих рестаурација, нпр. делимичних или целих појединачних надокнада. Иако је савојна чврстоћа леуцита дупло већа од чврстоће конвенционалних фелдспатних порцелана, она је и даље недовољна за постериорне фиксне вишечлане надокнаде (мостове).

2.1.2 Литијум дисиликат (*IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent*)

Комерцијални материјал *IPS e.max CAD* је литијум дисиликат стакло керамика, намењена за *CAD/CAM* и системе са технологијом пресовања. Блокови за *CAD/CAM* су плаве боје, изливени су у једном комаду и налазе се у метасиликат фази (делимично су кристализовани, Li_2SiO_3), Слика 2.8а. Као сиров материјал, вредност савојне чврстоће им је мала што им омогућава брзу обраду на *CAD/CAM* систему. Процесом кристализације добија се завршна форма кристала литијум дисиликата ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$), Слика 2.8б, где блокови након тога добијају знатно већу савојну чврстоћу у вредности од 360 МПа. *IPS e.max CAD* је врста безметалне керамике коју карактерише високи естетски квалитет, па се може рећи да својим карактеристикама задовољава све протетске захтеве у виду: естетике, функције и биокомпатибилности материјала.



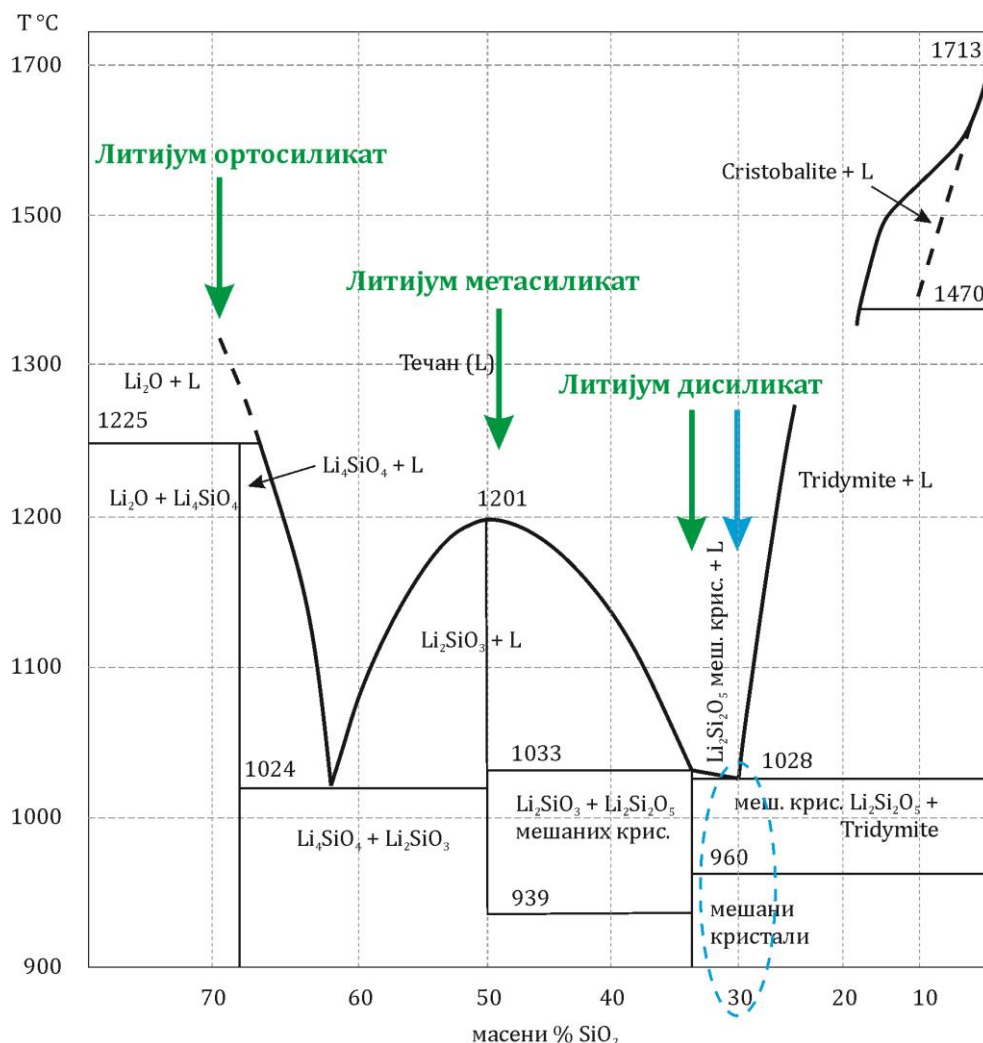
Слика 2.8 Приказ блокова литијум дисиликата (*IPS e.max CAD* блокова), а) изглед сировог материјала, б) изглед кристализованог блока обрађеног *CAD/CAM* системом

Табела 2.4 Хемијски састав комерцијалног материјала *IPS e.max CAD* [Fischer K. (2011)]

Стандардни састав	масени %
SiO_2	57 – 80
Li_2O	11 – 19
K_2O	0 – 13
P_2O_5	0 – 11
ZrO_2	0 – 8
ZnO	0 – 8
Al_2O_3	0 – 5
MgO	0 – 5
Обојени оксиди	0 – 8

У Табели 2.4 представљен је хемијски састав комерцијалног литијум дисиликата *IPS e.max CAD*. SiO_2 и Li_2O представљају компоненте које формирају $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ кристале, док се P_2O_5 додаје као нуклеацијски агенс. Остали оксиди

својим карактеристикама додатно доприносе самој структури материјала. На Слици 2.9 приказан је бинарни фазни дијаграм за $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$ систем. Унутар система, јављају се три стабилна бинарна оксида: литијум ортосиликат (Li_4SiO_4), литијум метасиликат (Li_2SiO_3) и литијум дисиликат ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$).



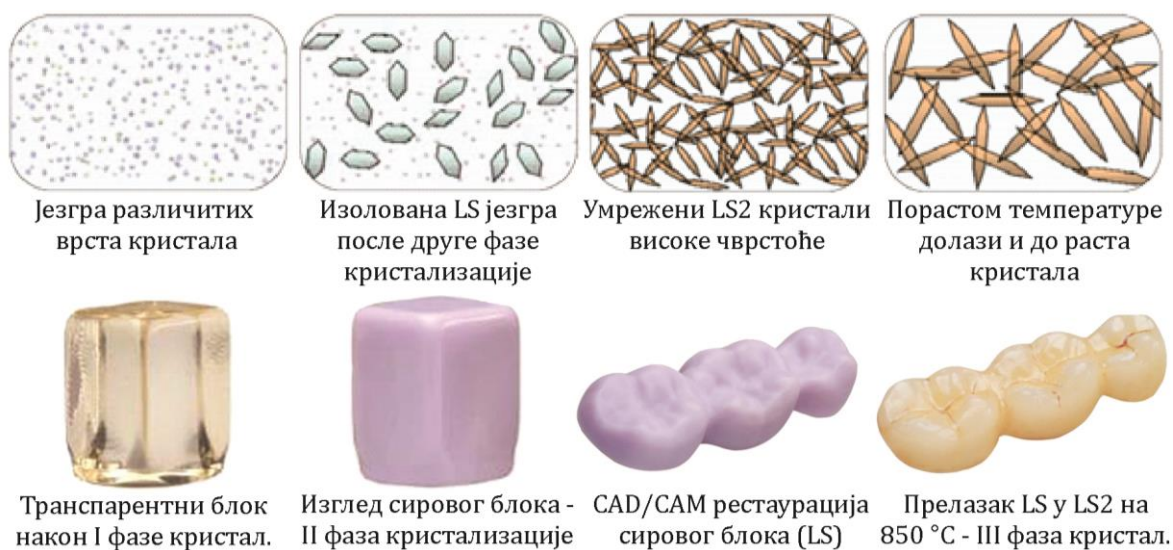
Слика 2.9 Приказ фазног дијаграма $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$ [Völkel T. (2006)]

Ова два последња оксида имају главну улогу у кристализацији *IPS e.max CAD*. Механизам кристализације, у поређењу са леуцитном стакло керамиком, је запреминска кристализација где се кристали такође ујезгравају у стакленој матрици и постепено расту са повећањем температуре. Међутим, добро је познато да се код материјала који садрже између 5 и 30 мас.% Li_2O јавља неравномерно мешање честица [Höland W. (2002)]. То значи да када се истопљена смеша охлади формирају се области богате агломератима Li_2O и SiO_2 . Овај фазни феномен је био предуслов за истовремену нуклеацију литијум метасиликата и литијум дисиликата.

Процес кристализације обухвата три фазе. У првој фази, стаклени блок се убацује у пећницу која је претходно загрејана на $450\text{-}550$ $^\circ\text{C}$ како би се стаклени блок отпустио и спречило нагомилавање унутрашњих напона у стаклу. У овој фази, стаклени блок се држи у пећници на константној температури до 1 сата

како би се започела нуклеација литијум ортосиликата ка ефикасном расту кристала у стање метасиликата. У току друге фазе литијум метасиликат се скоро потпуно кристализује. Стаклени блок се до 30 минута загрева у пећи при температури од 690-710 °C како би се образовали литијум метасиликатни кристали (Li_2SiO_3) и након тога се хладе на собној температури. Ова метасиликатна фаза је запреминског удела од 40 % и састоји се од равномерно распоређених малих кристала у облику тромбоцита од 0.2-1.0 μm који поспешују стаклену матрицу на савојну чврстоћу од око 130 МПа. Материјал је у тој фази још сиров и мекан, али захваљујући својој микроструктури, омогућава лаку обраду блока *CAD/CAM* технологијом.

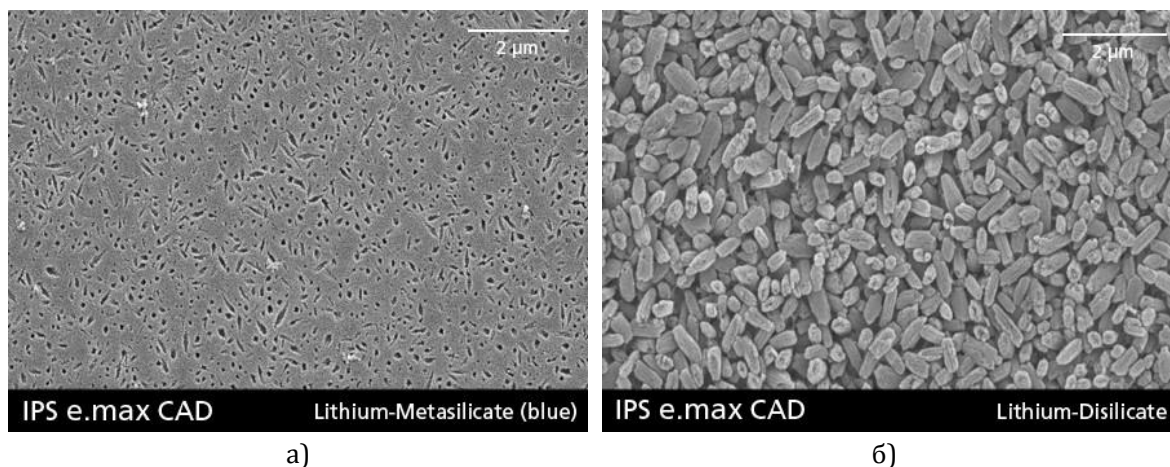
Након израде надокнаде у жељени облик уз помоћ *CAD/CAM*-а, у трећој фази материјал се 20-31 минута загрева на 850 °C у пећници како би добио свој финални изглед. У току кристализације надокнаде, материјал се благо скупља за 0.2 %, али при самој *CAD/CAM* обради блока софтвер по аутоматизму коригује то одступање. Током ове фазе, кристали литијум метасиликата (Li_2SiO_3) потпуно реагују са околним и прелазе у оксиде литијум дисиликата ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) запреминског удела од 70 % што стакло керамици даје велику савојну чврстоћу (360 МПа) и високу отпорност на лом ($2.25 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$). Плава нијанса метасиликата прелази у жељену нијансу боје зуба (Слика 2.10).



Слика 2.10 Приказ комплексне кристализације литијум дисиликата *IPS e.max CAD* (LS-литијум метасиликат, LS₂-литијум дисиликат) [Völkel T. (2006)]

Стаклена матрица се састоји од игличастих кристала дужине 1.5 μm који су насумично оријентисани и равномерно распоређени у стакленој матрици, Слика 2.11 [Höland W. (2002), Höland W. (2007), Schweiger M. (2008), Shen J.Z. (2014)]. Механичке карактеристике стакло керамике су блиско повезане са њеном микроструктуром. Мали број изолованих игличастих кристала, међусобно испреплетаних у стакленој матрици, представљају могуће зоне лома. Хабање материјала се одвија тангенцијално у односу на силу која на њега делује. Неконтролисано ширење напрслине спречава велики број игличастих

испреплетаних кристала, велике чврстоће [Grossmann D.G. (1983)]. Такву површинску структуру материјала карактерише висока отпорност на лом [Völkel T. (2006)].



Слика 2.11 SEM приказ површина *IPS e.max CAD*: а) делимична кристализација, б) потпуна кристализација литијум дисиликата, нагрижене флуороводичном киселином 30 секунди [Fischer K. (2011)]

Табела 2.5 Физичко-механичке карактеристике комерцијалног материјала *IPS e.max CAD* [Fischer K. (2011)]

Физичко-механичке карактеристике	Сиров материјал	Кристализован материјал
Савојна чврстоћа (ISO 6872)	130 ±30 МПа	360 ±60 МПа
Отпорност на лом	0.9 – 1.12 МПа·м ^{1/2}	2 – 2.5 МПа·м ^{1/2}
Тврдоћа (HV)	5400 ±200 МПа	5800 ±200 МПа
Модул еластичности	/	95 ±5 GPa
Коефицијент термичког ширења (СТЕ)	/	10.45 ±0.4 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Густина	/	25 ±0.1 g/cm ³
Хемијска растворљивост	100 – 160 µg/cm ²	30 – 50 µg/cm ²
Линеарно скупљање током нормализације	0.2 %	/

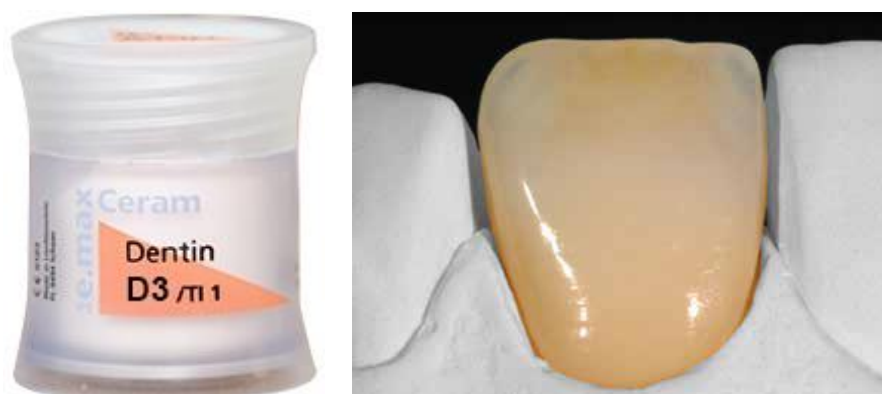
Материјал има јасну предност у транспаренцији у односу на остале сродне материјала тог типа и у комбинацији са механичким карактеристикама (Табела 2.5) које поседује може да се користи у рестауративним зонама високог оптерећења. Постоје три различите величине блокова литијум дисиликата у зависности од врсте рестаурације која се изводи. *IPS e.max CAD* се може користити као инлеји и онлеји (дебљине минимум 1 mm), фасете (дебљине 0.4 mm), делимичне или целе надокнаде (дебљине зида од 1.5 mm), као и мостови од три члана (све до другог преткутњака као крајњег носача моста).

CAD/CAM блокови су доступни у различитим бојама (5 до 16 А-Д Вита нијанси и 4 нијансе беле) и четири нивоа транспарентности, које се контролишу помоћу наноструктуре кристала: висока транспарентност (НТ),

средња транспарентност (МТ), слаба транспарентност (ЛТ) и висока непровидност (НО). Обојеност се постиже помоћу додавања одређених оксида метала директно у сирови прах који се касније раствара у стакленој матрици. Такви јони метала су V^{3+} (жута), Se^{4+} (жута) и Mn^{3+} (смеђа). Рестаурација се може и даље модификовати додатним бојама и глазуром, или обложити посебном фасетном керамиком (*IPS e.max Ceram*) употребом технике фасетирања. Глазирање се обавља као вид завршне обраде како би се елиминисала површинска порозност материјала која може да проузрокује нагомилавање бактерија и њихово даље ширење. Глазирање резултује контактну површину смањењем порозности, високим сјајем, додатним ојачањем и непропустљивости ка основном материјалу [Völkel T. (2006), Fischer K. (2011), Lakshmanan A. (2012)].

2.1.3 Фасетна керамика (*IPS e.max Ceram, Ivoclar Vivadent*)

IPS e.max Ceram је нано-флуороапатитна стакло керамика доступна у облику праха са ниском тачком топљења. Намена ове керамике је претежно за фасетирање и карактеризацију различитих безметалних рестаурација, било да су израђене *PRESS* или *CAD/CAM* технологијом, на бази литијум дисиликата и цирконијум оксида. Приликом развоја фасетне керамике *IPS e.max Ceram*, главни акценат је стављен на естетику и разноврсну примену на поменутих безметалним системима. У погледу естетике постигнути су одлични резултати употребом нано честица флуороапатита стакло керамике, као агенса траслуценције, чија је структура слична природним зубима (Слика 2.12). Индекс преламања кристала је између 1.63 и 1.67.



Слика 2.12 Приказ фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) у облику праха и изглед фасетираних надокнада високог естетског изгледа [IPS e.max Ceram (2015)]

Једини природни састојак који се користи у производњи силикатних стакла је кварцни песак. Фасетна керамика се састоји из мултикомпонентног система $SiO_2-Li_2O-Na_2O-K_2O-ZnO-Al_2O_3$. Стаклена структура флуороапатита је додатно ојачана одређеним масеним уделом компоненти CaO , P_2O_5 и F . Ове три основне компоненте су предуслов за формирање флуороапатитног кристала $Ca_5(PO_4)_3F$. Самим тиме, формирано садржај флуороапатита има велики утицај

на природни естетски изглед саме рестаурације у виду рефлексије, траслуценције и опалесценције⁶. Главна компонента система је SiO₂ са масеним уделом од ~60 %. У Табели 2.6 је дат хемијски састав комерцијалне фасетне керамике *IPS e.max Ceram* [Völkel T. (2006), Shen J.Z. (2014)].

Табела 2.6 Хемијски састав комерцијалне фасетне керамике *IPS e.max Ceram* [Bühler-Zemp P. (2005)]

Стандардни састав	масени %
SiO ₂	60 – 65
Al ₂ O ₃	8 – 12
Na ₂ O	6 – 9
K ₂ O	6 – 8
CaO	1 – 3
ZnO	2 – 3
Li ₂ O	1-2
ZrO ₂	1 – 1.5
F	1 – 2
+ други оксиди: SrO, B ₂ O ₃ , TiO ₂ , P ₂ O ₅	

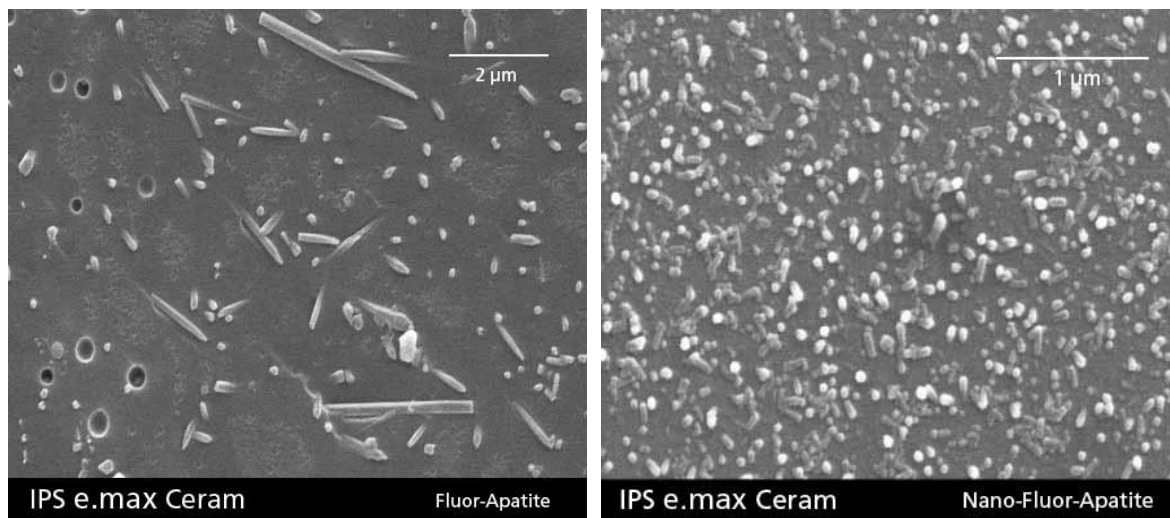
Оксиди Al₂O₃ и ZrO₂ у самој матрици побољшавају хемијску отпорност, температурну стабилност и механичку чврстоћу керамичког материјала. Присуство оксидних алкалних метала K₂O и Na₂O је веома важно за оптимизацију коефицијента термичког ширења и температуре обраде. У зависности од садржаја масеног удела SiO₂ и Al₂O₃, количина оксида алкалних метала пропорционално варира у структури материјала [Völkel T. (2006)].

Фасетна керамика *IPS e.max Ceram* је, као што је претходно речено, хомогена мешавина флуороапатитне стакло керамике и синтерованих стаклених честица у виду праха. Синтероване честице стакла су једнофазна стакла и не садрже кристалне фазе. Као резултат тога, ова стакла остају потпуно стабилна током процеса загревање керамике и не образују кристале. Керамика се кристализује путем механизма контролисане запреминске кристализације што резултује различитим концентрацијама нано-флуороапатитних кристала (пречника од 100 nm и дужином мањом од 300 nm) и микро-флуороапатитних кристала (пречника 300 nm и дужине 2-5 μm) [Höland W. (2001), Höland W. (2002), Völkel T. (2006)]. На Слици 2.13 је приказана SEM приказ облика кристала флуороапатита фасетне керамике *IPS e.max Ceram*.

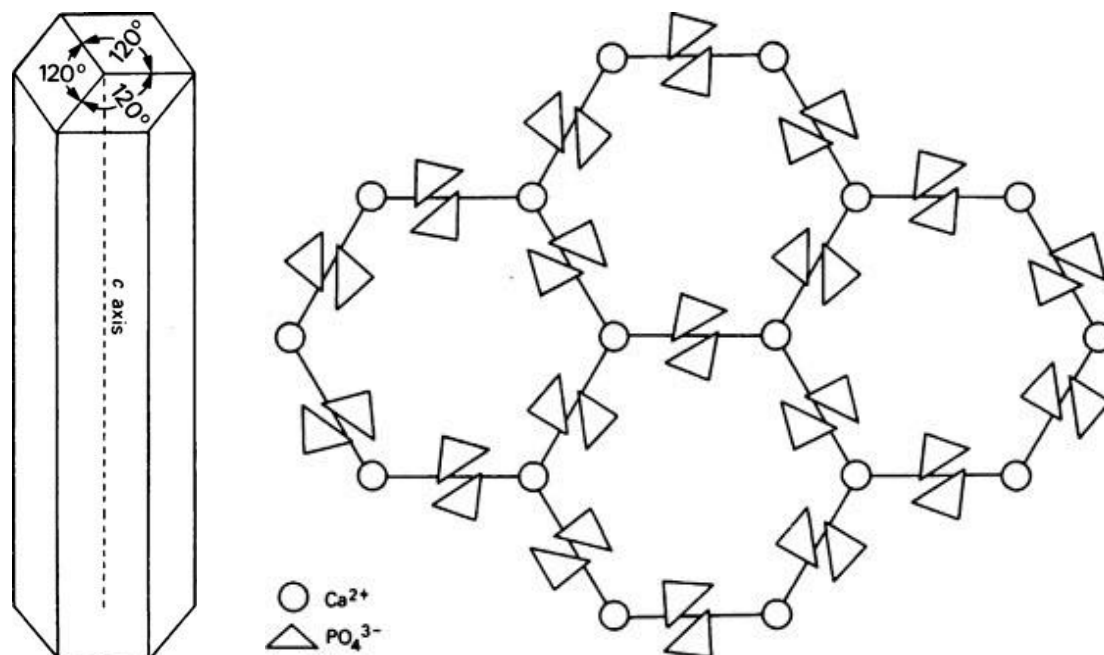
Флуороапатит образује дугуљасте призматичне кристале хексагоналног облика. Уздужни пресеци приказују дугуљасту правоугаону површину а бочни пресеци одговарајуће шестоугаоне површине. Кристална симетрија је према томе шестоугаона. Главне компоненте кристала су PO₄³⁺ тетраедри који су бочно повезани са Ca²⁺ јонима (Слика 2.14). F јони су позиционирани у

⁶ Феномен да рестаурација има млечну боју, променљиве мутноће са одсјајима дугиних боја.

средишњем простору. Флуороапатит има индекс преламања у распону од 1.629 до 1.667 [Völkel T. (2006)].



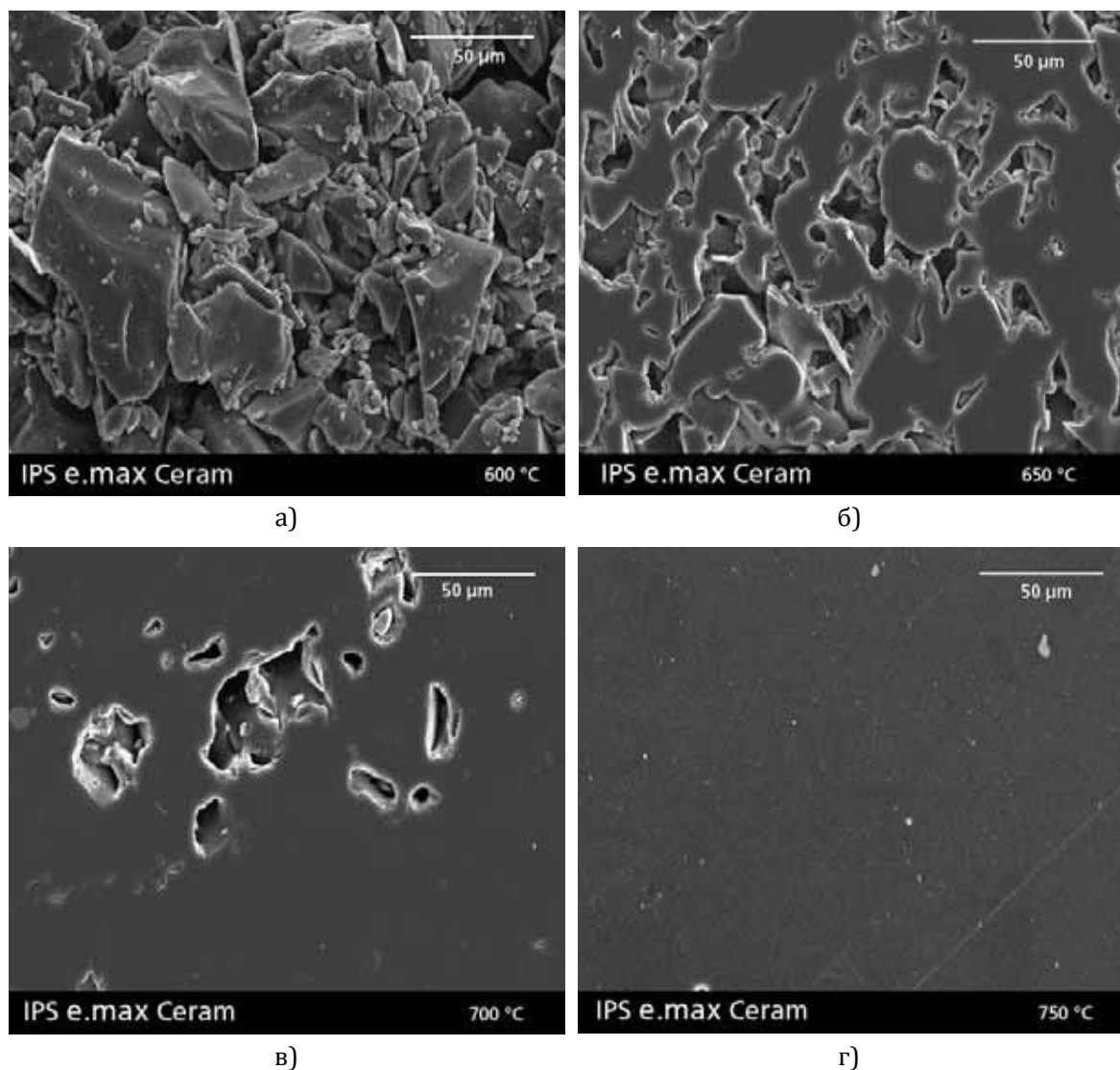
Слика 2.13 SEM приказ нано кристала флуороапатита фасетне керамике *IPS e.max Ceram*, површина је нагрижена са 3 % флуороводичне киселине 10 секунди [Völkel T. (2006)]



Слика 2.14 Приказ хексагоналног кристала флуороапатита $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ [Pocketdentistry (2016)]

IPS e.max Ceram је стакло керамика са ниском тачком топљења. Тачка синтеровања је испод 800 °C. Синтеровање је динамички процес повећања густине и механичке чврстоће обликованог керамичког тела које се одвија у току термичке обраде процесом печења [Barsoum M. (2003)]. Најважнији фактори који утичу на овај процес су расподела зрна кристала, топографија површине, површинско стање праха, денсификација (згушњавање) честица праха, брзина загревања, крајња температура и време излагања. Селективним топљењем *IPS e.max Ceram* зрна стакла, при температури омекшавања од 540 °C,

отворене поре се непрекидно затварају како се температура повећава. Како би се приказао процес синтеровања, циклус загревања је прекидан при различитим температурама (600, 650, 700 и 750 °C) како би се омогућила SEM анализа синтеровања фасетне керамике (Слика 2.15).



Слика 2.15 SEM приказ процеса синтеровања фасетне керамике *IPS e.max Ceram* при различитим температурама: а) 600 °C и ~64.0 % густине, б) 650 °C и ~83.3 % густине, в) 700 °C и ~93.3 % густине и г) 750 °C и ~100 % густине [Völkel T. (2006)]

При температурном распону од 600 до 650 °C, јасно се може се уочити разлика деловања синтеровања при поменутих температурама (Слика 2.15а и 2.15б). Поједина зрна су међусобно повезана путем јако изражених синтерованих „вратова“. Ови синтеровани вратови се образују путем локализованог топљења зрна. До температуре у износу од 650 °C, материјал има структуру са отвореним порама. Испарљиве супстанце морају да буду дезинтегрисане и разложене при достизању ове температуре. Ако тај услов није испуњен, у структури остају изоловане синтероване поре које су испуњене нежељеним продукцима реакције. Органске компоненте које се користе у овим

материјалима се лако разлажу на овим температурама. При температури од 700 °С, јасно је видљиво да се процесом синтеровања драстично смањила порозност самог материјала (Слика 2.15в). При завршној температурној фази синтеровања, на 750 °С, преостале порозности су густо синтероване. У зависности од првобитног сабијања материјала приликом припреме, укупно запреминско скупљање је у распону од 40 до 45 %. Као резултат тога је хомогена структура материјала, као што је приказано на Слици 2.15г.

У клиничкој примени, фасетне керамике су изложене високом хемијском, термичком и механичком напрезању. Почетна измерена вредност савојне чврстоће материјала се не може сматрати стварном вредношћу, пошто технике припреме и хомогеност процеса производње материјала значајно утичу на добијене вредности. Опште је познато да су стакла и керамике крти и крути материјали и да не подлежу пластичним деформацијама све док се не јаве одређени површински дефекти, који уједно карактеришу еластично понашање самог материјала. Код крутих и кртих материјала, уобичајене тачке лома су површински недостаци материјала у виду појаве одређених површинских шупљина или порозности самог материјала.

Табела 2.7 Физичко-механичке карактеристике комерцијалног материјала *IPS e.max Ceram* [Bühler-Zemp P. (2005)]

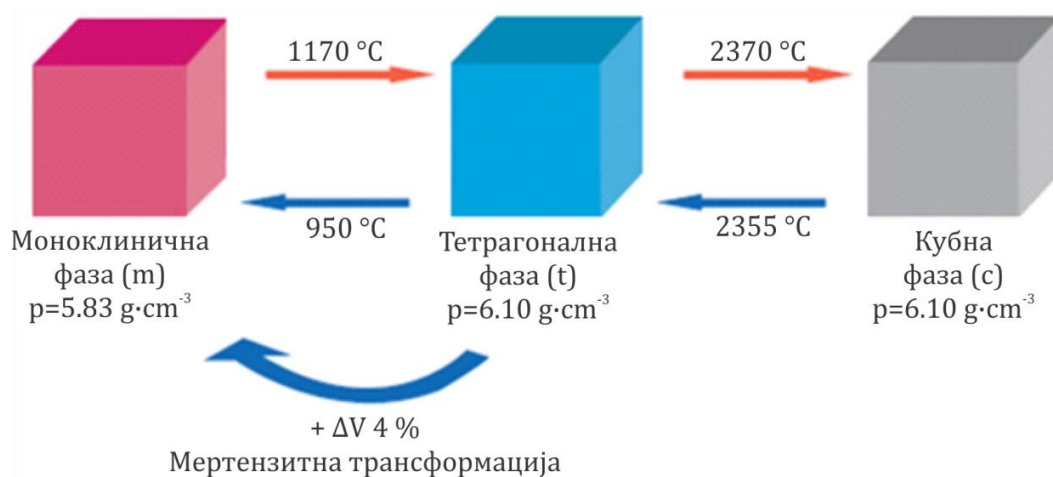
Физичко-механичке карактеристике	Синтерован материјал
Савојна чврстоћа	90 ±10 МПа
Тврдоћа (HV)	5400 ±200 МПа
Температура печења	750/760 °С
Коеф. термичког ширења (СТЕ)	9.5 ±0.25 10 ⁻⁶ К ⁻¹
Хемијска растворљивост	15 ±5 µg/cm ²
Температура трансформације стакла (Tg)	490 ±10 °С
Масени удео флуоропатита у стакло керамици	19 – 23 мас.%

IPS e.max Ceram достиже вредности савојне чврстоће између 80 и 100 МПа и тиме лако испуњава захтев стандарда (ISO 6872) који износи >50 МПа. Кристали флуоропатита не ојачавају стакло керамику, док кристали леуцита и литијум силиката ојачавају. Густина таложења је исувише мала и разлика у коефицијенту термичког ширења у поређењу са стакленом матрицом је знатно мала како би се ојачала дисперзија. Услед високог садржаја стакла у самој матрици материјала, керамичке фасете представљају најслабији део керамичких рестаурација. Стога, увек се мора тежити да се максимално искористе димензије радног оквира. То се посебно односи на област великих оптерећења (постериорна област). Дизајн саме крунице може да побољша механичку поузданост саме рестаурације. У Табели 2.7 дате су физичко-механичке карактеристике комерцијалне фасетне керамике *IPS e.max Ceram* [Bühler-Zemp P. (2005), Völkel T. (2006)].

2.2 ЦИРКОНИЈУМ ДИОКСИД

Цирконијум је као термин познат још од давнина. Хијацинт (*Jacinth*), црвени драги камен од циркона, је споменут још у „Апокалипси Светог Јована“ као један од камења који су били део зидова светог Јерусалима. Име циркон је настало од старе персијске речи „*zar gun*“, што у преводу значи боја злата. Године 1789. немачки хемичар *Martin Heinrich Klaproth* је открио цирконијум диоксид (ZrO_2), након што га је изоловао термичком обрадом из драгог камена хијацинта, који му је донесен са Далеког истока. Захваљујући његовим изузетним својствима, назвао га је „чудесним минералом“ [Shen J.Z. (2014)].

Цирконијум диоксид (ZrO_2) је хемијско једињење Zr^{4+} јона метала и O^{2-} кисеоничних анјона. Као резултат настаје оксидно једињење јонског карактера, које упркос Zr^{4+} јону метала не припада металима већ групи неметалних неорганских једињења. У суштини је погрешно говорити о металу у овом контексту, из разлога што је очигледно да је цирконијум оксидна керамика сачињена фином, грануластом, поликристалном структуром [Völkel T. (2006)]. Цирконијум диоксид се користи више од 20 година као материјал који својим одличним карактеристикама задовољава све високе стандарде у различитим областима индустрије и медицине. Разлог томе су одличне кристално-хемијске, као и физичко-механичке карактеристике ZrO_2 . На основу поменутих карактеристика, *Garvie* је описао цирконијум диоксид као „керамички челик“ [Garvie R.C. (1975)].



Слика 2.16 Трансформација ZrO_2 при различитим температурним фазама [Völkel T. (2006)]

Карактеристике ZrO_2 се најбоље могу описати на основу минерала баделита. Оне се заснивају на минералној структури и различитим кристалним решеткама које материјал може да поседује. У природи постоји моноклинична фаза (m) која је присутна у стабилном облику на собној температури па све до $1170 \text{ }^\circ\text{C}$, ако се температура повећа изнад те границе, образује се тетрагонална фаза (t), а од $2370 \text{ }^\circ\text{C}$ наступа кубна модификација (c). Фазни прелази су реверзибилни и у току трансформације фаза, запреминско ширење кристала (ΔV) се повећава за 3-5 %, у случају прелаза са кубног на тетрагонални (c→t)

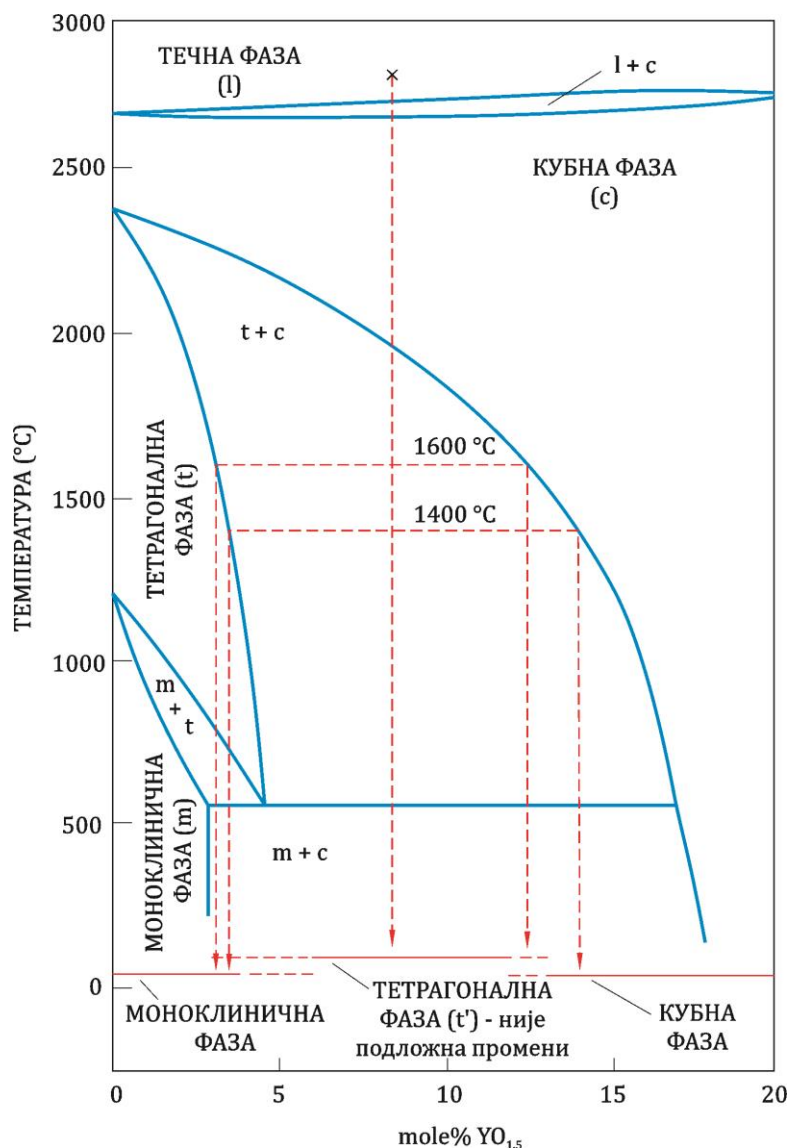
0.5 %, и око 4 % у случају прелаза са тетрагоналног на моноклинични ($t \rightarrow m$). Током хлађења, процес се одвија спонтано у облику мартензитне трансформације као што је то случај код челика, Слика 2.16 [Wolten G.M. (1963), Bansal G.K. (1972), Subbarao E.C. (1974), Heuer A.H. (1982), Deville S. (2004), Shen J.Z. (2014)].

Приказане карактеристике ZrO_2 су коришћене у технологији добијања специјалних материјала са одабраним контролисаним карактеристикама. Међутим, примена минерала баделеита у те сврхе је немогућа. Уместо њега могу се користити синтетички базни материјали. На тај начин, синтетички ZrO_2 карактерише чињеница да садржи одређене стабилизаторе у виду оксида, као што су Y_2O_3 , CaO , MgO , CeO_2 , S_2O_3 итд. Ови додати агенси испуњавају различите намене у зависности од свог масеног удела [Lange F.F. (1982), Lange F.F. (1986), Lange F.F. (1986a)]. Ова одлика је ограничила употребу чистог цирконијум диоксида као ватросталног материјала и пигмента све до 1929. године када су Ruff и његови сарадници [Ruff O. (1929)] приказали да се додавањем мале количине калцијум оксида чистом ZrO_2 кубна фаза може стабилизovati на собној температури. Овај керамички, потпуно стабилизован кубни ZrO_2 је и даље у употреби као абразивни или ватростални материјал, док кубни појединачни кристали ZrO_2 замењују дијаманте у накиту због њиховог сличног високог индекса преламања и знатно ниже цене. Многе студије су се до сада бавиле детаљним изучавањем механизмима трансформације и ојачавања цирконијум диоксида [Lange F.F. (1982), Becher B.F. (1998), Hannink R.H.J. (2000), Kelly J.R. (2008)].

Велико интересовање за цирконијум диоксид јавило се 1972. године, као структурни материјал, у области инжењерства након што је Гарви [Garvie R.C. (1972)] детаљно описао структуру и термодинамичке карактеристике $CaO-ZrO_2$ система. Систем се састојао од великих кубних зрна чију су структуру чиниле веома ситне тетрагоналне честице талоба (преципитати). Таква структура материјала је названа делимично стабилованим цирконијумом ($CaO-PSZ$), због мање концентрације стабилизујућег оксида од оне која је потребна за потпуну стабилизацију кубне фазе. Поред калцијум оксида, постоје још неки оксиди способни за делимичну стабилизацију ZrO_2 , као што су магнезијум оксид ($Mg-PSZ$) и итријум оксид ($Y-PSZ$).

Гарви [Garvie R.C. (1975)] је 1975. године објавио своју студију у „Nature“ која се односила на напонски индуковану $t \rightarrow m$ трансформацију тетрагоналних преципитата у $Mg-PSZ$, што је довело до значајног повећања савојне чврстоће и отпорности на лом самог материјала. Они су своју студију назвали „Керамички челик“ зато што су се микроструктура и претходно поменуто фазне промене одвијале на сличан као код „мартензитних“ челика. Наиме, $t \rightarrow m$ прелаз (1) није повезан са преносом материје (он је смицајан); (2) он се одиграва у температурном интервалу уместо на одређеној температури; и (3) он обухвата структурну промену атома у кристалној решетки. Ово откриће није само представљало важно сазнање у развоју керамика ојачаних

цирконијумом, већ је такође изазвало драстичну промену схватања инжењера у вези керамичких компоненти које показују екстремно високу савојну чврстоћу и отпорност на савијање.



Слика 2.17 Приказ фазног дијаграма Y-TZP (ZrO_2 - Y_2O_3) [Kriegesmann J. (1996)]

Даље напредовање цирконијум керамике одвило се у другој половини 1970-тих захваљујући *Rieth*-у и *Gupta*-у [Rieth P.H. (1976), Gupta T.K. (1978)]. Они су развили такозвани итријум-стабилизовани тетрагонални цирконијум поликристал (Y-TZP), материјал fine гранулације са 3 мол.% садржајем итријума (Y₂O₃). На Слици 2.17, представљен је фазни дијаграм добијања Y-TZP керамике. Y-TZP керамика се углавном синтерује на температурама у распону од 1400 °C до 1600 °C, у зависности од почетне величине честица гранула. На овај начин се може постићи веома висока релативна густина материјала (до 99.5 %) и веома фина и хомогена величина честица (0.3-0.5 μm). Пошто се керамика загрева у двофазној области (t+c), синтеровани Y-TZP цирконијум се претежно састоји од 80-85 % тетрагоналне фазе, а мањи део (15-20 %) чини кубна фаза. Савојна чврстоћа и отпорност на лом синтерованог материјала увелико зависе од

величина и расподеле самих зрна. У поређењу са осталим монолитичким керамикама, Y-TZP керамика има највећу вредност савојне чврстоће (преко 1000 МПа) када је материјал пресовано синтерован, као и вредност од 2400 МПа када је материјал топло изостатички пресован. Y-TZP керамика се данас углавном назива цирконијум због широке употребе као инжењерског и биокерамичког материјала високих перформанси [Piconi C. (1999)].

Последњих неколико деценија цирконијум се у великој мери користи као замена за метал у различитим областима. Први пробој клиничке употребе Y-TZP керамике, је увела француска компанија *Ceramiques Techniques Desmarquest (St. Gobain)* 1990. године. Захваљујући раду тима, предвођеног *Calés*-ом и *Christel*-ом [Christel P. (1989)] Y-TZP материјал је додат у листу биокерамичких материјала високих перформанси. Углавном се користио за израду појединих делова вештачког кука, што уједно представља и прву примену цирконијума као биоматеријала у медицини. Наиме, његове велике вредности савојне чврстоће, отпорности на притисак и модула еластичности довели су дотле да може апсолутно да парира механичким карактеристикама метала. Мимо тога, цирконијум је биокомпатибилан, што значи да не изазива никакве иритације нити алергијске реакције у контакту са ткивима, што му омогућава како примену у медицини (вештачки кукови, слушни апарати итд.) тако и у стоматологији.

Прва употреба цирконијума у стоматологији је била присутна у изради зубних носача (кочића), фиксних протеза и денталних импланата, и врло често се у литератури могло наћи на термин „бели челик“ [Garvie R.C. (1975), Sandhaus S. (1994)]. Међутим, прави пробој материјала у естетској стоматологији је дошао са развојем *CAD/CAM* технологије [Piconi C. (2008)]. Употреба цирконијума у комбинацији са *CAD/CAM* компјутерским системима се сада све више шири и развија како због одличних карактеристика нових цирконијумских материјала тако и због прецизности и брзине израде коју доноси нова технологија израде. Такав начин израде надокнада, омогућава савршено пријањање круница и мостова уз гингиву те се тако пацијентима обезбеђује одличан квалитет, удобност и дуготрајност надокнада, у свим зонама оптерећења. Међутим, треба напоменути да у погледу његове хидротермалне издржљивости, материјал до неког обима има слабије одлике него метали [Sato T. (1985), Lange F.F. (1986)].

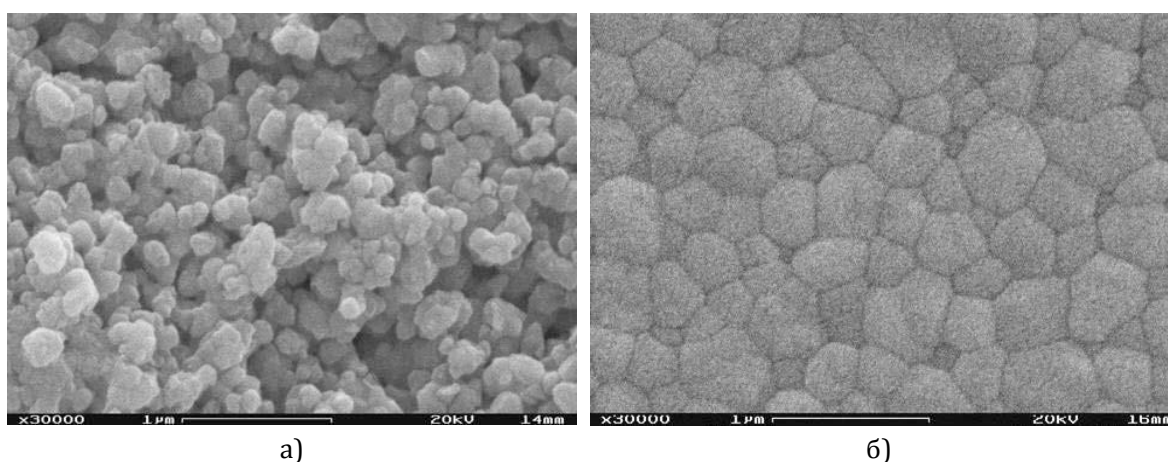
Различите студије су показале да чисти Y-TZP је више подложен $t \rightarrow m$ трансформацији у току старења материјала на температурном опсегу од 70-250°C, у влажном окружењу. Резултат је губитак механичке чврстоће. Јавља се један вид корозије, који је сличан оним који се јавља код метала. Последично, ZrO_2 такође одликују метална својства у овом погледу. Додавањем допунских агенаса, као што су Al_2O_3 и SeO_2 у малим количинама, ова негативна својства Y-TZP су значајно побољшана у тој мери, да постају скоро занемарљива [Sato T. (1986)]. Материјал *IPS e.max ZirCAD* садржи око 0.25 % Al_2O_3 чиме је понашање током старења је побољшано на такав начин да не постоји ризик губитка механичке чврстоће услед хидротермичког излагања.

2.2.1 Цирконијум (*IPS e.max ZirCAD, Ivoclar Vivadent*)

IPS e.max ZirCAD је пресинтерован итријум-стабилизован тетрагонални цирконијум поликристал (Y-TZP) у облику блока који садржи мале количине итријум оксида намењен за обраду *CAD/CAM* технологијом (Слика 2.18). Постоје различите величине блокова *IPS e.max ZirCAD* у зависности од зоне оптерећења и врсте рестаурације која се изводи. Блок је беле боје, кредасте структуре и у пресинтерованом стању одликује га порозна морфологија (50 %) (Слика 2.19а). Вредност тврдоће сировог материјала је веома мала, што омогућава брзу и лаку обраду блока на *CAD/CAM* систему у жељени облик. Након обликовања, материјал се термички обрађује (синтерује) у високотемпературној пећи која је специјално развијена за оксидне керамике на температури од 1500 °C. У току процеса синтеровања, које траје 8 часова, кристали образују финалну тетрагоналну хомогену структуру и добијају своју коначну савојну чврстоћу у вредности од преко 900 МПа (Слика 2.19б).



Слика 2.18 Приказ *IPS e.max ZirCAD* блока , а) изглед сировог материјала, б) изглед блока обрађеног *CAD/CAM* технологијом



Слика 2.19 SEM приказ микроструктуре *IPS e.max ZirCAD*, а) морфологија површине лома сировог материјала, при увећању x30.000; б) SEM приказ синтероване површине материјала (на 1420 °C, 20 мин.) [Bühler-Zemp P. (2005a)]

Оно што је веома важно у току процеса синтеровања је да градијенти хлађења и грејања буду координисани са параметрима процедуре синтеровања. Током процеса синтеровања, запремина материјала се сразмерно смањује (скупља) за ~20 % у односу на првобитну величину. Ово смањење запремине је већ узето у обзир током израде надокнаде *CAD/CAM* технологијом. Хемијски састав комерцијалне керамике *IPS e.max ZirCAD* је дат у Табели 2.8 [Völkel T. (2006)].

Табела 2.8 Хемијски састав комерцијалне керамике *IPS e.max ZirCAD* [Bühler-Zemp P. (2005a)]

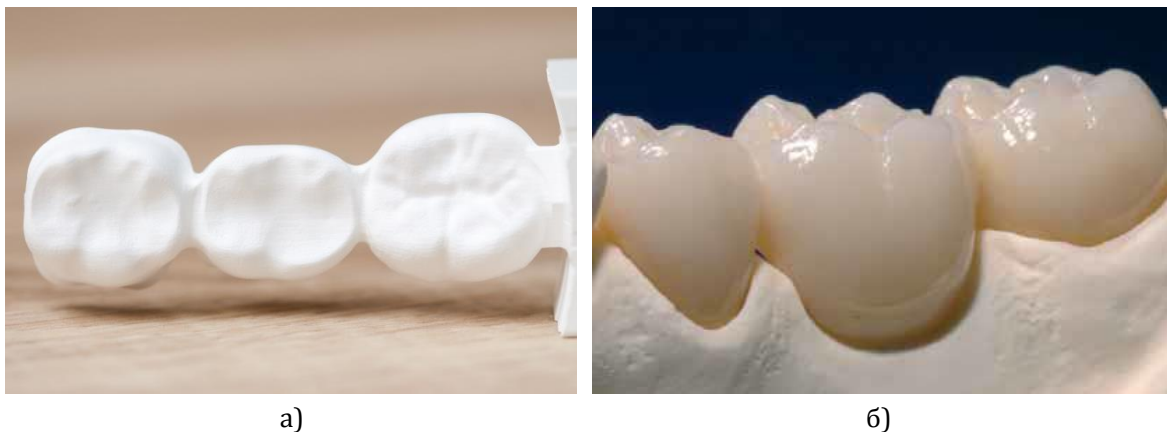
Стандардни састав	масени %
ZrO ₂	87 – 95
Y ₂ O ₃	4 – 6
HfO ₂	1 – 5
Al ₂ O ₃	0.1 – 1

Термички процес обраде материјала је пресудан за образовање микроструктуре. Ако се процес загревања прецизно не контролише, као исход ће се јавити бројни нежељени резултати који се често визуелно не могу приметити. Процесом синтеровања, боја материјала се видно мења и рестаурација добија благу прозирност у односу на сирови материјал. Након синтеровања, порозност материјала је сведена на минимум, што се може јасно видети на Слици 2.18б. У потпуној згуснутој структури јасно се могу уочити синтеровани тетрагонални кристали који образују хомогену структуру *IPS e.max ZirCAD* материјала. Самим тим, и број грешака у структури је такође сведен на минимум. Комбинација високе густине, ниске стопе грешака у структури и мале величине кристала (0.5 μm) резултују високу вредност савојне чврстоћу материјала. Савојна чврстоћа Y-ZTP (900 МПа) је супериорна у поређењу са осталим стоматолошким керамиком и далеко је већа од напона течења металних легура које се користе у стоматологији. Остале физичко-механичке карактеристике материјала су приказана у Табели 2.9.

Табела 2.9 Физичко-механичке карактеристике комерцијалне керамике *IPS e.max ZirCAD* [Bühler-Zemp P. (2005a)]

Физичко-механичке карактеристике	Синтерован материјал
Коефицијент термичког ширења (СТЕ)	10.75 ±0.25 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Савојна чврстоћа	900 ±50 МПа
Тврдоћа (HV)	13050 МПа
Отпорност на лом	5.5 ±0.22 МПа·m ^{1/2}
Густина	6.045 – 6.065 g/cm ³ ; 99.4 – 99.7 %
Средња величина кристала	0.52 ±0.05 μm
Хемијска растворљивост	< 10 μg/cm ²

Захваљујући својој великој механичкој чврстоћи, материјал је погодан за примену код скоро свих индикација које су до сада биле резервисане искључиво за протетске надокнаде ојачане металном основом. *IPS e.max ZirCAD* се користи углавном за израду зубне основе која се даље фасетира керамиком *IPS e.max Ceram*, како би се постигао одговарајући природни естетски изглед надокнаде (Слика 2.20).



Слика 2.20 Трочлани *IPS e.max ZirCAD* мост, а) сиров блок обрађен CAD/CAM системом, б) синтерован мост, пресвучен фасетном керамиком *IPS e.max Ceram* [Völkel T. (2006)]

У рестауративној стоматологији, природни изглед протетике је од највеће важности. У том погледу, керамике на бази силиката, посебно порцелани и стакло керамике, су много ближе естетском изгледу природних зуба него синтеровани Y-TZP материјали. Проблем се може смањити употребом финијег праха са мањим процентом алумине (Al_2O_3) приликом процеса синтеровања. Забележено је да се транспарентност фиксних протеза, израђених овом врстом праха, скоро поклапа са оном код природних зуба [Heffernan M.J. (2002), Mutone V. (2008), Baldissara P. (2010)]. Штавише, додавањем гвожђа, титанијума, церијума и неких други оксида, у структуру цирконијума, могуће је добити природну нијансу зуба [Calés B. (1998), Shah K. (2008)].

3

ПРЕГЛЕД АКТУЕЛНОГ СТАЊА ТРИБОЛОШКИХ ИСТРАЖИВАЊА ПРИРОДНИХ И ВЕШТАЧКИХ СТОМАТОЛОШКИХ МАТЕРИЈАЛА

У оквиру овог поглавља, представљена су бројна истраживања и достигнућа аутора из области био-трибологије, са циљем представљања постојећих трендова и разумевања присутних механизма хабања природних и вештачких рестауративних материјала који се сусрећу у пракси. Данас, сва триболошка истраживања у свету теже да се укључе у текуће клиничке пробе, у циљу бољег праћења присутних механизма хабања како код нових стоматолошких материјала, тако и код оних који се већ примењују у пракси.

Био-трибологија је једна од актуелних и брзо напредујућих области трибологије. Разноврсност истраживачких активности био-трибологије је веома велика и обухвата многе научне области, где се као резултат тога велики број радова из различитих области био-трибологије из године у годину објављује [Zhou Z.R. (2013)]. Значајна област која је последњих година у фокусу бројних истраживања је могућност истраживања и развоја нових биоматеријала. Термин биоматеријали, односи се на материјале са таквим особеним карактеристикама које их чине посебно погодним за блиски контакт са живим ткивом, а чији производни процес често примењује или опонаша неки биолошки феномен [Larsson T.F. (2007)]. Нови наноматеријали, као што су наноцевчице, карбонска влакна, нанолегуре, као и различите врсте полимера, керамике или металних легура и нанокompозита и низ осталих нових напредних класа материјала обећавају изузетна достигнућа у области медицинских материјала и услуга [Živić F. (2011)]. Материјали, посматрани на нано нивоу, могу испољавати другачије особине у односу на оне које испољавају на макро нивоу, омогућавајући на тај начин јединствену примену [Džunić D. (2015)]. Последњих година бројне области здравствених услуга су напредовале до те границе да својим новим приступима из дана у дан подижу ниво у начину живота пацијената.

Људски зуби нису једино важан орган за процес жвакања, већ је њихова функција битна за изговор и естетику лица људског бића. Зуби неоспорно, имају веома значајну улогу у нашем свакодневном животу. Различити патолошки фактори и трауме (оштећење зуба, делимични или потпуни губитак зубног ткива) ће се неизбежно догодити са старењем. Као резултат тога,

вештачки стоматолошки материјали су се постепено развијали са циљем да обнове и лече све те озледе људских зуба. У данашње време, метали и легуре, керамике и композитни материјали се највише користе приликом рестаурације зуба [Zhou Z.R. (2008)].

Оралне биомеханичке функције доводе до триболошког кретања зуба, где је као последица након одређеног временског периода неизбежна одређена рестаурација [Powers J. (1988), Mair L.H. (1996), Oh W. (2002)]. На пример, током процеса жвакања хране, контактне површине доњих и горњих зуба се међусобно додирују услед релативног кретања, након чега долази до појаве трења и хабања у условима са подмазивањем (пљувачка или остатака хране). Хабање зуба и рестауративних материјала је веома комплексан и мулти-факторијални феномен који укључује узајамно деловање биолошких, механичких и хемијских фактора [Kelleher M. (1999)]. Хабање представља крајњи резултат великог броја фундаменталних процеса познатих као абразија, адхезија, замор и корозија који у оралном окружењу делују прилично на синхронизован начин [Zum Gahr K.H. (1987), Hutchings I.M. (1992), Mair L.H. (1996)]. Опште је прихваћено да хабање контактних површина зуба представља значајан клинички проблем који постаје све важнији код пацијената свих старосних доба. Истраживачки напори естетске стоматологије у свету су увелико усмерени ка узајамном повезивању *in vitro* експеримената са *in vivo* клиничким пробама, ради бољег разумевања присутних механизма хабања. Циљ је да се што више смање узрочни фактори хабања код постојећих материјала и на основу тога развију што бољи нови стоматолошки материјали [Mair L.H. (1992)]. Бројним триболошким испитивањима, применом одговарајућих лабораторијских уређаја, добијају се неопходне информације с аспекта провере и потврђивања теоријских закључака са уоченим подацима из праксе. На основу тога, трибологија као наука је привукла велику пажњу истраживача у области стоматолошких материјала.

Стотинама година уназад, истраживања у стоматологији су усмерена ка бољем разумевању триболошких феномена, трења и хабања, од стране клиничара и истраживача. Хантер [Hunter J. (1778)] је још давне 1778. године написао један од првих уџбеника из стоматологије у коме је написао да постоје три типа хабања зуба: атриција¹, абразија² и ерозија³. Како се наука о материјалима брзо развијала 1960-тих година, све више стоматолога и истраживача се фокусирали на триболошко понашање људских зуба и вештачких стоматолошких материјала. Хауден [Howden G.F. (1971)] је 1971.

¹ Атриција зуба настаје као резултат интеракције трења два тела у контакту (зуба-на-зуб, зуба-на-рестаурацији или рестаурација-на-рестаурацију) током процеса жвакања.

² Абразија зуба је хабање тврдог зубног ткива које настаје као последица интеракције три тела у контакту: зуб-зуб или зуб-рестаурација са спољашњим телом (залогај хране, паста за зубе, чачкалица, зубни конач, жвака итд.).

³ Ерозија представља прогресиван губитак тврдог зубног ткива који настаје под утицајем неког хемијског процеса, који не укључују дејство бактерија и није директно повезан с механичким или трауматским факторима.

године први објавио посебан образац губитка површине зуба услед дејства желудачне киселине код пацијената са гастроезофагеалном рефлуксном болешћу (GERD). Такође, Квер и Риџ [Cvar J.F. (1971)] су исте године представили систем бодовања како би проценили хабање зубних материјала, који је данас познат као Систем јавних здравствених услуга Сједињених Америчких Држава (USPHS). Смит и Најт [Smith B.G.N. (1984)] 1984. год. су затим описали индекс категоризације који се најчешће користи за процену хабања људских зуба. На основу копија лабораторијских модела, Лајнфелдер [Leinfelder K.F. (1986)] је 1986. године развио посредну методу за мерење хабања у стоматологији. Неколико година касније, 1991. Грипо [Grippo J.O. (1991)] је додао нов појам хабања зуба, „абфракција“, како би дефинисао губитак тврдог зубног ткива у вратном делу зуба (некаријесна цервикална лезија) услед деловања флексије зуба повезане са оклузијом. Трибологија је у области стоматологије доживела велику револуцију оног тренутка када је неколико истраживачких центара дошло на идеју да развију методе испитивања и уређаје за симулацију реалног триболошког понашања стоматолошких материјала. Најзначајније су метода релативне денталне абразије (RDA) [Hefferren J.H. (1976)], појам „вештачких уста“ [DeLong R. (1983)] и симулатор оралног хабања са Орегонског Универзитета здравствених наука [Condon J.R. (1996)]. Међународна организација за стандардизацију (ISO), 1999. године је објавила техничку спецификацију о „Хабању при прању зуба“, а затим 2001. другу техничку спецификацију названу „Хабање два или три контактна тела“ [Heintze S.D. (2006)].

Табела 3.1 Механизми хабања у стоматологији и инжењерској трибологији [Lewis R. (2005)]

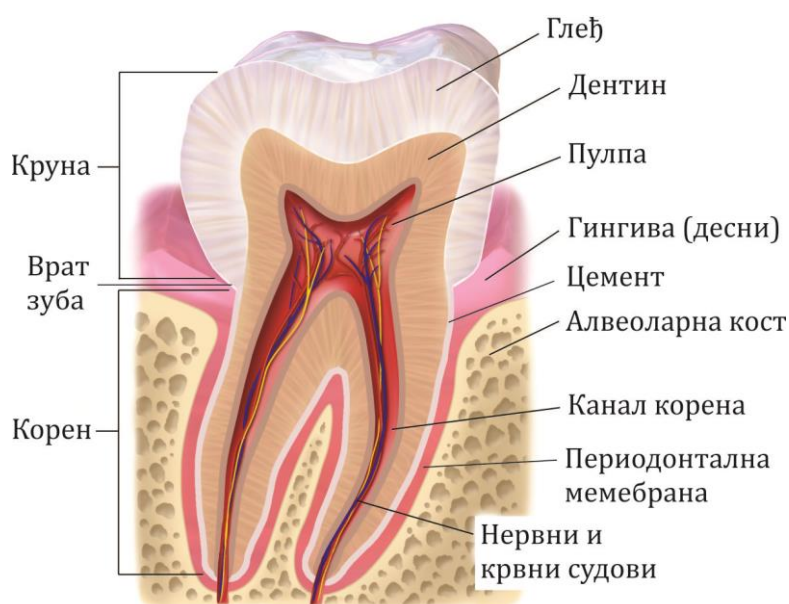
Стоматологија	Инжењерска трибологија
Атриција	Адхезија Абразија два-тела у контакту
Абразија	Абразија три-тела у контакту Ерозија
Абфракција	Заморно хабање
Ерозија	Трибохемијско хабање/Корозионо хабање

Корисно је поменути да називи појединих механизма хабања, нпр. „ерозија“, имају различито значење у стоматологији и инжењерској трибологији (Табела 3.1). У стоматологији, уобичајено, ерозија се користи да се опише губитак зубне површине услед растварања од стране киселина које нису бактеријског порекла [Mair L.H. (1992)] док је у инжењерству ерозија дефинисана од стране Комитета за стандарде америчког друштва за тестирање материјала [ASTM (2002)] као „прогресиван губитак материјала чврсте структуре услед механичких интеракција површина и течности уз могуће присуство и ситних абразивних честица“, док се хабање услед интеракције хемијске деградације и кретања површине назива „корозија“ [Mair L.H. (1992)]. По дефиницији, ерозија се може посматрати као обала која еродира услед запљускивања таласа или стубови моста који еродирају услед деловања протицања реке око њих, док у супротном, такви снажни протоци течности

немају такав ефекат на зубе у људским устима. Стога је Грипо [Gripo J.O. (2004)] у својој студији истакао да би термин „ерозија“ требао бити избачен из стоматолошког речника и замењен појмом „корозија“, како би се што ближе објаснило хемијско разграђивање (омекшавање) контактне површине зуба.

3.1 Анатомија и функција људских зуба

Људски зуби поседују јединствену структуру [Berkovitz V.K.V. (1977)] сачињену од глеђи, цемента, дентина и пулпе (Слика 3.1), и свака од ових зона је анизотропна. Два најбитнија елемента зуба, посматрана са аспекта трибологије, су спољашња глеђ и унутрашњи дентин, чије су карактеристике [Braden M. (1976)] дате у Табели 3.2.



Слика 3.1 Структура људског зуба [Blaus B. (2014)]

Табела 3.2 Механичке особине глеђи и дентина [Lewis R. (2005), Zhou Z.R. (2008)]

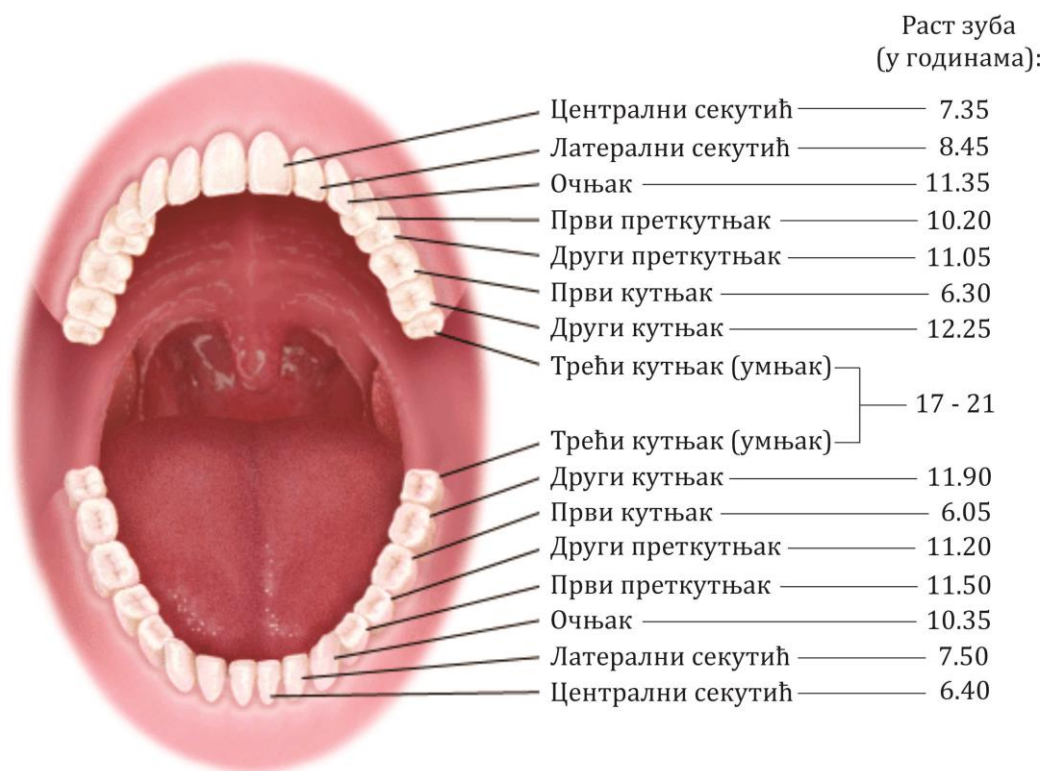
Карактеристике	Глеђ	Дентин
Модул еластичности (GPa)	20.0–84.2	10.2–15.6
Модул смицања (GPa)	29	6.4–9.7
Поасонов коефицијент	0.23–0.30	–0.11–0.07
Притисна чврстоћа (GPa)	0.095–0.386	0.249–0.315
Затезна чврстоћа (GPa)	0.030–0.035	0.040–0.276
Смицајна чврстоћа (GPa)	0.06	0.012–0.138
Тврдоћа по Кпоор-у	250–500	57–71
Густина (kg m ⁻³)	2500	2900

Глеђ (лат. *substantia adamantina s. enamelum*) је чврсто минерално ткиво, најтврђи део зуба и најтврђе ткиво у организму уопште, које прекрива дентин у пределу анатомске круне зуба. Састоји се од 1-2 % органских, 92-96 % неорганских материја и 3-4 % воде, и најзаступљенија је на самој гризној

површини зуба (дебљине 2-3 mm), док се према врату зуба њена дебљина смањује [Gwinnett A.J. (1992)]. Захваљујући свом саставу, глеђ је веома отпорна на дејство ензима, киселина и осталих корозивних материја и представља прву и главну линију одбране зуба од каријеса. Већина неорганских супстанци чине призматични кристали хидроксиапатити који се налазе у основној структури глеђи. Распоред кристала је густо распоређен и простире се радијално од зубног цемента према површини зуба [Taher S.M. (2000), Habelitz S. (2001), Cuy J.L. (2002)]. Глеђ одликује висока тврдоћа због високог садржаја минерала у самој структури, што омогућава отпорност на силе жвакања и уједно заштиту дентина од површинског оштећења. Њена структура и тврдоћа чине је веома кртом и ломљивом, (због високе вредности модула еластичности и мале вредности затезне чврстоће) нарочито када изгуби еластичну подлогу здравог дентина. Бројна истраживања су показала да механичка својства глеђи варирају у зависности од места на самом зубу, локалне хемије (природе окружења) и оријентације самих призматичних кристала [Xu H.H.K. (1998), Cuy J.L. (2002), Giannina M. (2004)]. Аутор Јетрам [Yettram A.L. (1976)] је анализом коначних елемената (FEA) показао да глеђ апсорбује највећи део оптерећења током процеса жвакања због знатно веће тврдоће у односу на дентин, која делују од контактне површине глеђи ка корену дентина. Превише оштећена глеђ нема способност регенерације током живота, јер ћелије (амелобласти) које је стварају инволуирају и уништавају се током ерупције зуба. Глеђ је транспарентна (делимично провидна), тако да боја зуба (која варира од жућкасте до светло сиве и беличасто-плаве) зависи од боје дентина и провидности глеђи. Што је глеђ мање провидна то су зуби белји, а на транспаренцију утичу дебљина, густина, степен калцификације (процес накупљања наслага калцијума) и хомогеност глеђи [Martinović Ž. (2000)].

Дентин (лат. *substantia eburnea*) или зубна кост је чврсто аваскуларно (одсуство крвних судова), минерализовано везивно ткиво које изграђује највећи део зуба и даје му облик [Mjor I.A. (1985)]. У круничном делу покривен је глеђу а у пределу корена прекрива га цемент зуба. Дентин је знатно мекши у односу на глеђ, али је тврђи од цемента корена зуба. По саставу је сличан костима, али не садржи комплетне ћелије и крвне судове [Anđelković Z. (2001)]. Дентин се ствара континуирано током целог живота, а боја му варира од жућкасте до белосиве. Дентин је хидрирана биолошка мешавина сачињена од 70 % неорганских материја, 18 % органских материја и 12 % воде, и његове карактеристике и структурне компоненте варирају у зависности од места [Mjor I.A. (1972)]. Састоји се углавном од кристала хидроксиапатита, који су уграђени у чврсту мрежу колагених влакана, а соли калцијума га чине веома отпорним на притисак. Структурни састав дентина је сачињен од бројних оријентисаних каналића (дентински тубул) радијуса 2-5 μm , кроз које се протежу Томесова влакна (огранци крвних судова и нерава) и фибра влакна (периферни продужеци ћелија одонтобласти које граде дентин). Дентински канали се пружају у правцу од глеђи према пулпи зуба. Дентин је врло осетљив на поједине надражаје зуба (топло и хладно окружење, кисела или слатка рН

средина, итд.) који изазивају осећај бола. Еластичност и чврстоћа дентина увелико зависе од густине и оријентације самих дентинских тубула [Sano H. (1994)]. Између глеђи и дентина налази се глеђно дентински спој (*dentin-enamel junction-DEJ*) који је познат по својим јединственим биомеханичким особинама које пружа зубима. Глеђно дентински спој и еластични дентин, пружају глеђи високу отпорност на лом зуба, као и способност ублажавања ударних сила које се често јављају у току вршења функције зуба [Goel V.K. (1991), Lin C.P. (1994), Wang R.Z. (1998), Xu H.H.K. (1998), Cuy J.L. (2002), Imbeni V. (2005)].



Слика 3.2 Анатомија зуба [Stanford (2016)]

Главне функције зуба (са или без рестаурације) повезане су са говором, дисањем, укусом, жвакањем и пружању ојачања костима, меким ткивима, као и мишићима вилице. Човек има два периода ницања зуба, односно млечну (примарну) и сталну (секундарну) дентицију. На почетку свог живота човек има 20 (млечних) зуба [Lewis R. (2005)]. Први или млечни зуби почињу избијати код новорођенчета између 6-ог и 8-ог месеца, а њихов раст се завршава крајем друге или у трећој години живота. Морфолошки, они су подељени на класе: секутиће, очњаке и кутњаке. Током детињства, они се временом замењују са 32 стална зуба (8 секутића, 4 очњака, 8 преткутњака и 12 кутњака). Како би се омогућило жвакање, зуби су распоређени у два наспрамна лука у устима. Према месту у зубном луку, зуби се деле на: горње и доње, десне и леве, предње и бочне зубе. Унутар сваког лука налазе се различити типови зуба (Слика 3.2), где сваки од њих има своју функцију. Предњи зуби обухватају класу секутића и очњака и налазе се у предњем делу уста. Користе се за сечење и кидање хране, а значајни су и са становишта фонетике, естетике и др. Бочни зуби обухватају

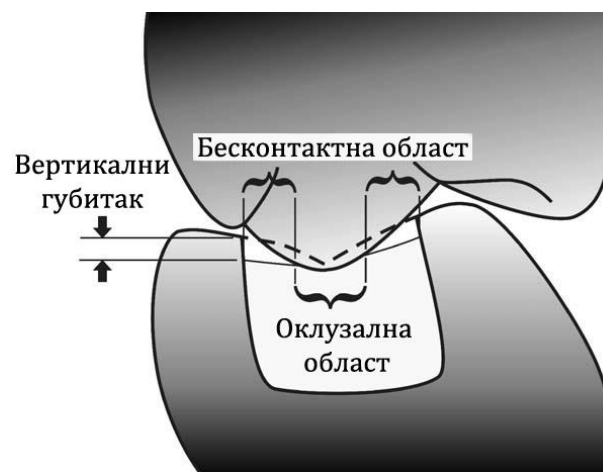
класу кутњака у млечној дентицији и класу преткутњака и кутњака у сталној дентицији. Користе се за гњечење и млевење хране, а имају и друге значајне функције. Уопштено кутњаци имају сложене површине и врхове који се међусобно уклапају на динамичан начин током процеса жвакања. Слика 3.2 такође приказује различите површине (стране) зуба. Спољашња страна зуба се назива вестибуларна јер је најближа уснама или образу, док се унутрашња страна зуба назива орална јер је најближа језику. Страна зуба окренута према антагонистима из супротне вилице назива се гризна или оклузална страна, и та зубна површина је најчешће највише изложена хабању [Zhou Z.R. (2008)].

3.2 Трибологија природних зуба

Као што је већ поменуто, трење и хабање су резултат директног контакта између оклузалних површине зуба и било које абразивне честице током жвакања хране, прања зуба, бруксизма (шкрипање зубима) или било које друге функције у оралном окружењу [Zhou Z.R. (2008)]. Губитак контактне површине зуба који настаје услед хабања је веома чест проблем, који може изазвати клиничке последице како естетске тако и функционалне [Crothers A.J.R. (1992), Mair L.H. (1996), DeLong R. (2006)]. Стога, хабање зуба и рестаурација увелико зависи од различитих фактора оралног окружења, као и од интеракције физичких и хемијских процеса [Addy M. (2002)].

Физиолошко хабање је неизбежно приликом функције жвакања [Crothers A.J.R. (1992), Mair L.H. (1992), Mair L.H. (1996), Oh W. (2002)], и оно представља деградацију оклузалне зубне површине која се манифестује прогресивним губитком контактних површина зуба или рестаурација. У стоматологији, оклузија је позната као поравњање гризних контактних површина зуба горње и доње вилице. У поређењу са физиолошким хабањем, бројни патолошки фактори као што су ерозија, бруксизам и ксеростомија (синдром сувих уста) могу такође да изазову претерано хабање зуба и рестаурација код пацијената свих старосних доба [Powers J. (1988), Mair L.H. (1996)]. Међутим, хабање се може догодити и као резултат претераног прања зуба и неправилног коришћења зубног конца или чачкалице за зубе [Hunter J. (1778), Addy M. (2003)]. Такође, поједине лоше навике као што су отварање поклопаца зубима, жвакање дувана, држање луле у устима и грицкање ноктију и оловке зубима могу изазвати трење и хабање контактних површина зуба или рестаурација у одређеној мери [Mair L.H. (1996), Addy M. (2003), Grippo J.O. (2004)]. Додатно, и радне навике могу резултовати хабање зуба и рестаурација. На пример, кројачи кидају конач својим зубима, обућари и столари држе ексеру у зубима, дувачи стакла и музичари који свирају дувачке инструменте, и тако даље [Zhou Z.R. (2008)]. Стоматолошке интервенције често подразумевају брушење појединих површина зуба, као и полирање истих као вид завршне обраде, што уједно може да изазове хабање зуба и рестаурација до неких граница [Powers J. (1988)].

Постоји мноштво литературе која садржи тематику оклузалног хабања стоматолошких материјала. У већини студија је направљена разлика између хабања оклузалне контактне области (ОСА) и бескотактне оклузалне области (CFOA) [Delong R. (2006)]. Оклузална контактна област подразумева директан контакт два тела у додиру (зуб-зуб, зуб-рестаурација и рестаурација-рестаурација). Место контакта, обично представља и област у којој може доћи до евентуалног хабања та два тела у контакту. Бескотактна област представља зону где се хабање искључиво јавља као последица утицаја трећег тела (честице хране, зубне пасте и других физичких фактора) у контакту са супротним површинама зуба. На Слици 3.3 су приказане контактне и бескотактне области.



Слика 3.3 Приказ контактне и бескотактне оклузалне области зуба [Delong R. (2006)]

Трење је такође неизбежно између контактних површина зуба или вештачких материјала у оралним функцијама [Delong R. (2006)]. Трење се може јавити и код зубних импланта, углавном се јавља између импланта и алвеоларне кости током оклузалног кретања [Waterhouse R.V. (1981), Yu H.Y. (2005)]. То се сматра као један од узрока оштећења зубног импланта, што има за последицу расклимавање импланта. Додатно, проблем израженог хабања се може јавити и на вештачким рестаурацијама код појединих особа, посебно код композитних материјала, у зонама великих оптерећења. Као последица хабања, јавља се површинско оштећење које изискује нову интервенцију или њену замену новом рестаурацијом [Yu H.Y. (2005), Heintze S.D. (2006)].

3.2.1 Орално окружење

Орално окружење игра значајну улогу у триболошком понашању како људских тако и вештачких зуба. Пљувачка је најважнија хемијска компонента оралног окружења у људским устима. Све контактне површине изложене оралном окружењу, као и мембране слuzнице, су прекривене слојем апсорбованих протеина пљувачке, танким слојем гликопротеином [Hannig M. (2002)], чије стварање настаје у секундама на било којој чврстој подлози изложеној оралном окружењу. Физиолошка улога пљувачке у оралној заштити је вишеструка.

Важна функција пљувачке је да формира гранични лубрикациони систем и служи као лубрикант између тврдог (глеђ) и меканог (слузница) ткива [Berg I.C.H. (2003)] са циљем смањења хабања зуба и трење оралне слузнице и површине језика. На тај начин се спречава појава лезија и увелико олакшава гутање, што је од суштинске важности у одржавању функција као што су жвакање, гутање и способност говора. Резултати *in vitro* тестова хабања, које су спровели аутори *Li* и *Zhou* [Li H. (2001)], показали су да вештачка пљувачка може да има и ефекат хлађења и подмазивања током процеса хабања зуба. Такође, ризик оштећења контактне површине зуба се може значајно смањити у окружењу вештачке пљувачке, у поређењу са сувим стањем. Механизам подмазивања пљувачком се заснива на потпуном раздвајању клизних површина у контакту танким слојем пљувачке [Berg I.C.H. (2003)].

У стварности рН вредност пљувачке је неутрална (рН 7), међутим у устима се могу јавити и корозивни агенси у виду одређених киселина [Lewis R. (2005)]. При киселој исхрани орално окружење у устима може бити рН 3, док је стомачна киселина рН 1.2. Кисела пића садрже различите киселине које могу бити вредности од рН 1 до рН 6. Доказано је да присуство повећане киселости у оралном окружењу смањује механичке карактеристике саме глеђи (тврдоћу и модул еластичности) [Barbour M.E. (2003), Lupi-pegurier L. (2003)], што уједно резултује повећано хабање зуба [Barbour M.E. (2004), Amaechi B.T. (2005)]. Стога, улога пљувачке је и та да штити контактну површину глеђи од различитих врста киселина. Својим присуством у оралном окружењу, пљувачка умањује дејство киселина насталих у зубном плаку и уједно обезбеђује обнављање глеђи (реминерализацију) уз помоћ јона калцијума и фосфата [Hannig M. (2004), Amerongen A.V. (2004)]. У свету из године у годину нагло расте употреба безалкохолних пића, воћних и газираних сокова, као и енергетских напитака [Hooper S. (2007)]. То уједно значи да се изложеност зуба киселом окружењу све више повећава. Присуство чак и танког слоја пљувачне пеликуле (дебљине од 100-500 nm) може да заштити контактну површину изложеног материјала или зуба на одређене киселине и површинска оштећења. Према томе, заштитне особине пљувачке су веома значајне у смислу смањења површинског хабања и корозивних ефеката киселина на зубе и вештачке стоматолошке материјале [Zhou Z.R. (2008)].

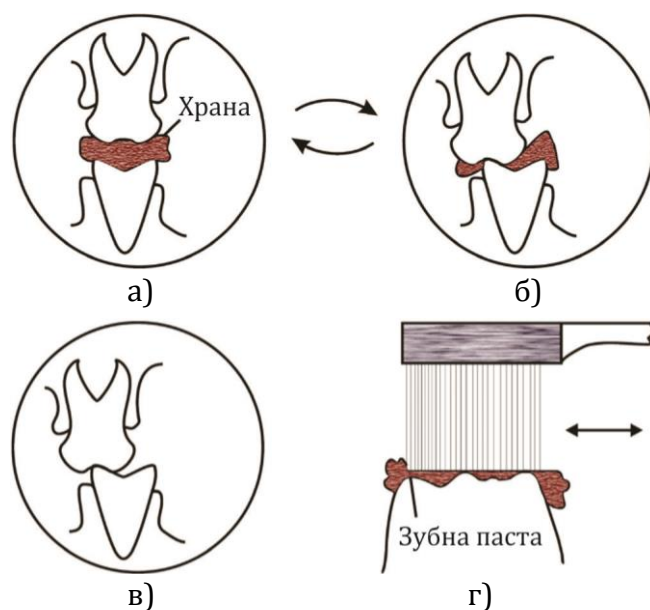
3.2.2 Биомеханика

Најважнија функција зуба је „жвакање“. Жвакање је радња дробљења хране у оралном окружењу, које представља сложен и јединствен процес [Hooper S. (2007)]. Самим тим, хабање зуба и стоматолошких материјала у устима је највише резултат циклуса жвакања и стога је веома важно разумети и биомеханику жвакања [Zhou Z.R. (2008)].

На нивоу људске популације, абразивна својства хране су примарни фактор појаве хабања зуба и рестаурација [Sengupta A. (1999)]. Још одавно је

доказано да висока стопа хабања зуба праисторијских људи је углавном био резултат чињенице да је њихова исхрана била базирана на сировој и абразивној храни, јер су чврсте честице биле саставни део њихове исхране. Ове честице су углавном биле делови животињских костију или колагени материјали рибе или меса, целулоза или коре биљака и оне које су случајно убачене током припреме хране и њихове обраде, на пример, минерални шљунак је додаван током млевења зрна житарица. Насупрот томе, употреба фабрички обрађене хране, такозвана деликатна храна, резултује веома ниску стопу хабања зуба код савремене популације. Додатно, бројни прегледи резултата *in vitro* истраживања су показали да хабање увелико зависи од величина честица, тј. да приликом жвакања крупније честице производе значајно већа површинска оштећења зуба у виду уочљивих трагова хабања контактних површина зуба у односу на ситније честице [Mass M. (1994)].

Жвакање подразумева две фазе: отворена фаза и затворена фаза [Maig L.H. (1996)]. Током прве фазе, зуби се уз помоћ вилице доводе из отворене позиције до позиције контакта са залогајем хране. У овој фази нису укључене оклузалне силе (лепљива храна представља изузетак). Друга фаза почиње када зуби први пут дођу у контакт са залогајем хране и наставља се све док вилица не почне да се отвара. Током ове фазе делују оклузалне силе су распоређене тако да су делови хране заробљени између супротних контактних површина зуба (посебно горњих и доњих кутњака). На тај начин, залогај хране се сабија и долази се до процеса дробљења хране који може бити посредан, зуб-храна-зуб, или непосредан зуб-зуб контакт супротних површина зуба (потпуни пробој залогаја хране) [DeLong R. (2006)]. Током затворене фазе жвакања, честице здробљене хране су у константном додиру са контактним површинама зуба, и на тај начин стварају услове за појаву абразије оклузалних површина. Упрошћени цртеж циклуса жвакања је приказан на Слици 3.4.



Слика 3.4 Шематски приказ кретања зуба у оралном окружењу, а) отворена фаза жвакања, б) затворена фаза жвакања, в) бруксизам, и ц) прање зуба четкицом [Sajewicz E. (2007)]

Током нормалног жвакања, почетно оптерећење које делује на контактне површине зуба креће се у опсегу од 3 – 36 N [D. Dowson (1998), Zheng J. (2003), Zheng J. (2006)], док се на крају циклуса жвакања, оптерећење постепено повећава и креће у опсегу од 50 – 150 N [Waters N.E. (1980), Hagberg C. (1987)]. Јачина силе углавном зависи од физичких карактеристика хране. У зависности од врсте хране која се употребљава за исхрану, делују и различите силе. Поред тога, максимална сила угриза код људи варира у зависности од пола, година старости и мишићне структуре. Максимална јачина угриза секутића износи 100 N, и постепено се повећава у зависности од врсте зуба до неких 500 N код кутњака [Zhou Z.R. (2008)].

Табела 3.3 Општи параметри жвакања [Lewis R. (2005), Sajewicz E. (2007), Rees J.S. (2003)]

Оптерећења при жвакању (N)	Фреквенција жвакања (Hz)	Брзина клизања (mm/s)	Дужина клизања (mm)	Трајање жвакања (s)	
				Укупно	Оклузија
2 – 150, Max. 450	1 – 2	0.25 – 0.5	0.9 – 1.2	0.7	0.1

У Табели 3.3, приказани су општи параметри жвакања. Укупни циклус жвакања траје отприлике 0.7 s, док је просечно трајање оклузије око 0.1 s [Sajewicz E. (2007)]. Периоди стварног контактног оптерећења зуба у току дана трају негде између 15 – 30 минута [Lewis R. (2005)]. Брзина клизања зуба варира од 0.25 – 0.50 mm/s, док дужина клизања зуба по зубу обично износи око 0.9 – 1.2 mm [Lewis R. (2005)]. Ови параметри углавном варирају и увелико зависе од многих фактора тј. врсте хране, величине залогаја, хемијског и физичког деловања пљувачке и физиолошких фактора [Sajewicz E. (2007)]. Такође, процес хабање зуба или рестаурације услед жвакања је веома блиско повезан са оклузалним условима у којима се он одвија (храпавост оклузалне површине и контактано оптерећење које се јавља) [Zhou Z.R. (2006), Lewis R. (2005)]. Доказано је да храпавије оклузалне контактне површине задржавају већу количину хране током процеса жвакања, у односу на глатке површине [Hu X. (1999)]. У току процеса жвакања хране, хабање зуба се може јавити на оралној и вестибуларној страни зуба јер језик, усне и образи притискају остатке хране ка овим контактним површинама зуба [Zhou Z.R. (2008)].

Утицај нормалног оптерећења на појаву оклузалне абразије током жвакања је такође битан фактор. Аутор Мас [Mass M. (1994)] је у својој *in vitro* студији спровео испитивање појаве абразионог хабања оклузалних површина зуба од стране честица хране и дошао је до закључка да је хабање независно од нормалног оптерећења. Док су резултати наредне студије коју су спровели аутори Зенг и Зоу [Zheng J. (2007)] били поприлично различити у погледу добијених резултата. Они су у свом експерименту симулирали реалан тест хабања глеђи процесом жвакања помоћу линеарно-наизменичне апаратуре (трибометра), како би проучили понашање глеђи услед трења и хабања под различитим условима хабања. Аутори су дошли до закључка да запремина

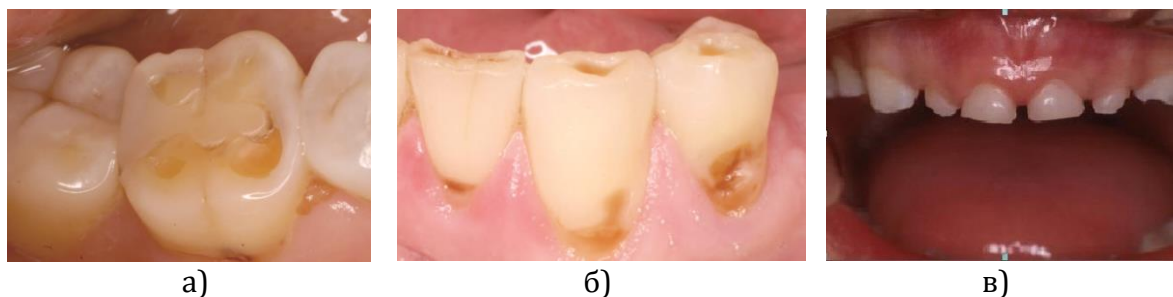
хабања глеђи прогресивно расте са повећавањем нормалног оптерећења, као последица абразије честица хране, што је у складу са резултатима њихове претходне студије [Zheng J. (2003)].

3.2.3 Утицај патолошких фактора на хабање зуба

Бројна клиничка истраживања показују да патолошки фактори: *ерозија зуба*, *бруксизам* и *ксеростомија*, се могу јавити као вид израженог хабања зуба, који код пацијената захтева неопходне интервенције како из естетских, тако и из функционалних разлога.

3.2.3.1 Ерозија

Данас, ерозија представља битан етиолошки фактор јер бројна испитивања показују висок степен појаве ерозије код деце и одраслих широм света, због повећаног конзумирања киселих намирница и оних које мењају рН према киселом, у свакодневној исхрани [Annette W. (2007), Yan-Fang R. (2011)]. Као што је већ наведено, ерозија зуба је дефинисана као неповратни губитак тврдог зубног ткива услед хемијског процеса без присуства бактерија [Barbour M.E. (2004)], чији узрок могу бити или спољашњи или унутрашњи фактори [Mair L.H. (1996), Wang R.Z. (1998), Grippo J.O. (2004)], Слика 3.5.



Слика 3.5 Приказ ерозије као вида хабања зуба, а) типичан ерозивни губитак оклузалне површине зуба код кутњака, б) изглед ерозивне лезије код секутића и в) губитак површинског слоја зуба услед ерозије код четворогодишњака [Yan-Fang R. (2011)]

Спољашњи фактори подразумевају киселе супстанце, како у храни тако и разним напицима. У последњих неколико деценија дошло је до драстичног повећања конзумирања газираних и природних сокова, енергетских напитака и вина у читавом свету [Mandel L. (2005), Devlin H. (2006), Kitchens M. (2007), Zandim D.L. (2008), Ren Y.-F. (2009)]. Повећано конзумирање ове врсте пића за последицу има смањење рН вредности зубне глеђи испод критичне (~ 5.5), што доводи до деминерализације (губитак минерала) зубне структуре [Yan-Fang R. (2011)]. Често конзумирање киселе хране, укључујући и цитрусно воће (лимон, лимета, грејпфрут, поморанџе и мандарине), може да доведе до значајног оштећења зубне глеђи и појаве зубне ерозије [Jarvinen V.K. (1991)]. У Табелама

3.4 и 3.5, дате су рН вредности различитих пића и намерница које се свакодневно употребљавају у исхрани.

Табела 3.4 рН вредности различитих напитака [Clark D.C. (1990), Lussi A. (2006), Jain P. (2007)]

Газирана пића	рН	Природни сокови	рН	Остала пића	рН
Спрајт	2.6	Брусница	2.3-2.5	Ледени чај	3
Кока кола	2.7	Грејпфрут	3.2	<i>Gatorade*</i>	3.3
Пепси	2.7	Поморанџа	3.4	<i>Red Bull*</i>	3.4
Фанта	2.9	Јабука	3.4	<i>Isostar*</i>	2.4-3.8
Нес-чај од лимуна	3	Ананас	3.4	Вино	2.3-3.8
7-Уп	3.2-3.5	Грожђе	3.4	Кафа	2.4-3.3
Сок од ђумбира	2-4	Киви	3.6	Црни чај	4.2
Коренско пиво	3-4	Шаргарепа, Цвекла	4.2	Пиво	4-5

*Енергетско пиће

Табела 3.5 рН вредности различитих намерница [Clark D.C. (1990), Lussi A. (2006), Jain P. (2007)]

Воће	рН	Остале намернице	рН
Лимун/Лимета	1.8-2.4	Сос од брусница	2.3
Поморанџе	2.8-4	Кисели краставци	2.5-3
Шљиве	2.8-4.6	Пире од рабарбаре (зељаста биљка)	2.8
Јабуке	2.9-3.5	Роштиљски сосеви	3
Малине	2.9-3.7	Воћни џемови	3-4
Грејпфрут	3-4.5	Кисели купус	3.1-3.7
Јагоде	3-4.2	Италијански преливи за салату	3.3
Брескве	3.1-4.2	Сенф	3.6
Кајсије	3.2-3.6	Кечап	3.7
Боровнице	3.2-3.5	Парадајз	3.7-4.7
Трешње	3.2-4.7	Мајонез	3.8-4
Грожђе	3.3-4.5	Јогурт	3.8-4.2
Ананас	3.3-4.1	Ферментисано поврће	3.9-5.1
Крушке	3.4-4.7	Павлака	4.4

Такође, медицински лекови на бази киселих супстанци витамин Ц [Giunta J.L. (1983), Nays G.L. (1992)] и аспирин [McCracken M. (2000), Grace E.G. (2004)] могу бити узрочници појаве зубне ерозије уколико је контакт између лекова и зуба дужи од уобичајеног. Унутрашњи узроци ерозије подразумевају повраћање током трудноће, анорексије или булимије, као и присуства рефлукса код поремећаја варења, киле или хроничног алкохолизма, где је желудачна киселина (рН 1-3) углавном узрок појаве ерозије на зубима [Yan-Fang R. (2011)]. Изглед и расподела лезије услед ерозије увелико зависи од киселина које могу доспети из различитих извора [Amin W.M. (2001)].

Развитак зубне ерозије је несумњиво сложен процес на који утиче већи број фактора. Ерозивни губитак глеђи је динамичан процес са периодима деминерализације и реминерализације [Bartlett D.W. (1997)]. У почетној фази

ерозије, долази до омекшавања глеђи услед делимичне деминерализације површине. У овој раној фази, када се рН вредност пљувачке врати на неутралну вредност, у теорији реминерализација је и даље могућа јер остало зубно ткиво може да делује као основа за регенерацију [Амаечи В.Т. (2003)]. У следећој фази, минерал спољашње површине глеђи се тотално губи и поправка више није могућа. Ово фаза не доводи само до погоршања изгледа зуба, већ и до повећане осетљивости зуба тј. дентина, што може бити веома болно, нарочито при конзумацији хладне хране и пића. Уколико ерозија неконтролисано напредује може довести не само до повећане осетљивости, већ и до излагања нерва. Осим изузетног бола ово може довести и до појаве апсцеса⁴. Значајан губитак зубне глеђи се може очекивати када је омекшање додатно праћено фрикционим процесима као што су жвакање и прање зуба [Pigno M.A. (2001), Lewis R. (2005)]. Такође, доказано је да је глеђ под утицајем киселине подложнија абразији и атрицији него неоштећена глеђ [Lussi A. (2004)], и да у зависности од типа киселине, њене рН вредност и концентрације, као и температуре увелико зависи и хабање зуба [Hughes J.A. (2000), Pigno M.A. (2001)]. Клинички посматрано, хабање зуба услед ерозије представља комбиновани ефекат деминерализације површина зуба и абразионог хабања деминерализоване површине зубног ткива услед различитог оралног окружења, жвакање хране и прања зуба [Eisenburger M. (2002)]. Пацијенти са клинички дијагностикованом ерозијом зуба су показали да су подложни десет пута већем степену хабања зуба (~6 μ m/месечно) у односу на пацијенте без било каквог видљивог неуобичајеног хабања [Bartlett D.W. (1997)].

За већину људи, избегавање ерозивне хране је најбољи вид спречавања хабања зуба услед ерозије. Такође, као вид превентиве препоручљиво је да би одмах након конзумирања киселих узрочника, требало унети у оралном окружењу реминерализујући чиниоци, као што су течност за испирање уста, таблете или пасте на бази флуора, како би се убрзала реминерализација омекшане површине зуба [Амаечи В.Т. (2005)]. Флуор је природни елемент који јача зубе и спречава њихово кварење, и има га највише у намирницама попут меса, рибе, јаја и чаја. Поред тога, све више се тежи модификацији састава безалкохолних пића, као још један важан концепт у превенцији хабања зуба услед ерозије [Hughes J.A. (2000), Holbrook W.P. (2003)].

3.2.3.2 Бруксизам

Поред жвакања хране, трење и хабање контактне површине зуба и стоматолошких материјала може да изазове и појава која се назива бруксизам (шкрипање зубима). Бруксизам се третира као патолошко понашање изазвано хабањем оклузалних површина зуба без присуства хране, услед ритмичког, рефлексног стискања вилице које се дешава у будном стању или ноћу током сна

⁴ Зубни апсцес је гнојни џеп у ткивима око или испод зуба, који је узрокован бактеријском инфекцијом у унутрашњем делу зуба.

као несвесна радња [Mair L.H. (1996), Gregory-Head B.L. (2000), Pergamalian A. (2003), Demir A. (2004)]. Примери последица бруксизма који се често помињу у стоматолошкој литератури су хабање зуба, мишићни бол, зубобоља, клаћење зуба, као и различити проблеми са фиксном и мобилном протезом. Етиологија бруксизма је дуго представљала спорно питање у естетској стоматологији, и прве теорије су проистекле на основу оклузалних, психолошких и генетских фактора, као и појаве фактора стреса и напетости [Carlsson G.E. (2003)].

Уопштено, бруксизам може да изазове абфракцију и абнормалну атрицију на местима оклузалног контакта зуба и на основу тога да резултује катастрофално хабање контактних површина, у виду поравнатих оклузалних површина, Слика 3.6. Забележено је да пацијенти са навикама бруксизма могу да остваре контактном оптерећење на зубима/рестаурацијама ~ 1000 N [Rees J.S. (2003)], док код нормалних људи, максимално оптерећење угриза помоћу секутића износи око 100 N, и постепено се повећава ка унутрашњости вилице до границе од око 500 N, колико износи вредност оптерећења код кутњака. Поред овог повећања контактне оптерећења, људи који пате од бруксизма уједно имају и значајно дужи контакт зуба у трајању од 30 минута до 3 часа у периоду од 24 часова. За људе који не пате од бруксизма, време контакта зуба износи око 10 минута. Као резултат тога, хабање услед трајног бруксизма може бити веома озбиљно [Zhou Z.R. (2008)]. Забележено је да је вертикални губитак тврдог зубног ткива, код пацијената са бруксизмом, од 3 до 4 пута већи него код нормалних људи [Gregory-Head B.L. (2000)].



Слика 3.6 Приказ изгледа бруксизма у односу на здраве зубе [Bruxism (2016)]

Као последица жвакања и бруксизма, услед дејства оклузалног оптерећења, може се јавити и кривљење зуба, што уједно изазива процес трења у вратном делу зуба (цервикална лезија) где је еластичност зубне глеђи знатно мања [Grippo J.O. (1991), Rees J.S. (2003), Grippo J.O. (2004)]. Када вредност трења, које је уједно резултат кривљења зуба, премаши вредност максималног притиска коју глеђ може да издржи, постоји вероватноћа да може доћи до површинског оштећења и постепеног губитка глеђи у вратном делу зуба [Zhou Z.R. (2008)]. Клиничка студија аутора Риса [Rees J.S. (2003)] је показала да су

лезије услед абфракције уобичајене код људи са парафункционалним навикама, посебно са бруксизмом, услед које долази до дејстава великих ексцентричних притиска на оклузалне површине. Аутор је у својој студији установио да се број, величина и дубина цервикалних лезија повећава са годинама старости. Цервикалне лезије услед абфракције се чешће јављају на секутићима у горњој вилици, из разлога што имају мању могућност да издрже дејство оклузалног оптерећења. Рис је такође [Rees J.S. (1998)] методом коначних елемената приказао да су контактни притисци код максиларних секутића (предњи зуби) неколико пута већи него они код очњака и кутњака, што уједно објашњава бројна клиничка посматрања. Као превентива бруксизму, задњих година се на основу отисака зуба израђују силиконски штитници за зубе (*night-guard tray*) који се носе у току ноћи на зубима и на тај начин штите оклузалне површине зуба од хабања.

3.2.3.3 Ксеростомија

Клинички извештаји су показали да велики број људи пати од смањења лучења пљувачке, показујући симптоме као што су „сува уста“ (ксеростомија) [Hamlet S. (1997), Kelly H.M. (2004)]. Ксеростомија је стање које карактерише смањење или губитак протока пљувачке у устима, са честим променама хемијског састава пљувачке, што има за последице суво орално окружење и потешкоће у говору, жвакању и гутању [Hamlet S. (1997)]. На основу тога, пљувачка има веома значајну улогу у смањењу трења и хабања зуба и ако се не лечи на време, пацијенти који пате од ксеростомије подложни су бројним површинским оштећењима у виду израженог хабања зуба. Најчешћа опција у лечењу ксеростомије је коришћење вештачке пљувачке или неких других оралних лубриканата [Zhou Z.R. (2008)].

3.2.4 Ефекат прања зуба

Иако се прање зуба сматра предусловом за одржавање доброг оралног здравља, уједно може да утиче и на хабање зуба, у виду појаве зубне ерозије [Wiegand A. (2014)]. Зуби се уобичајено перу коришћењем четкице за зубе са влакнима и зубне пасте. Докази за коришћење четкице за зубе датирају још од пре 1.000 година уназад [Addy M. (2003)], а и данас прање зуба употребом зубне пасте представља најчешћу орално-хигијенску навику људи у читавом свету.

Хемијски састав типичне зубне пасте се углавном састоји од абразивних честица, пероксида, ензимских система и апсорбената, сахарина и арома пеперминта и воде [Lewis R. (2007)]. Абразивне честице зубне пасте се састоје од материјала као што су калцијум карбонат, натријум бикарбонат (сода-бикарбона), силицијум, плавац (камен) и перлит, чија је функција да оптимално уклоне прљавштину и флеке током прања зуба. Пероксиди служе или да растворе или избеле честице флека. Ензимски систем и апсорбенти се

користе да омекшају слузокожу како би се олакшао сам процес уклањања нечистоћа током прања зуба. Додатно, у састав пасте за зубе додају се и флуориди како би се спречило настајање каријеса и појаве ерозије зуба. Како су абразивне честице различите геометрије, природе и садржаја, зубне пасте могу изазвати различите типове абразије [Hooper S. (2003), Lewis R. (2007)]. Иако се од зубне пасте очекује оптимално уклањање нечистоћа и флека, веома је важно да се током процеса прања, глеђ, дентин или меко ткиво не излажу могућим повредама.

Предности поступка оралне хигијене прања зуба, употребом зубне пасте, су разматрани и доказани у великом броју научних публикација у циљу отклањања бројних нежељених ефеката [Addy M. (2002)], али такође претерано прање зуба може да изазове и контра ефекат и да додатно нашкодити еродираним зубним површинама уклањањем деминерализованог глеђног површинског слоја [Wiegand A. (2014)]. Ефекти прања зуба на еродираној зубној површини дентина нису у потпуности разјашњени, посебно у *in vivo* студијама. *In vitro* студије су показале да се абразија прања зуба пре свега односи на абразивност зубне пасте, док четкица за зубе служи као њен носач [Wiegand A. (2014)]. Већина али не и све зубне пасте имају релативно ниску абразивну вредност, и самим тим сматра се да нормалним коришћењем не би изазвале значајно хабање зубне површине током целог животног века [Addy M. (2003)]. Међутим, требало би нагласити да је дентин далеко подложнији абразији него глеђ услед утицаја абразивних честица зубне пасте, што значи да је губитак дентина у директној вези са абразивношћу зубне пасте [Hooper S. (2003)]. Претерано прања зуба пастом за зубе, искључиво доводи до хабања дентина а не зубне глеђи, осим у случају коришћења зубне пасте са релативно високом абразивношћу, али њихова употреба је много ређа из разлога јер оне спадају у групу које нису уобичајене [Addy M. (2003)]. Стога, за свакодневну оралну хигијену код пацијената који су подложни израженијем хабању зуба, препоручује се употреба зубне пасте са нижим степеном абразивности.

Експерименталне студије су показале да на абразију зуба, као резултат рутинске оралне хигијене, могу да утичу бројни фактори, укључујући, не само физичка својства пасте и четкице за зубе, већ и факторе који директно зависе од навике пацијента, као што су учесталост прања зуба и сила којом пацијент делује приликом прања зуба [Wiegand A. (2014)]. Хабање контактних површина зубне глеђи и дентина се увелико могу повећати након прања зуба у случајевима ако дође и до појаве зубне ерозије [Addy M. (2003)], што се углавном резултује појавом оштећења у некаријесним цеврикалним лезијама [Oginni A.O. (2003)]. Атин и његови сарадници [Attin T. (2004)] су у својој студији представили да у циљу што боље превентивне заштите контактних површина зуба, након ерозивног излагања изазваног уношењем различите хране или пића, треба сачекати да прође најмање 30 минута од њиховог конзумирања па тек након тога приступити прању зуба зубном пастом. Такође, интересантну студију су спровели Хупер и његови сарадници [Hooper S.

(2007)], у којој су приказали да прање зуба пре јела, пастом која је обogaћена флуоридом и садржајем натријум хексафосфата, обезбеђује значајну превентивну заштиту од појаве ерозије.

3.3 Методе испитивања хабања

Детаљно истраживање литературе је показало да данас постоје три методе испитивања хабања које се увелико користе за проучавање триболошког понашања стоматолошких материјала:

1. *In vivo* клиничка студија,
2. *In vitro* експериментална студија, и
3. *In situ* испитивање.

3.3.1 *In vivo* студија

In vivo студија има широку клиничку примену. Клиничка посматрања губитка тврдог зубног ткива услед хабања датирају стотинама година уназад [Hunter J. (1778)]. Као што је већ претходно наведено, због комплексности самог оралног окружења и биомеханике, хабање зуба у устима увелико зависи од бројних фактора и интеракције физичких и хемијских процеса. На основу тога, опште је прихваћено да је главна предност *in vivo* студије испитивање триболошког понашања стоматолошких материјала у реалним условима оралног окружења и биомеханике, као и у добијању резултата [Mair L.H. (1996), Lewis R. (2005), Prakki A. (2005), Delong R. (2006), Lambrechts P. (2006), Sajewicz E. (2007)]. Међутим, *in vivo* студије имају неколико мана које ограничавају њихов допринос потпуној триболошкој карактеризацији стоматолошких материјала. Прво, немогуће је у *in vivo* студијама издвојити и анализирати појединачне процесе хабања, укључујући атрицију, абразију и ерозију. Иако се до неке границе могу предузети неке мере у обједињавању појединих услова тестирања међу субјектима, оне се не могу у потпуности сматрати поузданим, што представља велики проблем у тумачењу резултата [Mair L.H. (1996), Lambrechts P. (2006)]. Друго, недостатак контроле над важним променљивим параметрима (сила жвакања, брзина клизања и фактори окружења) који битно утичу на триболошко понашање, значајно ограничавају допринос трибологије стоматолошких материјала, посебно у виду механизма хабања [Taylor D.F. (1994)]. Додатно, процеси хабања се не могу убрзати у *in vivo* студијама и истраживачки рад директно зависи од воље и сагласности пацијента [DeLong R. (2006)], и као резултат тога, *in vivo* студије су веома дуге и скупе.

За клиничко одређивање хабања, углавном се користе или систем клиничке категоризације или индиректне методе које мере хабање на основу копија лабораторијских модела [Mair L.H. (1996)]. За процену хабање зуба најчешће се користи индекс категоризације који су направили Смит и Најт

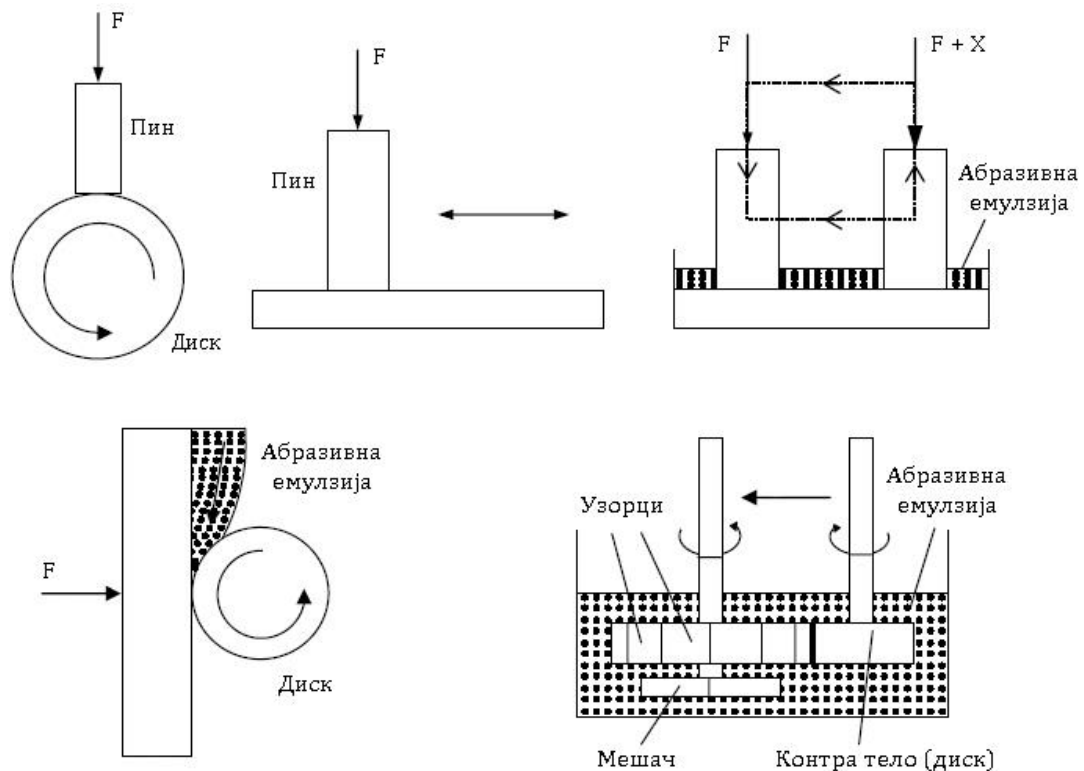
[Smith B.G.N. (1984)] који одвојено оцењује хабање површине зуба на основу површине изложеног дентина. Најчешће коришћени систем бодовања рестауративних материјала је онај који су изумели Квер и Рајг за јавне здравствене услуге Сједињених Америчких Држава, у коме се ниво хабања рестаурација категоризује са „алфа“, „браво“ и „чарли“ [Cvar J.F. (1971)]. „Алфа“ значи да нема хабања, „браво“ значи да је хабање видљиво и „чарли“ значи да је хабање катастрофално и да рестаурација мора бити замењена. Предности овакве методе одређивања хабања су да је лако доступна и да не захтева посебну опрему, док су мане да је субјективна и површна и да је потребан дуг временски период да би се добили значајни резултати [Mair L.H. (1996), Delong R. (2006)]. Постоји велики број различитих система мерења копија лабораторијских модела, од којих већина пореди копије рестаурација са стандардним референтним моделима или калибрисаним референтним мерама [Mair L.H. (1996)]. Предности ове методе су да је врло брза и да није скупа [DeLong R. (2006)], међутим, велика мана је та да процењује хабање само на ивицама рестаурација без икаквих назнаке могућег хабања других места [Mair L.H. (1996)]. Задњих година, као најбоља клиничка метода одређивања хабања је метода 3D скенирања површина, која обезбеђује могућност поређења 3D слика испитиваног материјала [Mair L.H. (1996), Lewis R. (2005), DeLong R. (2006)]. Метода је веома квантитативна, прецизна и обезбеђује 3D податке који се могу сачувати и користити за даља поређења са другим 3D подацима. Међутим, с обзиром да се мора користи скупочена опрема, само неколико клиничких студија је користило 3D технологију скенирања око мерења хабања, иако је она доступна у свету од средине 1980-тих година [Lewis R. (2005), DeLong R. (2006)].

3.3.2 *In vitro* експериментална студија

Због претходно набројаних мана *in vivo* студија, многи научници који се баве испитивањем различитих стоматолошких материјала су покренули идеју о осмишљавању уређаја који ће симулирати реалан триболошки процес оралног окружења у виду испитивања хабања и одређивања клиничких особина стоматолошких материјала. Стога, *in vitro* експерименталне студије су кренуле увелико да се развијају крајем 1940-тих, у смислу развоја и употребе различитих типова уређаја за симулацију вештачких уста у оралном окружењу [Randall R.C. (1999)].

Уређаји за испитивање хабања, који се примењују у *in vitro* студијама, су конструисани са различитом контактном геометријом, почевши од најједноставнијег *pin-on-disc* уређаја па све до најсложенијих симулација „вештачких уста“ [Mckinney J.E. (1982), DeLong R. (1983), Lewis R. (2005)]. Такође, уређаји су конструисани са могућношћу испитивања у условима са подмазивањем, где су као лубриканти коришћени вода, алкохол, различите киселине, маслиново уље, маслиново уље/CaF емулзија, вештачка пљувачка, са

и без присуства бактерија [Lambrechts P. (2006)]. Приказ уређаја са различитим контактним геометријама који се користе за експериментална испитивања стоматолошких материјала, приказани су на Слици 3.7.



Слика 3.7 Приказ различитих триболошких уређаја за испитивање стоматолошких материјала [Lewis R. (2005)]

Уопштено постоје три главна механичка приступа са различитим техникама симулације хабања: уређаји за симулацију прања зуба, уређаји који симулирају хабање два тела у контакту (*two-body wear*) и уређаји који симулирају хабање три тела у контакту (*three-body wear*). Принцип рада машина за симулацију прања зуба се заснива на концепту абразије четкице за зубе/зубне пасте и састоји се од следећих елемената [Lambrechts P. (2006)]: четкице за зубе, испрограмиране технике прања, дефинисане путање и окружење у којем се одвија испитивање (на суво, уз присуство неког лубриканта и пасте за зубе као абразивне емулзије). Метода релативне зубне абразије (RDA) коју је осмислио Хеферен [Hefferren J.H. (1976)] је најпознатија *in vitro* метода коју данас произвођачи користе за испитивања абразивности зубне пасте. Истраживање литературе показује да је до данас конструисан и произведен велики број различитих уређаја за симулацију хабања два тела у контакту, чија је функција да опонаша реално клиничко хабање зуба и зубних материјала у оралном окружењу [Lambrechts P. (2006)]. Неки од тих уређаја су уређај за испитивање абразије два тела у контакту са клизањем у једном пролазу, бројни трибометри са различитим контактним елементима и начином кретања, Табер абразер, уређај са абразивним диском као и осцилаторни тест хабања (*fretting test*). Поред тога, развијени је и велики број уређаја за

симулацију хабања три тела у контакту, где поред две контактне површине у додиру делује и различите абразивне емулзије или честице хране. Примери ових уређаја [Lambrechts P. (2006)] су орални симулатор хабања који се налази на Орегон Универзитету за медицину, Лејнфелдеров уређај за мерења хабања три тела у контакту, компјутерско контролисани мастикатор конструисан у Цириху, различити симулатори хабања који се називају још и „вештачка уста“ (произвођачи MTS и BIOMAT) као и различити симулатори процеса жвакања (Willytech Munich и Muc3).

Опште је прихваћено да *in vitro* испитивања нуде научницима много већу могућности контролисања променљивих параметара у оквиру експеримента и самим тим прилику за извођење далеко прецизнијих мерења него у *in vivo* клиничким студијама, из чега произлазе бројне предности у проучавању механизма трења и хабања природних зуба и вештачких стоматолошких материјала [Lewis R. (2005)]. Штавише, *in vitro* студија стоматолошких материјала може бити испитана у релативно краћем временском периоду у односу на клиничка испитивања. Међутим, орално окружење је веома сложено само по себи и има много променљивих фактора, стога скоро сви *in vitro* модели не могу баш прецизно да опонашају стварно орално окружење са свим његовим биолошким варијацијама [Addy M. (2002)]. Треба и нагласити да се данас већина *in vitro* студија спроводи на великом броју различитих уређаја различите контактне геометрије, вредностима опсега оптерећења, брзине клизања, начином подмазивања итд., што значајно отежава поређење њихових добијених резултата хабања.

3.3.3 *In situ* испитивање

Последњих година, у оквиру триболошких истраживања стоматолошких материјала, развијена је и примењена *in situ* метода. Која год да се *in vitro* метода примењује у оквиру неког испитивања, тешко је истумачити добијене резултате са клиничког аспекта, делом што је хабање зуба вишефакторно и увелико зависи од међусобног деловања физичких и хемијских процеса [Addy M. (2002)]. Као резултат тога, Вест и његови сарадници [West N.X. (1998)] су 1998. године развили прве *in situ* методе. Током *in situ* испитивања, узорци су позиционирани у одређеном носачу који је прецизно постављен у устима пацијента, где се након одређеног времена скида ради даље анализе [Lewis R. (2005)]. На тај начин, узорци се излажу реалним условима оралног окружења. Једном речју, *in situ* тестирање обезбеђује компромис између *in vivo* и *in vitro* услова испитивања [Zhou Z.R. (2006)].

За већину *in situ* метода услови било ког експеримента се могу пажљиво контролисати тако да се уочени ефекти могу приписати узорку који се испитује [Addy M. (2002)]. У току *in situ* испитивања, могу се користити различити осетљиви мерни уређаји (профилометар и SFM микроскопија - *Scanning force microscopy*), како би се мерио губитак површинског слоја материјала у реалном временском интервалу услед дејства различитих фактора [Zhou Z.R. (2008)]. У

почетку *in situ* методе су углавном биле коришћене за мерење ерозије дентина и глеђи услед коришћења безалкохолних пића, а онда су постепено почеле да се користе у проучавању разних феномена у устима укључујући и абразију стоматолошких материјала услед коришћења пасте за зубе [Lewis R. (2005), Addy M. (2002)].

3.4 Триболошко понашање природних зуба

Као што је већ претходно поменуто, трење се јавља током свакодневних уобичајених оралних функција услед кога се као последица јавља хабање зуба, као неповратни животни процес [Pintado M.R. (1997), Lussi A. (2000), Louwarse C. (2004)]. Степен хабања зуба је уско повезан и увелико зависи од различитих утицајних фактора као што су године старости, пола, оклузалног стања зуба, оралне парафункције, гастроинтестиналног поремећаја, претераног конзумирања цитрусног воћа/сока или напитака са ниском рН вредношћу, оралног окружења, пљувачке и урођених зубних аномалија [Sato S. (2000)]. Зубна глеђ је једна од јединствених природних супстанци коју још увек не могу ефикасно да замене вештачки рестауративни материјали. Најважнија особина глеђи је њена одлична отпорност на хабање [Zhou Z.R. (2008)].

Упркос широком познавању историје и механичких особина зубне глеђи, бројни аутори и даље доста пажње посвећују тумачењу и објашњењу различитих уочених феномена механизма хабања код зубне глеђи и дентина. Реков [Rekov E.D. (1997)] је у оквиру своје студије показао да се дебљина површине глеђи, услед процеса трења изазваним жвакањем или угризом, сваке године похаба у слоју од 10-40 μm . Две етапе хабања глеђи су биле испитиване од стране неколико научника на различитим уређајима за испитивање хабања [Monasky G.E. (1971), Kaidonis J.A. (1998), Zheng J. (2007a)], где су добијени резултати потпуно у сагласности са резултатима клиничког испитивања [Lambrechts P. (1989)]. Клиничке студије су описале примарну и секундарну фазу као период уходавања (иницијално хабање) и устаљени режим хабања. Почетна етапа траје око две године где се након тог периода започиње друга знатно спорија етапа.

Поједини аутори [Kaidonis J.A. (1998), Burak N. (1999)] су истакли да услед различитих микроструктурних и механичких карактеристика, степен хабања глеђи и дентина показује различито теденције услед пораста нормалног оптерећења. Висок садржај минерала и висока вредност тврдоће саме глеђи резултује релативно мали степен хабања услед дејства малих оптерећења [Zheng J. (2007), Zheng J. (2011)], за разлику од дејства већих вредности оптерећења, где се као последица крте природе глеђи јавља већи степен хабања. Насупрот томе, структура дентина поседује висок органски садржај и релативну мекоћу материјала, што га чини отпорнијим на површинска оштећења у условима оралног окружења, и као резултат тога, контактна површина дентина је знатно отпорнија на хабање при дејству већих

оптерећења у односу на степен хабања услед мањих вредности оптерећењима [Burak N. (1999), Lewis R. (2005)].

Ли [Li H. (2001)] је у својој студији испитивао утицај различитих антагониста (контра тела) на хабање људске глеђи, користећи линеарно наизменични трибометар. Контактне површине узорка од глеђи биле су третиране од стране два контра тела (челик и титанијум) у условима са и без подмазивања. Као средство за подмазивање коришћена је вештачка пљувачка. Добијеним резултатима је утврђено да су величина и дубина трага хабања били знатно мањи у условима подмазивања вештачком пљувачком него у суво. На основу тога је закључено да пљувачка има значајан утицај током самог процеса хабања глеђи у оралном окружењу. Фрикциони пар глеђ и титанијум је показао боље триболошко понашање од контактнoг пара глеђи и челика, на основу SEM анализе трагова хабања. Ово констатација указују на то, да у зависности од врста материјала контра тела увелико зависи и степен хабања површине саме глеђи. На основу тога, треба се пажљивије вршити селекција и одабир материјала за израду естетске рестаурације, како би се хабање природне површине зуба у додиру са рестаурацијом svelo на минимум.

Зенг [Zheng J. (2003)] је у својој *in vitro* студији испитивао триболошко понашање зубне глеђи и дентина на линеарном наизменичном уређају за одређивање трења и хабања, где је као контра тело користио титанијумску куглицу у условима присуства вештачке пљувачке. Контактна геометрија овог уређаја је куглица-на-равној површини. Резултати су показали да је зона глеђи била изложена мањој вредности коефицијенту трења (μ) и бољој отпорности на хабање у поређењу на област дентина. Хабање глеђи је углавном резултат деламинације контактне површине, док се хабање дентина јавља као резултат абразионог хабања са израженим браздама у самом трагу хабања које прате правац клизања. Поред тога, дубина трага хабања је варирала у зависности од дефинисаног правца кретања куглице по контактнoј површини узорка (уздужно или попречно у односу на оклузалну површину). Као закључак је речено да триболошке особине глеђи увелико зависе од механичких карактеристика саме глеђи (тврдоће), као и микроструктуре саме контактне површине.

Узимајући у обзир постепено хабање људских зуба које се јавља старењем, као неизбежан и неповратан процес, структурне и механичке особине контактних површина зуба увелико зависе од самог процеса старења [Zhou Z.R. (2008)]. Зенг [Zheng J. (2006)] је у својој наредној студији установио да постоје битне разлике у промени коефицијента трења и хабања зуба код различитих старосних доба (8, 18, 35 и 55 година), услед дејства титанијумске легуре као контра тела. Иако су деламинација и браздање уочени као доминантни механизми хабања код људских зуба, већа пажња је посвећена анализи хабања млечних и трајнијих зуба код старијег доба које је праћено значајнијим осцилацијама вредности коефицијента трења. У току животног века, трајни зуби су знатно изложенији већем дејству контактнoг оптерећења и мањом дубином хабања него млечни зуби. Штавише, тврдоћа и дубина трага хабања

зуба варира у зависности од године старости. Стални зуби код старије популације су показали да су подложнији већем степену хабања него стални зуби код млађе и средње популације. На основу тога је закључено да сталне зубе код млађе и средње популације карактерише боља отпорност на хабање у односу на исте код особа у старијем добу.

Зенг [Zheng J. (2007)] је у својој следећој студији ишао корак даље и извршио експеримент где је испитао триболошко понашање зубне глеђи у условима два и три тела у контакту (*two-body (grooving)* и *three-body (rolling) wear*), услед варирања различитих вредности оптерећења (10 N, 20 N и 40 N). Резултати су показали да површину зубне глеђи карактерише мања вредност коефицијента трење као и мања запремина похабаног материјала у условима три тела у контакту, за разлику од добијених вредности резултата код услова два тела у контакту. Иако теоријски, ефекат повећања нормалног оптерећења треба да доведе до прогресивног раста запремине хабања глеђи, овај ефекат је значајно мали у условима три тела у контакту. Траг хабања који је настао у условима три тела у контакту, на површини саме глеђи, је окарактерисан као огреботине са уоченим малим јамицама у самом трагу хабања. Насупрот томе, код два тела у контакту у трагу хабања уочена је комбинација браздања и деламинације као доминантан вид хабања. Ово указује да се на контактної површини зубне глеђи јављају различити механизми хабања у зависности од услова остваривања контакта и механичких карактеристика материјала који су у контакту.

Арсекуларти [Arsecularatne J.A. (2010)] је користио различите технике скенирања површина (јонизација брзим јонима (FIN) и скенирајући електронски микроскоп са емисијом поља (FESEM)) у циљу карактеризације подповршинског слоја глеђи у самом трагу хабања. *In vitro* студија је спроведена на линеарно наизменични уређају за одређивање хабања, са контактном геометријом пин-на-равној површини (глеђ по глеђи). Експеримент је реализован у условима са подмазивањем и варирањем нормалног оптерећења (2 N, 4 N и 8 N). Током анализе трагова хабања, уочени су бројне честице продуката хабања у самом трагу као и настале напрслине у подповршинском слоју глеђи. Са повећавањем вредности нормалног оптерећења, интензитет подповршинских пукотина се такође повећавао. Из анализе експерименталних резултата других студија, аутори су закључили да је процес хабања глеђи услед појаве напрслина и пукотина сличан феноменима који се дешавају и код површина керамика услед хабања. У наредној објављеној студији истог аутора [Arsecularatne J.A. (2012)], такође је испитиван процес подповршинског хабања глеђи, где је аутор закључио да правац настајања напрслина и пукотина увелико зависи од морфолошке структуре саме глеђи као и утицаја контактних притисака у зону остваривања контакта.

In vitro студија Зенга [Zheng J. (2011)] је истраживала триболошко понашање зубне глеђи у киселој средини, користећи линеарно наизменични уређај за испитивање хабања. Као контра тело коришћена је куглица од легуре титанијума, а вредности нормалних оптерећења су вариране у границама од 10

N, 20 N и 40 N. Триболошка испитивања су спроведена у различитим условима остваривања контакта, уз присуство раствора лимунске киселине (pH=3.20) и окружењу вештачке пљувачке. У раствору лимунске киселине, вредност тврдоће површине глеђи почиње знатно да опада услед ниске рН вредности, где се као последица тога јавља нагризање и омекшавање контактне површине (појава ерозије). Услед дејства малих вредности оптерећења, хабање глеђи у раствору лимунске киселине је знатно израженије (2.5 пута) него у условима присуства вештачке пљувачке и као доминантни вид хабања омекшане површине глеђи, јавља се адхезиона деламинација. Међутим, услед дејства максималне вредности нормалног оптерећења (40 N), код оба окружења, морфологија хабања и губитак материјала са контактне површине је релативно сличан. На основу тога аутор је закључио да су услови остваривања контакта веома битни и да се са повећањем вредности оптерећења олако долази до хабања контактне површине.

На основу прегледа бројних *in vitro* истраживања која се тичу испитивања хабања зубне глеђи, може се закључити да је глеђ јединствени био-композитни материјал код кога се хабање јавља услед појаве површинских оштећења у виду кртих пукотина и/или појаве деламинације као вида механизма хабања клизањем контактних површина услед дејства неког оптерећења [Zheng J. (2007), Arsecularatne J.A. (2010)]. Триболошке карактеристике глеђи могу значајно да варирају током одвијања самог процеса хабања, због бројних утицајних фактора, као што су услови остваривања контакта, вредности нормалног оптерећења, као и изгледа саме микроструктуре глеђи која има директан утицај на добијање вредности механичких особина материјала у зависности од зоне испитивања [Zheng J. (2003)].

3.5 Триболошко понашање вештачких стоматолошких материјала

У циљу санирања различитих патолошких фактора, одређених површинских оштећења зубног ткива или замена недостајућег зуба, развијени су различити вештачки стоматолошки материјали који имају два основна задатка, враћања оралне функције и саме естетике зуба. Избор материјала за рестауративну примену зависи од многобројних фактора као што су отпорност на корозију, механичка својства, укључујући снагу и отпорност на хабање, цена, доступност, биокомпатибилност и естетски изглед. Стоматолошки материјали се могу груписати у три категорије: метали и њихове легуре, композити и керамике [Randall R.C. (1999), Upadhyay D. (2006), Thompson J.Y. (2007), Nicholson J.W. (2007)].

Узимајући у обзир сложено међу-орално окружење и биомеханику, процеси хабања вештачких стоматолошких материјала су веома компликовани, што уобичајено подразумева абразију, атрицију, корозију и замор [Mair L.H. (1992), Mair L.H. (1996)]. Ови процеси се дешавају у

различитим комбинацијама након чега се као последица јавља губитак контактне површине материјала у оралном окружењу. Изражено хабање може изазвати бројне негативне факторе, и захтевати знатно ранију замену како естетских рестаурација, тако и зубне импланте.

Отпорност на хабање вештачких стоматолошких материјала је клинички важан фактор за саму дуготрајност, естетику и за отпорност на појаву зубног плака [Mair L.H. (1992), Mair L.H. (1996), Grippo J.O. (2004)], и на основу тога, спроведен је велики број студија о њиховим триболошким карактеристикама. Интересовања током истраживања су углавном базирана на испитивање отпорности на хабање вештачких стоматолошких материјала и њихова предиспозиција да изазову хабање контактних површина контра тела у додиру, било да се ради о природним или вештачким материјалима [Zhou Z.R. (2006)].

3.5.1 Метали и легуре

Метали и легуре заузимају значајно место међу градивним стоматолошким материјалима и имају широку примену у изради фиксних надокнада, скелета парцијалних протеза, везних елемената, имплантата и сл. Такав значај им на првом месту обезбеђују њихове механичке особине и релативно добра постојаност у живој средини. Најбољу биокомпатибилност показују конструкције и надокнаде урађене од чистих, електрохемијских постојаних метала. Код такозваних племенитих легура (легуре злата, платине и паладијума) додавањем нових елемената смањује се њихова постојаност у корозионој средини. Додавањем злату других метала, металоида и неметала добијају се легуре по потреби, са нижом температуром топљења, бољом способношћу ливења, већом тврдоћом и савојном чврстоћом, промењеним коефицијентом термичког ширења итд. Код такозваних неплеменитих легура, чији је сада најважнији представник Co, Cr, Mo-legura, присуство одређених метала, металоида и неметала у строго одређеним процентима није значајно само за њихова физичка својства, него исто тако и за њихову постојаност у корозионим условима. Опште је познато да је забрањено присуство неких елемената, као на пример, олова, живе, арсена, бизмута, берилијума, кадмијума и никла, који би штетили легури или би били опасни за оне који обрађују легуру и за носиоца надокнаде. Хомогеност легуре је на првом месту одређена њеним хемијским саставом, а у знатној мери и начином њене израде и обраде [Vujošević Lj. (1997)].

Уопште, већина метала је довољно јака да поднесе максималне могуће силе које се јављају у оралном окружењу. С обзиром да се квалитет живота из године у годину значајно повећава, развој и појава нових стоматолошких материјала је веома важан фактор који омогућава многим пацијентима све тражене захтеве, у виду боље оралне функције, естетике и биокомпатибилности. Као резултат тога, данас, метали и легуре се све више користе у фиксним ортодонтским системима (фиксне зубне протезе) и код стоматолошких импланта [Zhou Z.R. (2008)].

Корозија се сматра једним од најважнијих фактора у одабиру металних материјала у естетској стоматологији, из разлога што лоша биокомпатибилност и цитотоксичност њихове корозије или процеса хабања могу учинити материјале штетне, како за естетске рестаурације тако и за импланте [Van Noort R. (2004), Upadhyay D. (2006)]. Забележено је да је присуство металних рестаурација најчешћи навођен разлог за појаву негативне реакције [Van Noort R. (2004)]. Постоји огроман број литературе која се тиче корозије стоматолошких легура, и од приказаних информација појављује се да су хидратација јона метала и навике у исхрани главни узроци корозије металних рестаурација и импланта [Upadhyay D. (2006)]. Чистоћа, технике ливења и топљења такође утичу на корозивно понашање металних легура. У глобалу, природа металних легура игра важну улогу у иницирању и ширењу корозије. Лиу [Liu G.T. (2005)] је у својој студији приметио да се отпорност на хабање и корозију стоматолошких легура на бази никла и хрома може побољшати присуством титанијум алуминијум нитрид (TiAlN) превлака.

Трење код фиксних зубних протеза је препознато од стране многих клиничара као веома штетно услед кретања зуба [Tselepis M. (1994), Willems G. (2001)]. Различити фактори утичу на процес отпорности на трење ортодонтских металних комбинација подупирач - жица, као што су лучни жичани и подупирачки материјали, њихова величина и облик, ширина и димензије отвора и састава површине, храпавост и њихова чистоћа. Други важни параметри су положај подупирача на жицу у тродимензионалном простору, везивне силе и тип везивања, раздаљине међу подупирачима и лубрикација. Тестови трења комбинација подупирач-жица током процеса смицања, које је спровео Вилием [Willems G. (2001)], је показало значајну улогу методе централног позиционирања на вредност трења. Додатно, комбинација пломбе подупирача-жице је резултовала повећаним коефицијентом трења и стога се не препоручује за системе смицања. Такође је значајно да се бол и неугодност оралне мукозе⁵ може често доживети као резултат трауме примене метала чији је узрок повећано трење између ткива мукозе и површине подупирача [Kluemper G.T. (2002)].

Такође би требало нагласити да се чисти комерцијални титанијум и његове легуре све више примењују у стоматолошким рестаурацијама, посебно код уградње импланта, због њихове изванредне биокомпатибилности, отпорности на корозију и мале тежине [Steinberg D. (1995), Khan M.A. (1996), Ohkubo C. (2000), Ohkubo C. (2003), Iijima D. (2003)]. Једна од мана титанијума, везана за структурну примену, су његове слабе триболошке карактеристике [Steinberg D. (1995)]. Клиничка испитивања су показала да су ливене комерцијалне титанијумске рестаурације биле изложене већој количини хабања у односу на конвенционалне стоматолошке легуре [Khan M.A. (1996)]. Легирање је могућа метода у побољшању отпорности на хабање комерцијалног чистог CP (CP-Ti) [Ohkubo C. (2000), Ohkubo C. (2003), Iijima D. (2003)]. Окубо

⁵ Ружичасто ткиво које прекрива усну дупљу (слузница).

[Ohkubo S. (2000)] је у својој студији показао да међу различитим типовима комерцијалних титанијумских легура, $\alpha + \beta$ легуре су показале најбољу отпорност на хабање услед повећане отпорности на пластичне деформације услед постојања α кристала у формираној β матрици, што је у сагласности са оним што су установили Кан и његови сарадници [Khan M.A. (1996)]. Такође је установљено да легирање са бакром [Ohkubo S. (2003)], што је увело коришћење $\alpha\text{Ti}/\text{Ti}_2\text{Cu}$ мешавине легура, поспешује отпорност на хабање титанијумских легура. Лијим [Iijima D. (2003)] је у свом истраживању забележио да се Ti-6Al-7Nb легуре могу такође користити за стоматолошке рестаурације из разлога што су оне изложене мањем губитку материјала током процеса хабања, са знатно финијом похабаном површином, у односу на чисти комерцијални титанијум.

3.5.2 Композити

Први материјали који су своју употребу нашли у рестауративној стоматологији били су стоматолошки амалгами, који су иначе данас замењени композитним материјалима (белим пломбама). Стоматолошке амалгаме одликује неколико веома битних недостатака, као што су корозија, токсична дејства живе, немогућност везивања за тврда зубна ткива и лош естетски изглед. Управо су те негативне карактеристике узроковале даљу примену денталних амалгама и усмериле рестауративну стоматологију у потрагу за материјалом који ће својим својствима на бољи начин заменити амалгаме, а при томе испунити и естетске захтеве пацијената [Štefanac I. (2011)]. Композити се у естетској стоматологији користе за испуне и представљају комбинацију полимера и керамике. Основне компоненте композита су: *матрикс* – органска компонента (полимер); *ојачивач или испуна* – неорганска компонента (керамика); и *средство за везивање органске и неорганске компоненте*. Опште је познато да се керамике одликују релативно великом тврдоћом, великом притисном чврстоћом (мада не и на истезање), великим модулом еластичности, али и кртошћу. Полимери, у поређењу са керамиком, имају знатно лошије механичке карактеристике и подложне су пластичној деформацији пре кидања. Комбинацијом оваква два материјала, добија се композит који је довољно тврд, отпоран на притисак и на истезање и довољно јак захваљујући томе што се ширење микронапрслина, насталих у кртој керамичкој фази, зауставља у фази полимера која се одликује пластичношћу, а локално пластично деформисање, настало у фази полимера, зауставља се у керамичкој фази која није склона пластичном деформисању. Керамика, као ојачивач композита, може да садржи кварц, силикате (литијум-алуминијум-силикат, бор-силикат, баријум-алуминијум-силикат), керамички прах, хидрокси-апатит и честице стакла. Улога ојачивача је да поред побољшања механичких карактеристика органског састојка, побољша и естетски изглед самих композитних материјала [Vujošević Lj. (1997)].

Главни проблем који се односи на примену композита у естетској стоматологији је њихова недовољна отпорност на хабање, нарочито ако се

користе као рестаурација оклузалних постериорних површина (кутњаци) због своје константне изложености хабању. Учињени су многи напори како би се композити унапредили и на тај начин стекли већу отпорност на хабање, из разлога што је њихова примена све већа естетској стоматологији. Данас, развој материјала је толико напредовао да су многи композитни материјали развијени до те мере да више не показују претерано хабање контактних оклузалних површина [Heintze S.D. (2006), Lambrechts P. (2006a)].

Механизми хабања стоматолошких композита су у међусобној зависности са условима настанка хабања [Zhou Z.R. (2006)]. Абразија и хемијска деградација настају као доминантни видови хабања у бесконтактним зонама, док су замор и адхезионо хабање блиско повезани са настанком хабања на оклузалним контактним површинама [Mair L.H. (1996)]. Нагарјан је у својим студијама [Nagarajan V.S. (2000), Nagarajan V.S. (2004)] истраживао хабање између два тела у контакту (*two-body wear*), где су као узорци испитивања припремљена три композита са средњим садржајем ојачавача и један композит са високим садржајем. Аутор је установио да се хабање материјала јавља као последица настанка трибохемијских реакција између контактне површине материјала и услова у којима се одвија хабање (присуство воде), услед чега долази до одвајања и настанка хидрираних продуката хабања и формирања површинских слојева у трагу хабања сачињених од мешавине основног материјала и поменутих честица продуката хабања.

Уопштено, процес хабања композита увелико зависи од природе оба материјала у контакту и бројних оралних фактора [Lambrechts P. (2006)]. Особине материјала се обично односе на њихов хемијски састав, расподелу саме испуне (супстрат), степен конверзије, природе саме матрице и међупросторне везивне моћи између испуне и матрице [Zhou Z.R. (2008)].

Карактеристике испуна, као што су њихова величина, облик, тврдоћа и отпорност на лом, играју важну улогу у самом процесу хабања стоматолошких композита. Отпорност на хабање композита је израженија са већом запремином испуне, мањом величином честица и њиховом хомогеном расподелом у међупростору [Leinfelder K.F. (1995), Lambrechts P. (2006a)]. Тврдоћа честица композита уједно штити и саму матрицу и на тај начин повећава свеукупну отпорност материјала на појаву абразије, међутим, тврдоћа самих честица не сме бити већа од тврдоће зубне глеђи. Опште је прихваћено да глатка површина смањује трења услед процеса хабања оклузалних површина, како композита тако и супротних контактних површина глеђи [Xu H.H.K. (2004), Lambrechts P. (2006a)].

Други кључни фактор у хабању композита је добра међупросторна везивна моћ између испуне и матрице. Показано је да добра адхезија између уметка и матрице повећава способност амортизације контактне притиска, где се на тај начин штити матрица, спречава настајање и ширење пукотина и уједно смањује хабање [Lambrechts P. (2006a), Scholtanus J.D. (2007)].

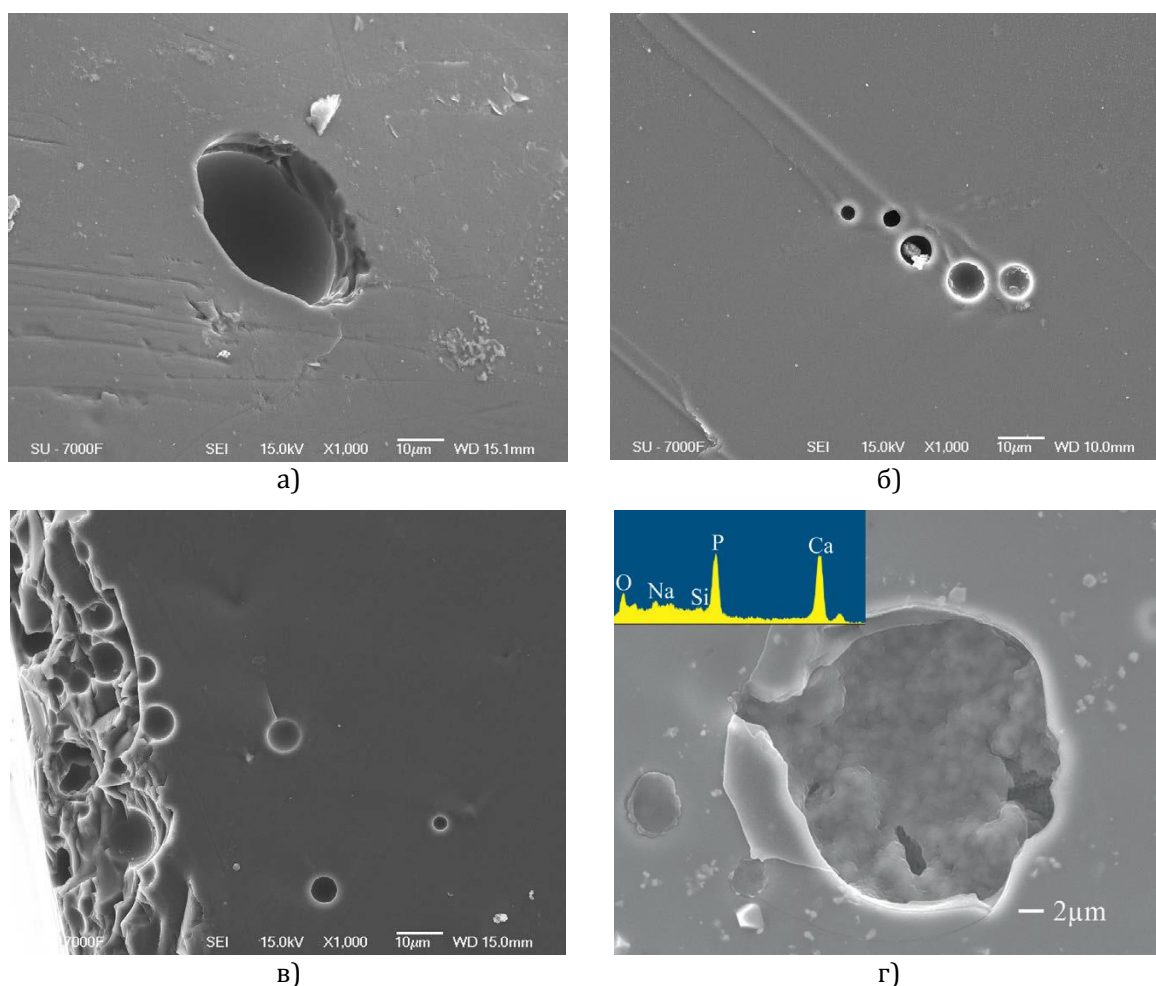
Бројни орални фактори (широк опсег оптерећења, наизменична кретања, температурни шокови и константна изложеност различитим рН вредностима) имају значајан ефекат на процес хабања и на *in vivo* деградацију композитних рестаурација. Процес хабања стоматолошких материјала би требало бити сличан процесу хабању природне глеђи. Опште је познато да зубну глеђ красе одличне механичке особине и одлична отпорност на хабање упркос лоше оралном окружењу у коме се константно налази [Zhou Z.R. (2008)].

3.5.3 Керамике

Предности керамичких материјала у естетској стоматологији је пре свега њихов природан изглед, трајне хемијске особине, одличне механичке карактеристике и релативно висока отпорност на хабање. У основи, керамика је састављена од фелдспата, кварца и каолина. Детаљан приказ и опис нових керамичких материјала је дат у претходном Поглављу 2, који су иначе и били предмет испитивања ове дисертације. Клиничка испитивања показују да постоје два велика проблема са којима се пацијенти често сусрећу у естетској примени [Kelly J.R. (1997)]: 1) већина керамичких рестаурација могу бити абразивног карактера и потенцијално штетне за супротна тела у контакту, зуб или рестаурацију, и 2) крта структура саме керамике има велику улогу у процесу хабању појединих керамичких материјала у оралном окружењу, што може да изазове негативне клиничке исходе. Стога, употреба мање абразивних керамичких материјала би омогућила одличну естетику и смањење самог процеса хабања између тела у контакту (зуб/рестаурација) [Zhou Z.R. (2006)]. Многи истраживачи су се фокусирали на истраживање абразивног утицаја различитих керамичких материјала у контакту са зубном глеђи као контра тела. Истраживање литературе показује да хабање контактних површина глеђи и керамике увелико зависе од саме микроструктуре материјала, завршне обраде и окружења у коме се контакт одвија [Oh W. (2002), Kadokawa A. (2006), Yu H.Y. (2006)].

Унутрашња порозност као и други површински недостаци, који се јављају услед неадекватне обраде (храпавост) или термичке обраде (кристализације или синтеровања), могу да делују као концентратори напона и да буду узрочници израженог вида абразионог хабања контактних површина [Magne P. (1999), Oh W. (2002)]. Различитом завршном обрадом контактних површина материјала добијају се различите површинске храпавости које могу изазвати различите концентрације притиска који директно утичу на смањење чврстоће самог материјала [Guazzato M. (2005)]. Храпавост је веома важна карактеристика сваке контактне површине рестауративног материјала у естетској стоматологији, будући да знатно утиче на триболошке и механичке карактеристике материјала, као и на задржавање штетних материја из екстерног окружења [Kelly J.R. (1996), Fuzzi M. (1996)]. Површинска храпавост није једини фактор који утиче на адхезиона својства

материјала, већ значајан утицај имају и остали фактори, као што су порозност, микроструктура, хемијски састав, као и потенцијални недостаци који се јављају на контактної површини самог материјала [Kelly J.R. (1996)]. Површинских недостаци се јављају на површинама керамичких рестаурација у току или након њихове израде, у виду појаве гасних мехурова, изражених пора на самој површини и образованих агломерата у самој структури материјала (Слика 3.8). Гасни мехурови су карактеристична појава код фасетне керамике, и јављају се у виду мехурова радијуса од 10 до 100 μm . Обично су распоређени на неких $\sim 20 \mu\text{m}$ дебљине контактне површине и могу се јавити појединачно или у већем броју мехурова мањег радијуса. Гасни мехурови су отворени и формирану су од чврстог језгра агломерата малих честица са високом концентрацијом калцијума, фосфора и сумпора, као што је приказано EDS анализом. Ове нечистоће се углавном преносе током самог процеса фасетирања, највероватније гипсом или неким другим материјалима који су у сталној употреби у зубним лабораторијама [Shen J.Z. (2014)].



Слика 3.8 SEM приказ гасних мехурова на површинском слоју код фасетне керамике, а) велики гасни мехур, б) више мањих гасних мехура, в) приказ гасних мехурова у површинској фрактури фасете, и г) EDS анализа гасног мехура са високом концентрацијом калцијума (Ca) и фосфора (P) [Shen J.Z. (2014)]

Полирање и глазирање, као вид завршних обрада, могу да смање сам процес хабање у почетној фази остваривања контакта. Нарочито, добро исполирана површина показује ниже вредности коефицијента трења и уједно смањује хабање површине контра тела у додиру. Глазура представља вид заштитне превлаке површинског слоја материјала и њена превасходна функција је да смањи порозност и површинску храпавост самог материјала и побољша естетски изглед надокнаде у виду естетског сјаја [Aksoy G. (2006), Cheung K.C. (2002), Mehulic K. (2010), Haralur S.B. (2012), Štefančić S. (2013)]. Полирана и глазирана површина, на први поглед изгледају слично са аспекта квалитета површине (глаткоће), завршне обраде, али су потпуно различите у погледу осталих карактеристика, попут отпорности на хабање, механичких карактеристика, појаве површинских недостатака и апсорпције пигмената [Kelly J.R. (1996), Fuzzi M. (1996)]. Лоше исполирана површина рестаурације може да доведе до заостале површинске храпавости, која је директан узрочник низа негативних појава у оралном окружењу, повећане акумулације зубног плака, израженијег хабања површина у контакту, промени саме пигментације итд. [Morgan M. (2004), Lu H. (2005), Kantorski K.Z. (2009)]. Насупрот томе, глатка површина интраоралне структуре осигурава удобност пацијента и олакшава оралну хигијену [Ono M. (2007), Jefferies S.R. (2007), Cavalcante L.M. (2009)]. Лабораторијски обрађене керамичке надокнаде у идеалним условима би требало да задрже финалну завршну обраду (полирње или глазирање) и након њиховог постављања у усној дупљи [Boaventura J.M.C. (2013), Flury S. (2010)]. Међутим, то није увек случај, јер често постоје бројне ситуације које захтевају додатне дораде на рестаурацији. Овај вид интервенције је неопходан како би се омогућило правилно налагање надокнаде, у виду брушења одређене површине. Због настале површинске храпавости, у циљу избегавања будућег хабања наспрамних површина, клиничари препоручују накнадно полирање или реглазирање оштећене површине [Barghi N. (1976), Rashid H. (2014)]. Орално окружење такође представља битан фактор услед ког долази до хабања керамичких материјала. Кисела средина која се ствара као последица исхране и конзумирања различитих напитака, као и својствених болести желуца, такође може довести до деградације површине керамике у усној дупљи [Oh W. (2002)].

Кадокава [Kadokawa A. (2006)] је у својој студији представио да керамика у условима хабања три тела у контакту доводи до значајно мањег губитак материјала суседне контактне површине (глеђ или композит), у односу на услове хабања два тела у контакту. Како би се смањиле последице настанка кртог лома, задњих година учињени су бројни истраживачки напори како би се развили нови стоматолошки керамички материјали, који ће бити окарактерисани високом вредношћу чврстоће. Као резултат таквог истраживања и развоја, настао је поликристал тетрагоналног цирконијума стабилизованог итријумом (Y-TZP) као алтернатива за метало-керамичке крунице или стаклену керамику у задњим рестаурацијама [Yin L. (2003), Raigrodski A.J. (2004)].

Бројне *in vivo* и *in vitro* студије су показале знатно већи проценат хабање контактних површина глеђи када се налазе у контакту са керамичким материјалима [Ratledge D.K. (1994), Jagger D. (1995), Olivera A. (2008)]. Одавно је потврђено да већина керамичких материјала имају релативно већу вредност тврдоће од вредности зубне глеђи, што уједно може да значи да тврдоћа керамике може да буде потенцијални узрочник хабања супротних површина зуба [Kelly J.R. (1996)]. Међутим, поједине студије су показале слабу корелацију тврдоће материјала и абразивног потенцијала керамичких материјала на зубну глеђ [Seghi R.R. (1991), Oh W. (2002)]. На основу тога, тврдоћа сама по себи није довољно поуздан показатељ процеса хабања, већ се као битни фактори узимају у обзир микроструктура керамичког материјала и орално окружење у коме се одвија процес хабања [Kelly J.R. (1996)].

Јахнмир [Jahanmir S. (1995)] је у својој студији испитивао хабање полиране стаклокерамике (*Dicor MGC*), користећи линеарно наизменични трибометар при нормалном оптерећењу од 4.9 N. Као контра тело користио је куглицу од алумине. На основу добијених резултата, уочене су бројне честице хабања у самом трагу хабања као и појаву бројних микропукотина у самом површинском слоју трага. У својој наредној студији коју је спровео исти аутор са колегом Нагарјаном [Nagarajan V. (1996)] испитивали су утицај различитих величина честице кристала, полираног материјала *Dicor MGC*, на сам процес хабања. Овог пута је коришћен трибометар са контактном геометријом пин-на-диску, где је пин од алумине, уз подмазивање дестилованом водом. Нормално оптерећење је варирано у опсегу од 1 до 20 N, при брзини клизања од 0.0025 ms^{-1} , праћено различитим временом трајања теста од 1 до 318 пролаза, на дужини клизања од 3 mm. Упркос различитим условима тестирања хабања материјала, процес појаве микропукотина је сличан оном који су посматрали и у својој претходној студији [Jahanmir S. (1995)]. Међутим, постојала је јасна промена хабања од локализоване напрслине, при малом оптерећењу, до појаве већих напрслина услед пораста оптерећења. Степен хабања се прогресивно повећавао са повећањем величине честице кристала, на основу чега је закључено да величина и распоред самих честица кристала игра веома важну улогу у контролисању самог процеса хабања.

Ју [Yu H.Y. (2006)] је испитивао трење и хабање две различите фелдспатне керамике (*Vita VMK95* и *Cerac Vitablocs Mark II*), на линеарно наизменичном трибметру, где је као контра тело коришћена куглице Si_3N_4 . Контактни парови су у процесу испитивања хабања подвргнути различитим оптерећењима (10-40 N), амплитудама (100-500 mm) и фреквенцијама (1-4 Hz), уз присуство вештачке пљувачке у зони контакта, као и условима без подмазивања. Испитивањем су дефинисани најугицајнији параметри и услови остваривања контакта на триболошке карактеристике поменутих материјала. Резултати су показали да је материјал *Vita VMK95* је имао нижу вредност коефицијента трења (μ) и бољу отпорност на хабање у односу на други испитивани материјал (*Cerac*

Vitablocs Mark II) при истим условима испитивања. Такође је установљено, да ефекат промене вредности оптерећења показује највећи утицај на хабање у односу на остале вариране параметре испитивања. Аутор је абразионо хабање представио као доминантни механизам хабања за оба испитивана материјала, док је за материјал *Cerec Vitabloc Mark II*, у условима без подмазивања, приказано настајање кртих пукотина и деламинације.

Мола [Molla R.A. (2009)] је у својој студији испитивао триболошку карактеризацију (трење и хабање), у условима различитог окружења, нове врсте стакло керамике $K_2O-B_2O_3-Al_2O_3-SiO_2-MgO-F$ са ~ 70 % кристалног садржаја, третирану завршном обрадом полирањем. Аутор је представио да је коефицијент трења μ у окружењу вештачке пљувачке знатно мањи (0.67) у поређењу са испитивањима на суво (0.88). Анализом трагова хабања SEM микроскопијом, закључио је да је трибохемијско хабање доминантан механизам хабања у условима са подмазивањем где се јасно могу уочити формиран трибослојеви у којима се јављају пукотине и напрслине након одређеног броја циклуса. У условима без подмазивања јавља се адхезионо хабање и настајање продуката хабање због релативно сличне тврдоће материјала у контакту.

Албашаирех [Albashaireh Z.S.M. (2010)] је у свом раду испитивао утицај хабања на пет различитих безметалних керамичких система (цирконијум (Y-TZP), литијум дисиликат (LS2), леуцит (LEU), флуорапатит (FGC) и нанофлуорапатит стакло керамика (NFGC)) на уређају који служи за симулацију реалног процеса жвакања (*Willytec GmbH*, Минхен, Немачка). Сви узорци су добро исполирани и као контра тело у додиру, користио је куглицу од цирконијума. У оквиру резултата, аутор је констатовао да су добијене вредности степена хабања различитих материјала у директној зависности од механичких карактеристика, тј. савојне чврстоће и саме тврдоће. Y-TZP цирконијум је као материјал са највећом савојном чврстоћом и вредношћу тврдоће показао знатно нижи степен хабања у односу на остале керамике. Анализа трагова хабања код Y-TZP и LEU је показала да материјали нису склони појави настанка пукотина и течењу материјала, што је доказ да се као хабање код поменутих материјала јавља комбинација атриције и адхезионог хабања. У траговима хабања код осталих материјали, уочене се бројне пукотине и присуство уситњених честица продуката хабања у самом трагу, што се јавља као последица механизма заморног хабања.

Ли [Lin W. (2012)] је у својој студији испитивао триболошко понашање зубне глеђи услед дејства различитих материјала као контра тела у додиру (цирконијум - 3Y-TZP, литијум дисиликат - IPS Empress, фасетне керамике - Rondo, легуре Au-Pd и Ni-Cr) коришћењем линеарно наизменичног трибометра са контактном геометријом куглица-по-равној површини. Експеримент је реализован у условима остваривања контакта са подмазивањем вештачком пљувачком, где је нормално оптерећење износило 4 N, броја циклуса 5.000 на дужини клизања од 1 mm и фреквенције 2 Hz. Најбоље фриксионе карактеристике су показале легуре злато-паладијум (Au-

Pd) и никл-хром (Ni-Cr), док полирани цирконијум има најмању вредност коефицијента трења у односу на остале керамике.

Фигуерето [Figueiredo-Pina C.G. (2016)] је испитивао триболошке карактеристике материјала литијум дисиликата (IPS e.max CAD) и фасетне керамике (IPS e.max Ceram) насупрот зубне глеђи као контра тело. Експеримент је реализован на линераном наизменичном трибометру контактне геометрије пин-на-равну површину, уз присуство вештачке пљувачке различите рН вредности (рН 3 и рН 7). Вредност нормалног оптерећења, услед испитивања, износила је 1.96 N, број циклуса 21.600 на дужини клизања од 3 mm. Резултати су показали да фасетна керамика има већу вредност коефицијента трења у односу на литијум дисиликат, за исте услове испитивања, као знатно израженије хабање контактне пара. Настајање пора и пукотина у траговима хабања је забележено код оба испитивана материјала. Такође уочена је агломерација честица хабања и формирање трибо слојева у траговима у условима рН 7 вредности вештачке пљувачке, што је последица појаве трибохемијског хабања као доминантног механизма хабања. Аутор је на основу добијених резултата дао препоруку да у оклузалним зонама треба избегавати nanoшење фасетне керамике на надокнадама из разлога могуће појаве израженог хабања код контра тела у додиру.

Из приказаног прегледа литературе јасно се може закључити да механизми хабања, поред микроструктуре и физичких особина различитих керамичких материјала, увелико зависе и од других бројних параметара испитивања, контактне геометрије, завршне обраде, контра тела у додиру, вредности нормалног оптерећења, брзине клизања и услова окружења у којима се триболошка испитивања врше. У Табели 3.6 је представљено сумирање различитих механизма хабања и уочени феномени код различитих стоматолошких безметалних система, који су значајно заступљени у пракси и разматрани у овом прегледу литературе.

Табела 3.6 Преглед триболошке карактеризације различитих керамичких материјала

Литература	Материјал	Услови испитивања	Закључци
Jahanmir S. (1995)	Стакло керамика (<i>Dicor MGC</i>) Завршна обрада: полирање	- Оптерећење: 4.9 N - Дужина клизања: 5 mm - Број циклуса: 500 - Влажност: 52-60 % - куглица-на-равној површ. - Контра тело: Al_2O_3 куглица	- Уочене су бројне микрупукотине дуж контактне површине - На хабање знатно утиче промена микроструктуре
Yu H.Y. (2006)	Фелдспатна керамика (<i>Vita VMK 95</i> и <i>Cerac Vitablocs Mark2</i>) Завршна обрада: полирање	- Оптерећење: 10-40 N - Дужина клизања: 100-500 mm - Број циклуса: 10.000 - Фреквенција: 1-4 Hz - Окружење: суво и вештачка пљувачка - куглица-на-равној површ. - Контра тело: Si_3N_4 куглица	- Механизми хабања: абразија и деламинација - Пораст вредности нормалног оптерећења има велики утицај на хабања

<p>Molla R.A. (2009)</p>	<p>Стакло керамика (K_2O- B_2O_3-Al_2O_3- SiO_2-MgO-F)</p> <p>Завршна обрада: полирање</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Оптерећење: 1 N - Дужина клизања: 100 μm - Број циклуса: 5000, 10.000, 50.000 и 100.000 - Фреквенција: 8 Hz - Окружење: суво и вештачка пљувачка - куглица-на-равној површ. - Контра тело: челична куглица 	<p>Мехнизми хабања:</p> <ul style="list-style-type: none"> - на суво: адхезионо хабање прањено насталим продуктима хабања у самом трагу - са подмазивањем: трибохемијско хабања прањено стварањем трибослојева и појавом микропукотина.
<p>Albashaireh Z.S.M. (2010)</p>	<p>Y-TZP LS2 LEU FGC NFGC</p> <p>Завршна обрада: полирање</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Оптерећење: 49 N - Број циклуса: 300.000 - куглица-на-равној површ. - Контра тело: Y-TZP куглица 	<ul style="list-style-type: none"> - Мехнизми хабања: абразионо хабање и атриција код Y-TZP и LEU, заморно хабање код LS2, FGC и NFGC. - Физичке особине и микроструктура увелико утичу на степен хабања. - Поређењем стакло керамика веће хабање је уочено код FGC и NFGC, у односу на LEU и LS2.
<p>Preis V. (2011)</p>	<p>5 цирконијума 4 фасетне кер. Зубна глеђ</p> <p>Завршне обраде: полирање глазирање</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Оптерећење: 50 N - Дужина клизања: 1 mm - Број термо циклуса: 600 - Фреквенција: 1.6 Hz - Амбијент: 5 °C – 55 °C - Окружење: дестилована вода - пин-на-равној површини куглица-на-равној површ. - Контра тела: зубна глеђ пин, стеатит куглица 	<ul style="list-style-type: none"> - Хабање цирконијума је немерљиво у контакту са контра телима од глеђи и стеатита. - Фасетна керамика показује знатно лошије триболошке карактеристике у односу на цирконијум, али у поређењу са зубном глеђи, знатно боље.
<p>Lin W. (2012)</p>	<p>3Y-TZP IPS Empress Rondo (фасетна) Au-Pd легура Ni-Cr легура</p> <p>Завршна обрада: полирање</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Оптерећење: 4 N - Дужина клизања: 1 mm - Број циклуса: 5.000 - Фреквенција: 2 Hz - Окружење: вештачка пљувачка - куглица-на-равној површ. - Контра тело: зубна глеђ 	<ul style="list-style-type: none"> - Најбоље фрикционе карактеристике су показале легуре Au-Pd и Ni-Cr - Механизам хабања: Абразионо хабање код контактнoг пара глеђ/стакло керамике и фасетне керамике. Фретинг хабање код контактнoг пара глеђ/полирани цирконијум и легура. - Добро исполирана површина цирконијума омогућава одличне фрикционе особине.

<p>Figueiredo-Pina C.G. (2013)</p>	<p>Y-TZP Фасетна керамика Зубна глеђ Завршна обрада: полирање (керамике)</p>	<p>- Оптерећење: 1.96 N - Дужина клизања: 5 mm - Фреквенција: 1 Hz - Број циклуса: 21.600 (6h) - Окружење: кисела течност pH 3.2 - Линерарно наизменични мод (пин-на-равној површини) - Контра тело: пин од глеђи</p>	<p>- Фасетна керамика изазива израженије хабање у односу на пун цирконијум, код глеђи као контра тела. - Хабање површине цирконијума није уочено. - Коеф. трења знатно израженији код фасетне керамике</p>
<p>Lawson N.C. (2014)</p>	<p>IPS e.max Press LAVA Ceramco 3 Зубна глеђ Завршне обраде: брушење, бруш./полирање бруш./глазирање</p>	<p>- Оптерећење: 10 N - Дужина клизања: 2 mm - Број циклуса: 400.000 - Фреквенција: 0.4 Hz - Окружење: глицерин - Контра тело: зубна глеђ</p>	<p>- Цирконијум се знатно мање хаба у односу на литијум дисиликат - Полирана површина као завршна обрада знатно смањује хабање контра тела у додиру (зубне глеђи)</p>
<p>Arsecularatne J.A. (2015)</p>	<p>Леуцит Зубна глеђ Завршне обраде: полирање брушење</p>	<p>- Оптерећење: 2, 5 и 10 N - Дужина клизања: 2 mm - Број циклуса: 2.250 - Фреквенција: 66 циклуса/мин - Окружење: дестилована вода pH 7 на 37 °C - пин-на-равној површини - Контра тела: зубна глеђ и леуцитна керамика</p>	<p>- Механизми хабања: абразионо хабање праћено бочним пукотинама код леуцита у контакту са пином Леуцит/Глеђ. Деламинација се јавља код зубне глеђи, као доминантни механизам хабања када је у контакту са пином од леуцита.</p>
<p>Figueiredo-Pina C.G. (2016)</p>	<p>IPS e.max CAD IPS e.max Ceram Завршна обрада: полирање</p>	<p>- Оптерећење: 1.96 N - Дужина клизања: 3 mm - Фреквенција: 1 Hz - Број циклуса: 21.600 (6h) - Окружење: вештачка пљувачка pH 3 и pH 7 - Линерарно наизменични мод (пин-на-равној површини) - Контра тело: пин од глеђи</p>	<p>- Механизми хабања: трибохемијско хабање праћено формираним трибо слојевима и појаве пукотина. - Хабање је израженије код контактнoг пара фасетна керамика/глеђ. - Вредност μ је знатно већа код фасетне керамике</p>

Задњих година, поред триболошких испитивања, велика пажња се посвећује и механичкој карактеризацији нових безметалних керамичких материјала, у циљу побољшања њихових механичких особина. Механичке особине керамичких материјала увелико зависе од површинске хрпавости и структурне несавршености самог материјала. Порозност има велики утицај на механичке карактеристике керамичких материјала, где са порастом порозности вредности механичких особина знатно опадају [de Jager N. (2000)].

Прегледом литературе уочено је да се неколико студија бавило испитивањем механичких карактеристика литијум дисиликата поступком

микроутискивања, са циљем праћења појаве фрактура и пукотина [Albakry M. (2003), Guazzato M. (2004), Apel E. (2008), Shen J.Z. (2014)]. Резултати су показали да су вредности силе утискивања биле превелике јер су иницирале појаву напрстина у самим отисцима утискивања. У задњих неколико година напретком нових технологија, уочено је неколико студија које су се бавиле испитивањем механичких карактеристика различитих безметалних система поступком наноутискивања [Soares Jr. P.C. (2004), Buchner S. (2011), Alao A.-R. (2014), Alao A.-R. (2014a), Smith C.M. (2014), Alao A.-R. (2015)], где се дошло до значајних експерименталних резултата. Ради лакше прегледности коришћених параметара приликом испитивања као и добијених резултата, у Табели 3.7 је приказан литературни преглед свих занимљивих радова који су се претходних година бавили механичком карактеризацијом различитих безметалних система.

Табела 3.7 Преглед механичке карактеризације различитих керамичких материјала

Литература	Материјал	Услови испитивања	Закључци
Szabo I. (2000)	Стакло керамика на бази лауцита и апатита	- Микротврдоћа - Vickers: 0.392 и 0.784 N - Варирање температуре термичке обраде	Тврдоћа не зависи од промене микрострукуре као последице различите термичке обраде
Turker S.B. (2002)	Фелдспатна керамика	- Микротврдоћа - Vickers: 50 g - Утицај избељивача на промену тврдоће	Агенси избељивања имају велики утицај на опадање вредности тврдоће.
Flanders L.A. (2003)	5 различитих комерцијалних керамика (<i>Corning, Vita Mark II, Empress и Empress II</i>)	- Мерење тврдоће помоћу скреч теста - Утискивачи: Дијамант и WC - брзина клизања 1 mm/s - сила утискивања 10-50 N - различита окружења (ваздух, вода, сони раствор и глицерин)	Тврдоћа и геометрија утискивача имају примарни утицај на скреч и вредности тврдоћа код испитиваних керамика, па затим тек окружење (није значајно умањило настала површинска оштећења).
Albakry M. (2003)	<i>IPS Empress Empress 2</i> и експериментална керамика	- Микротврдоћа - Vickers: 1.5 N - Брзина клизања 0.5 mm/min - Отпорност на лом и тврдоћа	<i>IPS Empress</i> је показа најбоље механичке карактеристике, али добијене вредности друга два материјала су ближе вредностима глеђи тако да су они погоднији за клиничку примену.
Rizkalla A.S. (2004)	Осам различитих комерцијалних керамика на бази стакла и алумине	- Кпоор утискивач, оптерећење од 1.96 до 9.80 N - Брзина клизања 0.5 mm/min - Отпорност на савијање, модул еластичности и тврдоћа	Добијени резултати тврдоћа су потпуно у корелацији са вредностима модула еластичности за све испитиване материјале. Најбоље механичке карактеристике има материјал Vita In-Ceram® alumina core.

Schuh C. (2005)	<i>IPS d.Sign u Vita Omega 900</i> третирани полирањем и глазирањем	- Микротврдоћа - Vickers: 200 g - Време задржавања утискивача 30 s - поређење са зубном глеђи	Резултати механичких испитивања су показали да су добијене вредности знатно веће од вредности зубне глеђи.
Sinmazisik G. (2006)	Шест различитих комерцијалних керамика на бази праха	- Микротврдоћа - Vickers: 500 g - Време задржавања утискивача 20 s - У окружењу дестилисане воде и моделне течности	Уочено је да су тврдоће свих материјала који су припремани уз помоћ моделне течности, веће за 5% у односу на припремљене материјале са дестилисаном водом.
Sakar-Deliormanli A. (2006)	Оксидна керамика Al_2O_3	- Микротврдоћа - Vickers: 9.8 N - Време задржавања утискивача 15 s - Отпорност на лом	Отпорност на лом увелико зависи од саме микроструктуре материјала и зоне контакта на коме се реализује утискивање.
Cesar P.F. (2007)	Пет различитих леуцитних керамика	- Микротврдоћа - Vickers: 1 kg - Време задржавања утискивача 20 s - Отпорност на лом и тврдоћа	Кристална фаза увелико утиче на повећање отпорност на лом код испитиваних материјала. Керамика са малим садржајем леуцитних кристала показују већу теденцију пораста тврдоће након кристалне фазе
Zhang Y. (2008)	Стакло керамика са различитим величинама честица леуцита (0.5, 1.2 и 5 μm)	- Микротврдоћа - Vickers: 9.8 N - Време задржавања утискивача 10 s - отпорност на савијање и лом, као и тврдоћа	Резултати су показали да величина честица леуцита нема значајан утицај на добијене резултате.
Buchner S. (2011)	Литијум дисиликат	- Микротврдоћа - Berkovich: 400 mN - Притиска 7.7 GPa - тврдоћа и модул еластичности	Услед истовременог излагања узорака на повишене притиске и високе температуре термичке обраде, јавља се пораст вредности тврдоће и модула еластичности.
Alao A.-R. (2014)	Цирконијум	- Нанутискивање - Berkovich, 10 mN - Прираштај силе 0.1, 0.5, 1 и 2 mN/s - тврдоћа, крутост и модул еластичности	Аутор је констатовао да прираштај силе има велики утицај на истискивање материјала око самих трагова као и на добијене вредности тврдоће, модула еластичности и крутости.

Smith C.M. (2014)	Литијум дисиликат	- Наноутискивање - Berkovich, силе утискивања 2.5, 5, 7.5 и 10 mN - Брзина утискивача 0.05 nm/s - тврдоћа и модул еластичности	Аутор је представио зависност резултата од феномена „Ефекат величине отиска“, што значи да са порастом силе утискивања вредности тврдоће и модула еластичности опадају.
Alao A.-R. (2015)	Литијум метасиликат	- Наноутискивање - Berkovich, 10 mN - Прираштај силе 0.1, 0.5, 1 и 2 mN/s - тврдоћа и модул еластичности	Аутор је као и код претходне студије, где је испитивао цирконијум, донео исте закључке везане за материјал литијум метасиликат.

На основу свега представљеног у оквиру овог поглавља, може се закључити да је триболошко понашање, како природних тако и вештачких материјала, веома важан клинички проблем са аспекта што бољег разумевања процеса хабања и његовог контролисања. У идеалним условима, степен хабања рестауративних материјала би требао да буде компатибилан са степеном хабања зубне глеђи, који се креће у опсегу 20-40 μm на годишњем нивоу. У супротном, изражено хабање може довести до бројних оралних проблема у виду лошег функционисања жвакања, самог естетског изгледа, смањења квалитета живота пацијената и могућег погоршања општег здравља.

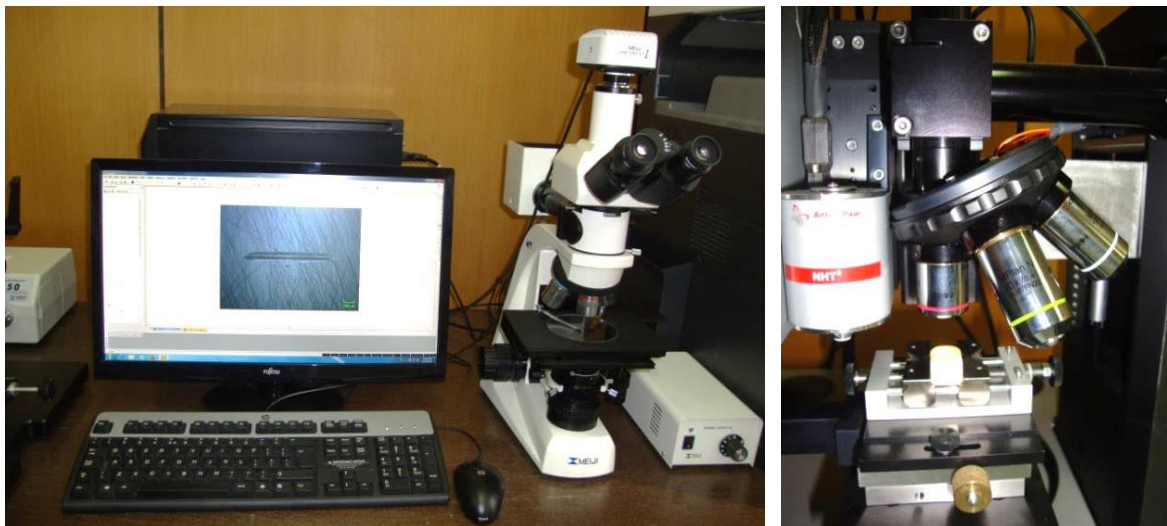
4

МЕРНИ УРЕЂАЈИ ЗА ЕКСПЕРИМЕНТАЛНА ТРИБОЛОШКА ИСПИТИВАЊА

У оквиру овог поглавља биће представљена сва експериментална опрема која се користила за триболошку карактеризацију комерцијалних безметалних керамичких материјала. Триболошким испитивањима, претходила је анализа контактних површина свих узорака третираних различитом завршном обрадом на оптичком микроскопу (ОМ). Уз помоћ микроскопа атомских сила (AFM) измерени су параметри храпавости, 3D топографије и профили храпавости површина материјала, дуж исте референтне дужине. Након тога се приступило мерењу механичких и трибо-механичких карактеристика контактних слојева материјала на уређају за нано утискивање (ННТ) и микро скреч тесту (MST). Механичка карактеризација напредних стоматолошких материјала је од суштинске важности за њихов опис. Резултат механичких испитивања свих припремљених узорака су вредности тврдоће (HV), модула еластичности (E) и максималне дубине утискивања (h_{max}), као и крива зависности силе утискивања од дубине утискивања. Као добијени резултати испитивања трибо-механичких карактеристика код глазираних површина, представљене су вредности критичних оптерећења (L_c), коефицијента трења (μ), дубина продирања (P_d) и дубина услед еластичне релаксације материјала (R_d) при скреч тесту. Триболошка испитивања су изведена на нанотрибометру уз варијацију контактних параметара, на свим припремљеним узорцима и као излазни резултати добијене су вредности коефицијента трења (μ) и степени хабања материјала (W). Настали трагови хабања, као последица директног контакта контактних елемената, измерени су на мерном микроскопу. Даља анализа трагова хабања захтева коришћење раније поменутих оптичких микроскопа, док је за прецизно одређивање механизма хабања коришћена анализа на скенирајућем електронском микроскопу (SEM).

4.1 Оптички микроскопи

За анализу површина свих припремљених узорака, коришћени су оптички микроскопи *MEIJI Techno* и *Anton Paar* (Слика 4.1). Оба микроскопа су компјутерски подржана и опремљена камерама високих резолуција. Микроскопи су опремљени објективима различитих увећања 5 \times , 10 \times , 20 \times , 40 \times , 50 \times и 100 \times . Такође, оба микроскопа поседују филтере и софтверска подешавања која доприносе бољем квалитету приказа испитиваних површина. Пратећи софтвер нуди велики број могућности за обраду и анализу направљених слика.



Слика 4.1 MEIJI Techno металуршки ОМ (лево) и Anton Paar ОМ (десно)

Претходном калибрацијом микроскопа одговарајућем објективу пружа се могућност мерења разних металуршких феномена. Мерења могу бити у погледу линијских и површинских димензија, при чему је могуће извршити мерења површина неправилних облика.

Приказане оптичке микроскопе одликује лакоћа руковања, и оба микроскопа су опремљена са покретним радним столовима који омогућавају померање узорака у правцу X, Y и Z осе.

4.2 Микроскоп атомских сила (AFM)

Микроскоп атомских сила је још давне 1986. године развио Бининг као прву технологију приказа слика у реалном времену за обављање веома прецизних мерења, при силама мањим од $1 \mu\text{N}$ [Binnig G. (1986), Binnig G. (1987)]. AFM је првобитно развијен за приказа 3D слика површина узорака веома високих резолуција. Тек касније, AFM је модификован за триболошке студије и данас је у широкој примени управо због чињенице да је и можда највише допринео развоју области нанотрибологије. Обимне и детаљне информације о AFM микроскопу се могу наћи у књигама Бушана [Bushman V. (1999), Bushan V. (2001), Bushan V. (2004), Bushan V. (2005), Bushan V. (2010)], како са аспекта дизајна, тако и са аспекта појединих експерименталних техника примењених у различитим нано- и микро- триболошким истраживањима.

AFM анализом могуће је вршити истраживања која имају научни и инжењерски значај у виду детаљне карактеризације контактних површина материјала на атомском нивоу. Генерално, AFM се користи за изучавање адхезије, трагова обраде, испитивања трагова хабања насталих током скреч теста или контакта два тела на трибометру, механичких карактеристика, као и граничног подмазивања два чврста тела [Bushman V. (1995), Bushan V. (1999), Bushan V. (2000), Bushan V. (2001), Bushan V. (2004)]. Последњих година AFM је

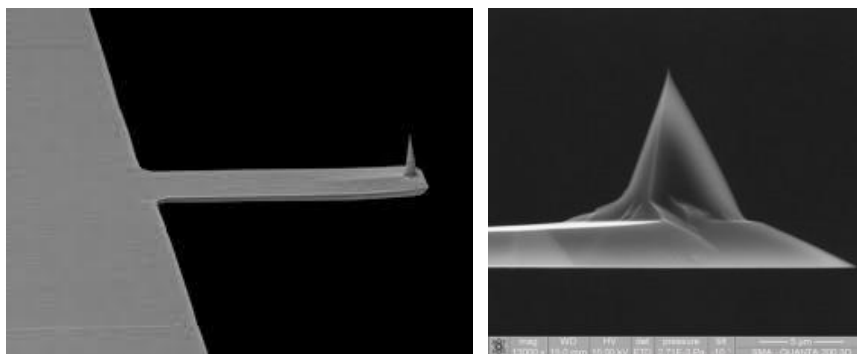
постао незаменљив уређај за мерење параметара храпавости и визуализацију 3D топографије површина, на микро и нано нивоу. AFM има неупоредиво бољу латералну резолуцију у односу на обичан профилометар, међутим максимална мерни опсег површине је лимитиран на $100 \times 100 \mu\text{m}$.

AFM се у суштини састоји од три система који раде као једна целина којом се управља помоћу рачунара користећи принцип повратне спреге:

- Систем за детектовање силе,
- Систем за детектовање извијања конзоле, и
- Систем за позиционирање.

Систем за детектовање силе је део AFM-а који има директну интеракцију са површином скенираног узорка, састоји се од флексибилне конзоле која на свом слободном крају има сензор. Мере се ултра мале силе (мање од 1 nN) које се јављају између површине сензора, који се налази на слободном крају флексибилне конзоле, и површине узорка. Ове ултра мале силе се одређују мерењем померања (савијања и/или увијања) флексибилне конзоле ултра мале масе коришћењем различитих техника мерења. Померања флексибилне конзоле су реда величине стотог дела nm , а силе које се том приликом мере су реда величине десетог дела pN . Да би било могуће вршити тако прецизна мерења, конзоле које се том приликом користи имају крутост реда величине 1 N/m или мање.

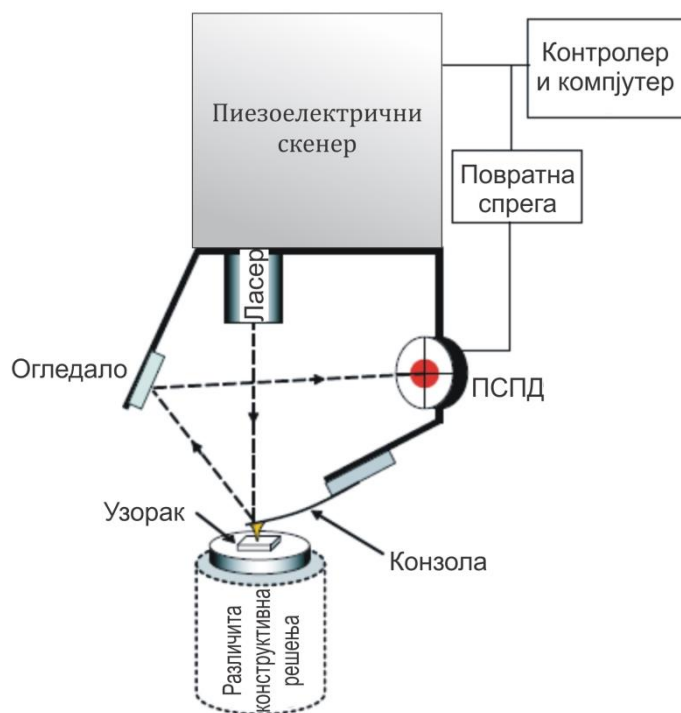
Конзоле су комерцијално доступне и могу се пронаћи у широком опсегу димензија и крутости у зависности од природе мерења (Слика 4.2). Конзола се карактерише нормалном, лонгитудиналном и латералном (торзионом) крутошћу. Материјал, геометрија и превлака конзоле су такође веома битни фактори приликом мерења на AFM-у.



Слика 4.2 Приказ флексибилне конзоле са контактним врхом [NTMDT (2016)]

На Слици 4.3 је приказан принцип рада система за детектовање извијања конзоле. Ласерски сноп се одбија са задње стране конзоле и преко огледала долази до PSPD фото сензора кретања (*Position Sensing Photo Detector*). Померање врха сензора на конзоли изазива промене излазног напона у PSPD-у. Промена излазног напона PSPD-а, преко повратне спреге, узрокује померање целог система за детектовање извијања конзоле који чине ласер, огледало и PSPD. Код другачијих

концепција конструкције AFM-а се не помера цео систем за детектовање извијања конзоле (ласер, огледало, PSPD) већ само тестирани узорак.



Слика 4.3 Илустрација принципа рада система за детектовање извијања конзоле [Palaci I. (2007)]

Позиционирање и фино подешавање релативног положаја сензора на слободном крају конзоле се врши помоћу пиезоелектричног скенера док се груба подешавања положаја врше помоћу корачног мотора када је то могуће. Софтверским путем све време се мери и прати савијање и/или увијање конзоле преко врхова неравна површинске храпавости и на тај начин реконструише топографија површине узорка на веома прецизан начин. AFM омогућава директан 3D приказ топографије површине где слике могу бити приказане дводимензионално или тродимензионално.

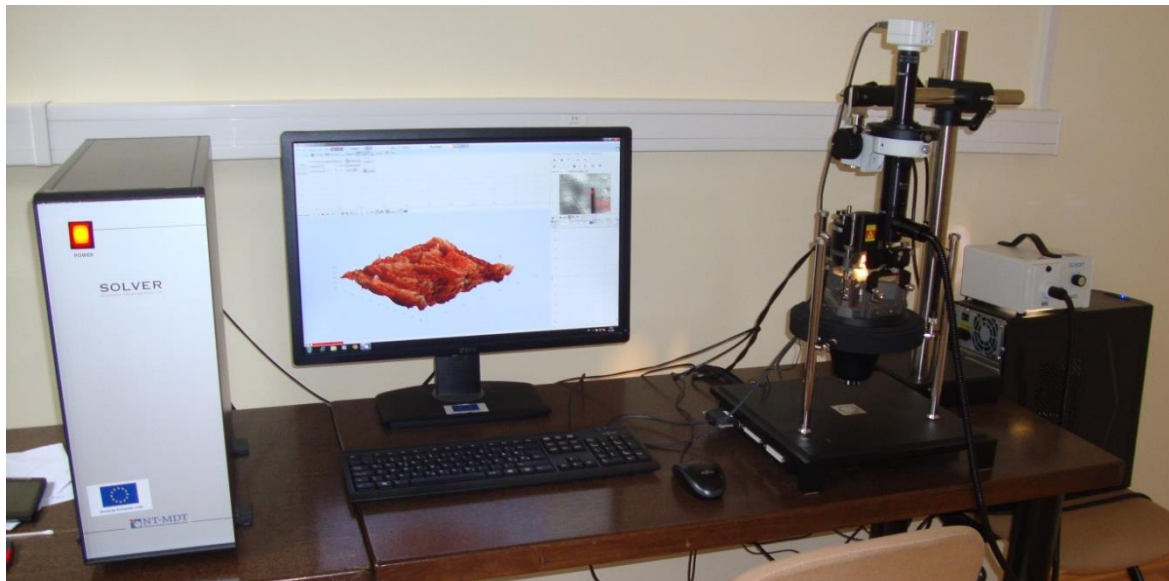
AFM може радити у различитим режимима у зависности од типа мерења (контактно или бесконтактно) или у зависности од површине узорка који се анализира.

Најважнији режими су:

- Режим мерења нормалних сила,
- Режим мерења тангенцијалних сила,
- Модуларни режим.

У оквиру реализације ове докторске дисертације коришћен је AFM уређај *P47H-PRO*, произвођача *NT-MDT*, који се налази у Центру за трибологију на Факултету инжењерских наука Универзитета у Крагујевцу (Слика 4.4). AFM је коришћен за мерење 3D топографије површина и одређивање параметара

храпавости на свим припремљеним узорцима. Такође, уређај је коришћен и за карактеризацију отисака утискивања, насталих приликом мерења механичких карактеристика контактних површина на наноутискивачу.



Слика 4.4 AFM уређај P47H-PRO у Центру за трибологију

Експерименти су рађени у контактном моду на собној температури (23 ± 2 °C). Радијус врха конзоле, који је у директном контакту са испитиваном површином износи 10 nm.

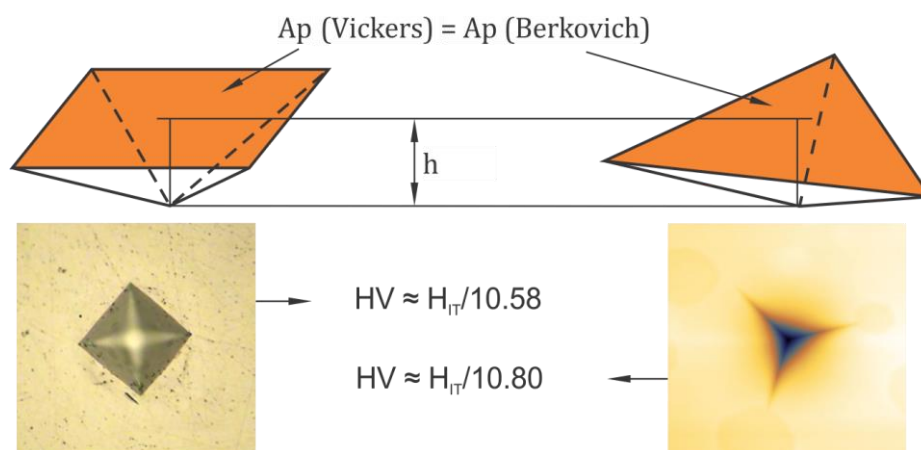
4.3 Уређај за наноутискивање (ННТ)

Механичка карактеризација напредних стоматолошких материјала је од суштинске важности за њихов опис. Постоји велики број развијених уређаја за испитивање механичких карактеристика. Али постоји и неколико битних ограничења која се морају узети у обзир при избору одговарајућег уређаја са аспекта скале (макро-, микро- или нано) и услова тестирања. Поступак утискивања је уобичајен поступак за одређивање механичких карактеристика материјала, из разлога што је поступак једноставан и брз за извођење. Поступком утискивања се може добити велики број информација о механичким карактеристикама материјала, почев од модула еластичности, индукованим напонима, деформационом ојачању, заосталим термичким напонима и поврх свега вредности тврдоће, како хомогених, тако и хетерогених материјала [Dao M. (2001), Swadener J.G. (2002), Bucaille J. (2003), Gouldstone A. (2007)].

Наноутискивање као методе одређивања механичких параметара су у фокусу последњих година. Термин наноутискивање се користи јер су дубине до којих врх утискивача продире у посматрани материјал реда величине неколико нанометара. То је омогућено развојем уређаја за континуално мерење силе утискивања и кретања утискивача током процеса мерења тврдоће. Поступак нано утискивања даје значајне резултате при испитивању малих запремина

материјала, најчешће површинских слојева. Ови резултати су веома значајан податак за касније одређивање триболошких карактеристика контактних слојева материјала. Као излазни резултати оваквог типа мерења, добијају се и дијаграми зависности силе утискивања од максималне дубине утискивања, на основу којих се могу добити вредности механичких карактеристика, као што су тврдоћа и модул еластичности [Oliver W. (1992), Bhushan B. (1999)]. Поступком нано утискивања се такође могу одредити и отпорност на лом различитих танких превлака [Li X. (1998), Li X. (1999)], код којих је немогуће применити мерења стандардног типа. У циљу анализе резултата, у виду добијених отисака при нано утискивању, користи се оптички микроскоп у комбинацији са AFM-ом за одређивање тачних димензија и распореда отисака.

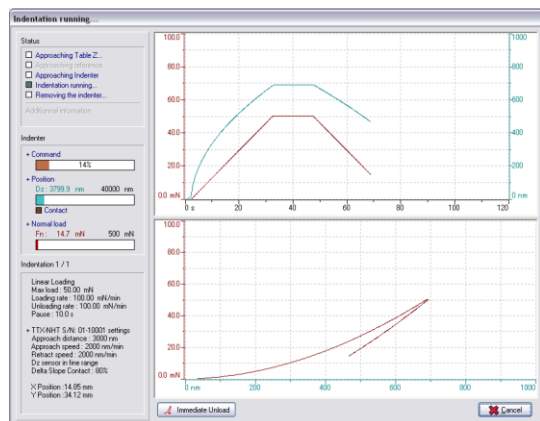
За мерење тврдоће и модула еластичности на нано скали, издваја се *Berkovich*-ева тространа пирамида у односу на четворострану *Vickers*-ову и *Knoop*-ову, из разлога што се код тространих пирамида знатно лакше постиже оштар врх. Тако се може рећи да је *Vickers*-ова метода погодна код примене великих сила утискивања, док је метода заснована на примени *Berkovich*-еве пирамиде погоднија за мала оптерећења. Дијамант је најчешће коришћени материјал од кога се израђују утискивачи из разлога што велика тврдоћа и модул еластичности умањују утицај утискивача на измерене вредности продирања [Bhushan B. (1999)]. Пројектоване површине отисака утискивања (A_p) за исту дубину утискивања, било да се ради о *Vickers*-овој или *Berkovich*-евој пирамиди, су једнаке (Слика 4.5). Такође се може рећи, да је однос између инструменталне тврдоће (H_T) и тврдоће (HV) измерене по *Vickers*-у и *Berkovich*-у приближно једнак.



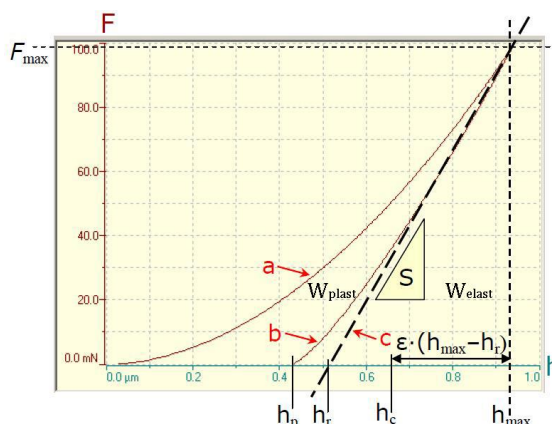
Слика 4.5 Пројектоване површине отисака утискивања код *Vickers*-ове и *Berkovich*-еве пирамиде за исте дубине утискивања

Када се врх утискивача утискује на одређено место на површини материјала, при чему се сила повећава од нуле до задате максималне вредности, јављају се еластичне и пластичне деформације. Када се достигне максимална вредност, оптерећење се смањује до делимичне или комплетне релаксације. Софтвер уређаја омогућава да се у реалном времену прати утискивање утискивача у површински слој материјала, путем дијаграмског приказа (Слика 4.6а). Крајњи резултат је настанак отиска у материјалу, који одговара

геометрији утискивача. Резултујуће криве дају информације о специфичном механичком понашању материјала. Слика 4.6б представља типичну криву зависности силе утискивања од дубине утискивања и карактеристичан приказ еластичних и пластичних деформација током и након самог процеса. Крива утискивања се састоји од фазе оптерећења (крива а) и фазе растерећења (крива б), док испрекидана линија (с) представља тангенту почетног периода фазе растерећења на основу које се одређује вредност контактне крутости.



а)



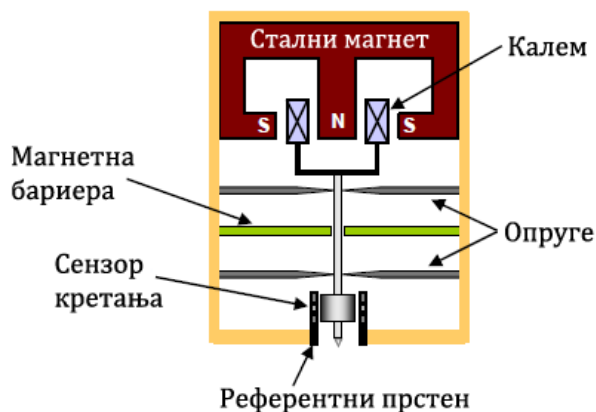
б)

Слика 4.6 а) Дијаграмски приказ праћења утискивања у реалном времену; б) Карактеристичан изглед криве при утискивању (крива сила утискивања/дубина утискивања) са одговарајућим вредностима: F – сила утискивања; F_{\max} – максимална сила утискивања; h_p – дубина отиска након растерећења; h_r – тангентна дубина отиска; h_c – контактна дубина (одговара стварној вредности контакта материјала и утискивача) при максималној вредности силе F_{\max} ; h_{\max} – максимална дубина утискивања; S – контактна крутост; ϵ – геометријска константа; W_{plast} – пластична деформација; W_{elast} – еластична деформација

Одређивање механичких карактеристика површинских слојева материјала у овој докторској дисертацији је извршено на уређају *Nanoindenter & Micro Scratch Tester*-у, произвођача *Anton Paar*-а, који се налази у Центру за трибологију Факултета инжењерских наука у Крагујевцу (Слика 4.7). Утискивач је *Berkovich*-ова правилна тространа дијамантска пирамида. Уређај је у потпуности компјутерски подржан и опремљен оптичким микроскопом са увећањима од 5 \times , 20 \times , 40 \times и 100 \times . Уређај је смештен на антивибрационом столу, који истовремено служи и за нивелацију уређаја. Било какве промене у положају антивибрационог стола праћене су укључивањем компресора за ваздух, који преко ваздушних јастука враћа сто у почетни положај.

Основне мерне карактеристике уређаја су:

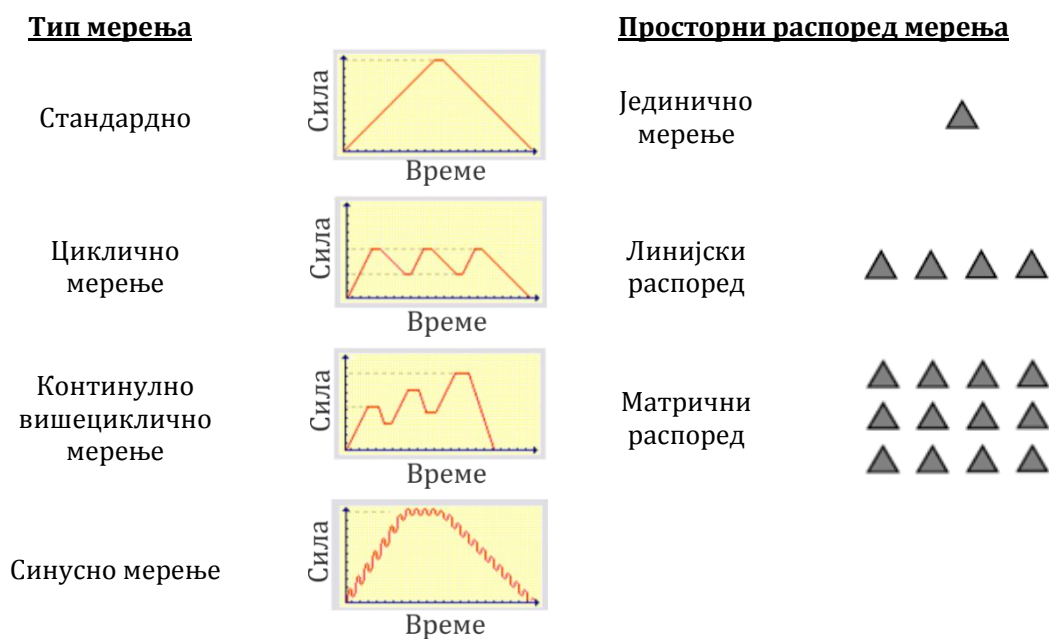
- Максимална сила утискивања: 500 mN,
- Резолуција силе: 0.04 μ N,
- Максимална вредност кретања утискивача: 40 μ m (опционо 200 μ m),
- Резолуција сензора дубине: 0.04 nm,
- Кретање радног стола: XY, 150 x 80 mm.



Слика 4.7 Изглед уређаја Anton Paar Nanoindenter & Micro Scratch Tester и принцип рада

Електромагнетни калем служи за померање утискивача. Сензор кретања, смештен близу врха утискивача, контролише вертикално померање утискивача. Две опруге осигуравају да кретање осовине утискивача увек остане вертикално и да не дође до извијања у току утискивања. Магнетне баријере изолују узорак и врх утискивача од утицаја електромагнетног поља које је створено помоћу калема.

Уређај нуди могућност мерења великог броја параметара и карактеристика површинских слојева материјала. Преко референтног прстена се остварује контакт са површином чије се карактеристике испитују, након тога започиње кретање утискивача. Он омогућава мерење дубине продирања од горње површине узорка, што има низ предности: велика тачност мерења дубине продирања, кратко време мерења, занемарљива термална одступања, заштита зоне мерења од струје ваздуха и акустичних сметњи, заштита мерног пипка (утискивача) од механичких оштећења. На уређају је могуће одређивање вредности тврдоће и модула еластичности при дубинама продирања од свега 15 nm. Мерење ових величина прати конструисање дијаграма зависности тврдоће или модула еластичности од дубине утискивања. Поред ових стандардних мерења могућа су мерења отпорности на лом и испитивања течења материјала и заморна испитивања.



Слика 4.8 Типови и просторни распореди мерења на Наноиндентеру

Мерења се могу конципирати на више начина тако да у потпуности одговарају потребама корисника. Приступачност уређаја се огледа у виду дефинисања протокола испитивања на основу неколико дефинисаних типова испитивања, која се односе на просторни распоред мерења и начин оптерећења утискивача. Сликосит приказ ових типова дат је на Слици 4.8.

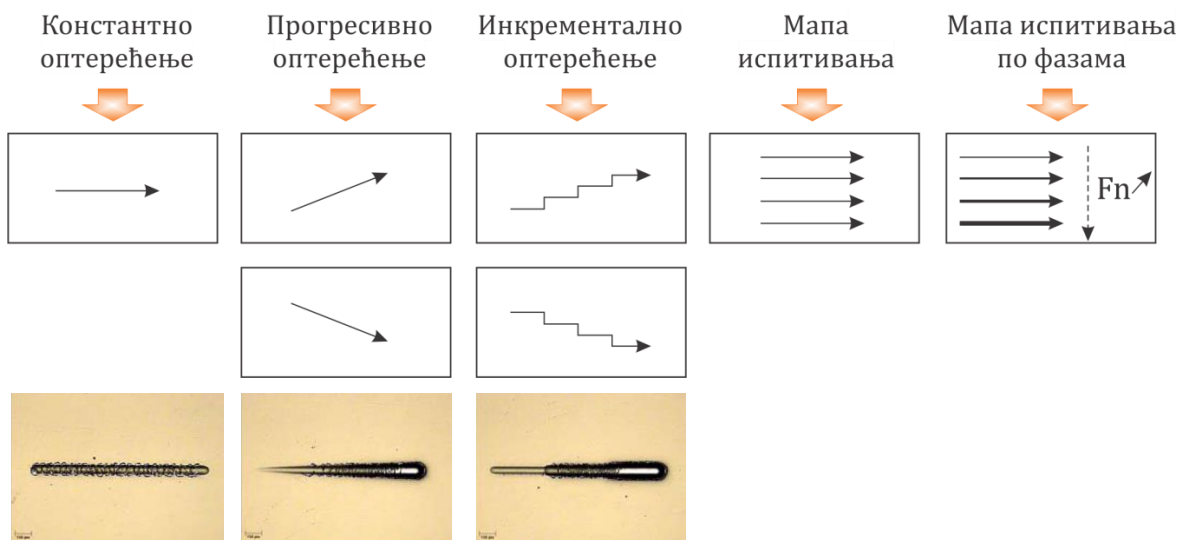
4.4 Микро скреч тестер (MST)

Уређаји за мерење тврдоће на микро/нано нивоу, веома често садрже и модул за скреч испитивање површинског слоја материјала (Слика 4.7). Због присуства акустичног сензора за мерење тангенцијалне силе могу се изводити различите методе мерења отпорности на хабање површинских слојева, и то са континуалним и променљивим (растућим или опадајућим) вредностима оптерећења (Слика 4.9).

Способност скреч теста је да механички окарактерише површински слој материјала који се испитује и да квантификује параметре као што су фрикционе и адхезионе силе. Велику заступљеност има приликом испитивања свих врста танких превлака и филмова (дебљине 0.1 – 30 μm), што га данас чини битним алатом за истраживања, развој и контролу квалитета површинских слојева материјала. Велики број објављених радова из области стоматологије и њој блиских потврђују коришћење скреч теста при бројним триболошким испитивањем различитих биоматеријала [Flandersa L.A. (2003), Fouquet S. (2008), Al-Haik M.S. (2009), Vencel A. (2011), Živić F. (2012), Zheng J. (2013), Palaniappan S. (2013), Borrero-Lopez O. (2015)].

У циљу анализе самог скреч трага, користи се комбинација оптичког микроскопа и AFM-а. Уз помоћ њих се могу добити веома корисне информације

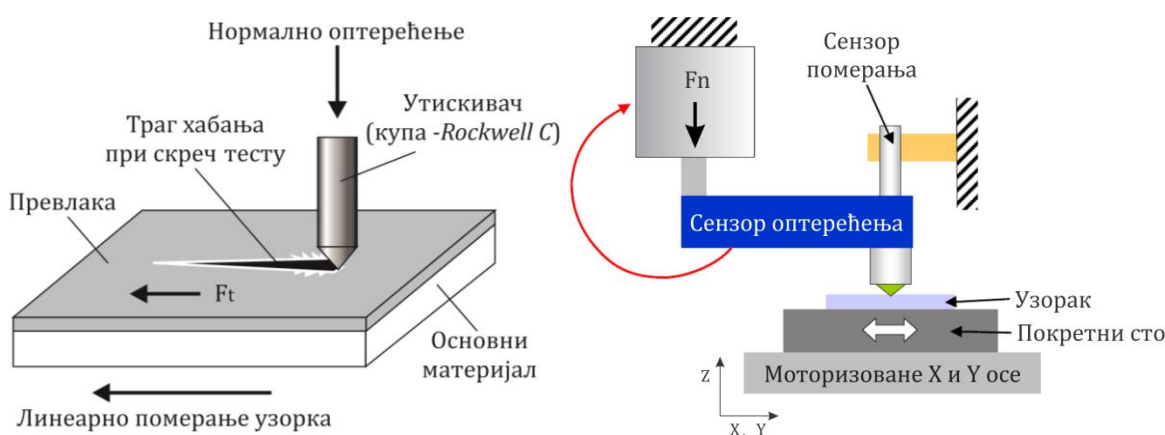
о деформацијама или ломовима насталих услед продирања утискивача у површину чије се карактеристике одређују, при релативном кретању.



Слика 4.9 Различите методе рада скреч уређаја

Основне мерне карактеристике скреч уређаја су:

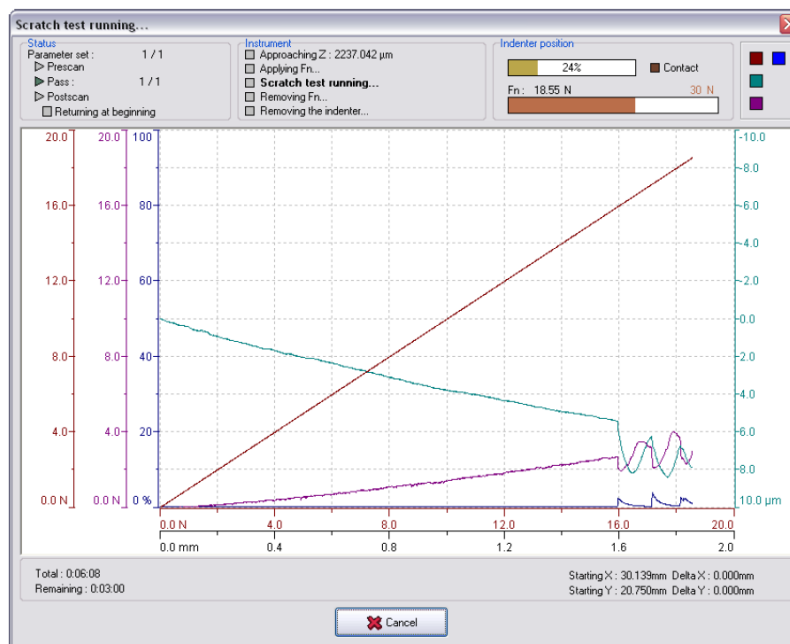
- Опсег сила: 0.01 до 30 N,
- Резолуција силе: 0.3 mN,
- Максимална дубина продирања: 500 μm ,
- Резолуција сензора дубине: 0.3 nm,
- Кретање радног стола: XY, 120 x 20 mm,
- Брзина скреча: 0.4 до 600 mm/min,
- Максимална величина узорка 300 mm.



Слика 4.10 Шематски приказ скреч теста и принцип рада

Принцип рада микро скреч уређаја је дат на Слици 4.10. Врх утискивача (*Rockwell C* дијамнтска купа, радијуса врха 100 μm) прелази преко површинског слоја материјала константним или прогресивним оптерећењем, у зависности од дефинисаног протокола у самом софтверу. Узорак је фиксиран у носачу који се

налази на антивибрационом столу и креће се константном брзином, по X и Y осима. Током испитивања детектују се нормална сила, дубина продирања утискивача, акустична емисија и сила трења. Детектор акустичног сигнала се поставља изнад дијамантске игле и региструје вибрације које настају при појави оштећења. Поред акустичног сензора, скреч тест уређај има и даваче који региструју силу трења. Софтвер има могућност да даје дијаграмски приказ резултата мерења у реалном времену (Слика 4.11).



Слика 4.11 Софтверски приказ резултата мерења скреч теста у реалном времену

При кретању утискивача по узорку долази до стварања различитих оштећења у зависности од величине примењене силе. Најмања вредност нормалне силе (F_n) која доводи до појаве оштећења назива се критичном силом и означава са L_c . Најчешће се детектују три вредности критичне силе (Слика 4.12):

- L_{c1} - представља величину оптерећења при коме се појављују прва оштећења (пукотине) у превлаци, углавном је реч о попречним пукотинама дуж бочних страна створених бразди;
- L_{c2} - представља силу при којој долази до појаве почетног одвајања превлаке;
- L_{c3} - представља силу при којој долази до потпуног одвајања превлаке са основног материјала (тотална деламинација).

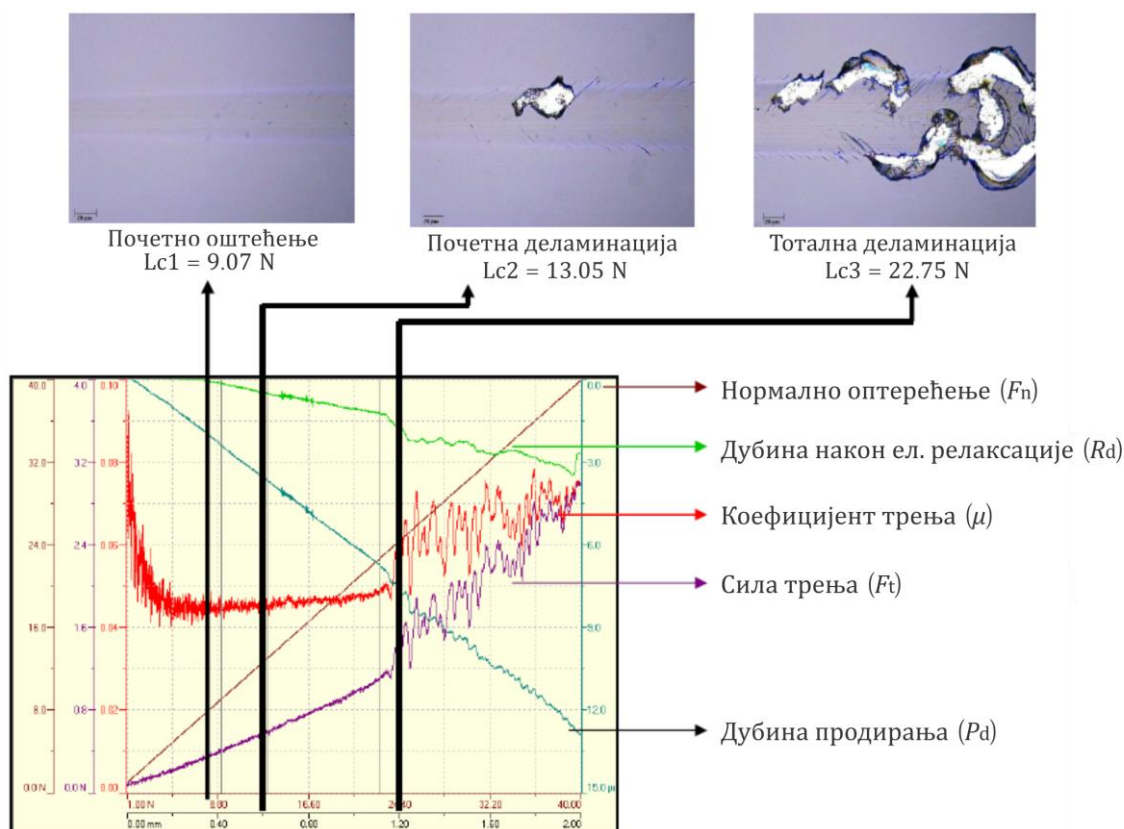
Вредност критичне силе може се одредити:

- микроскопским посматрањем узорка,
- на основу варијације сигнала акустичне емисије,
- на основу варијације силе трења и
- на основу варијације дубине продирања игле за испитивање.

Појава акустичних сигнала означава почетак кохезионих пукотина између зрна и стубића превлаке ($Lc1$). Почетак адхезионог отказа (деламинације) се региструје интензивнијим акустичним одзивом. Оптерећење, којим у том тренутку утискивач делује на превлаку, означава критичну силу ($Lc2$) која карактерише адхезиону чврстоћу превлаке и основног материјала.

Боља слика о вредности адхезије добија се комбинованим начином одређивања критичне силе. Комбинација микроскопског посматрања трага хабања и одзива добијених акустичним и сензорима за трење, повећава прецизност одређивања тренутка адхезионог отказа филма.

На Слици 4.12 је приказан пример добијених резултата методом скреч теста. Сlike истовремено представљају и пример одређивања вредности критичних сила, помоћу оптичког микроскопа и дијаграмске промене детектованих вредности акустичне емисије и силе трења од примењене нормалне силе.

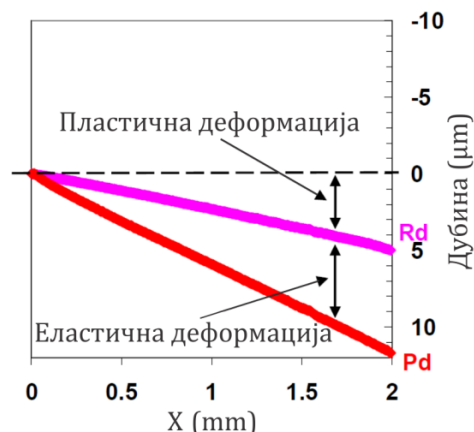


Слика 4.12 Дијаграмски приказ добијених резултата на скреч уређају

Након мерења, софтвер уређаја даје дијаграмски приказ добијених резултата у виду силе трења (F_t), коефицијента трења (μ), дубине продирања (P_d) и дубине услед еластичне релаксације материјала (R_d). Наведени параметри, заједно са акустичном емисијом, чине јединствену карактеризацију структуре површинског слоја испитиваног материјала или превлаке.

Уређај има могућност да пре самог испитивања изврши мерење површинске храпавости места (*Pre-Scan*) на коме ће се јавити скреч траг и анализу површинске храпавости у самом скреч трагу након теста (*Post-Scan*).

Анализе храпавости се врше из разлога како би се избегле евентуалне грешке приликом одређивања дубине продирања, као једног од битних параметара за одређивање трибо-механичких карактеристика површинских слојева материјала.

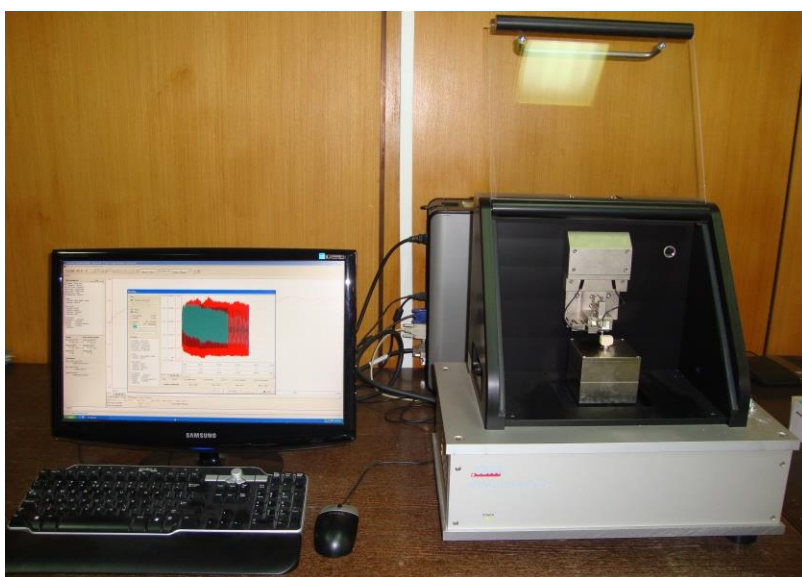


Слика 4.13 Дубина продирања у зависности од еластичне/пластичне деформације материјала

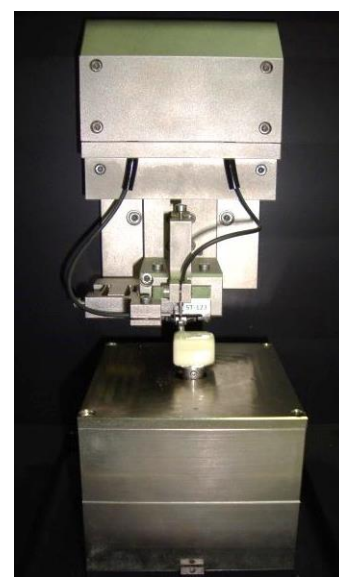
Извођење поменутих анализа храпавости се врши при нормалном оптерећењу од 0.01 N. Добијени резултати обе анализе су погодни за одређивање еластичне релаксације самог материјала у односу на дубину продирања *Rockwell*-ове купе у површински слој материјала (Слика 4.13).

4.5 Нанотрибометар

Испитивања триболошких карактеристика напредних стоматолошких материјала, на бази керамике, су моделског типа и обављена су на компјутерски подржаном нанотрибометру, *CSM* произвођача, који се налази у Центру за трибологију Факултета инжењерских наука у Крагујевцу (Слика 4.14а).



а)

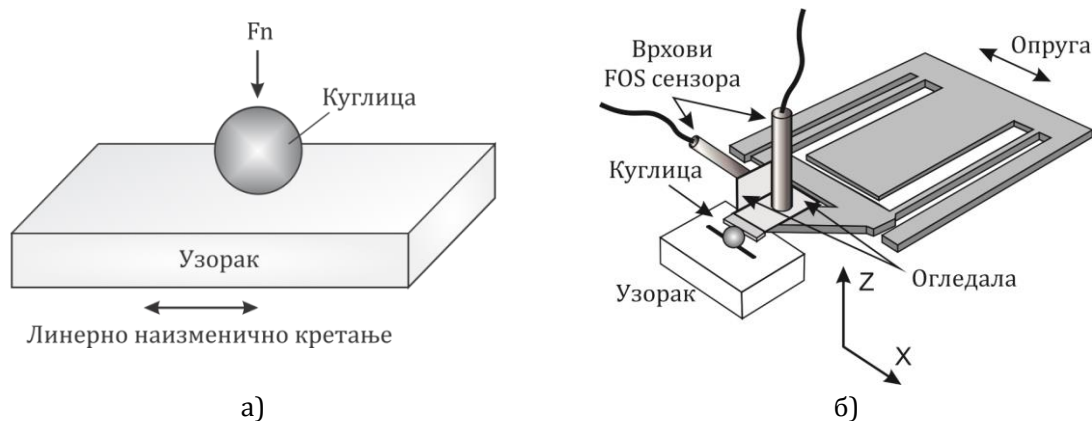


б)

Слика 4.14 а) *CSM* нанотрибометар; б) Линеарни наизменични модул

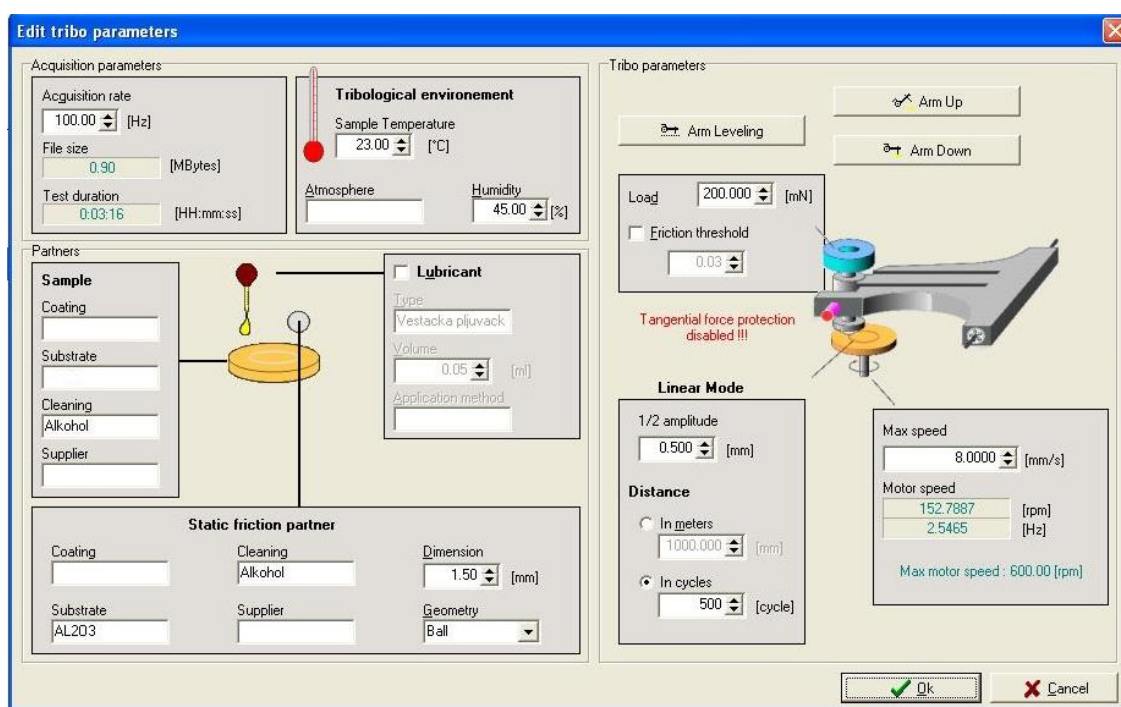
Примена нанотрибометра у овој и многим другим областима је све већа што потврђује велики број радова који се заснивају на резултатима добијеним баш на овом уређају [Živić F. (2011a), Stempflé P. (2012), Vencel A. (2013), Živić F. (2013), Yan J. (2014), Singh R.K. (2015)]. Контактна геометрија овог уређаја може бити куглица-на-равној површини (*ball-on-plate*, Слика 4.15а) и пин-на-равној површини (*pin-on-plate*). Сам трибометар, својом конструкцијом нуди могућност рада са једним од два могућа модула: линеарни наизменични модул (линеарно наизменично кретање по дужини у распону од 10 – 1000 μm), приказан на Сlici 4.14б и ротациони модул (са распоном радијуса од 30 μm – 10 mm). Линеарни наизменични модул користи се за симулацију већег броја реалних врста кретања.

Вредности нормалног оптерећења које овај трибометар подржава крећу се у границама од 50 μN до 1 N са резолуцијом од 1 μN . Такође, веома велика осетљивост у раду овог трибометра се огледа и приликом аквизиције силе трења, као основне карактеристике овог уређаја, при чему је опсег силе трења од 10 μN до 1 N са прецизношћу од 1 μN . Контакта између куглице и равне површине узорка се остварује тачно дефинисаном силом. Нанотрибометар има могућност прецизног мерења дубине продирања куглице у реалном времену, у материјал који се испитује. Дубина продирања може бити до 100 μm , са прецизношћу од 20 nm. Уређај такође користи одговарајући софтвер за аквизицију, обраду и приказ података.

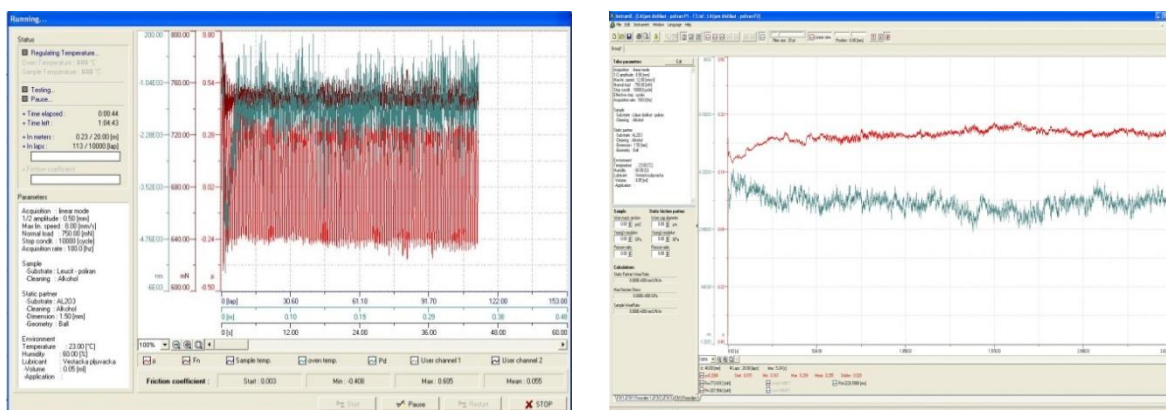


Мерни елемент нанотрибометра је конзола са тачно пројектованом тангенцијалном силом (F_t) и нормалном крутости (F_n). Конзола је монтирана директно на мерној глави уређаја и може се скидати, а повезана је са два оптичка FOS сензора (*fiberoptic sensors*) за мерење нормалног и бочног одступања (Слика 4.15б). Пре сваког теста, неопходно је калибрисати сваки FOS сензор. Два осетљива оптичка огледала, постављена близу главе конзоле (на X и Z осу), мере осцилације конзоле током клизања куглице по површинском слоју узорка, који се креће линеарно наизменично. Примљени сигнали се конвертују у електричне сигнале помоћу оптичко-електронских претварача. Коефицијент трења се одређује мерењем померања еластичног дела конзоле у оба правца, у хоризонталној и вертикалној равни, помоћу два FOS сензора.

Два тела у контакту (куглица и површина узорка) се доводе путем софтверског управљања, потпуно аутоматски. Величине нормалне силе, брзине клизања и дужина путање задају се такође софтверским путем. Софтвер садржи комплетан сет опција за подешавање улазних параметара (Слика 4.16). Аутоматски прикупља следеће податке током триболошког теста: број циклуса, дужину пређеног пута [m], вредност нормалне силе и силе трења [mN], коефицијент трења и дубину продирања. Током трајања теста, софтвер даје приказ нормалне силе, коефицијента трења и дубине продирања у реалном времену, као функције пређеног пута, броја циклуса и времена (Слика 4.17). Софтвер има и могућност филтрирања сигнала и аутоматског израчунавања вредности коефицијента трења. На крају теста, софтвер нанотрибометра може аутоматски генерисати извештај резултата у форми .pdf фајла, при чему се представљају криве коефицијента трења, силе трења и дубине продирања.



Слика 4.16 Приказ подешавање улазних параметара у софтверу нанотрибометра



а)

б)

Слика 4.17 а) Изглед приказивања вредности у реалном времену; б) изглед филтрираног сигнала након завршеног теста

Испитивања се могу вршити у условима са подмазивањем и без подмазивања, при чему се подмазивање врши наношењем мазива микропипетом на саму контактну површину која се испитује. Контролисани испитни параметри као што су брзина, фреквенција и контактни притисак, време трајања и услови испитивања (температура, влажност и мазиво) помажу да се веома прецизно симулирају реални експлоатациони услови при којима настаје хабање контактних елемената.

4.6 Скенирајући електронски микроскоп (SEM)

SEM микроскоп припада групи електронских микроскопа који за снимање површине узорака користи рефлектоване електроне. Електрони врше интеракцију са атомима, производећи при томе сигнале који садрже информације о топографији површине, морфологији, хемијском саставу и осталим особинама као што је проводност [Yao N. (2005), Goodhew P.J. (2001)]. Оштрина слике зависи од јачине сигнала са узорка (енергија секундарних електрона). SEM микроскоп даје врло високу резолуцију слике откривајући детаље и мање од 1 nm. Због уско фокусираног зрака електрона, SEM фотографије имају реалан приказ површине дајући 3D изглед сликама, што је веома корисно за разумевање структуре посматраног материјала. Сlike добијене SEM анализом су углавном слике секундарних електрона (SE) и повратног зрака рефлектованих електрона (BSE). SEM располаже широким спектром увећања од 5× до више од 500.000× (око 250 пута веће од границе увећања код обичних OM).

Један од главних циљева триболошких испитивања је одређивање механизма хабања на испитиваним материјалима. Познавањем механизма хабања, добијају се информације о понашању трибомеханичког система, односно добијају се информације које се односе на токове енергије и материјала у систему. Уређајима као што су SEM и EDS (енерго-дисперзивна спектрографија), се на најпоузданији начин могу одредити доминантни механизми хабања као и хемијски састави контактних слојева.

На Слици 4.18 је представљен SEM-EDS уређај (*JEOL JSM-6610 LV*) који је коришћен за анализу трагова хабања комерцијалних денталних материјала у овој докторској дисертацији. Уређај се налази на Рударско-геолошком факултету, Универзитета у Београду.

Овај скенирајући електронски микроскоп постиже високу резолуцију слике са увећањима до 100 000×, може да ради у условима ниског и високог вакуума, а као извор електрона (катоде) користи волфрамско влакно или кристал LaB₆. Поред детектора за секундарне електроне (SE) и повратно расуте електроне (BSE), којим су опремљени углавном сви електронски микроскопи, овај микроскоп је опремљен и савременим енергетско-дисперзивним спектрометром (EDS), као и детектором за катодолуминесценцију (CL). Лабораторија поседује и систем за напаривање узорака златом и угљеником, што је неопходно када су у питању испитивања материјала у виду праха.



Слика 4.18 Скенирајући електронски микроскоп JEOL JSM-6610 LV

Основне карактеристике скенирајућег електронског микроскопа „JEOL JSM-6610 LV“ [SEMLAB (2011)]:

Увећање:

5 – 300 000x

Електронски топ:

Извор електрона: волфрамско влакно, кристал LaB₆

Напон: 0.3 – 30 kV

Вакуум систем

Ротациона пумпа + турбомолекуларна пумпа (укључене у основну конфигурацију микроскопа)

Јонска пумпа (користи се за LaB₆)

Ротациона пумпа за рад у ниском вакууму (10 – 270 Pa)

Детектори

SE детектор; BSE детектор; CL детектор

EDS детектор (*X: Max Large Area Analytical Silicon Drift Connected with INCA Energy 350 Microanalysis System*); детекција елемената $Z \geq 5$; граница детекције ~ 0.1 мас.%, резолуција 126 eV

Комора за узорке

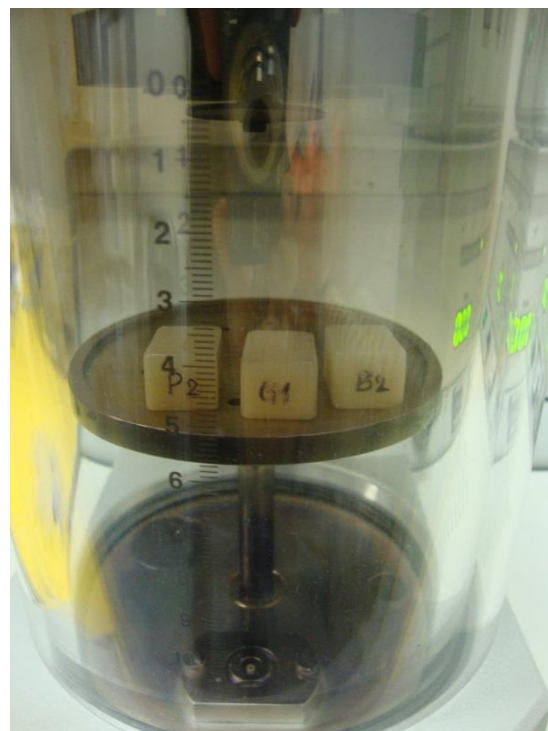
Померање узорка: 5-оса (X, Y, Z, T – нагиб, R – ротација)

Максимална величина узорка: 20 cm (ширина), 8 cm (висина) и 1 kg (тежина).

Претходно описана опрема служи за испитивање свих чврстих материјала. Нема ограничења у погледу облика узорка за испитивање и минималне димензије узорка (нпр. узорак може бити честица праха). С обзиром да се анализа материјала врши под електронским снопом, потребно је да је испитивани материјал електропроводан. Како већина материјала слабо проводи или не проводи струју, узорак је потребно претходно напарити, тј. прекрити танким слојем (15-25 nm) електропроводног материјала (Слика 4.19а).



а)



б)



в)



г)

Слика 4.19 а) Изглед уређаја за напаривање; б) узорци пресвучени превлаком угљеника; в) постављање проводних трака на напарене узорке; г) смештање носача у вакуумску комору

Сви узорци који су испитивани у оквиру ове докторске дисертације, су прекривени угљеником (Слика 4.19б). Прекривање узорака угљеником се углавном користи за полиране површине, када готово не постоји морфологија

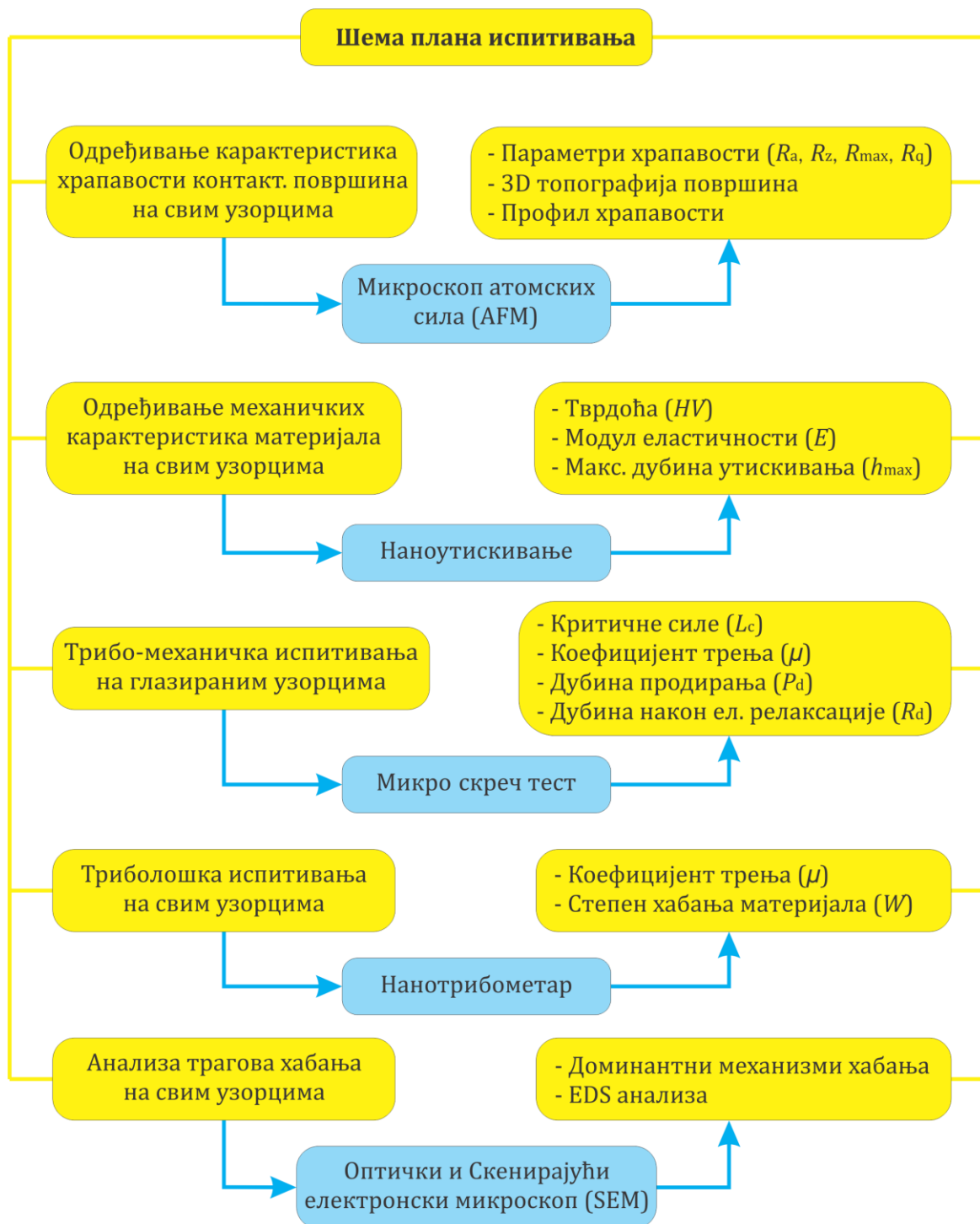
узорака, а испитивање има за циљ хемијску анализу. Предност угљеника у односу на злато током хемијске анализе је у томе што угљеник има само један пик, мање подиже основну линију и тиме је мања могућност да се преклопи са пиковима неког елемента у анализираном материјалу.

Сви узорци пре SEM анализе су најпре очишћени од површинских нечистоћа, потапањем у етанол. Неколико минута су држани у ултразвучној кадици а затим сушени под лампом. Након чишћења узорци не смеју да се додирују рукама, већ је обавезно коришћење заштитних рукавица. Чишћење узорака је неопходно како не би дошло до контаминације микроскопа замашћеним површинама или честицама прљавштине са узорка, с обзиром да микроскоп ради у високом вакууму који може да усиса невезане честице или да узрокује евапорацију (испаривање) масти.

Поред тога што узорци морају бити чисти, морају бити проводни и уземљени (Слика 4.19в). Тек након тога што се испоштује сва процедура око припреме и чишћења, узорци се смештају у вакуумску комору SEM-EDS уређају за испитивање, Слика 4.19г.

4.7 План испитивања

Основни циљ ове докторске дисертације јесте триболошка карактеризација комерцијалних безметалних керамичких материјала на микро/нано нивоу и прописивање методологије за сва будућа истраживања сличног типа. Губитак зуба и прекомерно хабање зубне глеђи данас је велики и трајан проблем готово сваког човека. Из тог разлога, проучавање трења и хабања већ дужи низ година је од изузетног значаја у стоматологији, тако да се данас у свету велика пажња поклања триболошким истраживањима.



Слика 4.20 Глобална шема плана испитивања

На Слици 4.20 је приказана глобална шема плана испитивања на лабораторијским уређајима, који су детаљно описани у овом поглављу. На основу експерименталних трибометријских и других истраживања, доћи ће се до оригиналних резултата потребних за дефинисање природе триболошког понашања испитиваних комерцијалних материјала у функцији више варираних контактних параметара, брзине релативног кретања и контактеног оптерећења.

Свим испитивањима је претходило чишћење узорака у ултразвучној кадици, а пре самог испитивања површина је додатно очишћена 70 % алкохолом. Испитивања су изведена на комерцијалним естетским материјалима представљеним у претходном поглављу.

4.7.1 Одређивање карактеристика храпавости

На AFM уређају (Слика 4.4) су одређена експериментална мерења карактеристика храпавости контактних површина свих узорака, у циљу добијања резултата у виду:

1. 3D топографија површина,
2. Профила храпавости, и
3. Одабраних параметара храпавости:
 - R_a - Средње аритметичко одступање профила храпавости од средње линије профила на дужини оцењивања,
 - R_z - Средња висина профила на дужини оцењивања,
 - R_{max} - Максимална висина профила на дужини оцењивања,
 - R_q - Средње квадратно одступање профила на дужини оцењивања.

Површинска храпавост на свим узорцима је мерена дуж исте референтне дужине. Опсег мерења на свим узорцима је $100 \times 100 \mu\text{m}$. Добијени резултати 3D топографија и профила храпавости, свих узорака третираних различитом завршном обрадом, су представљени у виду 3D слика високих резолуција. Принцип рада AFM уређаја је детаљно описан у тачки 4.2.

4.7.2 Одређивање механичких карактеристика

Поступак одређивања механичких карактеристика материјала је изведен на свим узорцима, применом уређаја за нано утискивање произвођача *Anton Paar*-а (Слика 4.7). Испитивањем добијене су вредности:

1. Тврдоћа (HV), изражена *Vickers*-овом методом,
2. Модула еластичности (E),
3. Максималне дубине утискивања (h_{max}).

Такође, у резултатима су приказане и криве зависности силе утискивања од дубине продирања утискивача.

Као утискивач коришћена је *Berkovich*-ева тространа пирамида, уз варирање различитих вредности нормалних оптерећења: 50, 100, 200 и 400 mN. Сваки тест је поновљен 3 пута јер је експеримент организован у виду матрице 3x4. Међусобно растојање између отисака је 30 μm , што је у складу са препорукама да међусобно растојање између отисака буде најмање 2-2.5 пута од пречника/дијагонале отиска, како би се спречио утицај деформационог ојачања у зонама око отиска [Majstorović A. (1988), Đorđević V. (1998)]. Брзине оптерећења и растерећења утискивача се разликују у зависности од деловања нормалног оптерећења: 100 mN/min за силу утискивања од 50 mN, 200 mN/min за силу од 100 mN, 400 mN/min за силу од 200 mN и 800 mN/min за силу оптерећења од 400 mN. Сви материјали су испитивани у идентичним условима. Време задржавања утискивача при максималној сили утискивања је 10 секунди. Уколико би вредност задржавања била сувише мала, јавиле би се грешке мерења и неправилни облици дијаграма утискивања. У случају предугог задржавања максималног оптерећења дошло би до течења материјала [Song M. (2013)].

4.7.3 Трибо-механичка испитивања

За одређивање трибо-механичких карактеристика глазираних узорака, коришћен је *Anton Paar* микро скреч тестер (Слика 4.7). Уређај је детаљно описан у овом поглављу, тачка 4.4. Опште је познато да се скреч испитивање користи за анализу свих врста танких превлака и филмова. У естетској стоматологији намена глазури, као вида превлаке, је да смањи порозност и површинску хрпавост самог материјала и побољша естетски изглед надокнаде у виду естетског сјаја [Cheung K.C. (2002), Aksoy G. (2006), Mehulic K. (2010), Štefančić S. (2013)]. Оно што је битно и мора се нагласити да глазура својим присуством на површинском слоју керамике не побољшава чврстоћу самог материјала [Asai T. (2010)]. Циљ овог испитивања је да се испита отпорност на хабање глазираних површина свих узорака (литијум дисиликат, леуцит, цирконијум и фасетна керамика), да се одреди дебљина глазури и квантификују фриктционе карактеристике глазираног слоја. Добијени резултати су представљени у виду вредности:

1. Критичних сила (L_c),
2. Коефицијента трења (μ),
3. Дубине продирања (P_d), и
4. Дубине након еластичне релаксације материјала (R_d).

Као утискивач коришћена је *Rockwell*-ова *C* дијамнтска купа, радијуса врха 100 μm . Сва испитивања су рађена при прогресивном оптерећењу од 0.03 до 30 N, што значи да вредност нормалне силе расте са променом времена. Брзина

кретања узорка, који је фиксиран у носачу на радном столу, је константна и износи 3 mm/min. Дефинисана дужина скреч трага је 3 mm.

4.7.4 Триболошка испитивања

Експериментална триболошка испитивања су реализована на савременом CSM нанотрибометру (Слика 4.14), коришћењем линеарног наизменичног модула. Контактна геометрија овог уређаја је куглица-на-равној површини (*ball-on-plate*). Као контра тело, коришћена је комерцијална куглица Al_2O_3 пречника 1.5 mm. Опште је познато да алумина има ултра високу тврдоћу по Mohs-овој скали 9 [Mukherjee S. (2012)], одмах иза дијаманта, и одличну отпорност на хабање. Испитивања су вршена у условима подмазивања вештачком пљувачком уз варирање три нивоа брзине клизања (4 mm/s, 8 mm/s и 12 mm/s) и четири нивоа нормалног контактнег оптерећења (0.25 N, 0.5 N, 0.75 N и 1 N). Трајање сваког теста је било 10.000 циклуса (укупан пређени пут од 20 m), при чему се један циклус састоји од две пуне амплитуде дужине клизања на уређају (пола амплитуде: 0.5 mm; пуна амплитуда: 1 mm; 1 циклус: 2 mm). Сваки експеримент је поновљен три пута, како би се уочила поновљивост резултата која је била задовољавајућа. У Табели 4.1 представљен је детаљан план триболошких испитивања на нанотрибометру. Добијени резултати испитивања су представљени у виду:

1. Вредности коефицијената трења (μ), и
2. Степен хабања (W), добијених преко геометријских калкулација по ASTM G133-05 стандарду [ASTM Standard G133-05 (2005), Sharma S. (2013)].

4.7.5 Анализа механизма хабања на основу SEM микроскопије и EDS спектроскопије

Овај део експерименталног испитивања је подразумевао анализу трагова хабања на SEM микроскопу у циљу одређивања доминантног механизма хабања, као и анализу хемијског састава контактних слојева испитиваних узорака помоћу EDS спектроскопије. Хабање површинског слоја материјала је мерено преко просечне површине трага хабања, софтверским путем, на основу добијених оптичких слика трагова хабања. Запремина трагова хабања као и степен хабања су рачунати за сваки тест, према ASTM G133-05 стандарду, после укупног пређеног пута од 20 m. Степен хабања (W) рачунат је на основу једначине $W = V/s$, где је V – похабана запремина материјала [mm^3], а s – пређени пут [m]. Вредности степена хабања (W) изражене су у [mm^3/m], односно као изгубљена запремина [mm^3] по јединици пређеног пута [m]. Похабана запремина површине узорка, рачуната је преко просечне површине трага хабања и познатих геометријских образаца, уз претпоставку да похабана запремина одговара равном сегменту куглице Al_2O_3 , пречника 1.5 mm.

Табела 4.1 План триболошких испитивања на нанотрибометру

Услови испитивања		Са подмазивањем (вештачка пљувачка)																								
Број циклуса		10.000 циклуса (20 m)																								
Брзина клизања, v , mm/s		$v_1 = 4$ mm/s								$v_2 = 8$ mm/s								$v_3 = 12$ mm/s								
Нормална сила, F_n , N		0.25 N		0.5 N		0.75 N		1 N		0.25 N		0.5 N		0.75 N		1 N		0.25 N		0.5 N		0.75 N		1 N		
Коефицијент трења, μ Дужина трага хабања, l , μm		μ	l	μ	l	μ	l	μ	l	μ	l	μ	l	μ	l	μ	l	μ	l	μ	l	μ	l	μ	l	
Литијум дисиликат - <i>IPS e.max CAD</i>		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	
Завршне обраде		Полирање		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	
		Глазирање		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
		Брушење		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
Леуцит - <i>IPS Empress CAD</i>		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	
Завршне обраде		Полирање		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	
		Глазирање		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
		Брушење		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
Фасетна - <i>IPS e.max Ceram</i>		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	
Завршне обраде		Полирање		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
		Глазирање		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
		Брушење		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
Цирконијум - <i>IPS e.max ZirCAD</i>		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	
Завршне обраде		Полирање		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
		Глазирање		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
		Брушење		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•

5

РЕЗУЛТАТИ ИСПИТИВАЊА И ЊИХОВА АНАЛИЗА

У оквиру овог поглавља, представљена је детаљна процедура припреме узорака различитим завршним обрадама, као и приказ свих добијених резултата експерименталних испитивања комерцијалних керамичких материјала (*IPS e.max CAD, IPS Empress CAD, IPS e.max Ceram, IPS e.max ZirCAD*). Резултати и њихова анализа су представљени оним редом којим су испитивања вршена.

Пре самог експеримента, приступило се припреми узорака применом три различите завршне обраде које се често јављају у пракси: полирање, глазирање и брушење. Након тога, обављена су пробна триболошка испитивања на поменутих материјалима у циљу одређивања параметара контакта, односно брзине клизања и нормалног оптерећења. Сва испитивања су рађена на собној температури и уз присуство комерцијалне вештачке пљувачке. Контактна геометрија је унапред дефинисана контактним елементима нанотрибометра (куглица-по-равној-површини), у складу са стандардом ASTM G133-05.

Експериментална испитивања свих припремљених узорака, третираних различитим завршним обрадама, реализована су у неколико фаза према унапред израђеном плану експеримента који је детаљно представљен у претходном Поглављу 4. Триболошким испитивањима претходила је АФМ анализа, где су измерени параметри хрпавости, 3D топографије и профили хрпавости свих контактних површина материјала, дуж исте референтне дужине. Након тога се приступило мерењу механичких и трибо-механичких карактеристика контактних слојева материјала на уређају за наноутискивање и микро скреч испитивање. Бројни резултати ових експеримената су од суштинске важности за опис самих материјала. Триболошки тестови су реализовани на линеарном наизменичном модулу нанотрибометра уз варијацију контактних параметара, брзине клизања и нормалног оптерећења, на свим припремљеним узорцима. Детаљна анализа трагова хабања, у циљу одређивања доминантних механизма хабања, реализована је применом оптичке и SEM микроскопије.

Сва поменута испитивања су обављена у Центру за трибологију Факултета инжењерских наука у Крагујевцу, осим анализе трагова хабања скенирајућим електронским микроскопом, која је обављена у лабораторији Рударско-геолошког факултета Универзитета у Београду.

5.1 Припрема узорака за експериментална испитивања

Опис свих комерцијалних материјала (*Ivoclar Vivadent*) на бази безметалне керамике (*IPS Empress CAD*, *IPS e.max CAD*, *IPS e.max Ceram* и *IPS e.max ZirCAD*), који су испитивани у оквиру ове докторске дисертације, је детаљно дат у Поглављу 2. Селекција самих материјала је изабрана на основу детаљног прегледа научних радова и тога што су то тренутно „state-of-the-art“ материјали у естетској стоматологији у читавом свету, који задовољавају високе естетске стандарде. Прегледом литературе уочено је да није објављен велики број научних радова поменутих материјала из области нано/микро трибологије. Сама припрема материјала је захтевала обраду узорака на специјалној опреми од стране стручног лица, по тачно прописаној процедури произвођача материјала (*Ivoclar Vivadent*). Термичке обраде материјала, кристализација и синтеровање, реализоване су у најмодернијој зуботехничкој лабораторији „Art of Dentistry-Spasojević“ у Београду.

Сви узорци су у облику блока, дужине 18 mm, ширине 14 mm и висине 12 mm, осим узорка фасетне керамике чија је припрема захтевала израду калупа радијуса 20 mm и висине 5 mm. Материјали су у зависности од своје хемијске структуре, кристализовани (леуцит и литијум дисиликат) и синтеровани (фасетна керамика и цирконијум) у пећима на прописаној температури по упутству произвођача *Ivoclar Vivadent*. За сваки поменути материјал припремљена су по три узорка, чије су контактне површине третиране различитим завршним обрадама, Табела 5.1.

Табела 5.1 Приказ различитих завршних обрада испитиваних материјала

Материјали	Завршне обраде		
	Полирање	Глазирање	Брушење
Литијум дисиликат - <i>IPS e.max CAD</i>	✓	✓	✓
Леуцит - <i>IPS Empress CAD</i>	✓	✓	✓
Фасетна - <i>IPS e.max Ceram</i>	✓	✓	✓
Цирконијум - <i>IPS e.max ZirCAD</i>	✓	✓	✓

Циљ различитих завршних обрада је да се изврши симулирање стварних контактних услова завршних обрада естетских рестаурација, које су неизбежне у пракси. Након завршетка термичких обрада, чије су процедуре детаљно описане у овом поглављу, приступило се припреми завршних обрада. Први узорак (код сва четири материјала) је полиран на уређају за полирање ручним путем, уз контролисану брзину и водено хлађење, коришћењем дијамантског брусног папира различите гранулације (280, 400, 600, 800, 1200, 2000). Да би површина била што финија, на крају је одрађено фино полирање коришћењем течне емулзије гранулације 6 и 0.04 μm (*DP-Suspension M* и *O-M In Suspension*). Процес полирања свих узорака обављен је на Факултету инжењерских наука у Центру за трибологију, на уређају за полирање *Hitech europe* (Слика 5.1).



Слика 5.1 Приказ уређаја за полирање *Hitech europe*

Контактна површина другог узорка (код сва 4 материјала) третирана је завршном обрадом глазирањем према тачно прописаној процедури произвођача *Ivoclar Vivadent*. Глазирање је обављено у зуботехничкој лабораторији „Art of Dentistry-Spasojević“ у Београду. Намена глазуре је да смањи порозност и површинску хрпавост самог материјала, као и да побољша естетски изглед саме надокнаде у виду естетског сјаја [Aksoy G. (2006), Cheung K.C. (2002), Mehulic K. (2010), Štefančić S. (2013)]. Наноси се ручно, четкицом у танком слоју на површину узорка и представља вид заштитне превлаке, где се након тога пече у пећи на тачно прописаној температури.

И на крају, контактна површина трећег узорка, код свих испитиваних материјала, је брушена дијамантским борером - Medin, ISO: 806 314 146 534 016, 150 μm – max. Процес брушење је реализован стоматолошким борером из руке у једном пролазу где узорак није строго фиксиран, а оптерећење борера на контактну површину приликом брушења варира у зависности од нормалног притиска руке. Завршна обрада брушењем је такође обављена у зуботехничкој лабораторији. На Сликама 5.2-5.5 представљени су прикази свих узорака, пре самих термичких обрада (сиров материјал) и изглед узорака након термичких обрада.

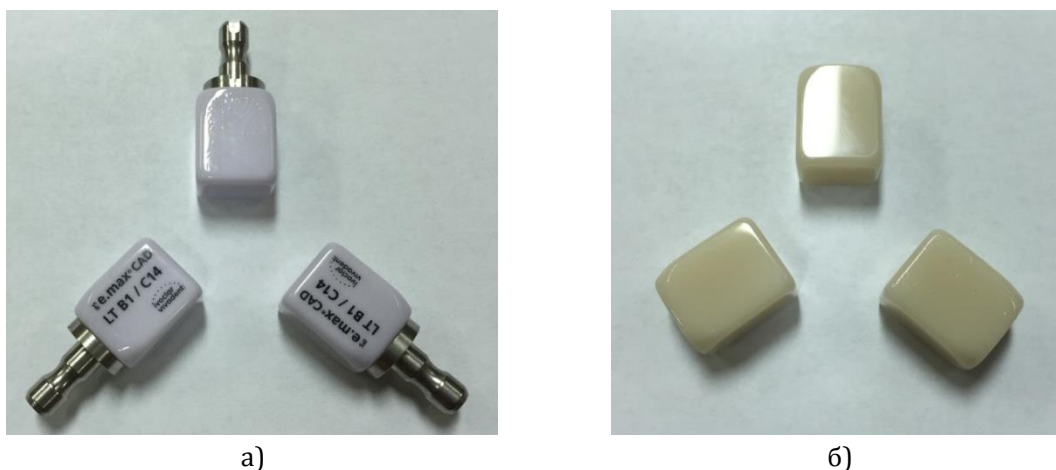


а)

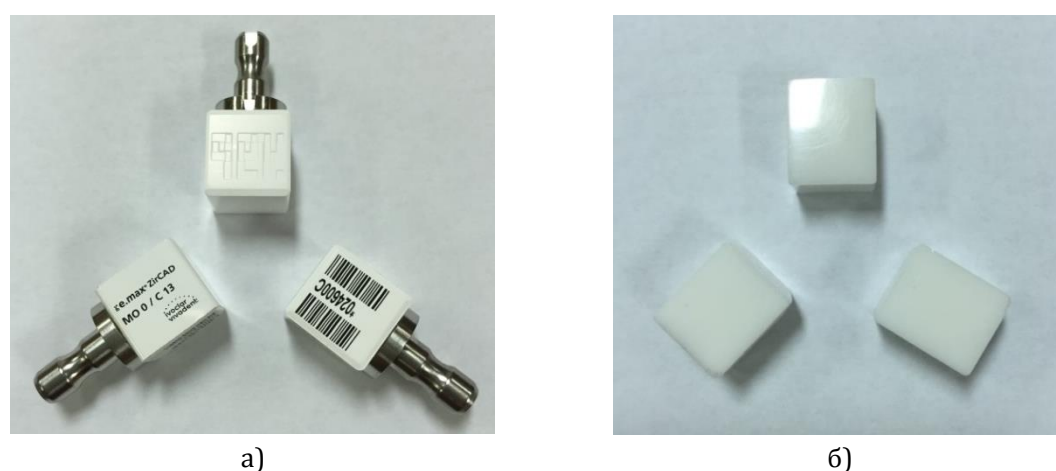


б)

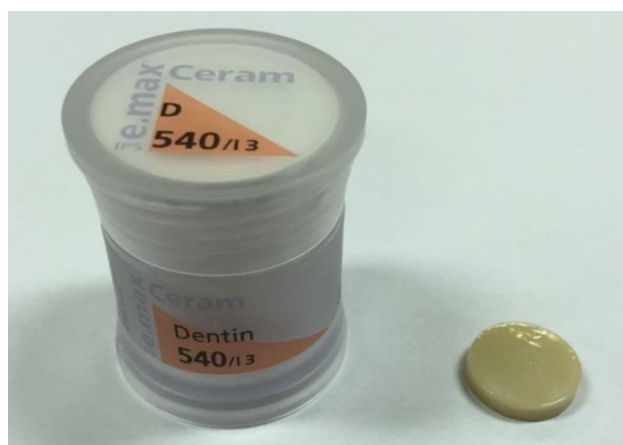
Слика 5.2 Приказ леуцитних блокова (*IPS Empress CAD*), а) изглед сировог материјала, б) изглед кристализованог леуцита



Слика 5.3 Приказ литијум дисиликат блокова (*IPS e.max CAD*), а) изглед сировог материјала, б) изглед кристализованог литијум дисиликата



Слика 5.4 Приказ цирконијум блокова (*IPS e.max ZirCAD*), а) изглед сировог материјала, б) изглед синтерованог цирконијума



Слика 5.5 Приказ фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) у праху и изглед финалног узорка након синтеровања

Треба нагласити да су сви узорци пре самих експерименталних испитивања добро очишћени 70 % алкохолом како би се отклониле све површинске нечистоће. Након тога, узорци су додатно очишћени у ултразвучној кадици (око 30 минута) и остављени да се осуше на собној температури.

5.2 Одређивање карактеристика храпавости AFM анализом

Карактеризација контактних површина свих узорака, у виду мерења површинске 3D топографије и одабраних параметара храпавости, одрађена је помоћу AFM анализе која је детаљно представљена у претходном поглављу. Експеримент је рађен у контактном моду на собној температури, где је врх AFM конзоле (радијуса 10 nm) у константном контакту са површином узорка који се испитује. Софтверским путем све време се мери и прати савијање и/или увијање конзоле преко врхова неравна површинске храпавости и на тај начин реконструише топографија површине узорка на веома прецизан начин. Добијени резултати испитиваних узорака, третирани различитом завршном обрадом, су представљени у виду 3D слика високих резолуција. Пре саме AFM анализе, сви узорци су добро очишћени 70 % алкохолом и остављени да се осуше на ваздуху на собној температури.

5.2.1 Добијени резултати храпавости

Површинска храпавост на свим узорцима је мерена дуж исте референтне дужине, што је јасно илустровано на 2D приказу Слика 5.1а-5.12а. Опсег мерења површинске храпавости на свим узорцима је 100×100 μm, што је и уједно максимални мерни опсег AFM микроскопа. Резултати карактеристика храпавости добијени AFM анализом, свих испитиваних материјала третираних различитом завршном обрадом, представљене су у виду слика високих резолуција 3D топографија (Слике 5.1б-5.12б) и профила храпавости (Слике 5.1в-5.12в). Такође, као добијени резултати приликом поменутих мерења измерени су сви параметри храпавости, док су у Табелама 5.2-5.5 представљени само одабрани параметри: Средње аритметичко одступање профила од средње линије профила (R_a); Средња висина неравна (R_z); Максимална висина неравна (R_{max}); и Средње квадратно одступање (R_q).

Табела 5.2 Параметри храпавости комерцијалне керамике литијум дисиликат (*IPS e.max CAD*) при различитим завршним обрадама

Мерни опсег, 100×100 μm	Параметри храпавости			
	R_a	R_z	R_{max}	R_q
Полирана површина	9.595 nm	46.923 nm	66.575 nm	12.281 nm
Глазирана површина	19.817 nm	68.454 nm	147.965 nm	25.108 nm
Брушена површина	0.686 μm	2.123 μm	4.186 μm	0.854 μm

Табела 5.3 Параметри храпавости комерцијалне леуцитне керамике (*IPS Empress CAD*) при различитим завршним обрадама

Мерни опсег, 100×100 μm	Параметри храпавости			
	R_a	R_z	R_{max}	R_q
Полирана површина	6.773 nm	33.504 nm	60.388 nm	8.903 nm
Глазирана површина	19.708 nm	45.639 nm	112.101 nm	23.837 nm
Брушена површина	0.686 μm	2.073 μm	4.205 μm	0.917 μm

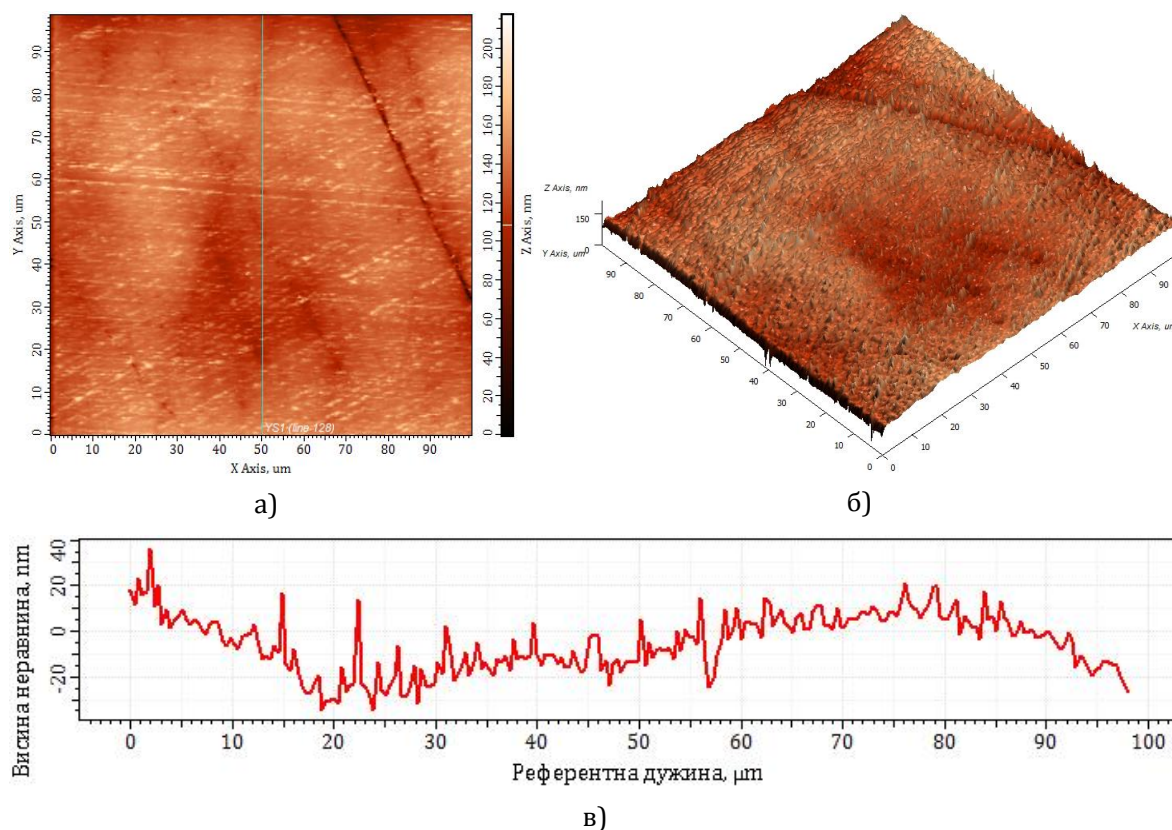
Табела 5.4 Параметри храпавости комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) при различитим завршним обрадама

Мерни опсег, 100×100 μm	Параметри храпавости			
	R_a	R_z	R_{max}	R_q
Полирана површина	12.239 nm	45.349 nm	93.539 nm	15.678 nm
Глазирана површина	17.253 nm	38.999 nm	94.715 nm	20.159 nm
Брушена површина	0.786 μm	2.417 μm	4.317 μm	0.993 μm

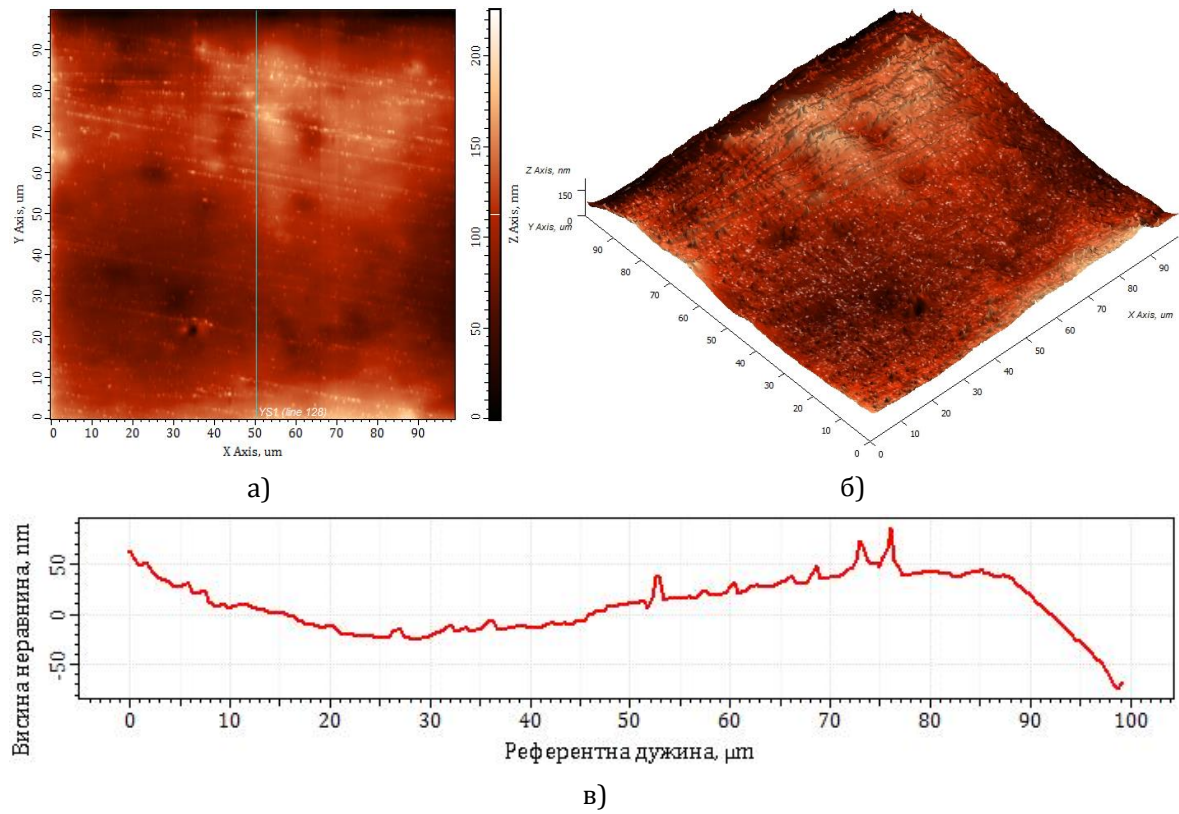
Табела 5.5 Параметри храпавости комерцијалне цирконијум керамике (*IPS e.max ZirCAD*) при различитим завршним обрадама

Мерни опсег, 100×100 μm	Параметри храпавости			
	R_a	R_z	R_{max}	R_q
Полирана површина	10.728 nm	45.838 nm	84.996 nm	13.875 nm
Глазирана површина	16.655 nm	44.051 nm	97.871 nm	19.795 nm
Брушена површина	0.415 μm	1.084 μm	2.505 μm	0.546 μm

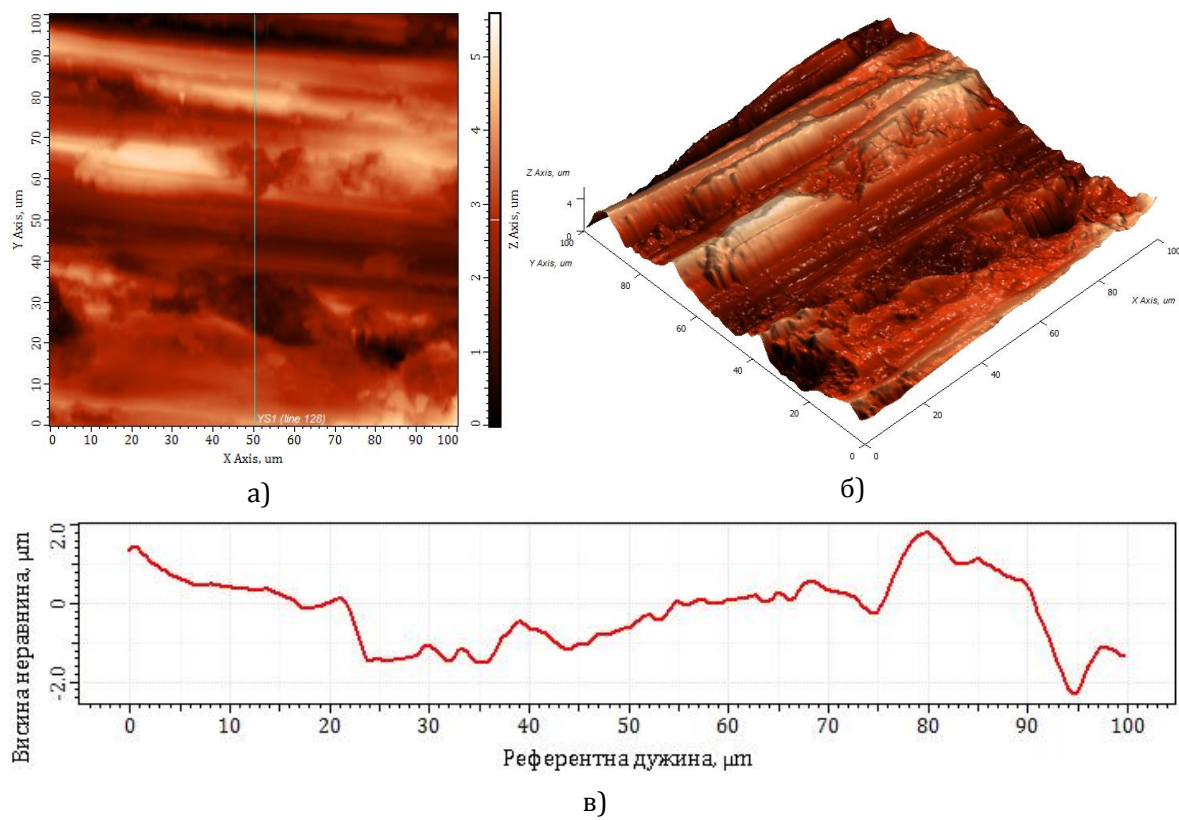
На Сликама 5.6-5.8 представљене су карактеристике храпавости литијум дисиликата, при различитим завршним обрадама, добијене AFM анализом у виду слика 3D топографија контактних површина и профила храпавости.



Слика 5.6 AFM анализа полиране површине комерцијалне керамике литијум дисиликат (*IPS e.max CAD*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

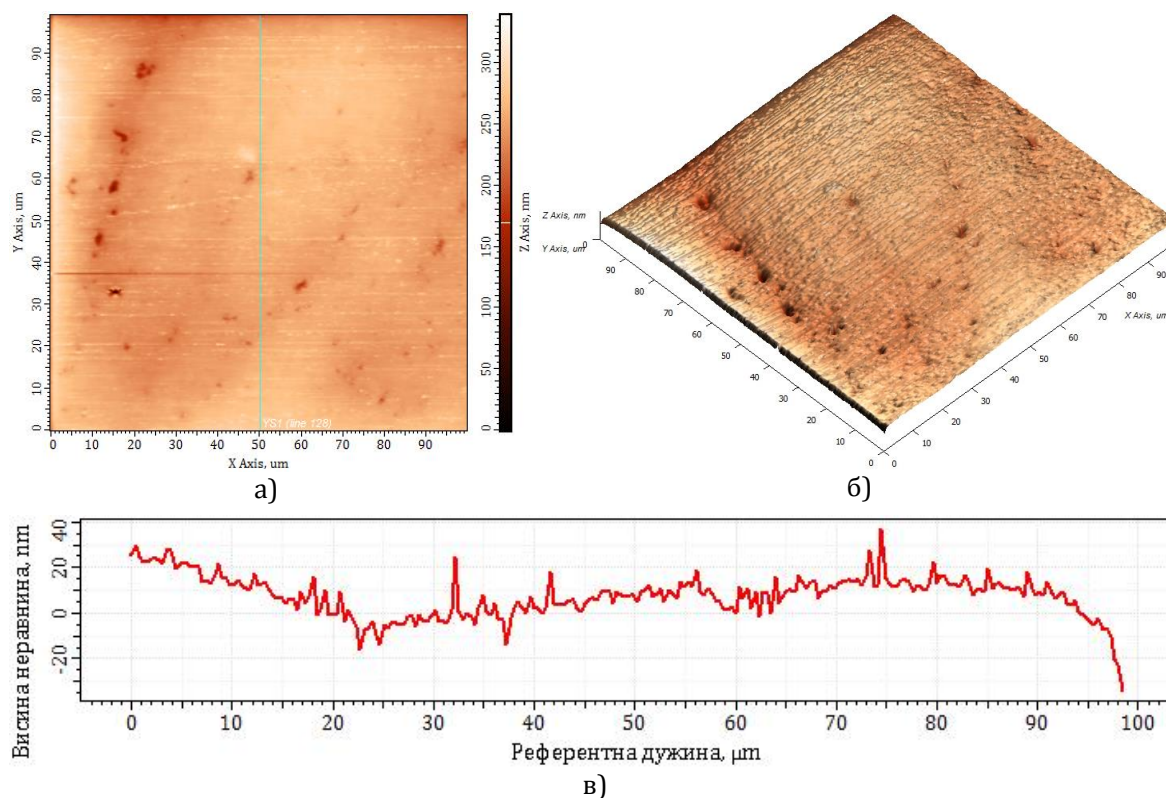


Слика 5.7 AFM анализа глазиране површине комерцијалне керамике литијум дисиликат (*IPS e.max CAD*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

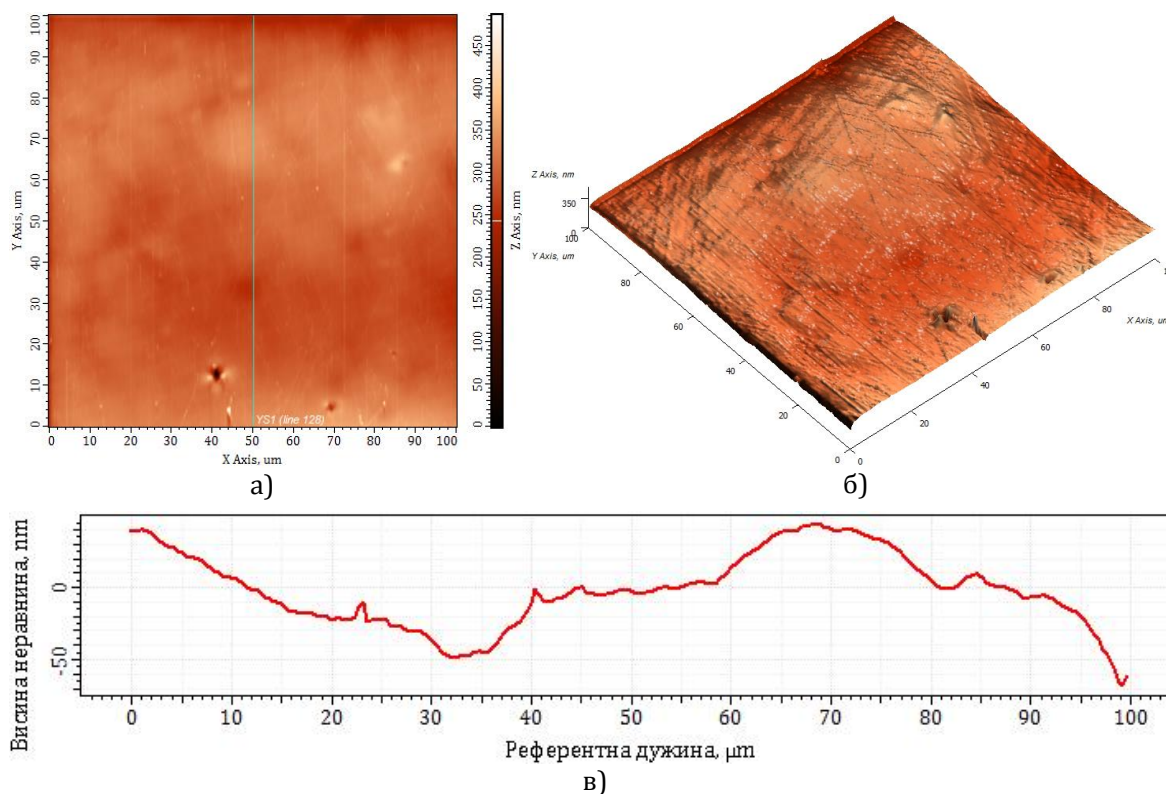


Слика 5.8 AFM анализа брушене површине комерцијалне керамике литијум дисиликат (*IPS e.max CAD*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

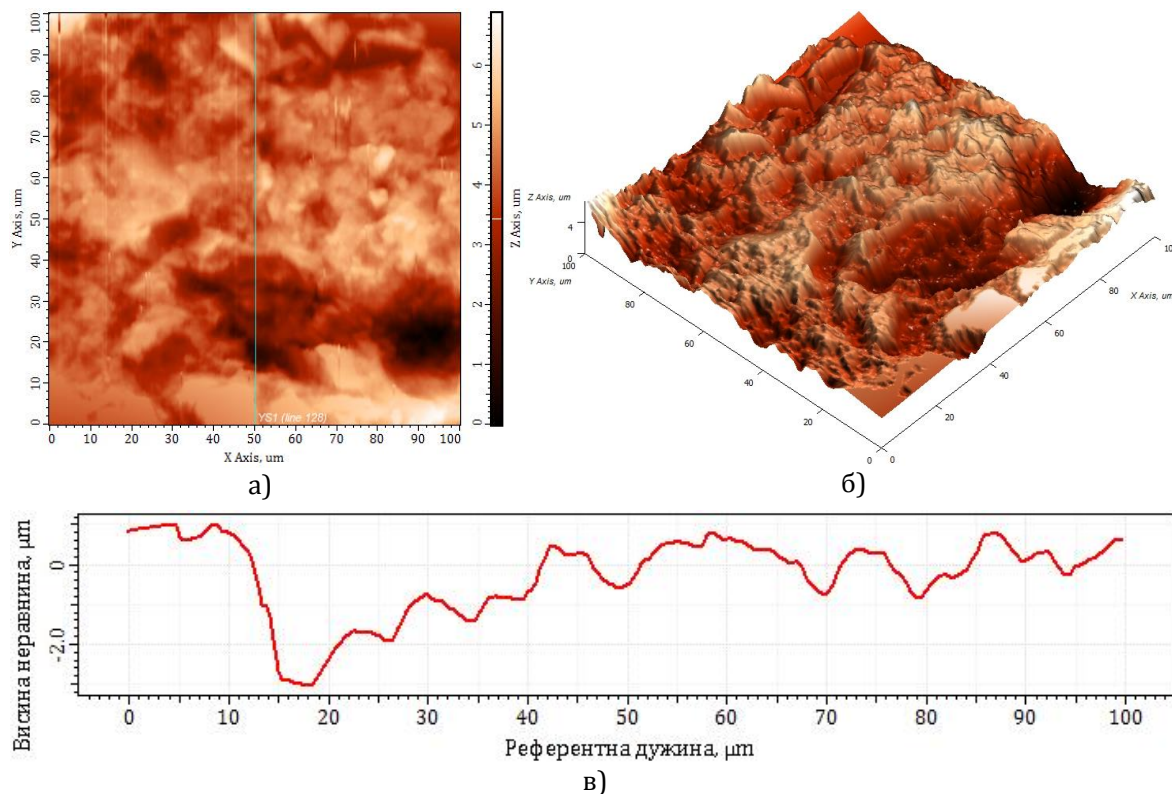
На Сликама 5.9-5.11 приказане су 3D топографије контактних површина и профили храпавости леуцитне керамике, при различитим завршним обрадама.



Слика 5.9 AFM анализа полиране површине комерцијалне леуцитне керамике (*IPS e.max CAD*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

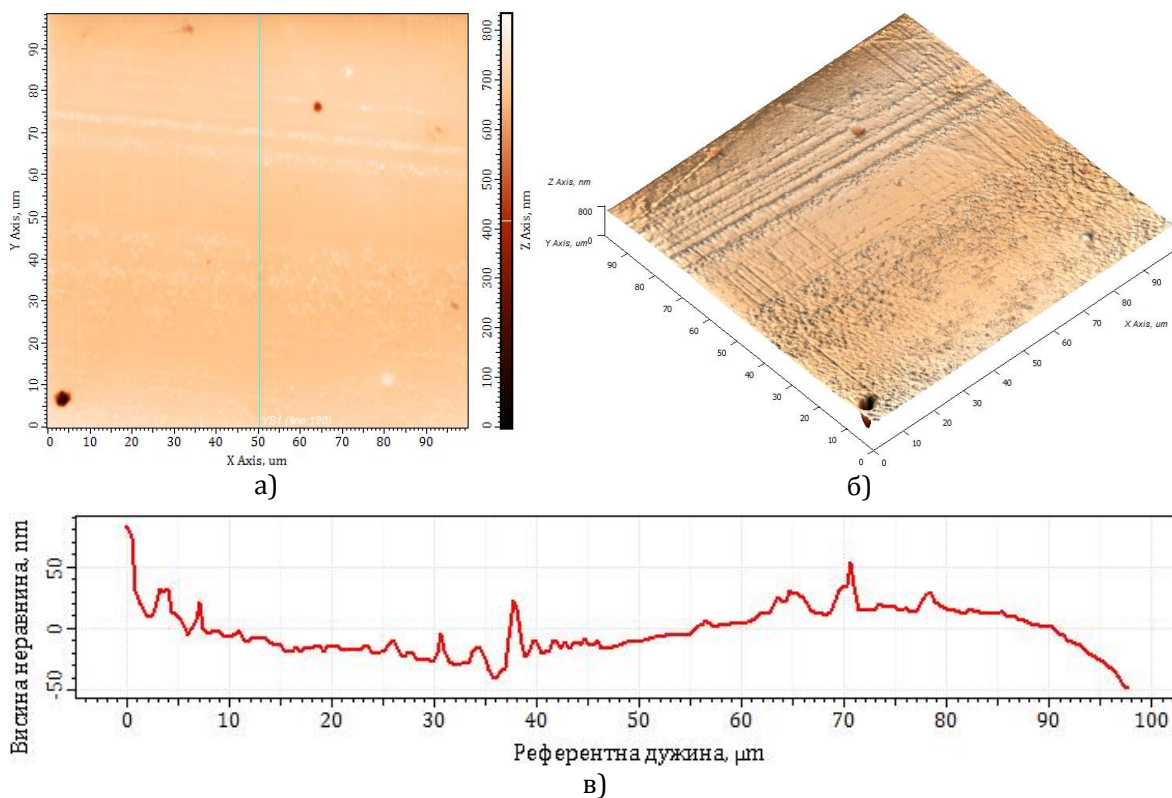


Слика 5.10 AFM анализа глазиране површине комерцијалне леуцитне керамике (*IPS e.max CAD*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

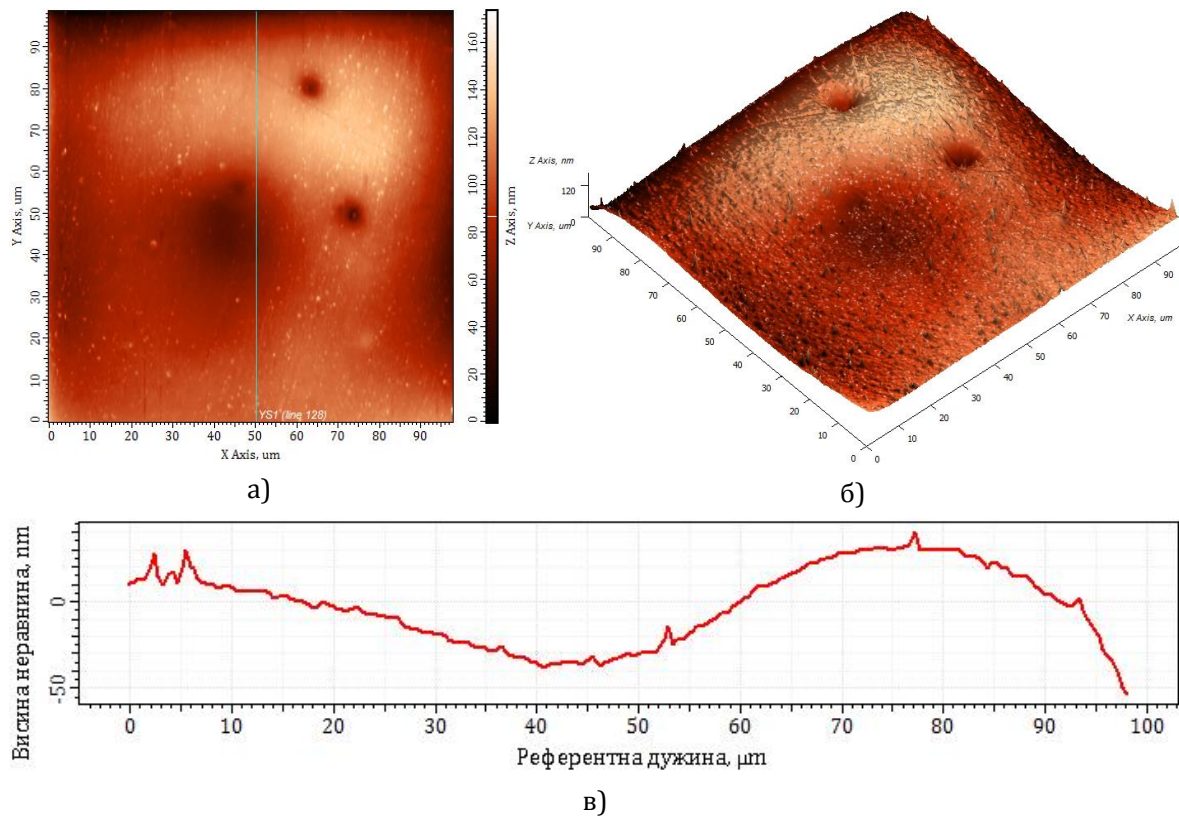


Слика 5.11 AFM анализа брушене површине комерцијалне леуцитне керамике (*IPS e.max CAD*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

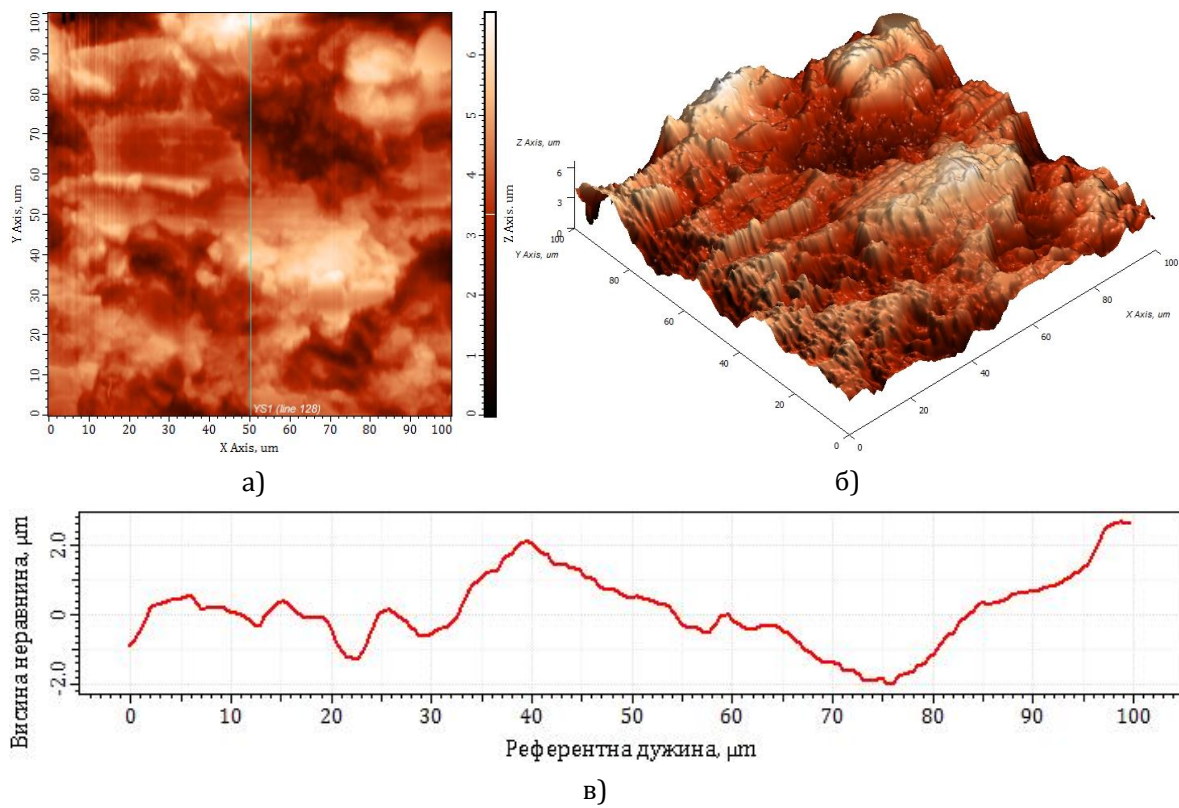
На Сликама 5.12-5.14 дати су прикази високих резолуција измерених 3D топографија и профила храпавости различитих завршних обрада фасетне керамике добијених на AFM микроскопу.



Слика 5.12 AFM анализа полиране површине комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

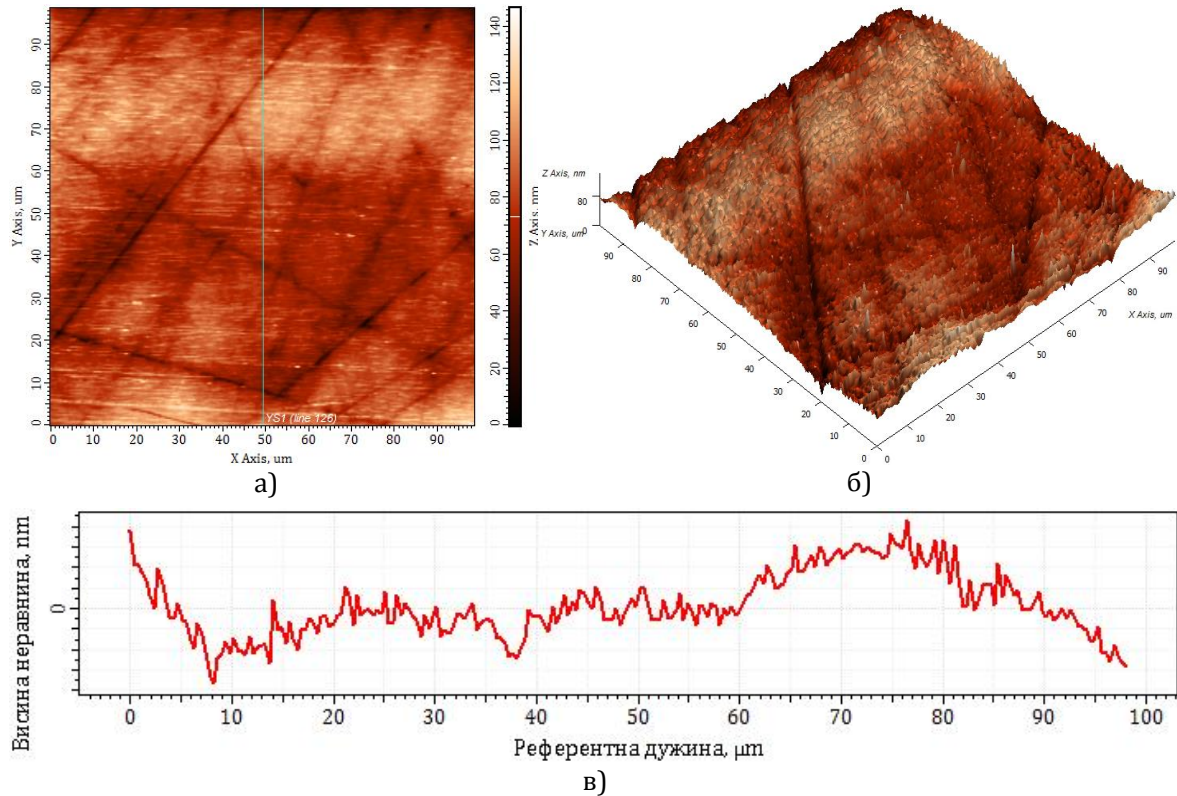


Слика 5.13 AFM анализа глазиране површине комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

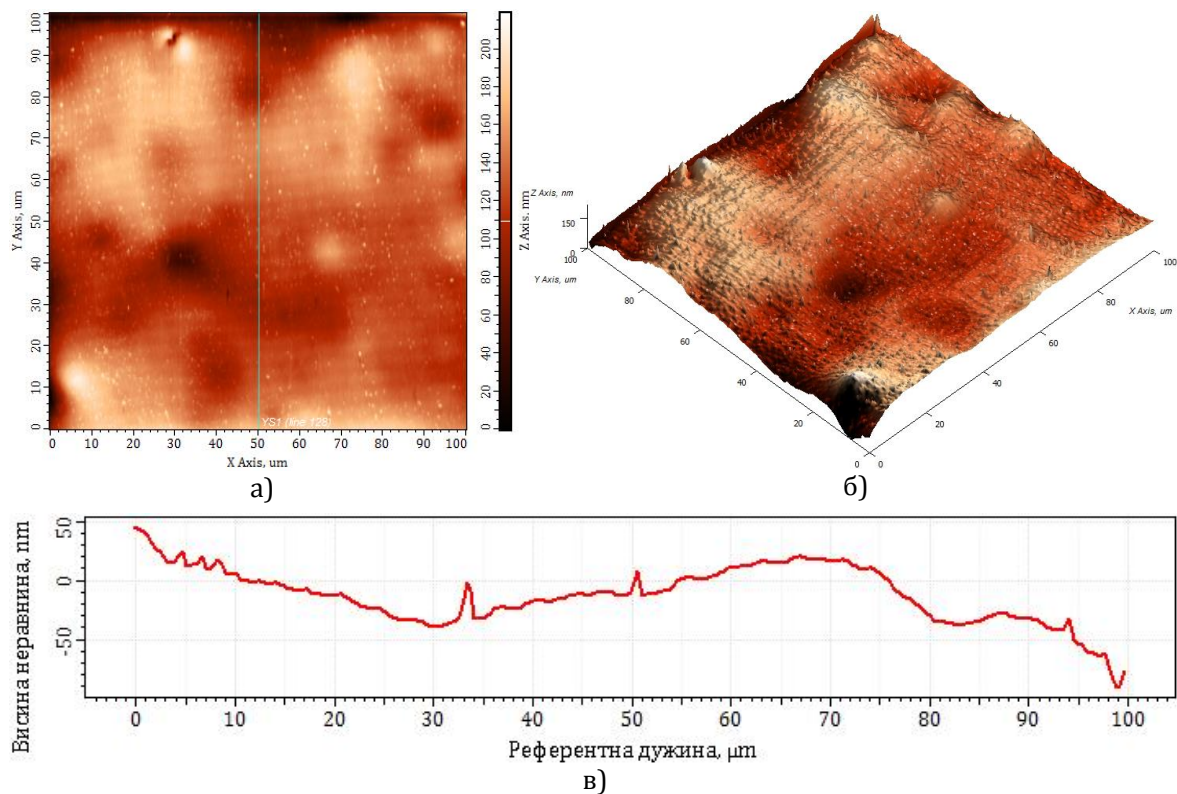


Слика 5.14 AFM анализа брушене површине комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

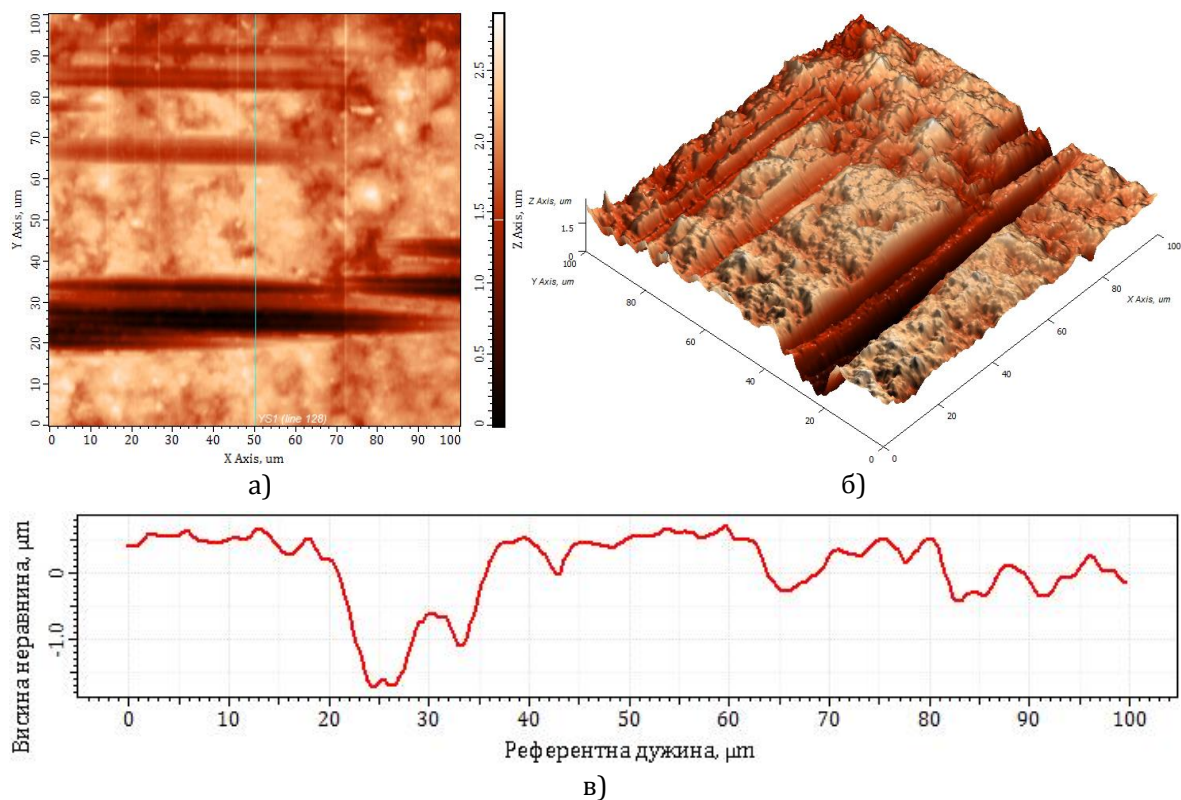
На Сликама 5.15-5.17 представљена је AFM анализа 3D топографија и профила храпавости комерцијалог материјала цирконијум (*IPS e.max ZirCAD*) третираног полирањем, глазирањем и брушењем, при мерном опсегу $100 \times 100 \mu\text{m}$.



Слика 5.15 AFM анализа полиране површине комерцијалне цирконијум керамике (*IPS e.max ZirCAD*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости



Слика 5.16 AFM анализа глазиране површине комерцијалне цирконијум керамике (*IPS e.max ZirCAD*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

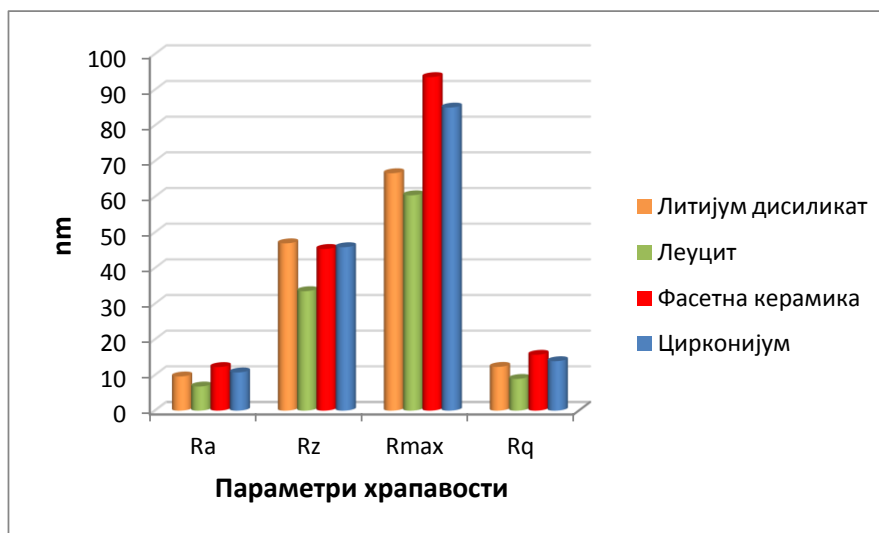


Слика 5.17 AFM анализа брушене површине комерцијалне цирконијум керамике (*IPS e.max ZirCAD*): а) 2D приказ референтне дужине; б) 3D топографија; в) профил храпавости

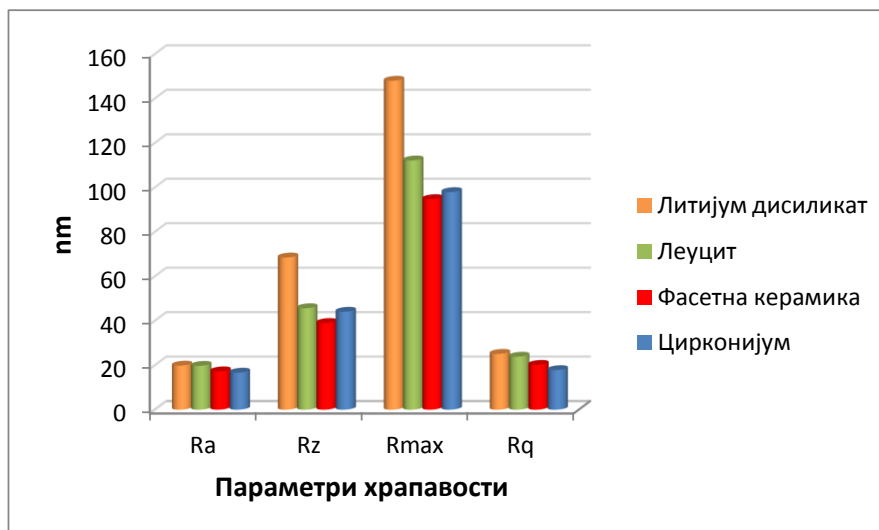
5.2.2 Анализа добијених резултата храпавости

Из добијених вредности параметара храпавости, приложених у Табелама 5.2-5.5, јасно је уочљиво да најфинију површинску храпавост имају узорци третирани завршном обрадом полирањем, што је и очекивано. Анализом приказаних вредности параметра храпавости R_a могу се лако одредити квалитети површинске храпавости за све завршне обраде, где се за полиране површине може рећи да у потпуности задовољавају вредност разреда храпавости 1 (до $0.012 \mu\text{m}$) који је иначе за један разред храпавости испод квалитета N1, глазиране површине имају вредност N1 квалитета обрађене површине (до $0.025 \mu\text{m}$), док су брушене површине окарактерисане квалитетом обраде N6 ($0.8 \mu\text{m}$). Поређењем вредности приказаних параметара храпавости R_a завршних обрада, код свих испитиваних материјала, може се јасно уочити да су оне релативно приближне и да осцилују у веома малом опсегу. То је веома битно због анализе триболошких карактеристика у почетним тренуцима одвијања контакта када микро геометрија контактних површина има веома значајну улогу на триболошке феномене, трење и хабање.

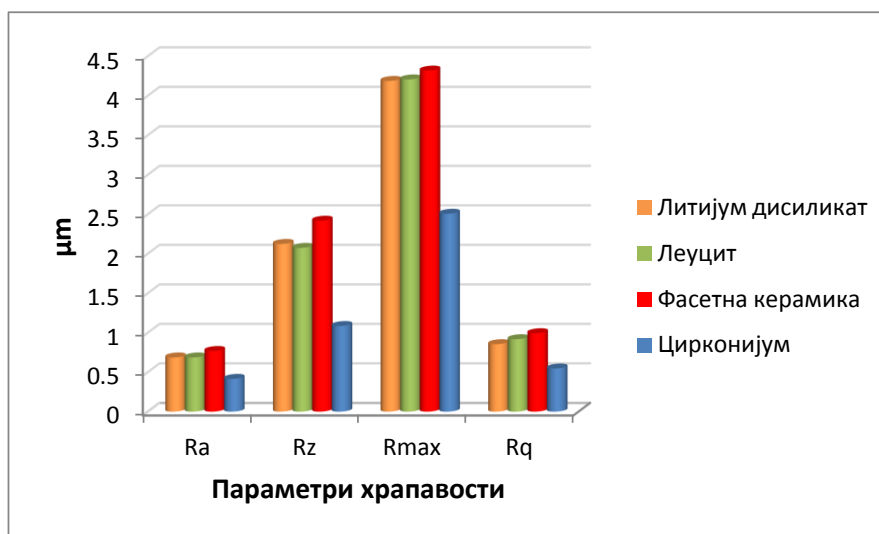
Како би се јасније уочиле разлике у добијеним резултатима, на Сликама 5.18-5.20 дати су упоредни хистограмски прикази свих измерених вредности параметара храпавости. На примеру полираних површина, осцилације R_a се крећу у опсегу $\sim 6 \text{ nm}$, код глазираних површина $\sim 3 \text{ nm}$, док код брушених површина варирање је у опсегу $\sim 0.3 \mu\text{m}$.



Слика 5.18 Упоредни приказ измерених резултата параметара храпавости свих материјала при завршној обради полирањем



Слика 5.19 Упоредни приказ измерених резултата параметара храпавости свих материјала при завршној обради глазирањем



Слика 5.20 Упоредни приказ измерених резултата параметара храпавости свих материјала при завршној обради брушењем

Приликом прегледа литературе, учено је да велики број аутора поклања велику пажњу различитим анализама површинске храпавости безметалних керамичких система, са акцентом на промену храпавости услед третирања површина различитим завршним обрадама. Храпавост има и велики утицај на естетски изглед површине самог материјала као и промену боја на рестаурацији, секундарног каријеса и гингивалне иритације, и хабању суседних и наспрамних контактних површина зуба и антагониста (природни зуб или надокнада). Познато је да се при већој храпавост од 0.2 mm стварају повољнији услови за већу појаву зубног плака и каријеса [Bollen C.M.L. (1997)]. Са друге стране, глатка површина интраоралне структуре осигурава удобност пацијента и олакшава оралну хигијену [Ono M. (2007), Jefferies S.R. (2007), Cavalcante L.M. (2009)]. Штавише, неадекватно полирање контактне површине рестаурације може довести до заостале површинске храпавости, што директно нарушава механичке и естетске карактеристике контактне површине самог материјала [Morgan M. (2004), Lu H. (2005), Kantorski K.Z. (2009)]. Код појединих керамичких материјала, при различитим завршним обрадама, концентрација кристала се знатно разликује на површинском слоју у односу на унутрашњу структуру материјала, чиме се значајно утиче и на саму чврстоћу материјала [Yondem I. (2011)].

Многе студије су се до сада бавиле поређењем завршних обрада материјала полирањем, глазирањем или брушењем [Bottino M.C. (2006), Sarac D. (2006), Tholt de Vasconcellos B. (2006), Yondem I. (2011), Brentel A.S. (2011), Boaventura J.M.C. (2013), Rashid H. (2014), Pantić M. (2015a)]. Треба напоменути да се у естетској стоматологији увек тежи да завршна обрада керамичких материјала буде што финија. Штавише, добро исполирана површина надокнаде може побољшати укупну снагу керамичке рестаурације [Chu F.C. (2000)]. Процедуром полирања могуће је уклонити и одређена површинска оштећења која су настала током процеса израде зубне надокнаде. Многи аутори су користили различите процедуре и средства за полирања, како би постигли што боље резултате при завршној обради [Martínez-Gomis J. (2003), Al-Shammery H.A. (2007), Odatsu T. (2013)]. Употреба дијамантске пасте за полирање керамичких надокнада у естетској стоматологији представља уобичајену праксу [Camacho G.V. (2006), Naywood V.B. (1988)]. Ове пасте обезбеђују ефикасно полирање, и њихова употреба се препоручује у бројним ситуацијама. Гумице и четке за полирање у комбинацији са абразивним пастама различитих гранулација су најчешће коришћене клиничке процедуре за поменути завршну обраду [Sarikaaya I. (2010)].

Поред полирања, као завршна обрада користи се и глазура у виду наношења превлаке на површинском слоју керамичких надокнада. Превасходно, њена намена је да смањи порозност и површинску храпавост самог материјала и побољша естетски изглед надокнаде у виду естетског сјаја [Aksoy G. (2006), Cheung K.C. (2002), Mehulic K. (2010), Haralur S.B. (2012), Štefančić S. (2013)]. Оно што се мора нагласити је то да су поједине студије потврдиле да глазура својим присуством не побољшава чврстоћу самог материјала [Asai T. (2010), Fairhurst C.W. (1992)]. Аутор Каваи [Kawai K. (2000)] је у својој студији дошао до закључка да су

глазиране површине много подложније формирању зубног плака у поређењу са полираним зубним рестаурацијама. До истог закључка дошао је и аутор Рашид [Rashid H. (2012)] који је такође у свој студији поредио полиране и галзиране површине. Познато је да процес глазирања, због неравномерног наношења слоја глазури, доводи до појаве површинске неправилности у виду валовитих површина и појаве гасних мехурова, што је уједно и последица стварања веће акумулације бактерија и осталих нежељених супстанци на самој површини. Гасни мехурови настају као последица заробљеног ваздуха између површине основног материјала и формираног слоја глазури током процеса печења и јасно се могу уочити на сликама 3D топографија, код свих испитиваних глазираних материјала (Слике 5.2, 5.5, 5.8 и 5.11). Иако су полиране површине склоне појави микро-пукотина, потврђено је да оне битно не утичу на просечну вредност параметра храпавости (R_a) или количину акумулације зубног плака [Patterson C.J. (1992)]. Аутор Скот [Scotti R. (2007)] је у свом истраживању представио настајање зубног плака при различитим завршним обрадама, на глазираним и полираним површинама керамичких система, где је дошао до сазнања да глазиране површине показују већи тенденцију формирања дебљег слоја зубног плака у поређењу са полираним површинама. Међутим, истраживање аутора Бремера [Bremer F. (2011)] је показало да се формирање зубног плака значајно разликује у зависности од врсте керамичког система, и према његовој студији, цирконијум је најмање подложен акумулацији бактеријског биофилма.

На сликама 3D топографија брушених површина, јасно се могу уочити грубе површине код свих испитиваних материјала окарактерисане дубоким браздама, као последице процеса брушења у правцу кретања борера. Брушена површина као завршна обрада контактне површине материјала је у пракси непожељна, али је у одређеним случајевима неизбежна. Врло често је неопходна додатна интервенција на већ цементираној керамичкој надокнади која је већ финално припремљена полирањем или глазирањем како би се исправиле мање оклузалне сметње приликом налегања надокнаде [Pantić M. (2015a)]. Тим поступком завршне обраде, уклања се слој глазури и знатно повећава површинска храпавост самог материјала, а површина се врло тешко може вратити у првобитно стање [Mehulic K. (2010)]. Самим тим, знатно се повећавају ризици за стварање негативних ефеката изазваних великом храпавошћу контактне површине материјала, у виду зубног плака и међусобног хабања суседних и наспрамних контактних површина зуба или рестаурација. Поменути недостаци, изазвани техником брушења, самим тим смањују и чврстоћу самог материјала [Yondem I. (2011)] и знатно утичу на механичка својства керамичких система [Swain M.V. (1979), Mecholsky J.J. (1977)].

Уопштено говорећи, површински недостаци представљају најслабију тачку керамичких материјала и самим тим могу довести до неуспеха керамичких рестаурација после одређеног временског периода њиховог коришћења [Alkhiary Y.M. (2003)]. Уколико су материјали подвргнути адекватним третманима завршне обраде, њихове површине ће остати глатке и мање подложне негативним ефектима, што уједно продужава и век трајања самих зубних рестаурација [Rashid H. (2014)].

5.3 Нануотискивање

Одређивање механичких карактеристика површинских слојева свих материјала третираних различитом завршном обрадом, реализовано је поступком нануотискивања на ННТ уређају, произвођача *Anton Paar*-а. Уређај је детаљно описан у претходном поглављу као и план експеримента. Услови извођења експеримента су усклађени са прегледом литературе и препорукама произвођача опреме. У Табели 5.6 су представљени дефинисани услови извођења нануотискивања. Сваки тест је поновљен 3 пута јер је експеримент организован у виду матрице 3×4. Међусобно растојање између отисака је 30 μm , што је у складу са препорукама да међусобно растојање између отисака буде најмање 2 - 2.5 пута од пречника/дијагонале отиска, како би се спречио утицај деформационог ојачања у зонама око отиска [Majstorović A. (1988), Đorđević V. (1998)].

Табела 5.6 Услови експеримента нануотискивања

Параметри уређаја
<ul style="list-style-type: none"> - Линеарно оптерећење - Брзина прилаза утискивача: 1000 nm/min - Одлазна брзина утискивача: 1500 nm/min - Крутост контакта: 500 $\mu\text{N}/\mu\text{m}$ - Фреквенција: 10 Hz - Растојање између трагова: 30 μm - Температура амбијента: 23±2 °C
Метода испитивања
<ul style="list-style-type: none"> - <i>Berkovich</i>, правилна тространа дијамантска пирамида (угао врха 65.27 °) - Матрица 3×4
Силе утискивања
<ul style="list-style-type: none"> - 50 mN; 100 mN; 200 mN и 400 mN
Брзина оптерећења и растерећења утискивача
<ul style="list-style-type: none"> - 100 mN/min за силу утискивања од 50 mN - 200 mN/min за силу утискивања од 100 mN - 400 mN/min за силу утискивања од 200 mN - 800 mN/min за силу утискивања од 400 mN
Време задржавања утискивача при максималној сили утискивања
<ul style="list-style-type: none"> - 10 s
Испитивани узорци/Поасонов коефицијент
Комерцијалне безметалне керамике (завршна обрада: полирана, глазирана и брушена): <ul style="list-style-type: none"> - литијум дисиликат (<i>IPS e.max CAD</i>)/ Поасонов коефицијент: 0.230 - леуцит (<i>IPS Empress CAD</i>)/ Поасонов коефицијент: 0.225 - фасетна керамика (<i>IPS e.max Ceram</i>)/ Поасонов коефицијент: 0.240 - цирконијум (<i>IPS e.max ZirCAD</i>) / Поасонов коефицијент: 0.300

Сви материјали су испитивани у идентичним условима. Време задржавања утискивача при максималној сили утискивања је 10 секунди. Уколико би

вредност задржавања била сувише мала, јавиле би се грешке мерења и неправилни облици дијаграма утискивања. У случају предугог задржавања максималног оптерећења дошло би до течења материјала [Song M. (2013)].

Евалуација и прорачун модула еластичности и тврдоће применом технике инструментализованог утискивања користи развијени прорачунски метод назван Оливер и Фар по научницима који су га развили и представили. Мерење нано тврдоће се дефинише као количник силе утискивања и површине насталог отиска (контакта материјала са утискивачем). Ова вредност, практично, представља средњу вредност притиска који материјал може да поднесе под дејством неког оптерећења и представља се изразом [Oliver W.C. (1992)]:

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (1)$$

где је A површина насталог отиска у материјалу, а P_{max} максимална вредност оптерећења које делује на утискивач приликом испитивања. Тврдоћа по *Vickers*-овој методи се израчунава на основу површине отиска, према обрасцу:

$$HV = \frac{F}{A_c} \quad (2)$$

где је F сила утискивања, а A_c површина отиска након утискивања. За утискивач познате геометрије, површина отиска је у функцији дубине продирања утискивача. Површина настала при утискивању савршене *Berkovich*-еве пирамиде дата је следећим изразом:

$$A_c = 24.56h_c^2 \quad (3)$$

где је h_c контактна дубина која одговара стварној вредности контакта материјала и утискивача. Контактна дубина се може одредити применом обрасца:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (4)$$

где је h_{max} представља максималну дубину продирања утискивача, ε константа која зависи од геометрије утискивача и за *Berkovich*-еву пирамиду износи 0.75, а S представља контактну крутост $S=dP/dh$.

Редуковани модул еластичности (E_r), који узима у обзир чињеницу да се еластичне деформације јављају код оба тела у контакту, односно и у материјалу и код утискивача и он се изражава:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (5)$$

где су E модул еластичности и ν Поасонов коефицијент за материјал чије се карактеристике испитују, а E_i и ν_i одговарајуће вредности за утискивач (за дијамант је $E_i=1141$ GPa и $\nu_i=0.07$ [Oliver W.C. (1992)]).

Модул еластичности материјала E се може изразити:

$$E = \frac{dP}{dh} \frac{1}{2h_c} \frac{1}{\beta} \sqrt{\frac{\pi}{24.5}} \quad (6)$$

где је β константа која зависи од геометрије утискивача ($\beta=1.034$ за *Berkovich*-еву пирамиду) [Fischer-Cripps A.C. (2002)].

Као резултати наноутискивања свих испитиваних узорака, добијене су бројне репрезентативне вредности тврдоћа (HV), модула еластичности (E) и вредности максималних дубина утискивања (h_{max}). Резултати мерења приказани су табеларно и у виду дијаграма утискивања, који представљају зависност силе утискивања од максималне дубине продирања. Приказани дијаграми утискивања су одабрани према одговарајућим вредностима тврдоће које су најближе одговарале средњим вредностима. Помоћу АФМ микроскопа, измерени су сви трагови утискивања матрици 3×4 , и представљени су изабрани трагови у виду 3D слика високих резолуција. На појединим приказаним сликама може се уочити благо истискивања материјала током продирања утискивача у сам површински слој материјал. Такође, дат је и упоредни приказ вредности измерених параметара, које се налазе у табелама, како би се лакше увиделе разлике у добијеним вредностима између различитих материјала као и њихових завршних обрада.

5.3.1 Резултати испитивања механичких карактеристика комерцијалног литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*)

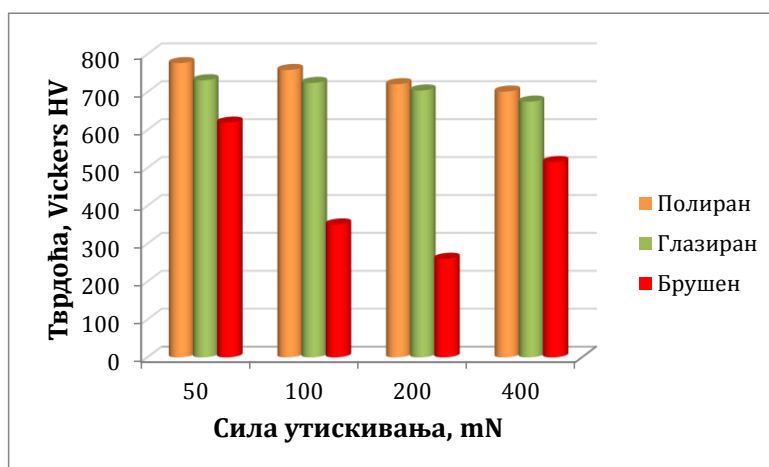
У Табели 5.6 представљени су добијени резултати наноутискивања комерцијалног материјала литијум дисиликата при различитим завршни обрадама. Сваки тест је поновљен 3 пута јер је експеримент дефинисан у виду матрице 3×4 . Приказане вредности у Табели 5.7 представљају аритметичку средину измерених тврдоћа (HV), модула еластичности (E) и максималних дубина утискивања (h_{max}). Из приложених резултата у табели, може се уочити да највишу вредност тврдоће и модула еластичности има узорак третиран завршном обрадом полирањем.

Табела 5.7 Резултати наноутискивања литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*) при различитим завршним обрадама

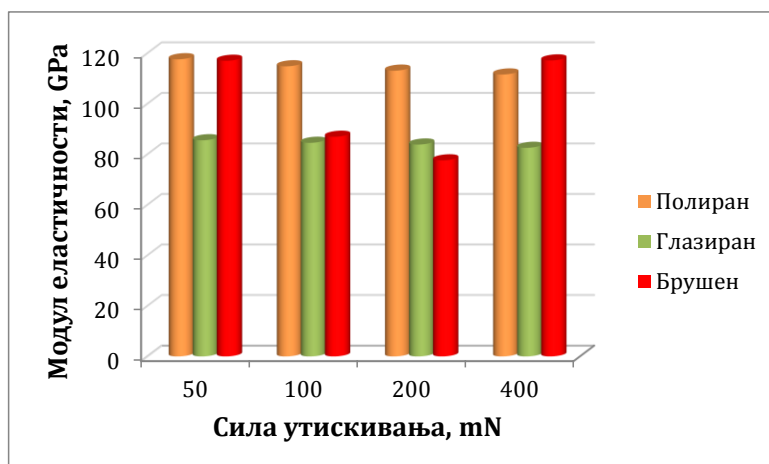
Наноутискивање литијум дисиликата (<i>IPS e.max CAD</i>)				
F_n , mN	Завршне обраде	HV , Vickers	E , GPa	h_{max} , nm
50	Полирана површина	776.20	117.59	614.69
	Глазирана површина	730.96	85.53	670.02
	Брушена површина	619.25	116.99	882.80
100	Полирана површина	758.15	114.80	881.56
	Глазирана површина	724.02	84.53	951.57
	Брушена површина	350.59	86.92	1230.15
200	Полирана површина	720.60	113.08	1271.31
	Глазирана површина	703.95	83.84	1353.97
	Брушена површина	260.04	77.58	2159.98
400	Полирана површина	701.17	111.56	1805.42
	Глазирана површина	674.65	82.54	1934.24
	Брушена површина	515.24	117.12	2615.18

Како би се што јасније уочиле разлике у представљеним резултатима, на Слици 5.16 дати су упоредни хистограмски приказ измерених параметара (HV , E и h_{max}) при различитим завршним обрадама. Такође, на Слици 5.17 су дати одговарајући дијаграмски прикази зависности силе утискивања од максималне дубине утискивања при различитим завршним обрадама. На Сликама 5.18-5.20 су приказани отисци утискивања при различитим завршним обрадама добијени АФМ анализом у циљу бољег сагледавања реалних димензија и механизма деформације који настају приликом теста. Отисци утискивања представљени на Сликама 5.18-5.20 су трагови чије вредности тврдоће приближно одговарају средњим вредностима приказаним у Табели 5.6.

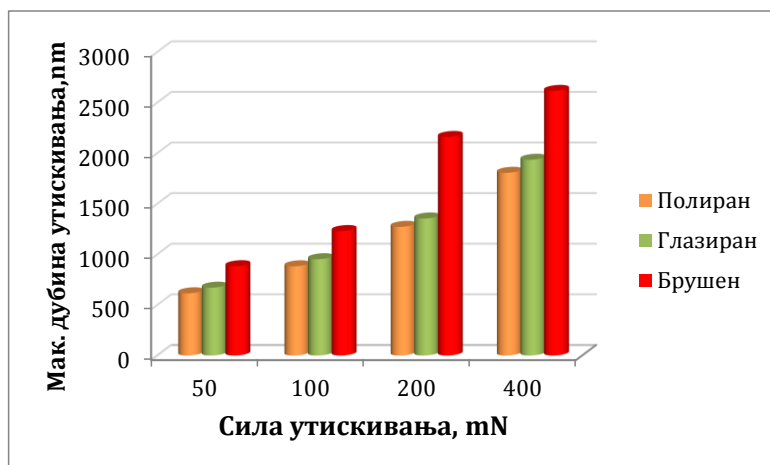
На приказаним упоредним хистограмима (Слика 5.16) јасно је уочљив тренд код полиране и глазиране површине, да тврдоћа материјала опада у врло малом опсегу са порастом оптерећења, као и модул еластичности, док максимална дубина утискивања пропорцијално расте са порастом силе. Завршна обрада брушењем нема тренд као претходне две за поменуте величине осим за h_{max} . Разлог томе може да буде значајна разлика у површинској храпавости код завршних обрада. Контакт између врха пирамиде и контактне површине брушеног узорка се остварује по врховима неравнина и на тај начин храпавост има велики утицај на наноутискивање приликом добијања резултата.



а)



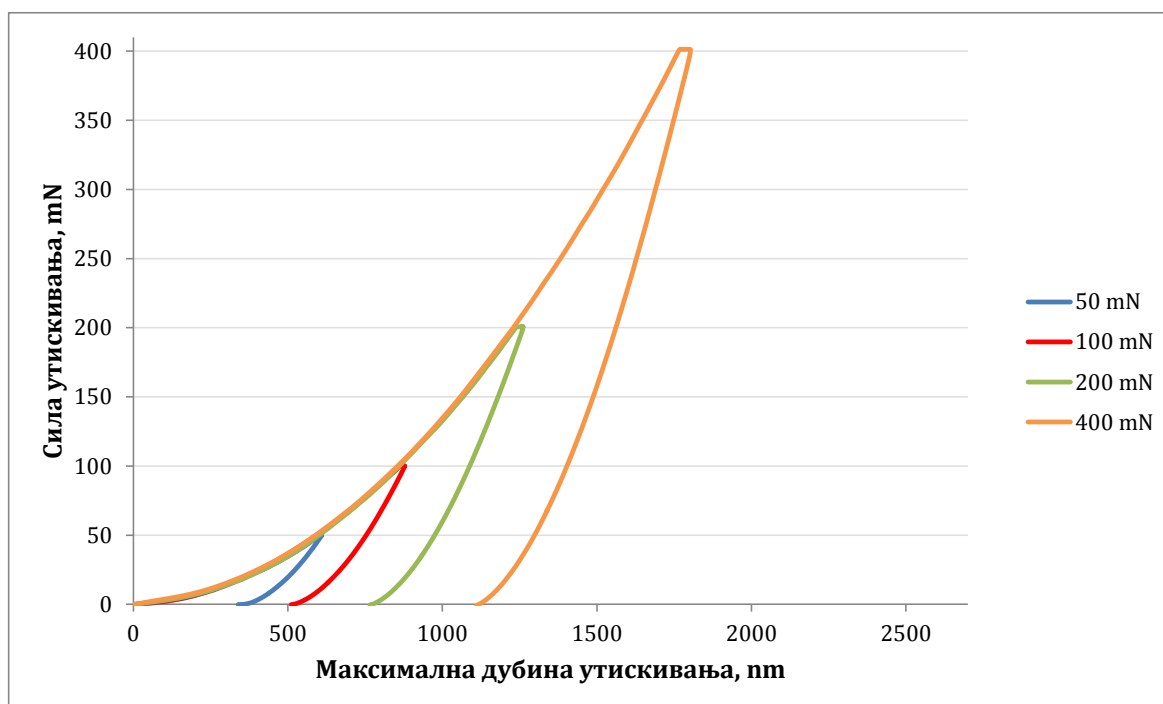
б)



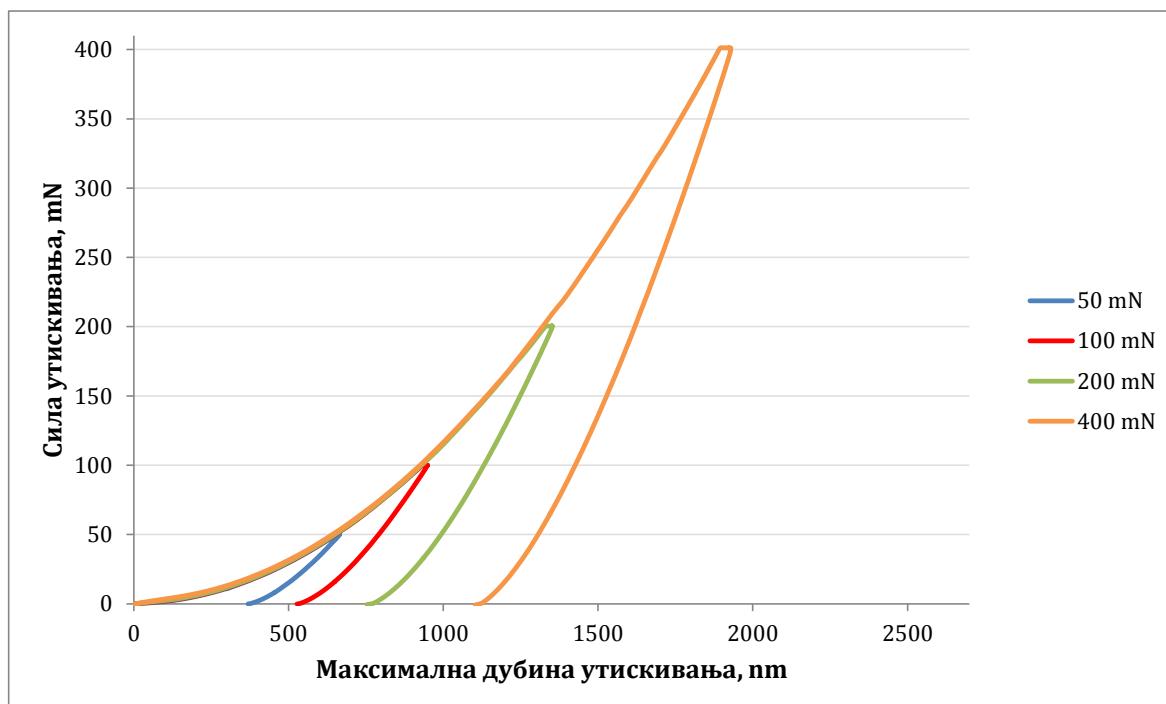
в)

Слика 5.16 Поређење резултата наноутискивања литијум дисиликата при различитим завршним обрадама: а) тврдоћа, б) модул еластичности и в) максимална дубина утискивања

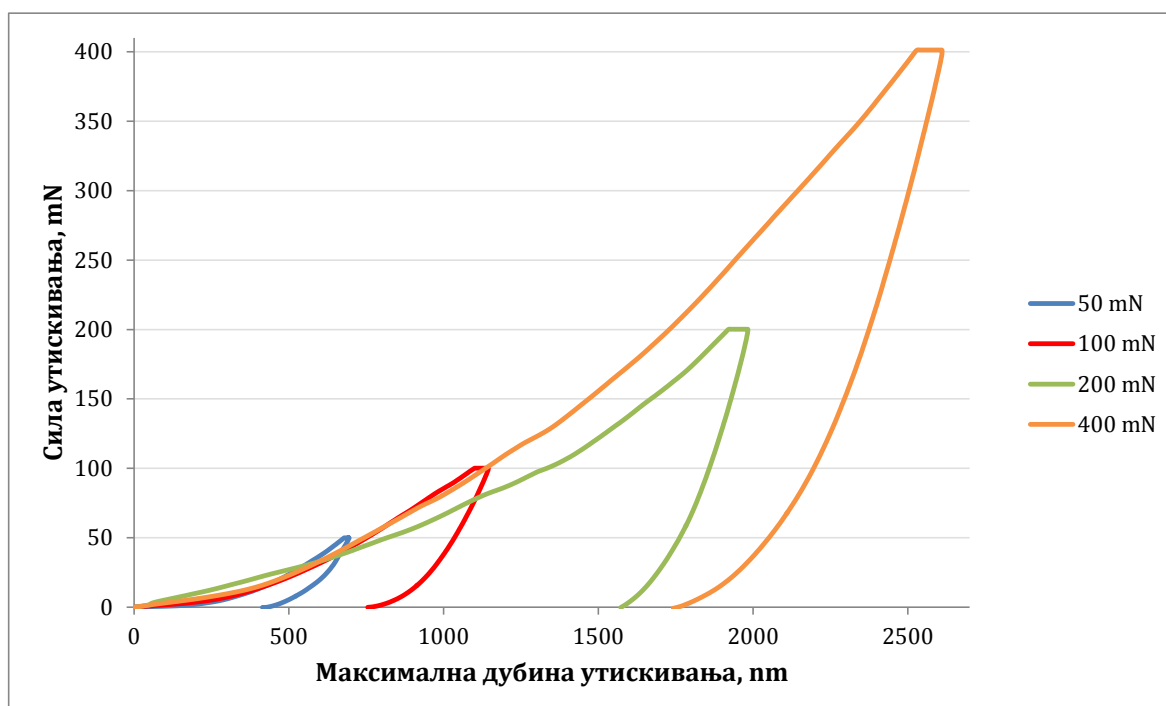
Са приказаних дијаграма на Слици 5.17, који се односе на криве утискивања код различитих завршних обрада литијум дисиликата, јасно се види да дубина утискивања пропорцијално расте са повећањем силе утискивања за све завршне обраде. Такође се јасно уочава, да криве полиране (Слика 5.17а) и глазиране површине (Слика 5.17б) имају исти изглед, односно да им је тренд у фази раста оптерећења и фази растерећења готово идентичан. Док криве утискивања код брушене површине (Слика 5.17в) имају благо одступање у односу на претходне две завршне обраде у виду већих измерених вредности максималних дубина утискивања, при оптерећењима од 200 и 400 mN.



а)



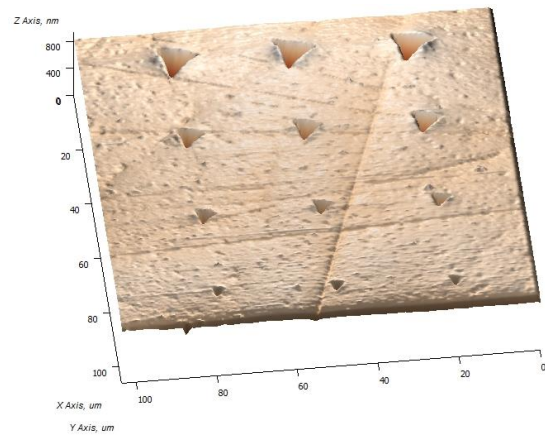
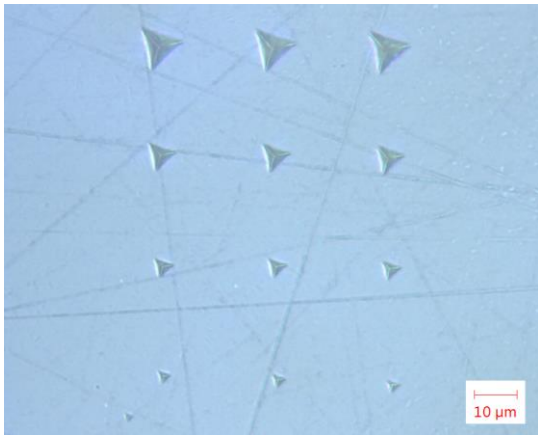
б)



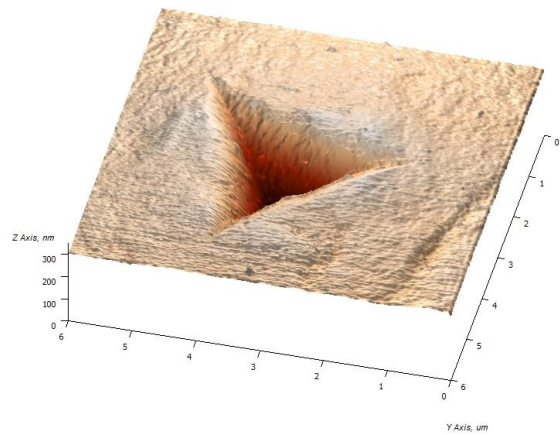
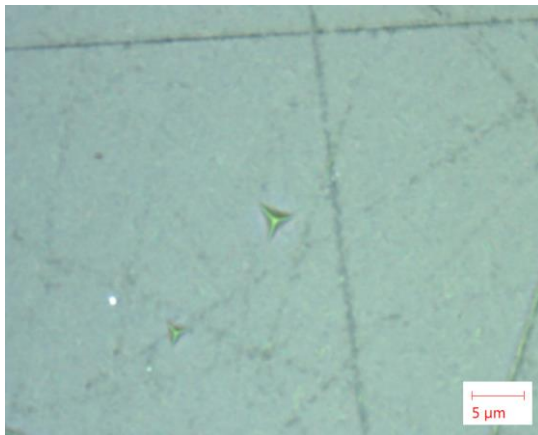
в)

Слика 5.17 Дијаграми наноутискивања литијум дисиликата при различитим завршним обрадама: а) полирање; б) глазирање и в) брушење

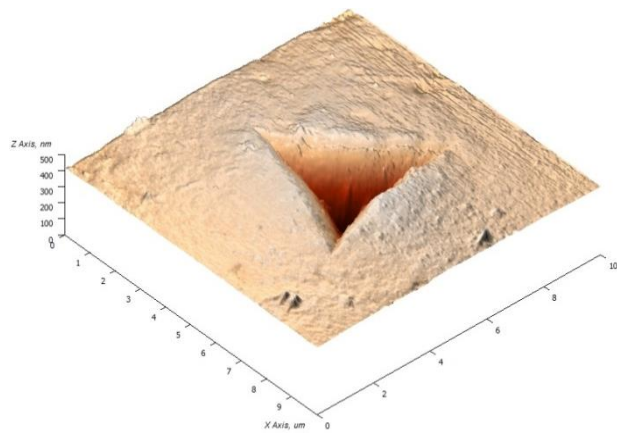
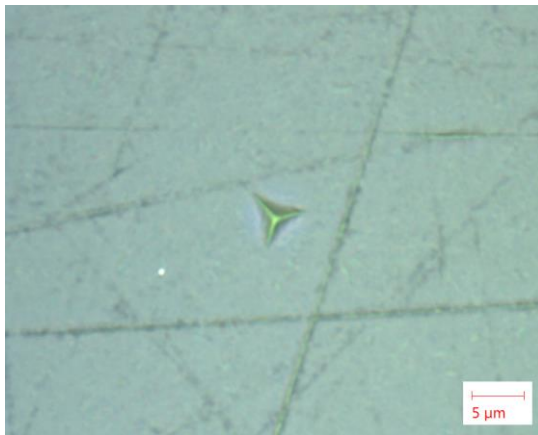
На Сликама 5.17-5.19 дати су оптички и AFM прикази мерења трагова утискивања на узорцима литијум дисиликата услед полирања (Слика 5.18), глазирања (Слика 5.19) и брушења (Слика 5.20). Тип мерења је дефинисан у виду матрице 3x4 у циљу добијања што прецизнијих резултата мерења.



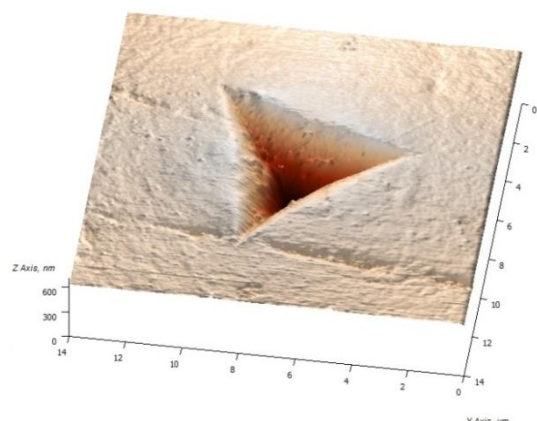
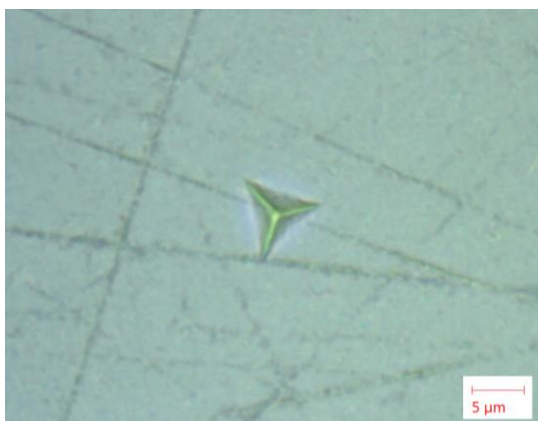
Изглед матрице наноутискивања 3×4



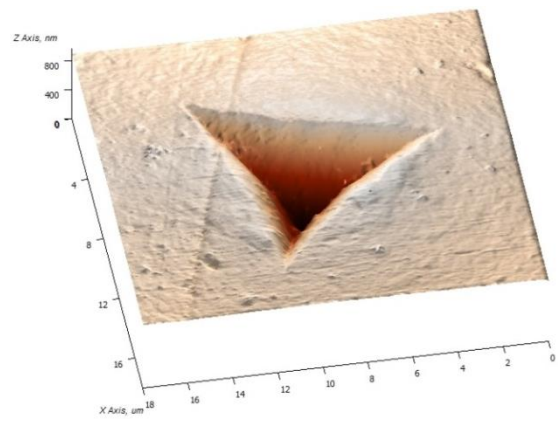
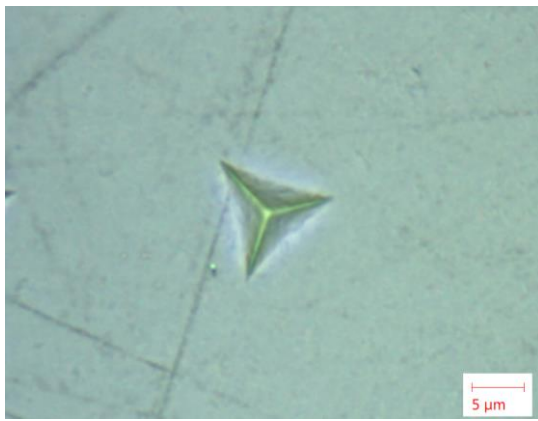
Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 50 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 100 mN

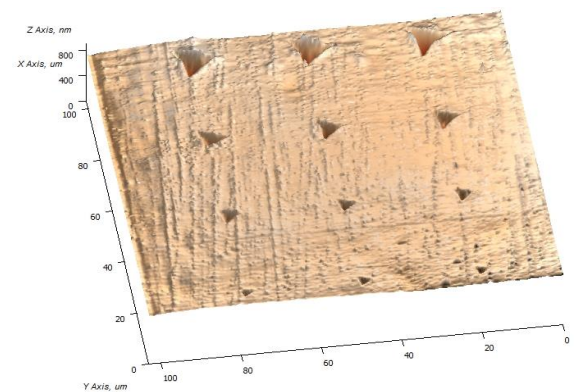
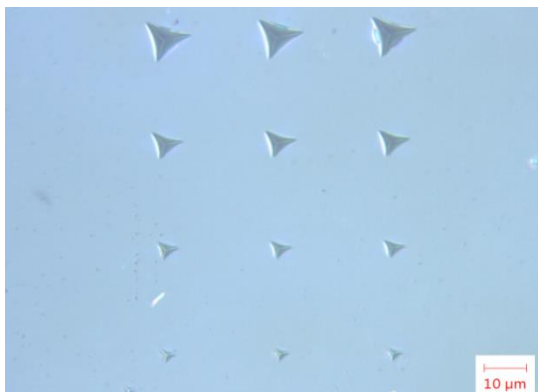


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 200 mN

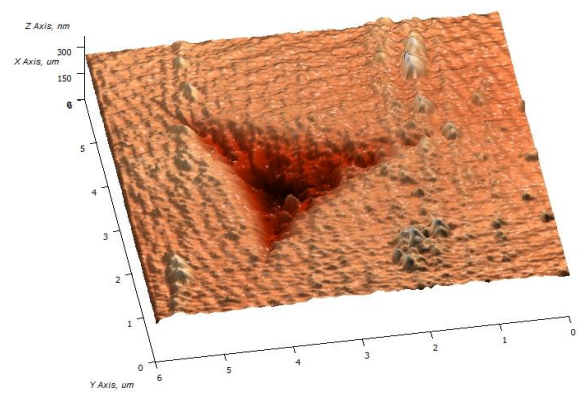
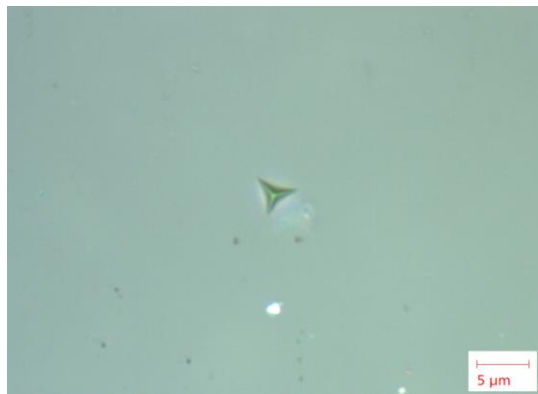


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 400 mN

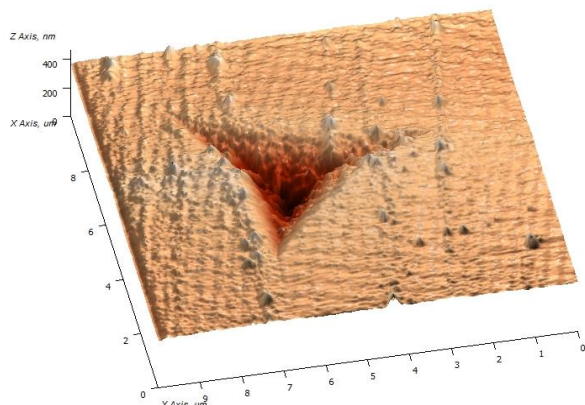
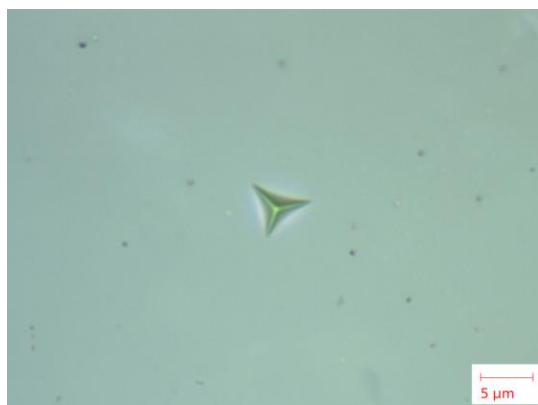
Слика 5.18 Оптички и AFM трагови наноутискивања литијум дисиликата на полираној површини



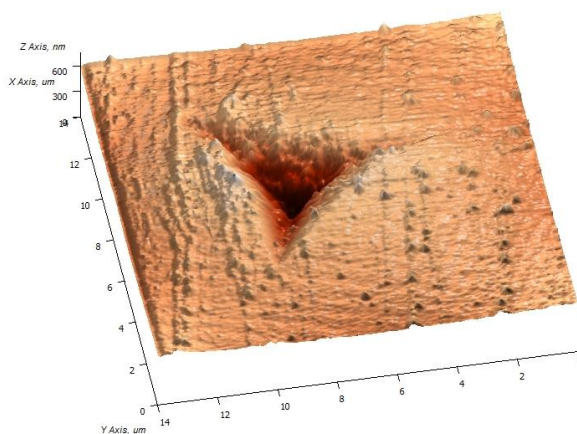
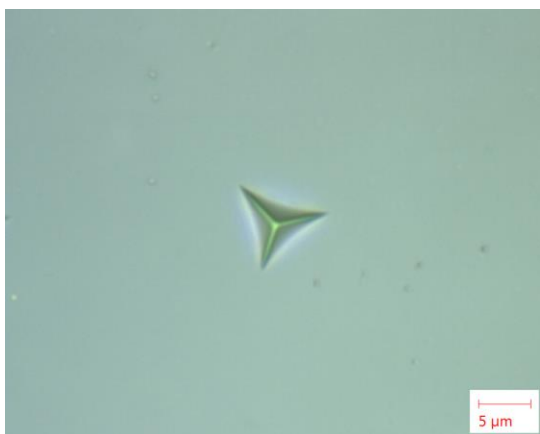
Изглед матрице наноутискивања 3×4



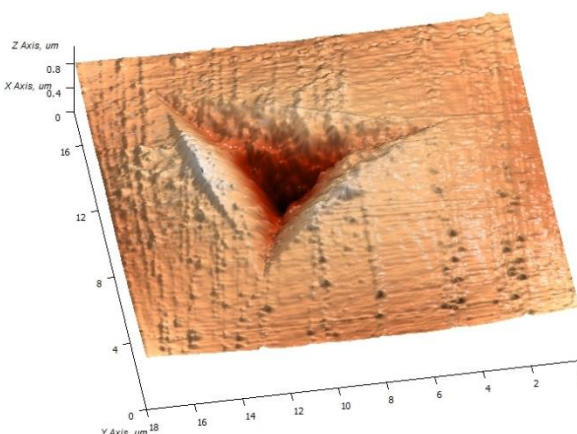
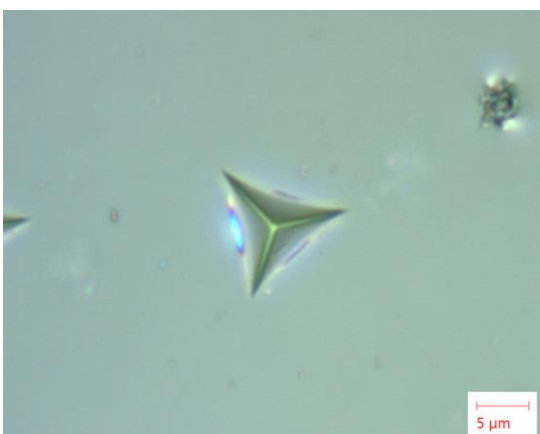
Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 50 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 100 mN



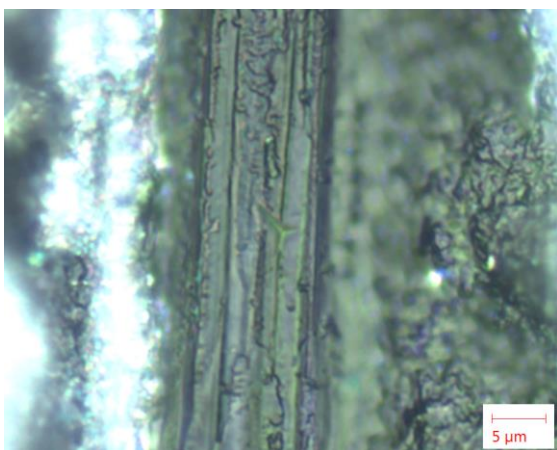
Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 200 mN



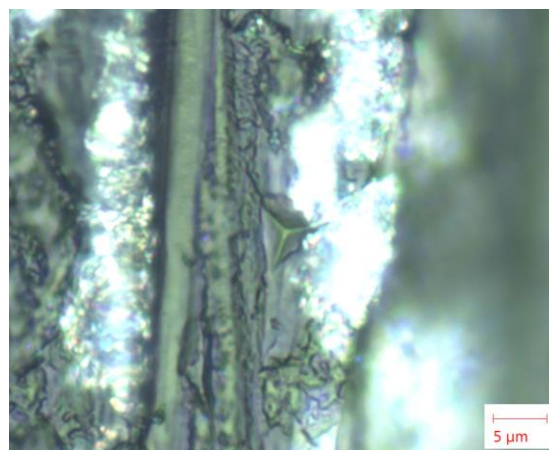
Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 400 mN

Слика 5.19 Оптички и AFM трагови наноутискивања литијум дисиликата при глазираној завршној обради

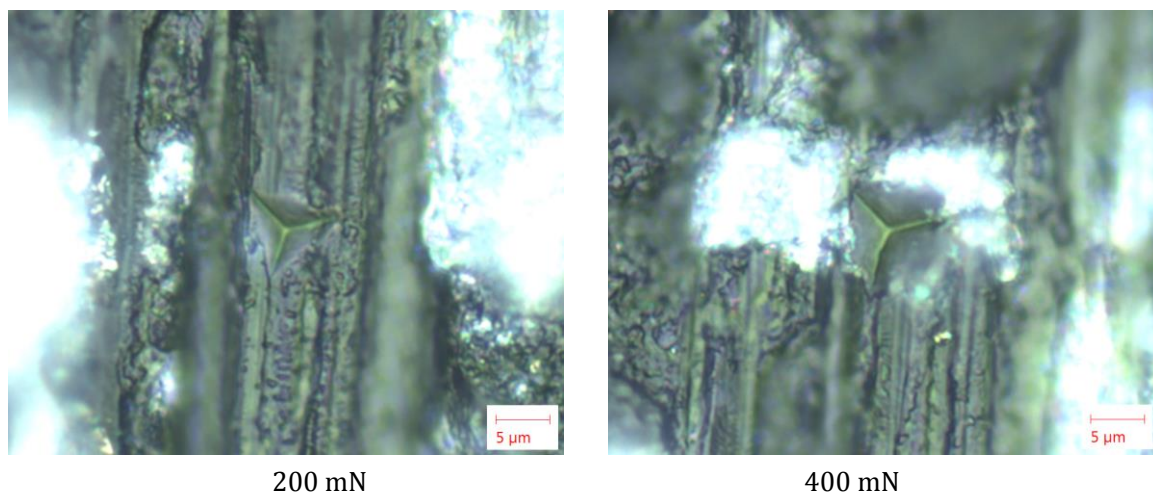
Приказани отисци утискивања су изабрани по вредностима тврдоћа које приближно одговарају средњим вредностима приказаним у Табели 5.6. Трагови нано утискивања на брушеним узорцима, представљени су уз помоћ оптичког микроскопа при увећању од 100 \times . Разлог томе је првенствено изражена површинска храпавости саме контактне површине брушеног узорка, што узрукује немогућност јасног уочавања самих трагова утискивања путем AFM микроскопа.



50 mN



100 mN



Слика 5.20 Оптички трагови наноутискивања литијум дисиликата при брушеној завршној обради

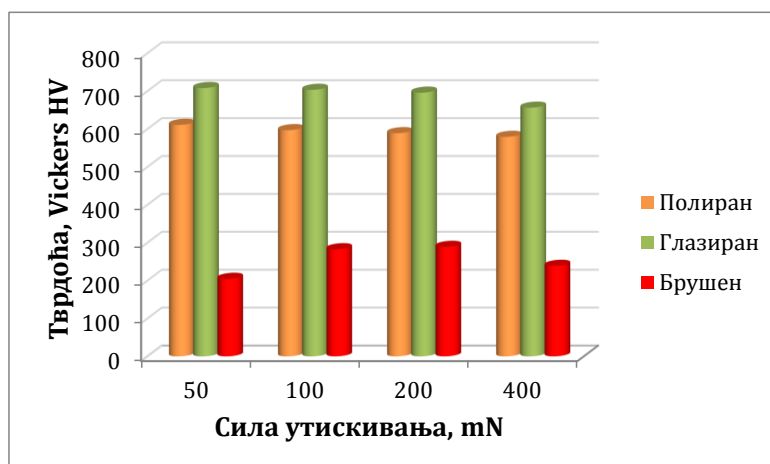
5.3.2 Резултати испитивања механичких карактеристика комерцијалне леуцитне керамике (*IPS Empress CAD*)

Измерени резултати наноутискивања комерцијалне леуцитне керамике (*IPS Empress CAD*) при различитим завршним обрадама представљени су у Табели 5.7. Резултати су представљени у виду средњих вредности свих измерених параметара, добијени као аритметичка средина три поновљена испитивања.

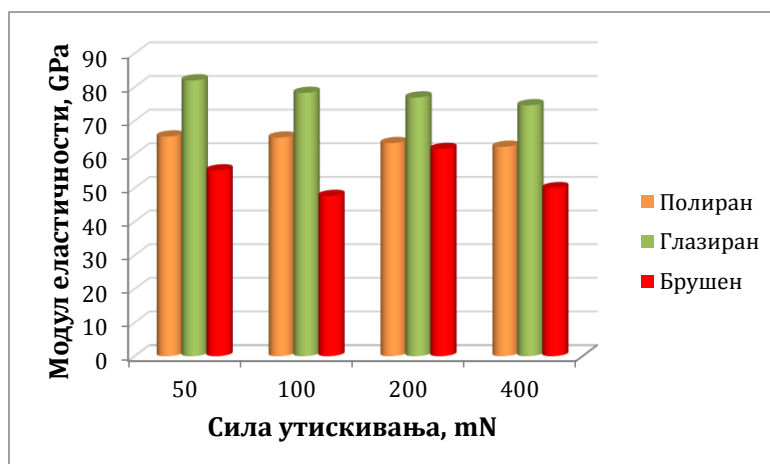
Како би се јасније увидела разлика добијених резултата при различитим завршним обрадама у виду тврдоће, модула еластичности и максималне дубине утискивања, на Слици 5.21 дати су упоредни прикази.

Табела 5.7 Резултати наноутискивања леуцитне керамике (*IPS Empress CAD*) при различитим завршним обрадама

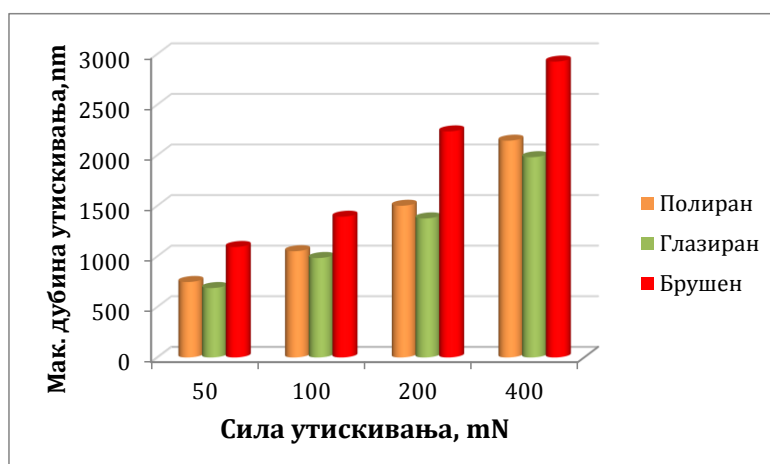
Наноутискивање леуцитне керамике (<i>IPS Empress CAD</i>)				
F_n , mN	Завршне обраде	HV , Vickers	E , GPa	h_{max} , nm
50	Полирана површина	610.77	65.31	746.00
	Глазирана површина	707.95	81.98	686.17
	Брушена површина	204.55	55.23	1092.29
100	Полирана површина	596.90	64.98	1050.49
	Глазирана површина	703.32	78.27	983.27
	Брушена површина	282.61	47.64	1391.40
200	Полирана површина	588.88	63.34	1499.62
	Глазирана површина	695.80	76.91	1374.54
	Брушена површина	288.96	61.58	2234.84
400	Полирана површина	579.25	62.24	2142.88
	Глазирана површина	656.19	74.59	1979.82
	Брушена површина	238.87	49.94	2924.82



а)



б)

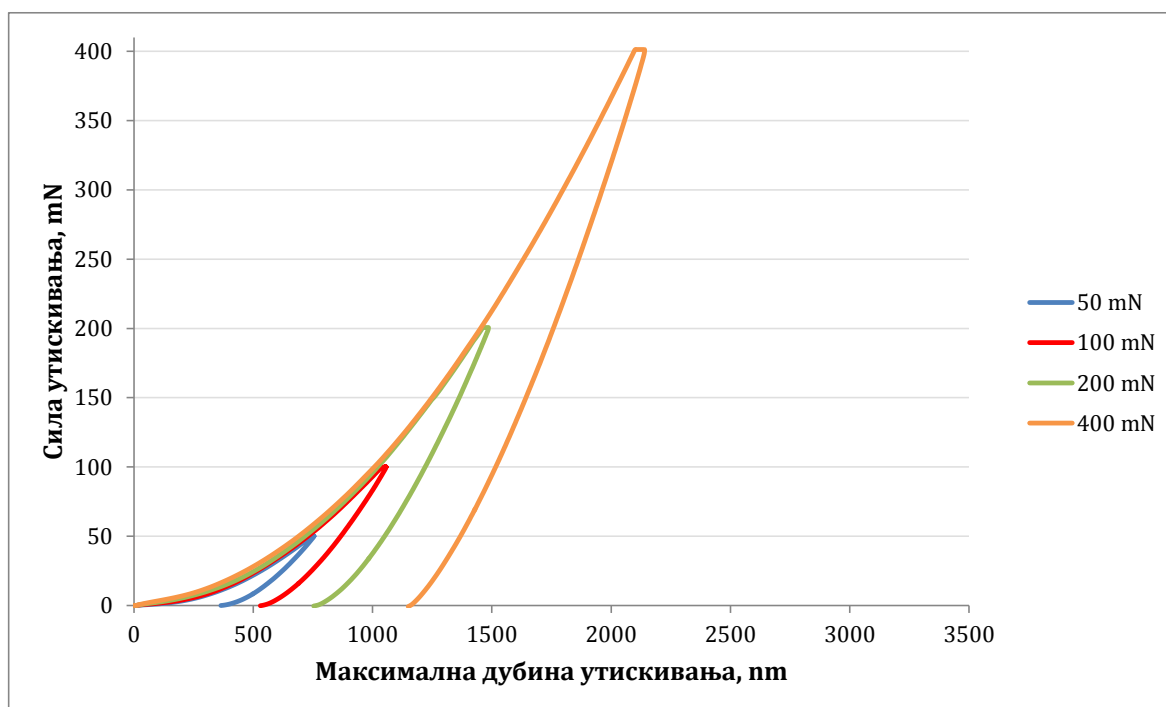


в)

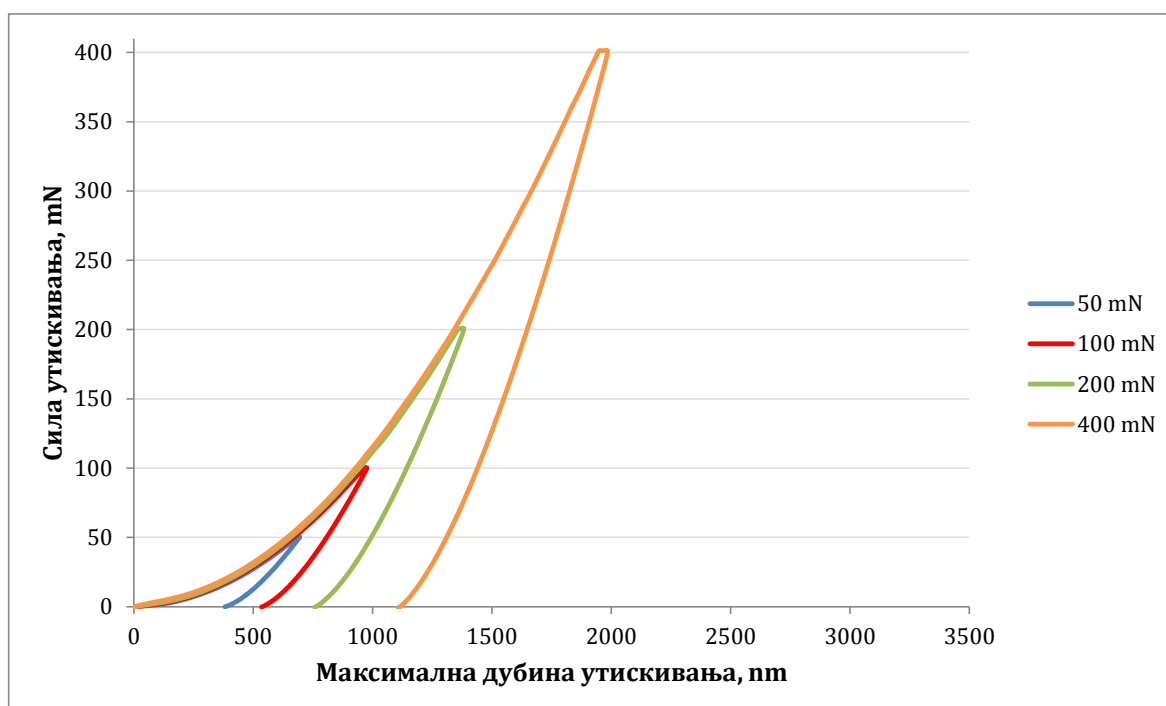
Слика 5.21 Поређење резултата наноутискивања леуцита при различитим завршним обрадама: а) тврдоћа, б) модул еластичности и в) максимална дубина утискивања

За разлику од литијум дисиликата, код леуцита највећу вредност тврдоће и модула еластичности има узорак са глазираном завршном обрадом, што је јасно илустровано на Слици 5.21. Такође, код полиране и глазиране површине леуцита, уочљив је тренд као и код претходног испитиваног материјала да тврдоћа и модул еластичности благо опадају ($HV \sim 10$ Vickers-а, $E \sim 0.7$ GPa) са

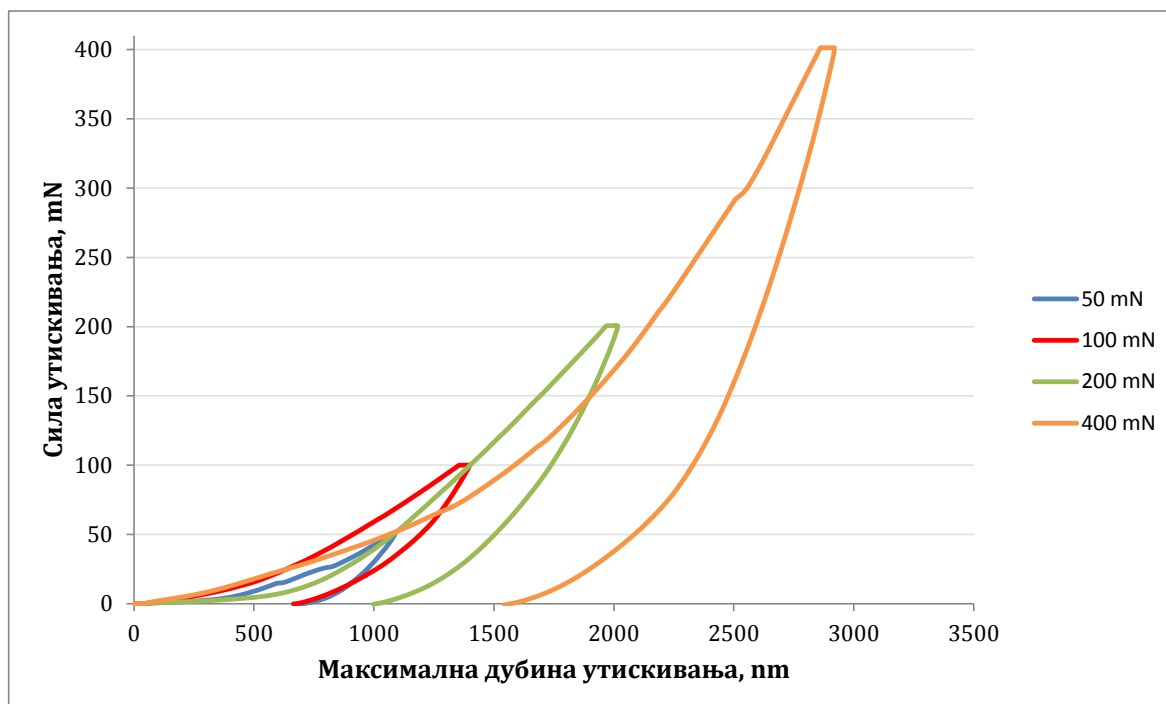
порастом оптерећења, док максимална дубина утискивања пропорцијално расте са порастом силе. Вредности тврдоће и модула еластичности код брушене површине знатно варирају у зависности од силе утискивања. Разлог томе је знатно грубља површинска хрпаовост у односу на полирану и глазирану површину (Слика 5.25), самим тим начин остваривања контакта утискивача са површином брушеног узорка се остварује преко изражених врхова неравнина. Завршна обрада брушењем једино има исти тренд као претходне две поменуте обраде за вредности максималне дубине утискивања.



а)



б)

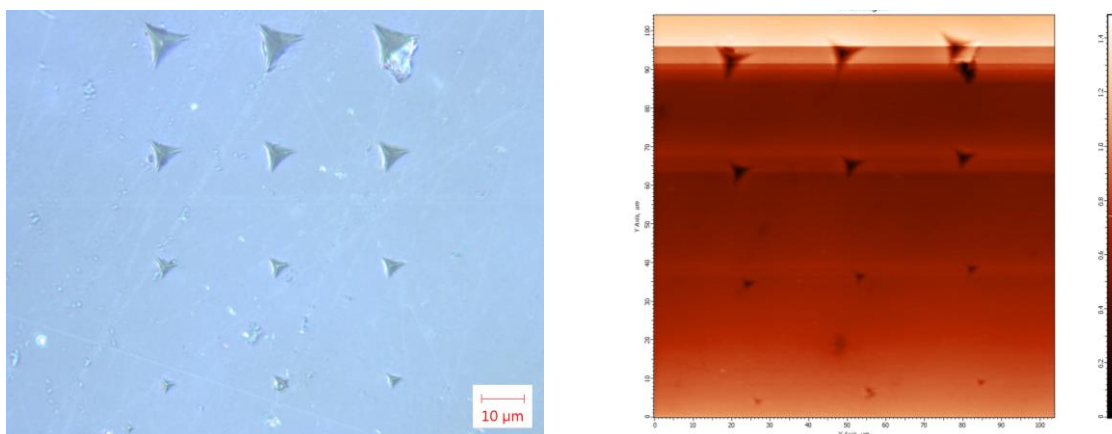


в)

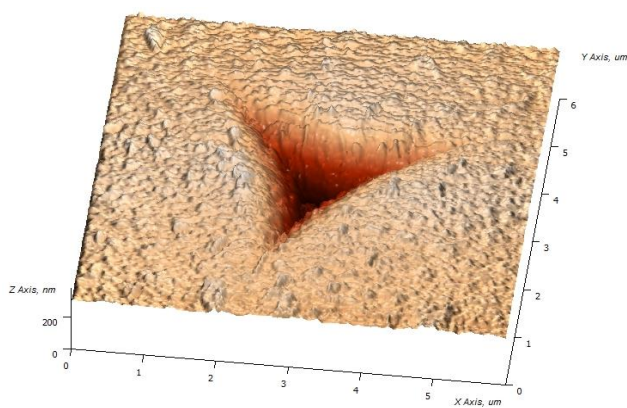
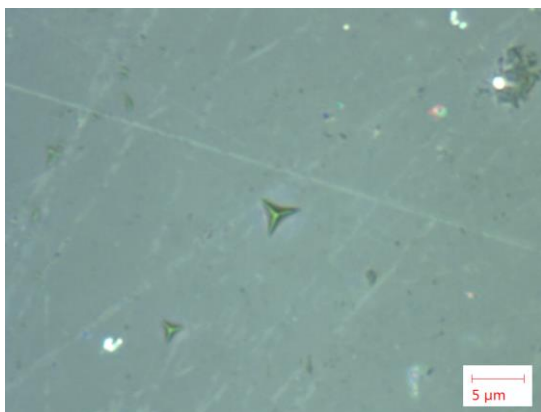
Слика 5.22 Дијаграми наноутискивања леуцита (*IPS Empress CAD*) при различитим завршним обрадама: а) полирање; б) глазирање и в) брушење

Слика 5.22 представља дијаграмски прикази зависности силе утискивања од максималне дубине утискивања при различитим завршним обрадама леуцитне керамике. Као и код претходног материјала јасно се може уочити исти тренд за све завршне обраде да дубине утискивања пропорцијално расту са повећањем силе утискивања.

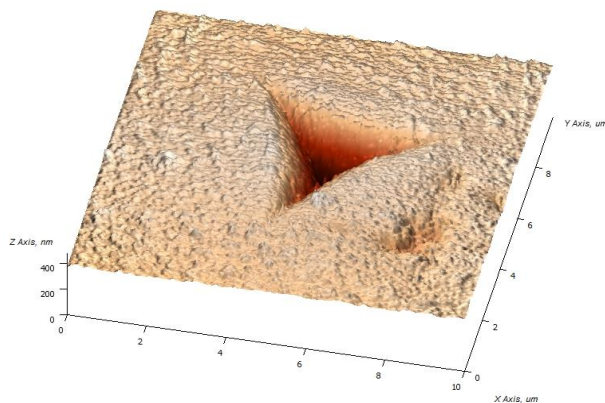
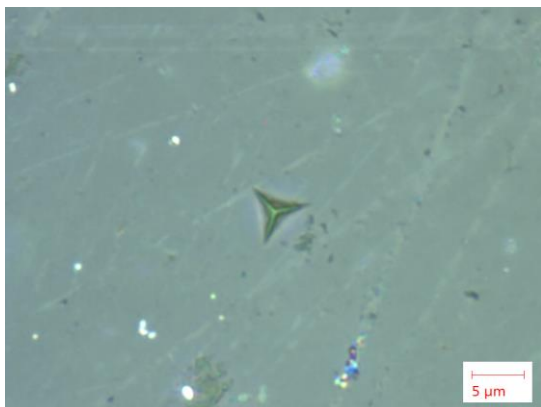
Отисци наноутискивања при различитим завршним обрадама добијени оптичким путем и АФМ анализом, приказани су на Сликама 5.23-5.25. Приказани отисци утискивања су трагови чије вредности представљају аритметичку средину измерених тврдоћа (HV), модула еластичности (E) и максималних дубина утискивања (h_{\max}) из Табели 5.7.



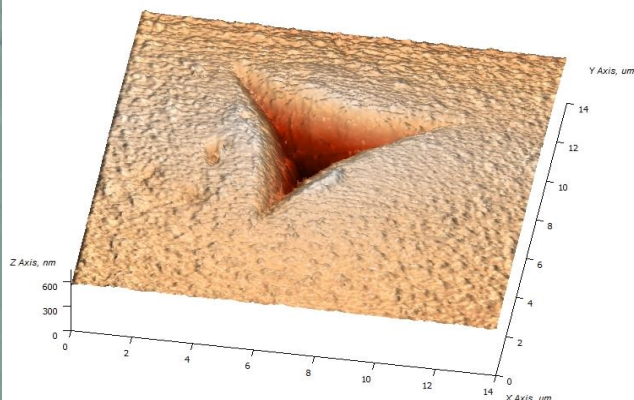
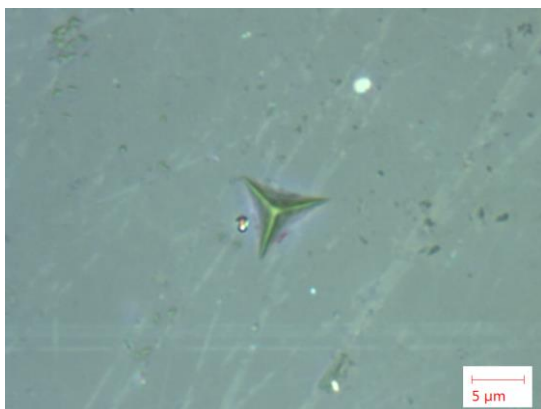
Изглед матрице наноутискивања 3×4



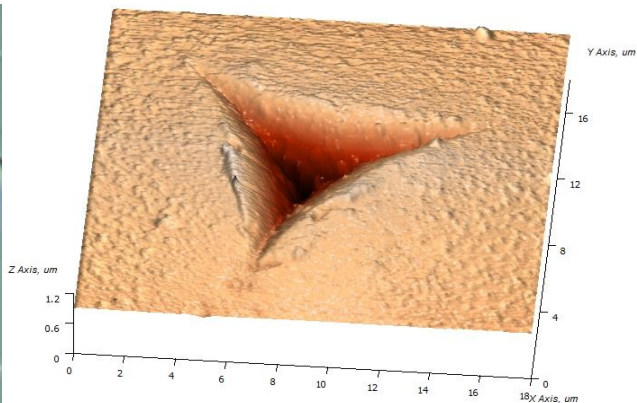
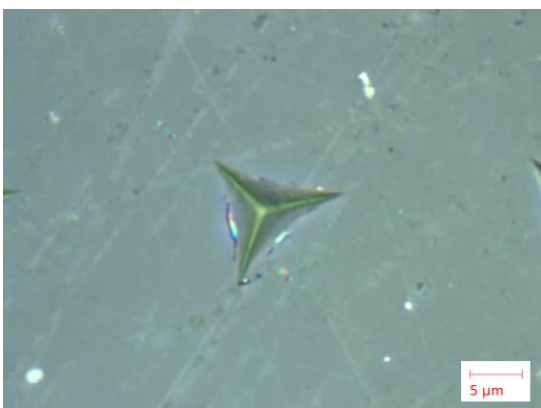
Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 50 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 100 mN

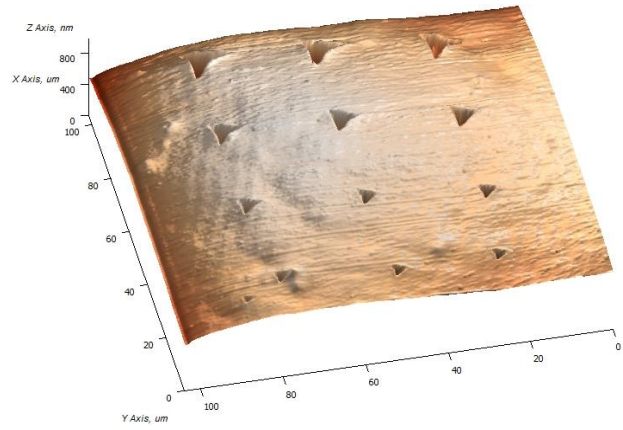
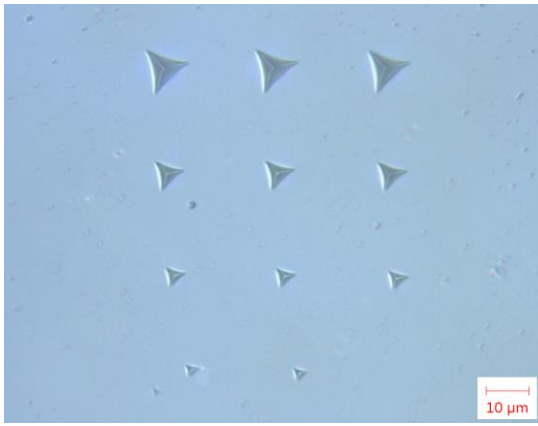


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 200 mN

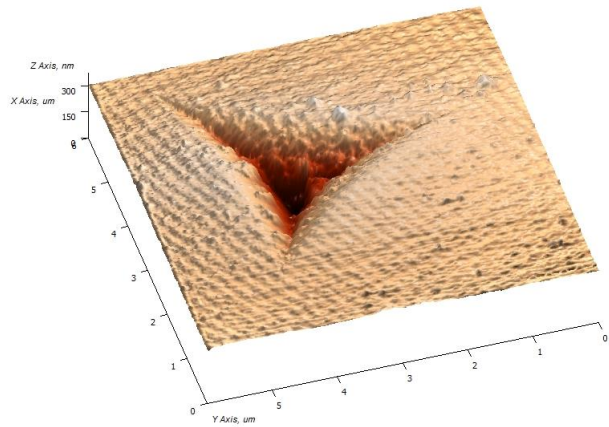
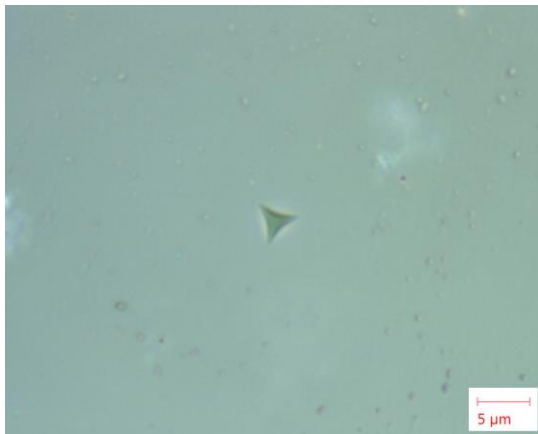


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 400 mN

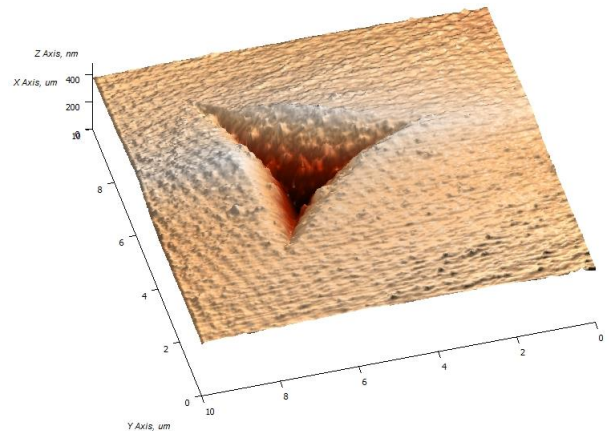
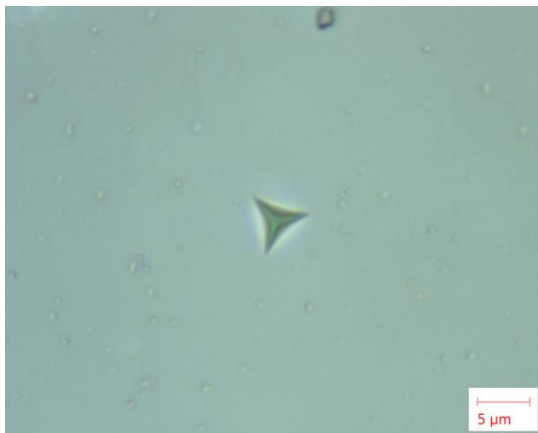
Слика 5.23 Оптички и AFM трагови наноутискивања леуцита (*IPS Empress CAD*) при полираној завршној обради



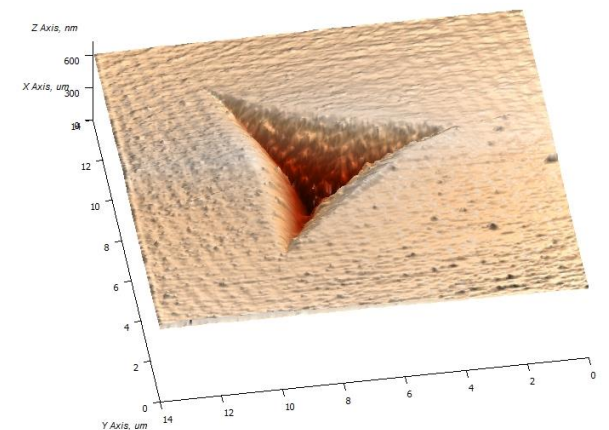
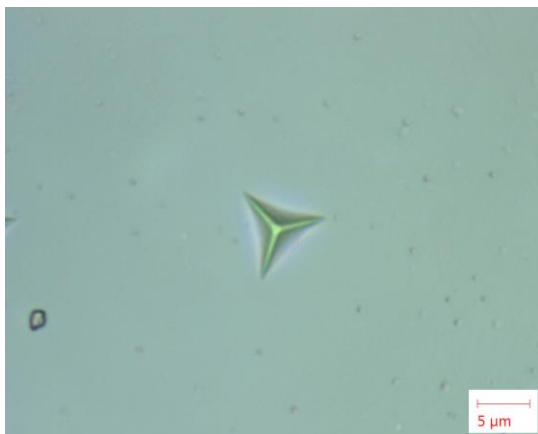
Изглед матрице наноутискивања 3×4



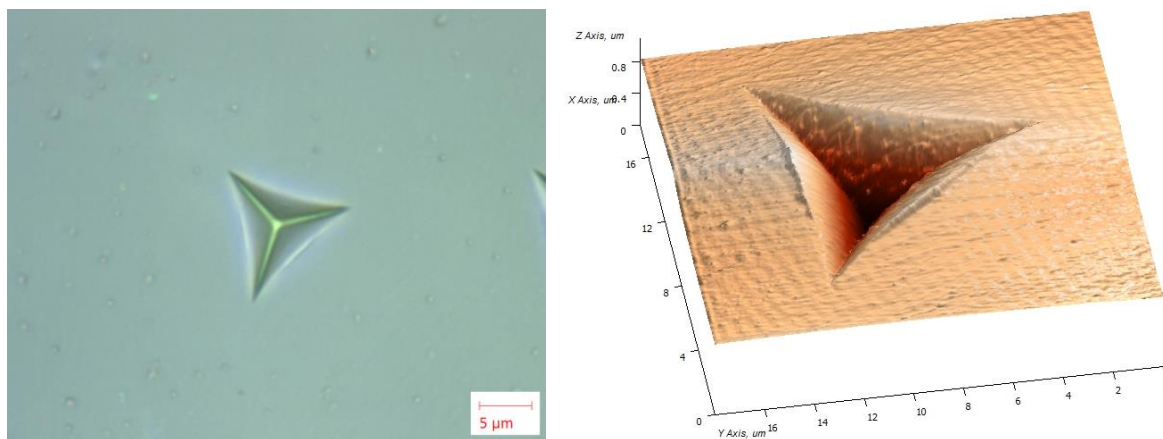
Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 50 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 100 mN

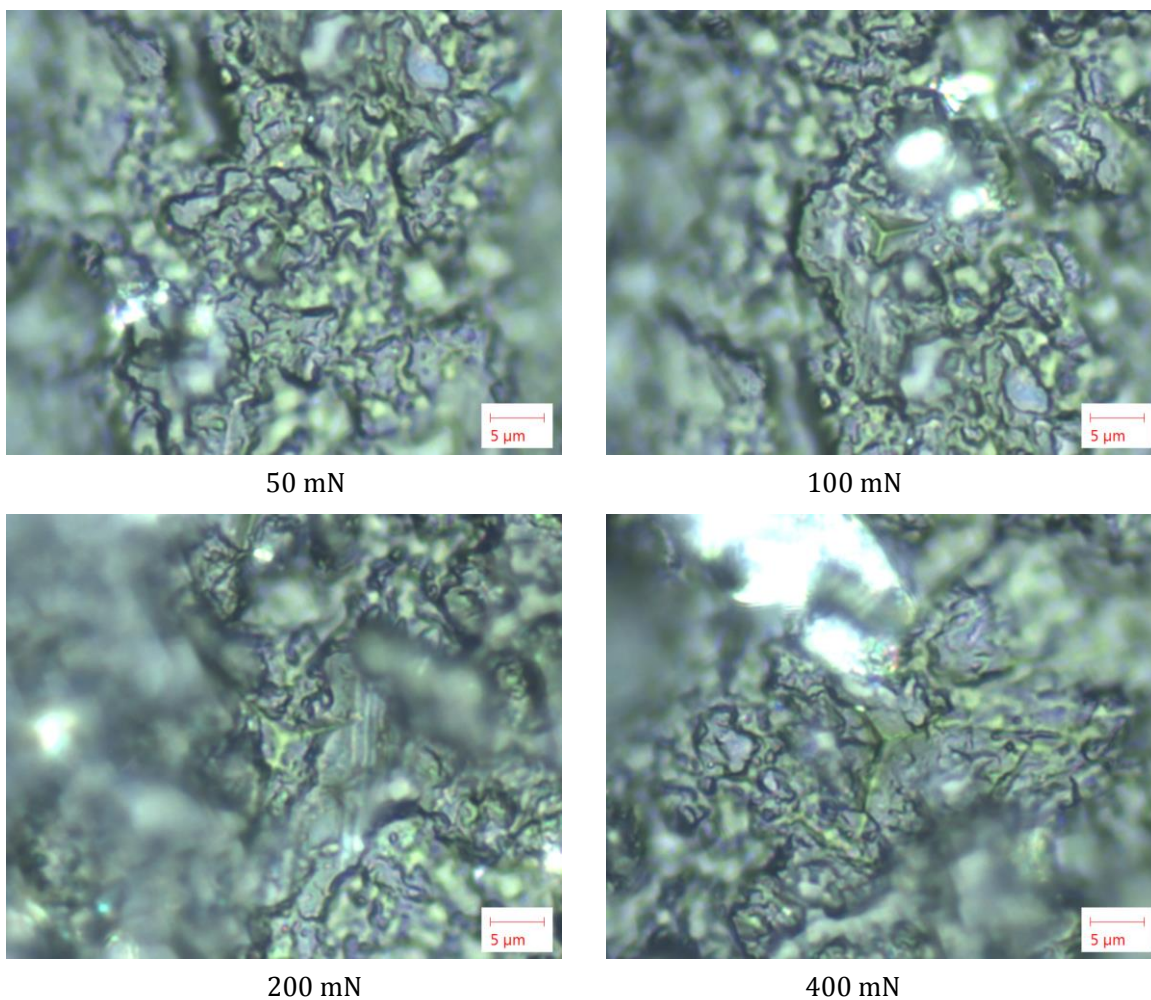


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 200 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 400 mN

Слика 5.24 Оптички и AFM трагови наноутискивања леуцита (*IPS Empress CAD*) при глазираној завршној обради



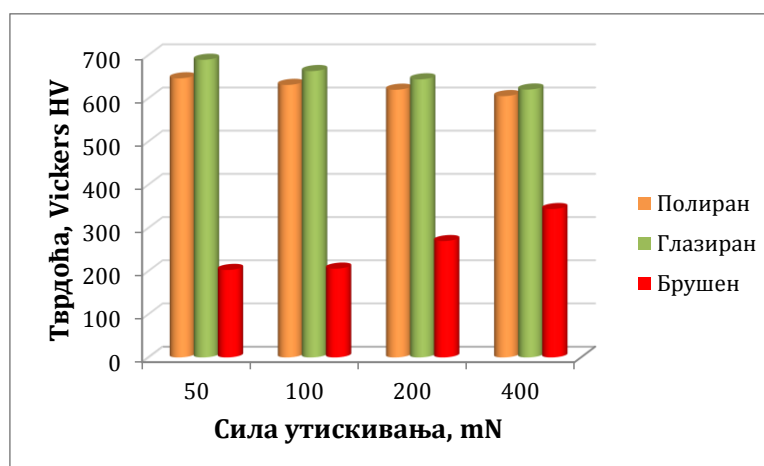
Слика 5.25 Оптички трагови наноутискивања леуцита (*IPS Empress CAD*) при брушеној завршној обради

5.3.3 Резултати испитивања механичких карактеристика комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*)

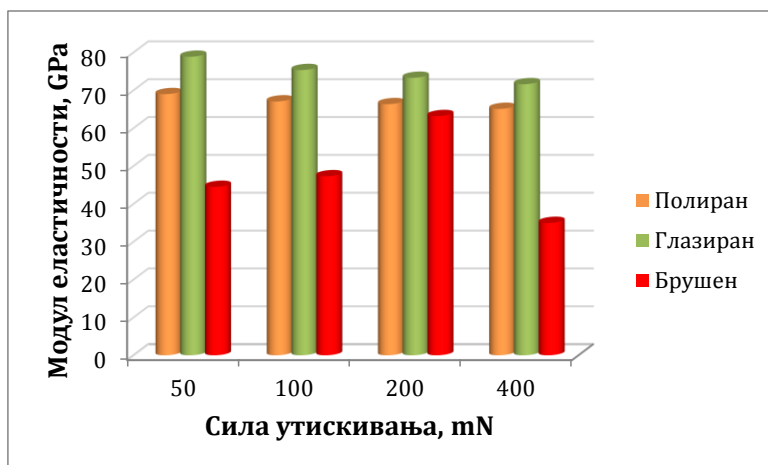
У Табели 5.8 приказани су добијени резултати наноутискивања комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) при различитим завршни обрадама. Експеримент је такође дефинисан у виду матрице 3×4. Приказане вредности у Табели 5.8, представљају аритметичку средину измерених вредности тврдоће (*HV*), модула еластичности (*E*) и максималне дубине утискивања (h_{\max}). На Слици 5.26 дат је упоредни хистограмски прикази добијених резултата. Највећу вредност тврдоће и модула еластичности има завршна обрада глазирањем (Слика 5.26), што је у складу и са добијеним резултатима претходног материјала. Такође се јасно може уочити тренд који важи за полирану и глазирану завршну обраду, да тврдоћа и модул еластичности опадају у границама малих вредности са порастом оптерећења, док максимална дубина утискивања пропорцијално расте са порастом силе за све три завршне обраде.

Табела 5.8 Резултати наноутискивања фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) при различитим завршним обрадама.

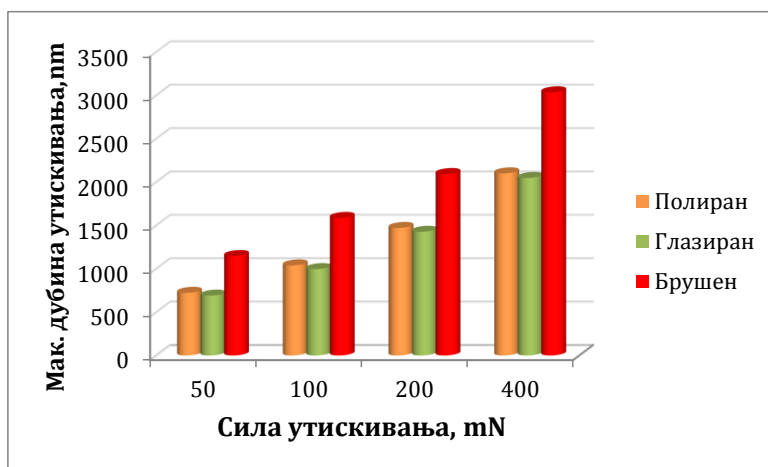
Наноутискивање фасетне керамике (<i>IPS e.max Ceram</i>)				
F_n , mN	Завршне обраде	<i>HV</i> , Vickers	<i>E</i> , GPa	h_{\max} , nm
50	Полирана површина	646.28	68.99	722.54
	Глазирана површина	689.13	78.86	690.39
	Брушена површина	202.58	44.50	1146.50
100	Полирана површина	631.02	67.07	1038.55
	Глазирана површина	663.03	75.35	996.31
	Брушена површина	205.58	47.30	1586.46
200	Полирана површина	619.85	66.34	1471.05
	Глазирана површина	643.89	73.297	1426.52
	Брушена површина	269.38	63.19	2092.37
400	Полирана површина	605.07	65.09	2100.24
	Глазирана површина	620.26	71.61	2046.85
	Брушена површина	343.50	34.97	3034.53



а)

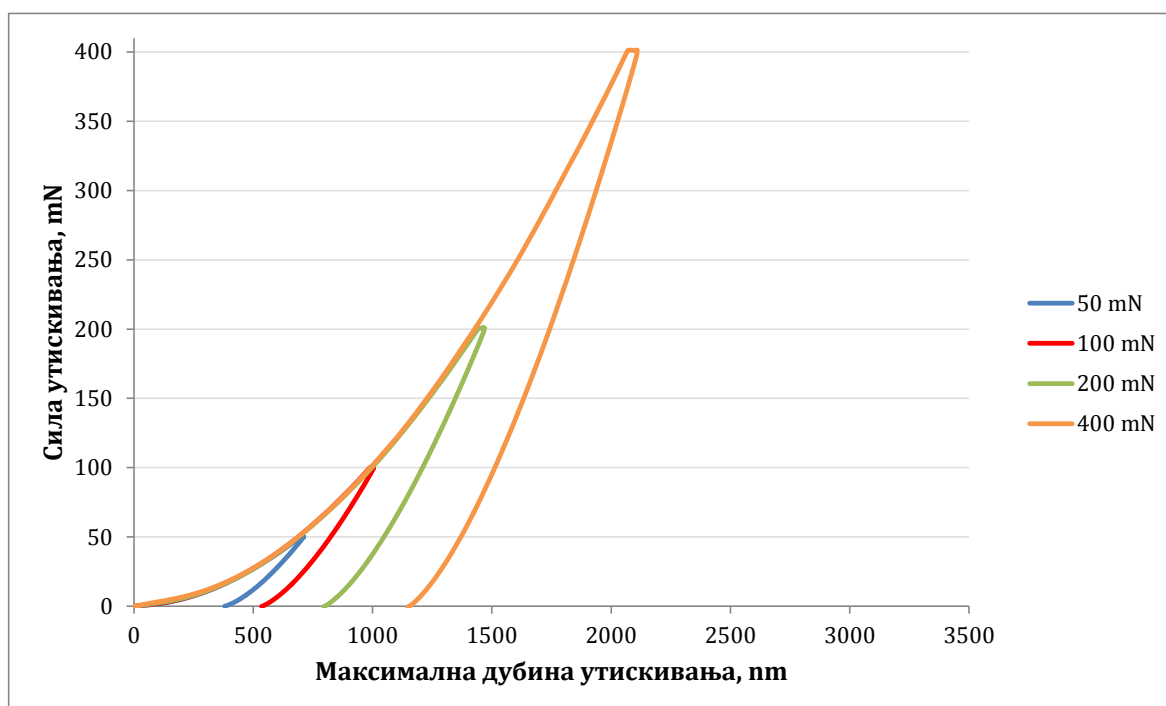


б)

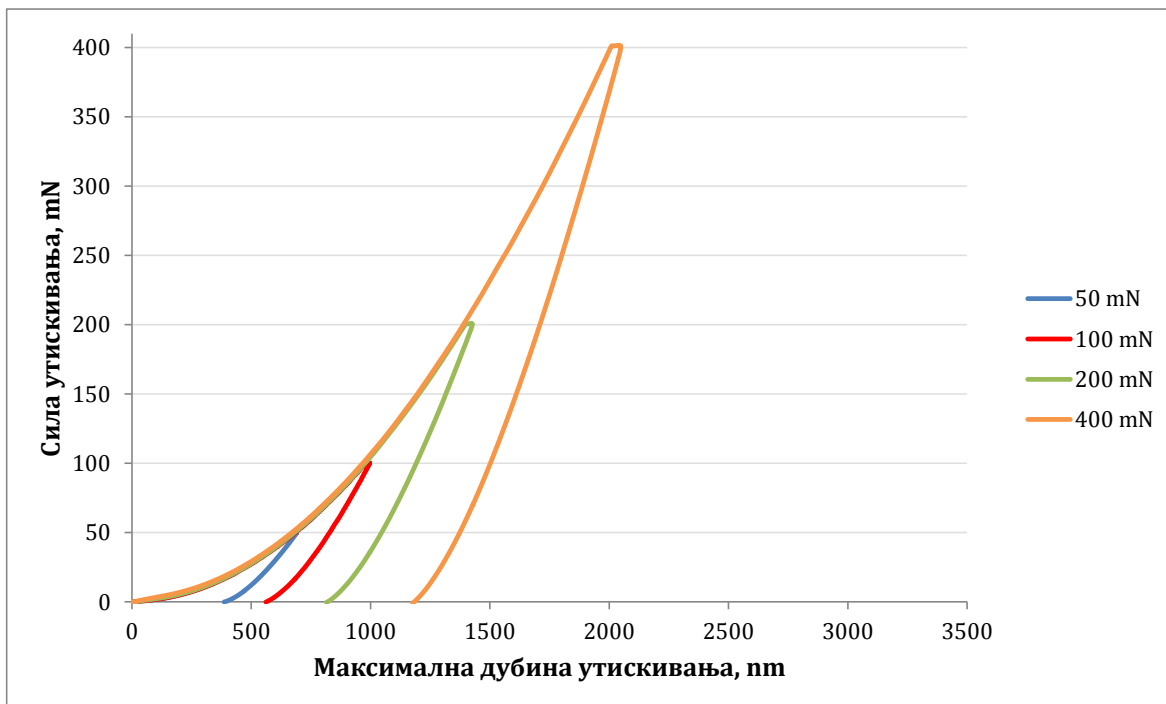


в)

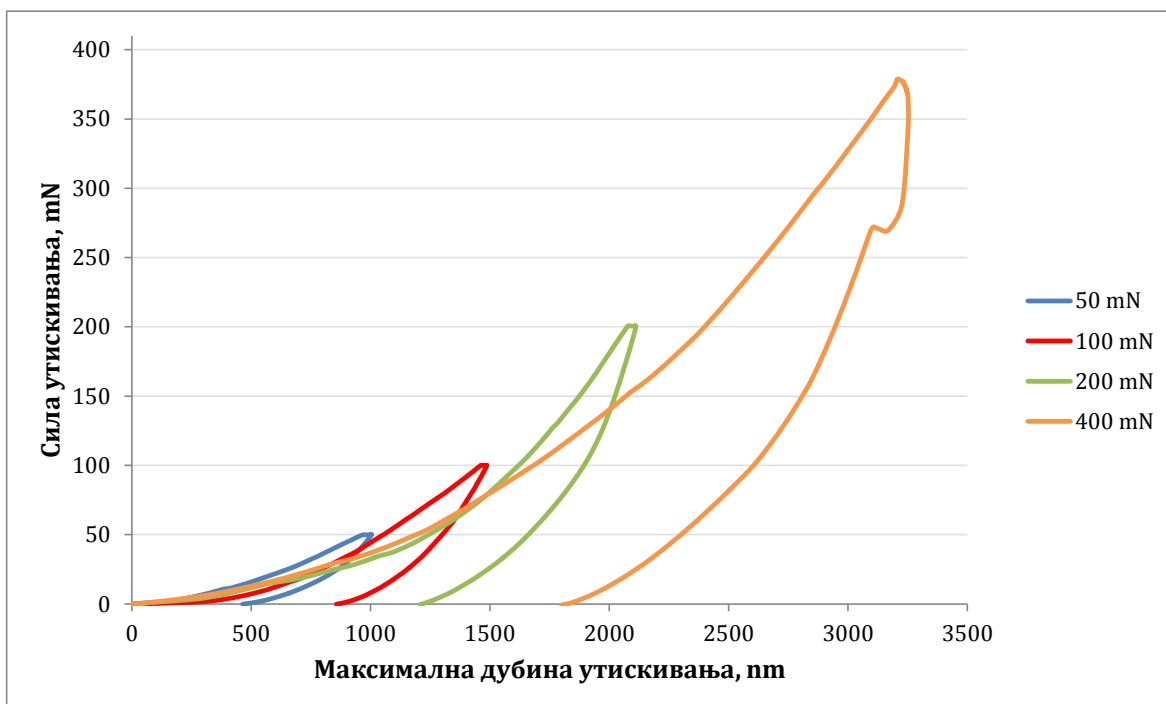
Слика 5.26 Поређење резултата нано утискивања фасетне керамике при различитим завршним обрадама: а) тврдоћа, б) модул еластичности и в) максимална дубина утискивања



а)



б)



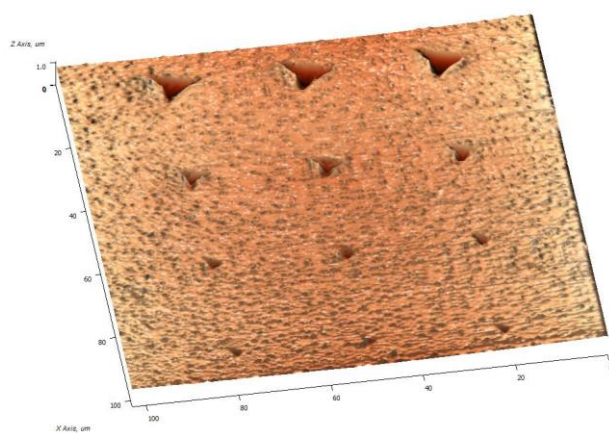
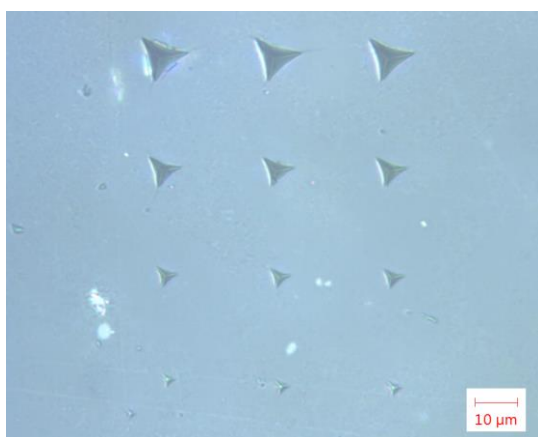
в)

Слика 5.27 Дијаграми наноутискивања фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) при различитим завршним обрадама: а) полирање; б) глазирање и в) брушење

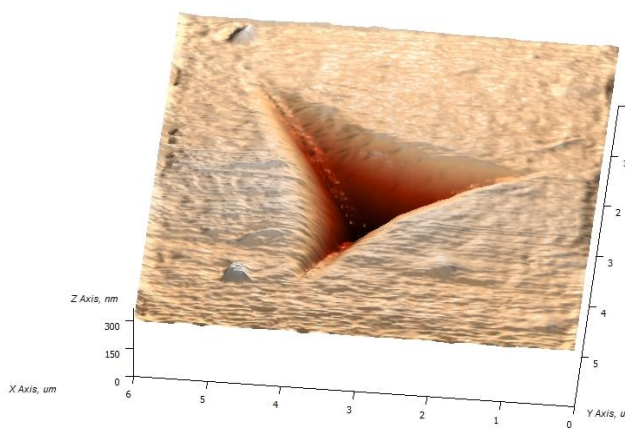
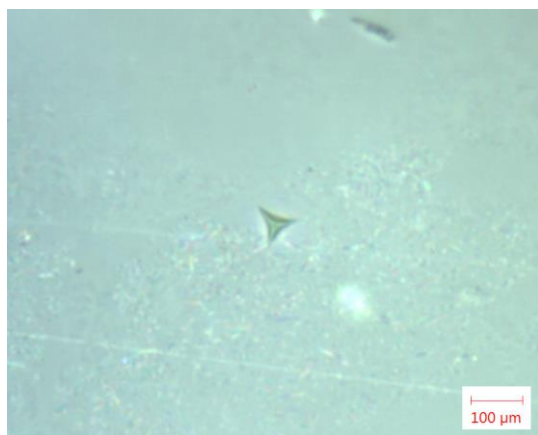
На Слици 5.27 приказани су одговарајући дијаграмски прикази зависности силе утискивања од максималне дубине утискивања такође при различитим завршним обрадама. Са приказаних дијаграма, као и код претходних материјала дубина утискивања пропорцијално расте са повећањем силе утискивања код свих завршних обрада. Такође, јасно се може видети да дијаграми полираних (Слика 5.27а) и глазираних површина (Слика 5.27б) такоређи имају идентичан

изглед при оптерећењу и растерећењу. Док, криве утискивања код брушене површине имају знатно видљива одступање у односу на претходне две, нарочито при сили утискивања од 400 mN, где се јавља благо неправилан облик криве растерећења као последица површинске несавршености у виду појаве гасних мехурова, чије је присуство иначе карактеристично за овај материјал.

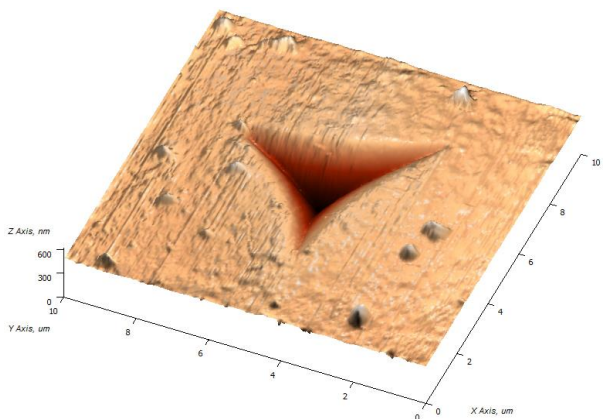
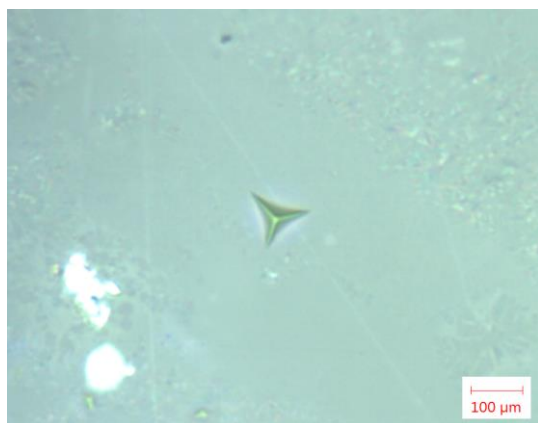
На Сликама 5.28-5.30 представљени су оптички и AFM прикази добијених трагова утискивања на узорцима фасетне керамике третираних завршним обрадама. Експеримент је дефинисан у виду матрице 3×4, и приказани отисци утискивања су одабрани на основу измерених вредности тврдоћа које приближно одговарају средњим вредностима приказаним у Табели 5.8.



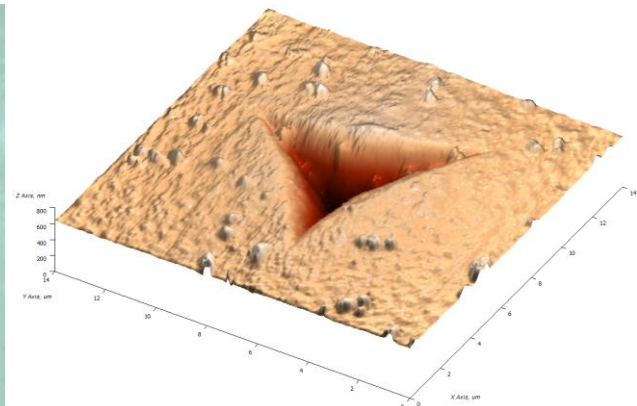
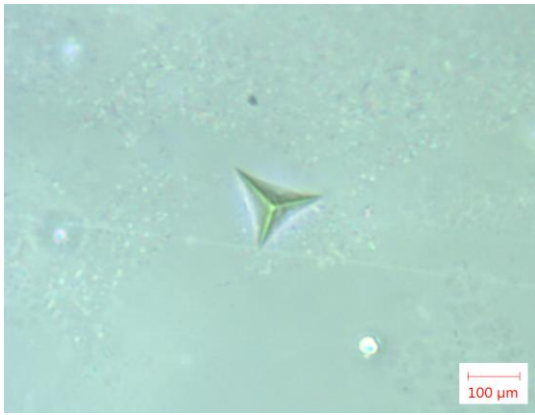
Изглед матрице наноутискивања 3×4



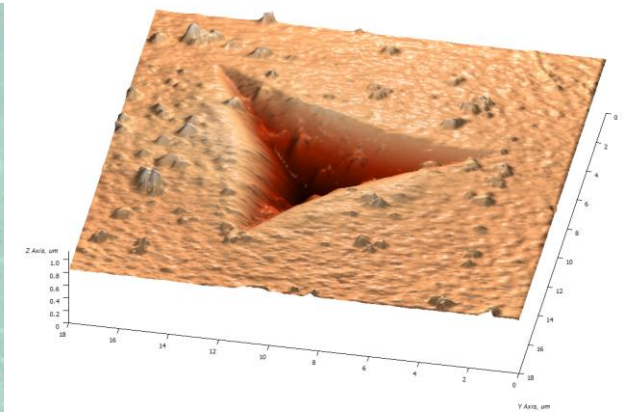
Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 50 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 100 mN

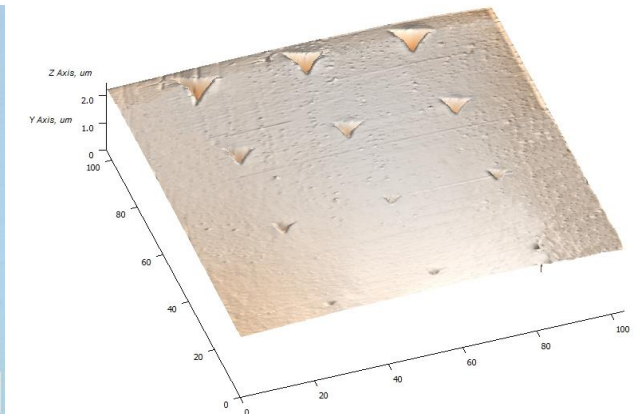
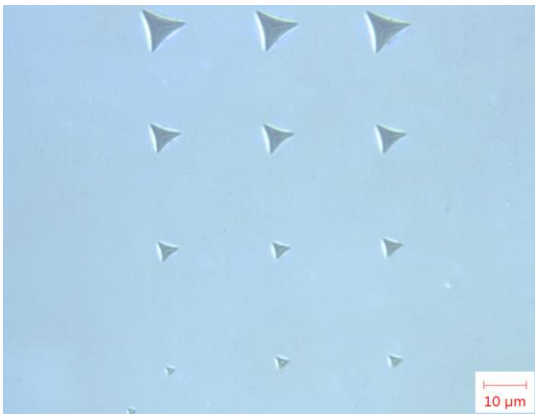


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 200 mN

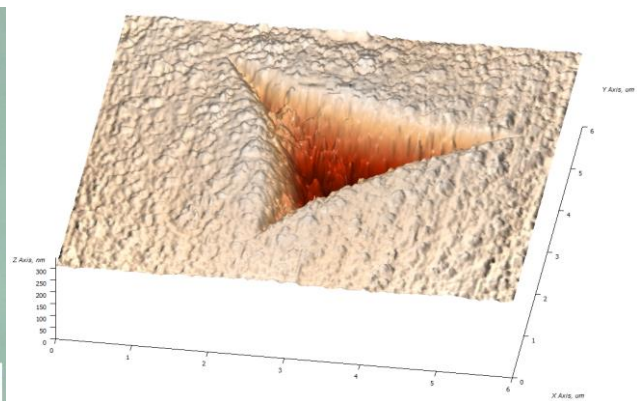
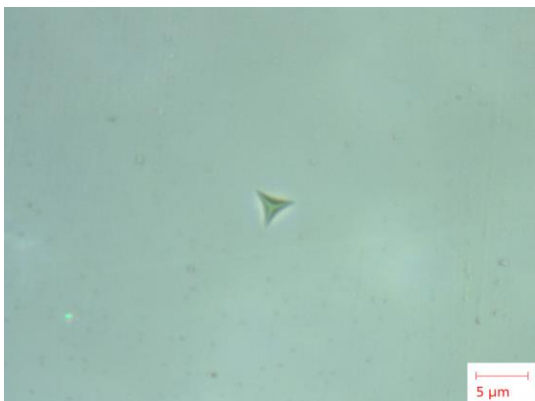


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 400 mN

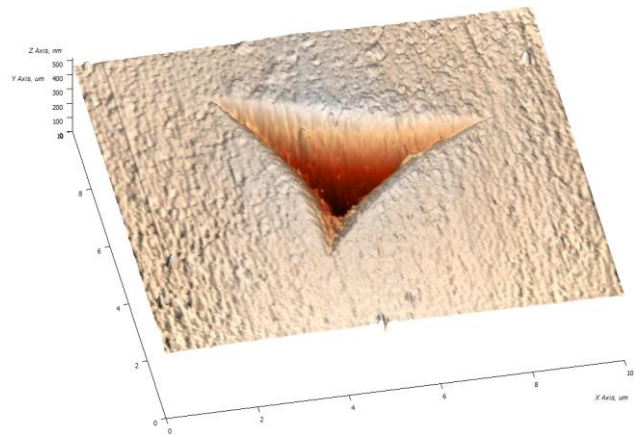
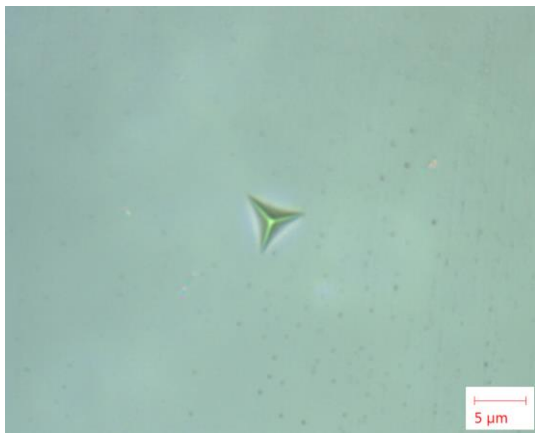
Слика 5.28 Оптички и AFM трагови наноутискивања фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) при полираној завршној обради



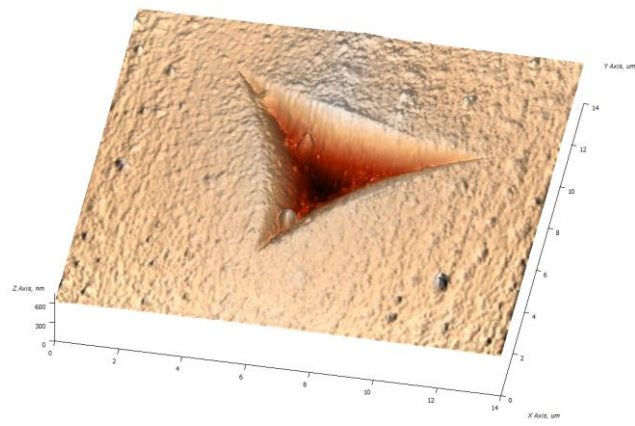
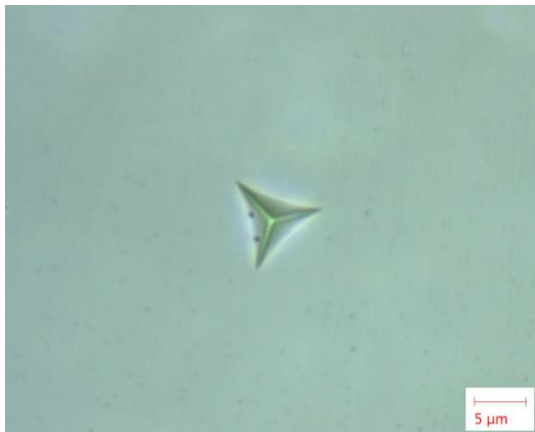
Изглед матрице наноутискивања 3×4



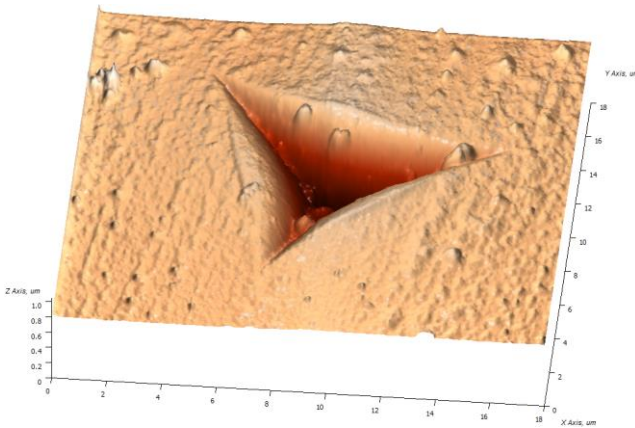
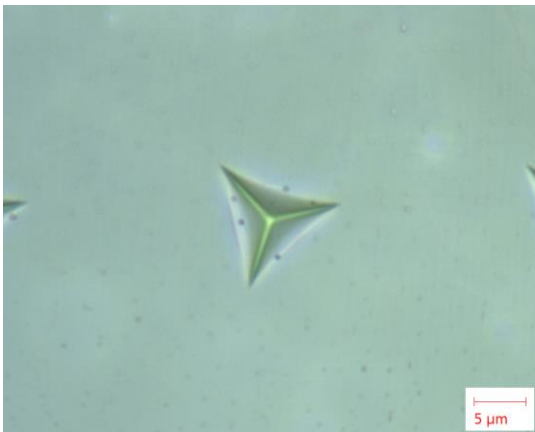
Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 50 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 100 mN

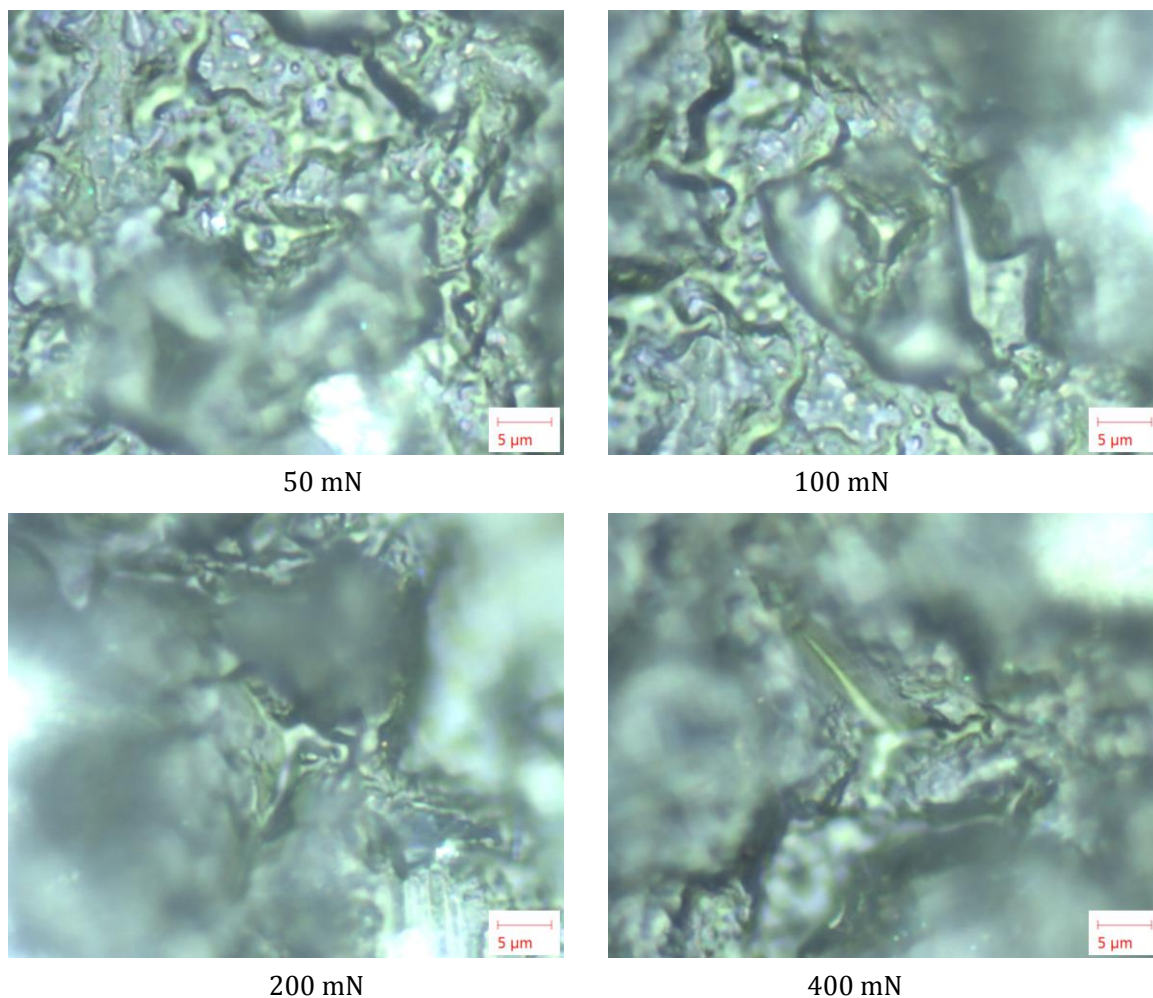


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 200 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 400 mN

Слика 5.29 Оптички и AFM трагови наноутискивања фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) при глазираној завршној обради



Слика 5.30 Оптички трагови наноутискивања фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) при брушеној завршној обради

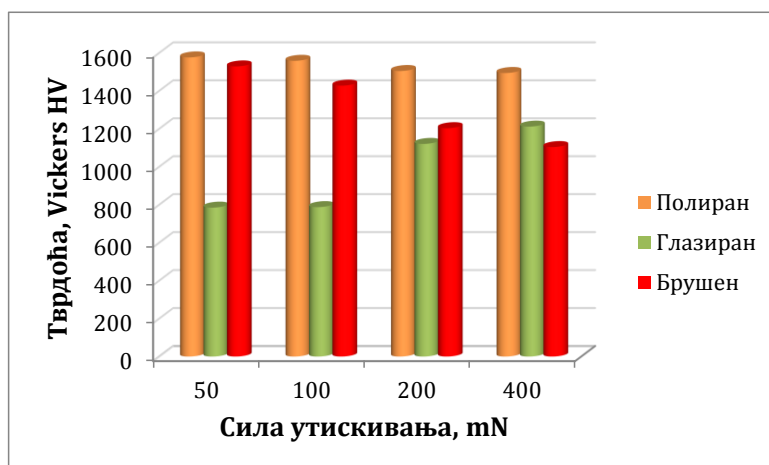
5.3.4 Резултати испитивања механичких карактеристика комерцијалног цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*)

У Табели 5.9 приказани су резултати наноутискивања, као средње вредности три поновљена испитивања, комерцијалног цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*) услед полирања, глазирање и брушења. Како би се јасније протумачиле приказане вредности у табели, на Слици 5.31 дато је хистограмско поређење добијених резултата тврдоће, модула еластичности и максималне дубине утискивања поменутог комерцијалног материјала.

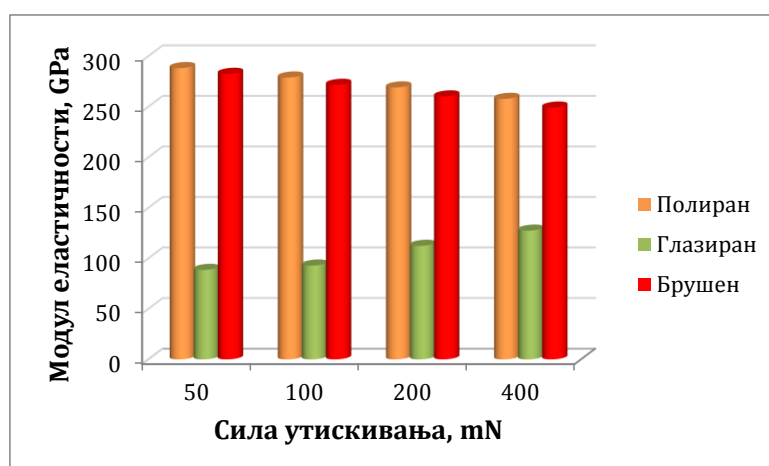
Из приложених резултата у Табели 5.9, као и хистограмског приказа њиховог поређења (Слика 5.31), највећу вредност тврдоће ($1576.17 \text{ Vickers-a}$) има полирана површина при сили утискивања од 50 mN, након чега вредност тврдоће сразмерно опада са порастом силе утискивања. Исти тренд је заступљен и код модула еластичности, за исту завршну обраду.

Табела 5.9 Резултати наноутискивања цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*) при различитим завршним обрадама

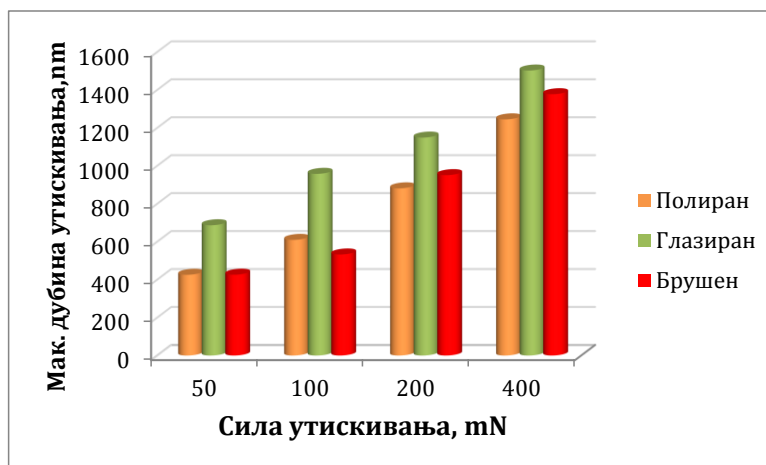
Наноутискивање цирконијума (<i>IPS e.max ZirCAD</i>)				
F_n , mN	Завршне обраде	HV , Vickers	E , GPa	h_{max} , nm
50	Полирана површина	1576.17	288.17	425.49
	Глазирана површина	784.65	88.51	686.50
	Брушена површина	1528.83	282.51	425.91
100	Полирана површина	1558.33	278.85	609.44
	Глазирана површина	787.36	92.80	957.49
	Брушена површина	1427.40	271.64	532.56
200	Полирана површина	1504.53	269.03	881.05
	Глазирана површина	1120.46	112.32	1148.61
	Брушена површина	1203.43	260.16	950.71
400	Полирана површина	1494.10	257.72	1244.72
	Глазирана површина	1211.60	127.35	1501.91
	Брушена површина	1103.84	249.12	1377.34



а)



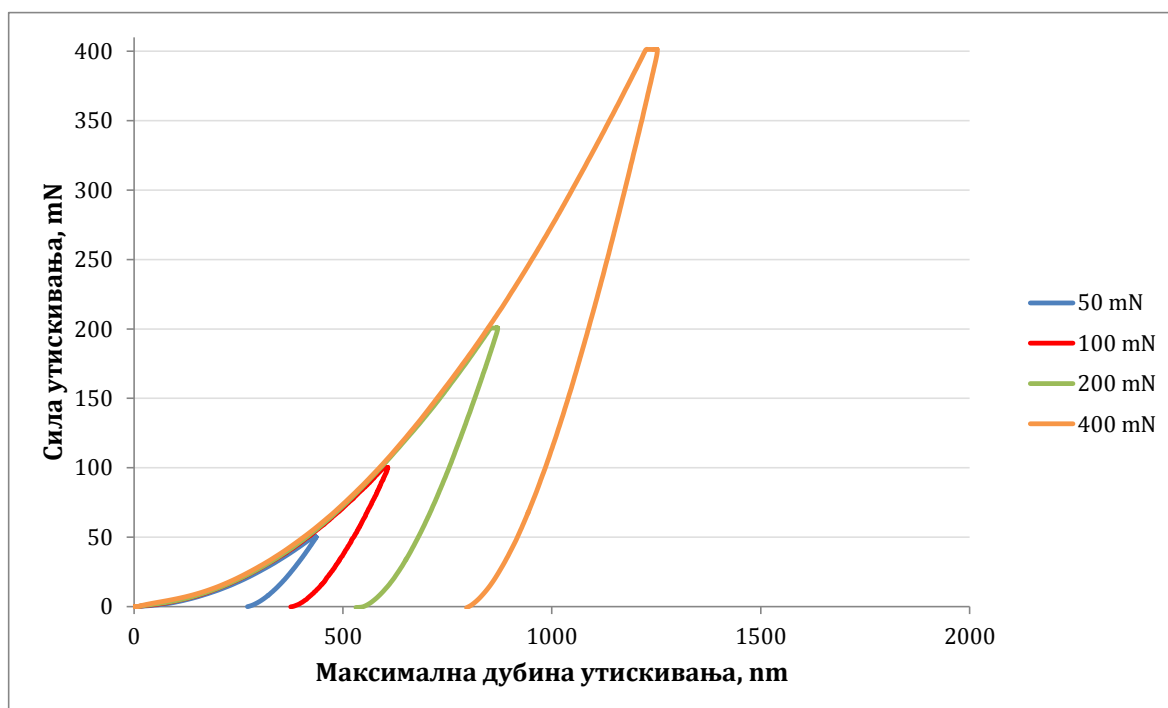
б)



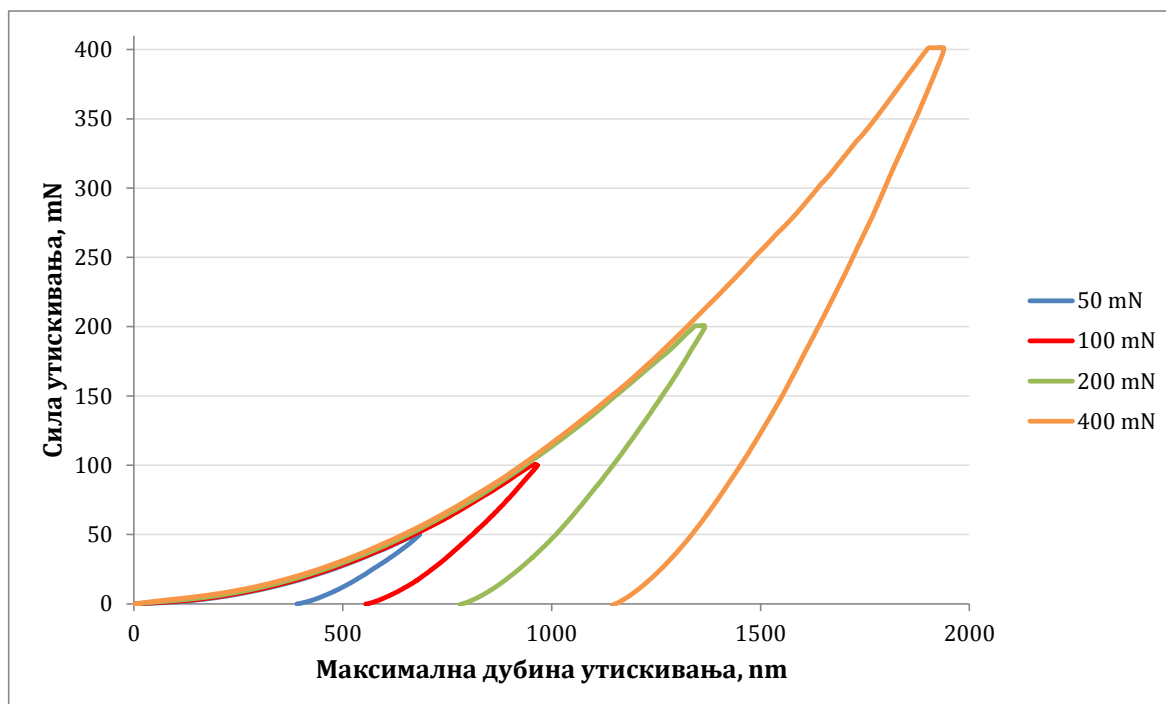
в)

Слика 5.31 Поређење резултата наноутискивања цирконијума при различитим завршним обрадама: а) тврдоћа, б) модул еластичности и в) максимална дубина утискивања

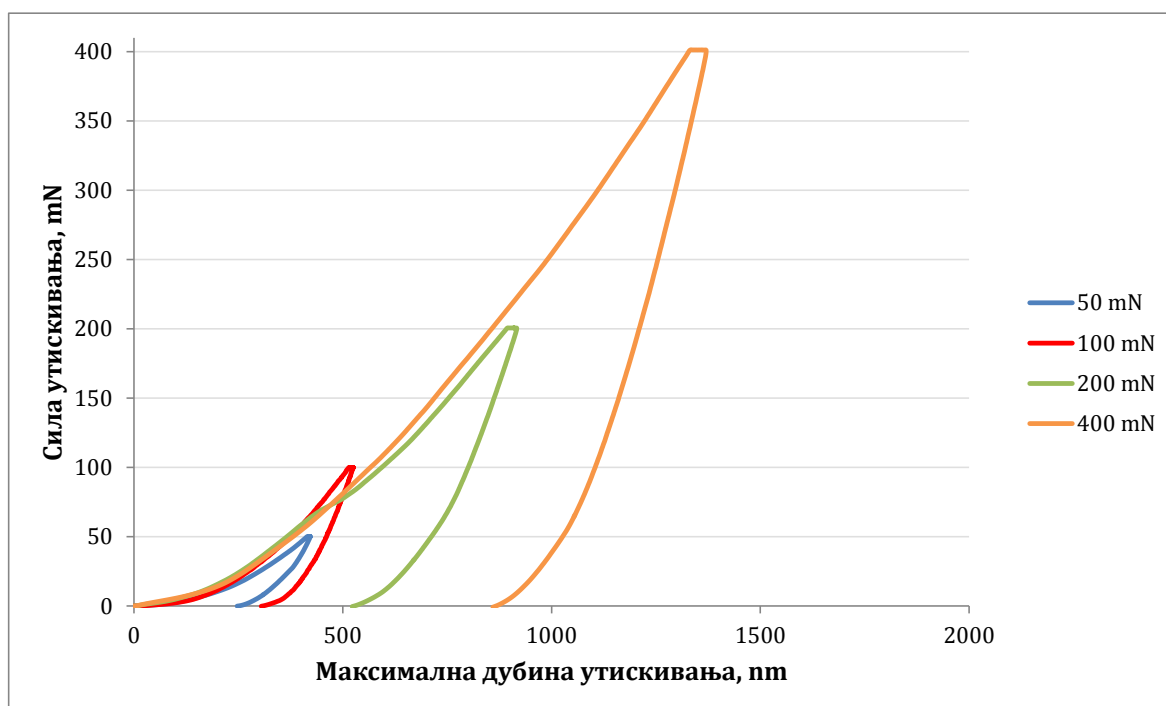
Оно што је такође занимљиво је то, да код глазиране површине вредности тврдоће и модула еластичности умерено расту са порастом силе утискивања, што није био случај код претходних материјала. Код полиране површине, вредности тврдоће и модула еластичности веома благо опадају са порастом силе утискивања, и осцилују у веома малом опсегу (тврдоћа ~27 *Vickers*-а и модул еластичности ~10 МПа). Максимална дубина утискивања (h_{max}) пропорционално расте са порастом силе утискивања за све три завршне обраде (Слика 5.31в), што је случај и код претходних испитиваних материјала, а уједно је исти тренд уочљив на дијаграму криве утискивања (Слика 5.32). Завршна обрада глазирањем има знатно већу вредност максималне дубине утискивања у односу на завршне обраде полирањем и брушењем (Слика 5.32б).



а)



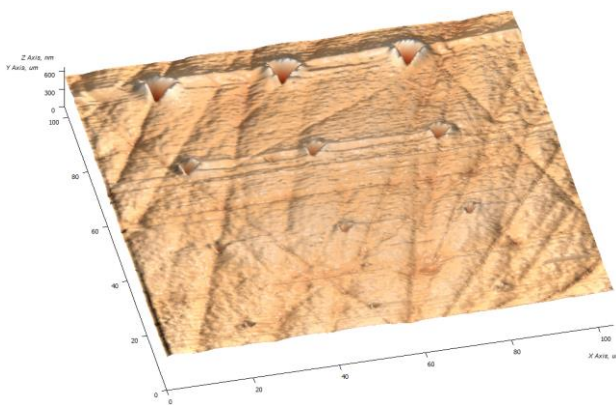
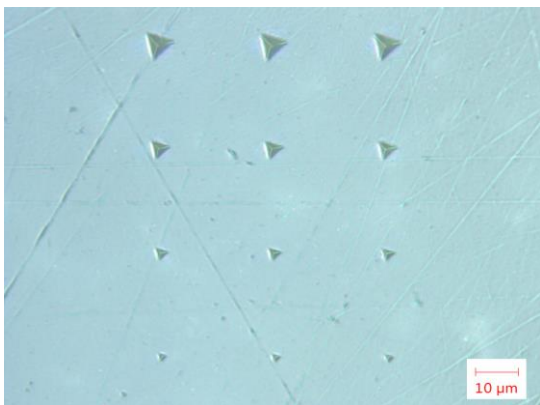
б)



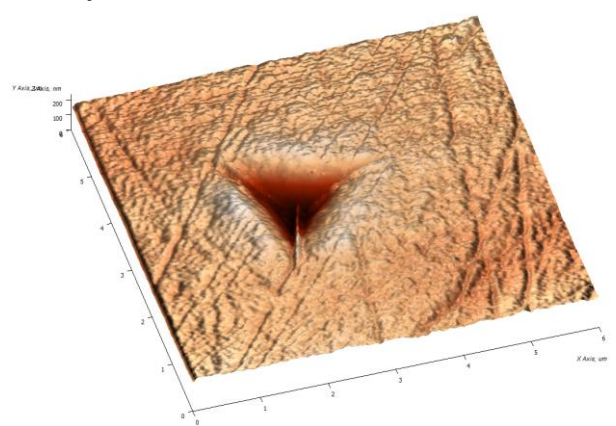
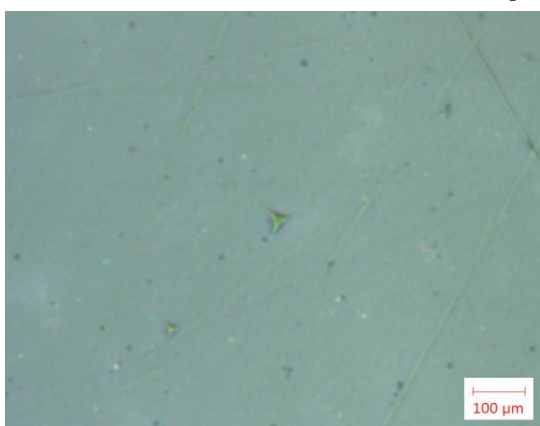
в)

Слика 5.32 Дијаграми наноутискивања цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*) при различитим завршним обрадама: а) полирање; б) глазирање и г) брушење

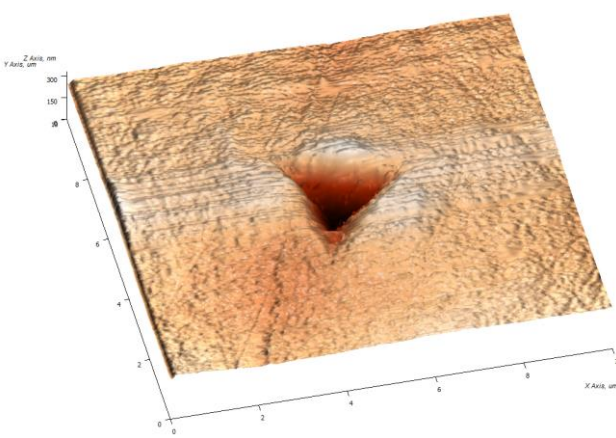
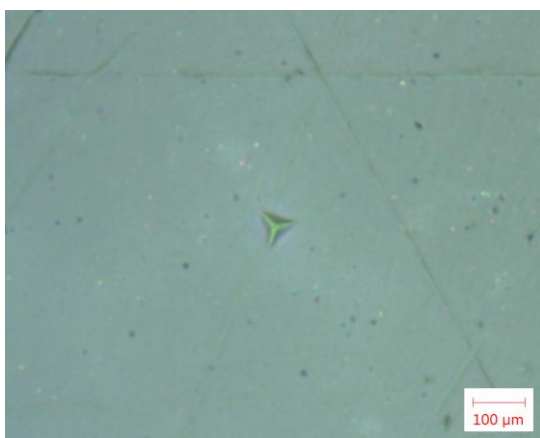
На Сликама 5.33-5.35 представљени су отисци утискивања цирконијума при различитим завршним обрадама добијени оптичком и АФМ анализом у циљу бољег сагледавања реалних димензија и механизма деформације који настају након утискивања утискивача у површински слој материјала. Отисци утискивања представљају одабране трагове чије вредности тврдоћа приближно одговарају средњим вредностима три поновљена испитивања (Табела 5.9).



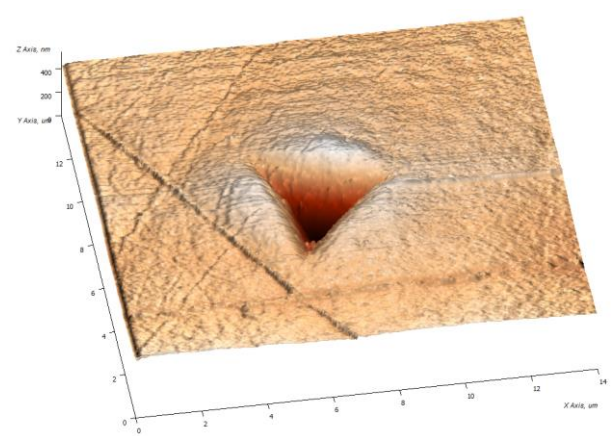
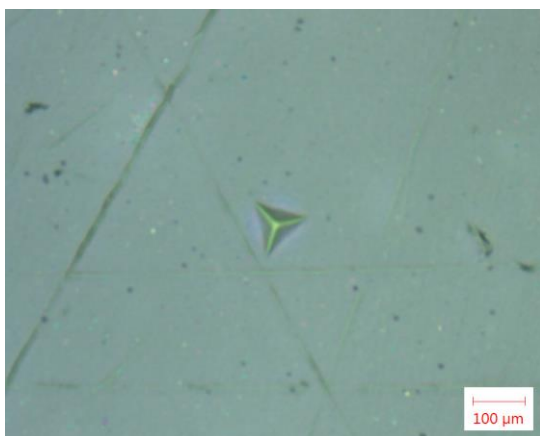
Изглед матрице наноутискивања 3×4



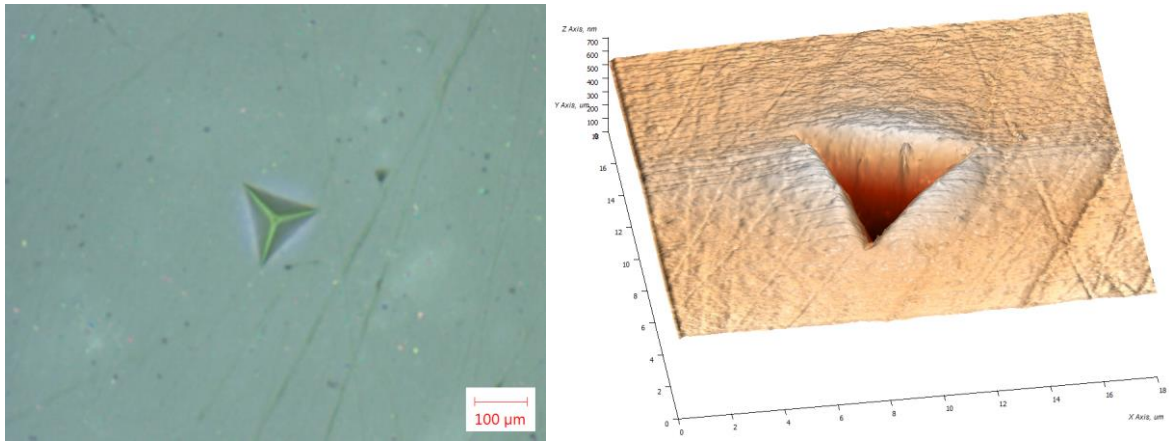
Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 50 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 100 mN

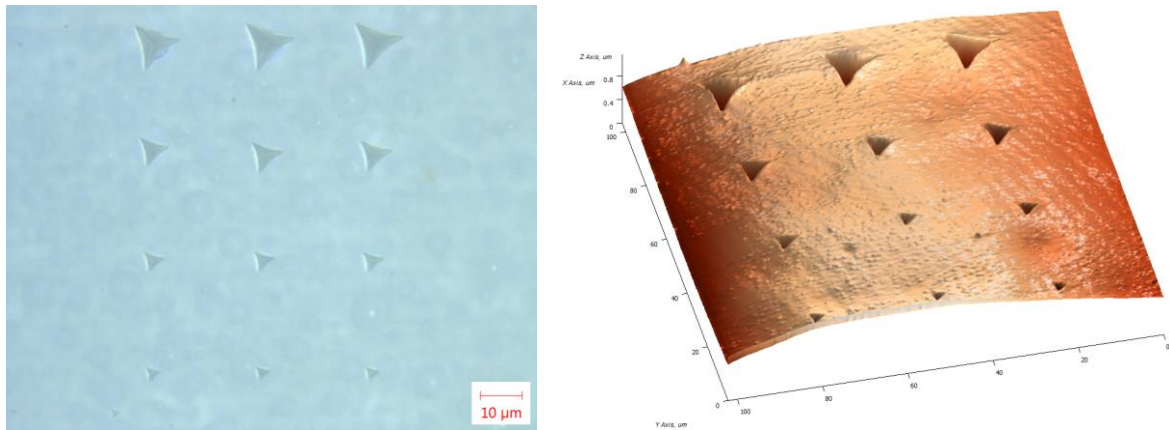


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 200 mN

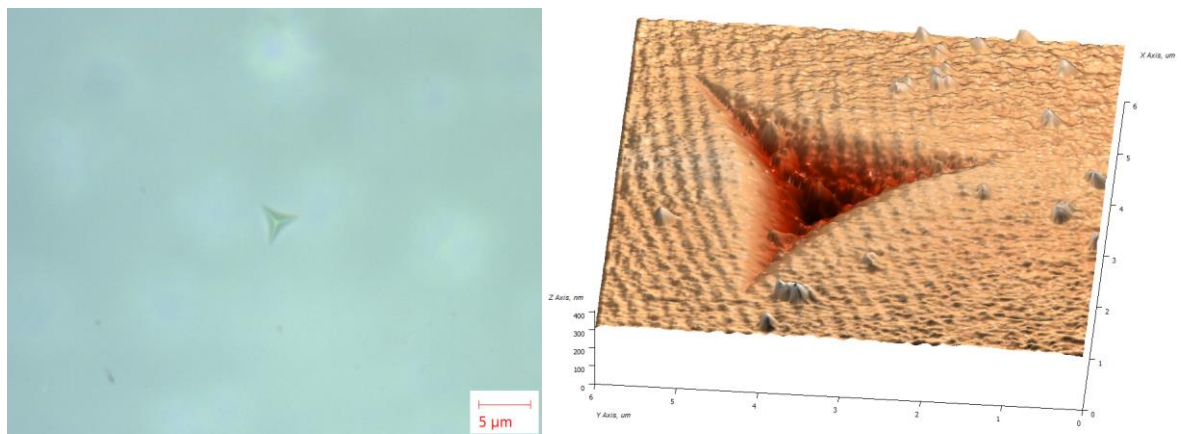


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 400 mN

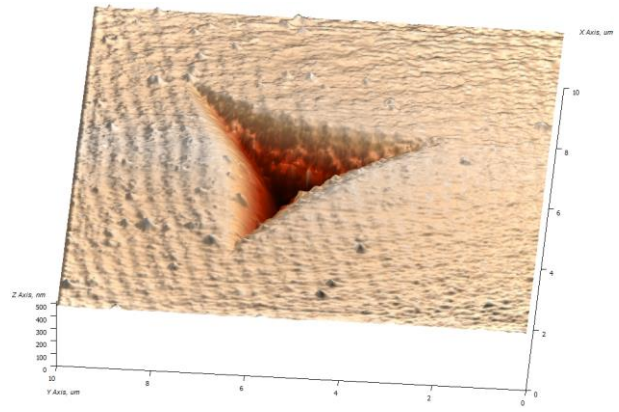
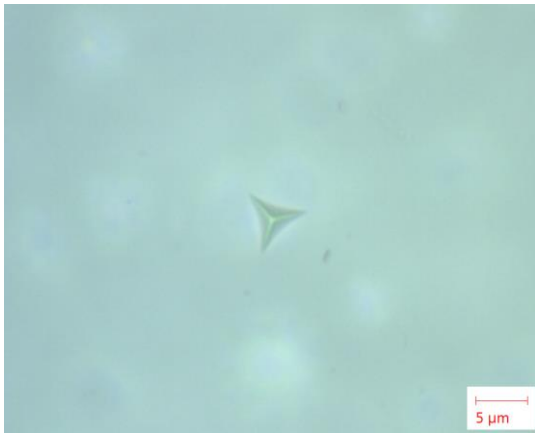
Слика 5.33 Оптички и AFM трагови наноутискивања цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*) при полираној завршној обради



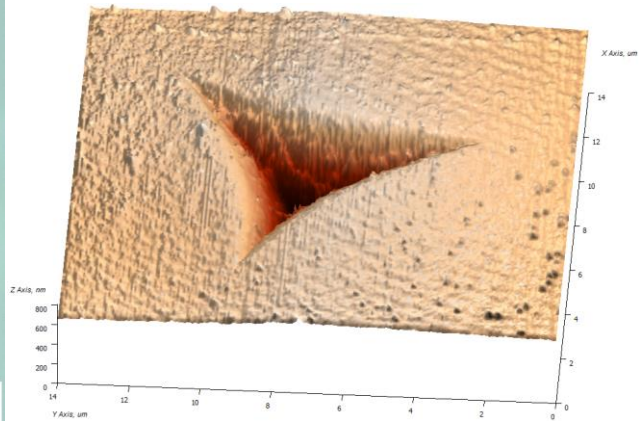
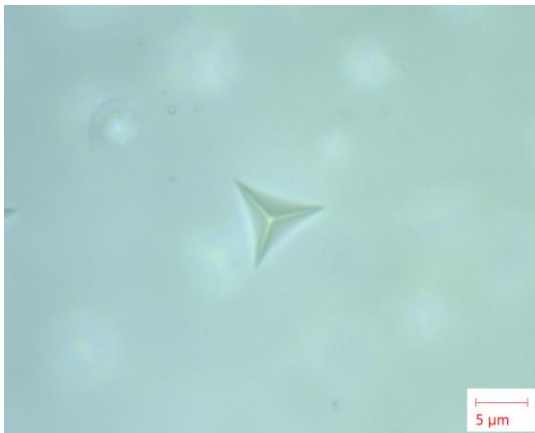
Изглед матрице наноутискивања 3×4



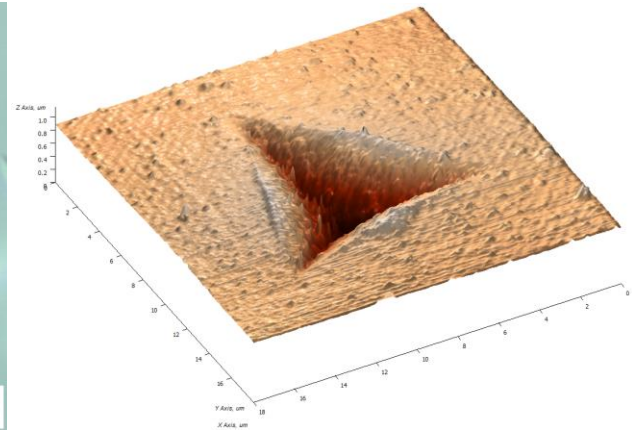
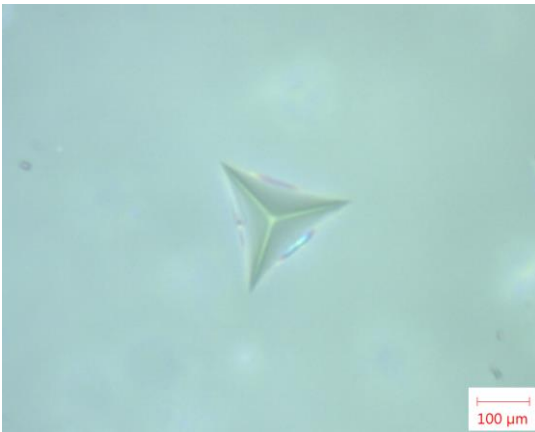
Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 50 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 100 mN

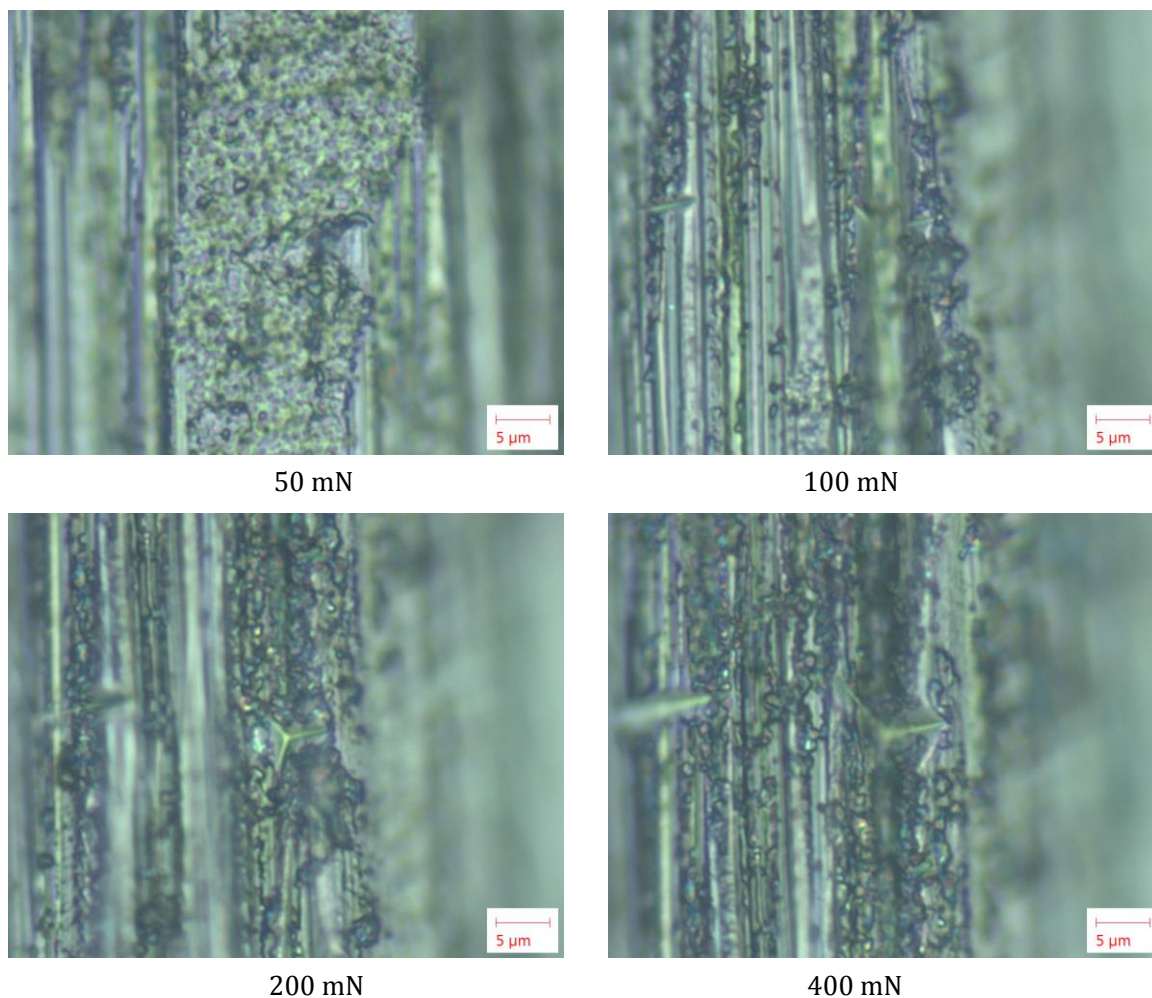


Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 200 mN



Одабрани траг утискивања при оптерећењу од 400 mN

Слика 5.34 Оптички и AFM трагови наноутискивања цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*) при глазираној завршној обради

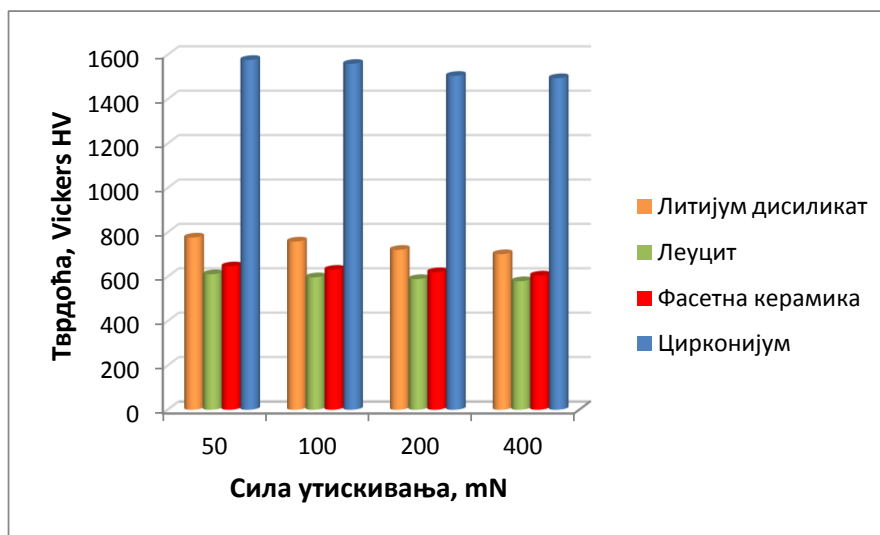


Слика 5.35 Трагови наноутискивања цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*) при брушеној завршној обради

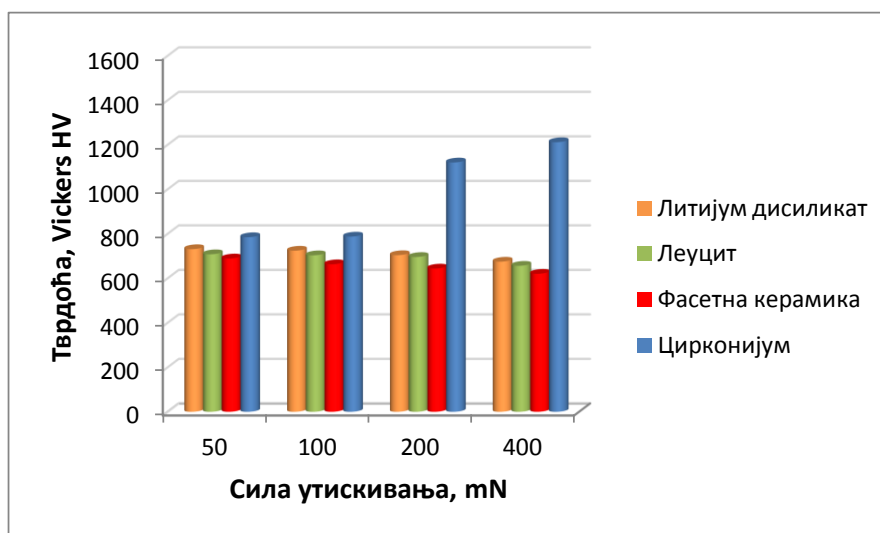
5.3.5 Анализа добијених резултата наноутискивања

У циљу што бољег сагледавања претходно приказаних резултата наноутискивања, на Сликама 5.36-5.38 приказани су упоредни хистограмски прикази међусобног поређења добијених вредности тврдоћа (HV), модула еластичности (E) и вредности максималних дубина утискивања (h_{max}) свих испитиваних материјала при различитим завршним обрадама. Приказане вредности измерених тврдоћа свих материјала, при различитим завршним обрадама, су у директној међусобној зависности са њиховим измереним вредностима модула еластичности.

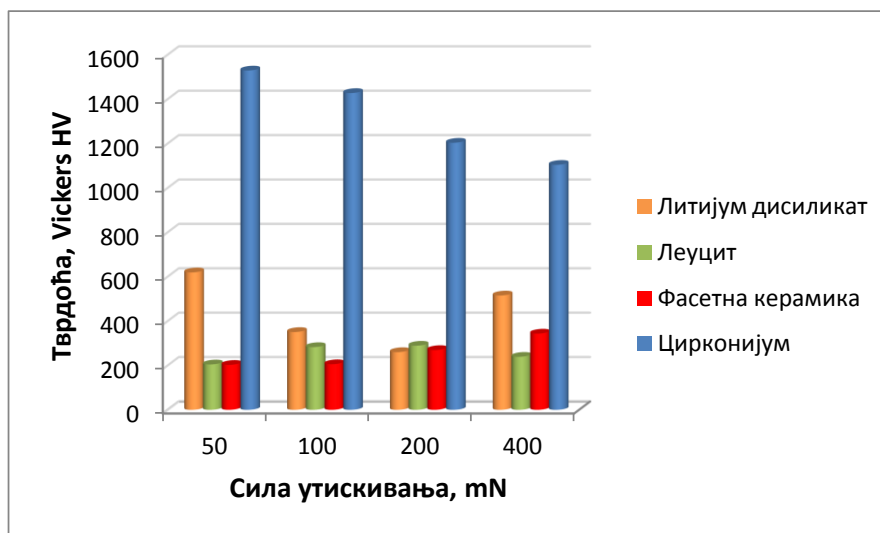
Код полираних површина, чија је примена у пракси најчешћа, механичке карактеристике материјала су од великог значаја јер сам век трајања рестаурација увелико зависи од квалитета завршне обраде. На упоредним приказима добијених резултата, код полираних површина комерцијалног цирконијума, јасно се може констатовати да су измерена вредност тврдоће (Слика 5.36а) и вредност модула еластичности (5.37а) приближно дупло веће од свих осталих испитиваних материјала при истој завршној обради.



а)

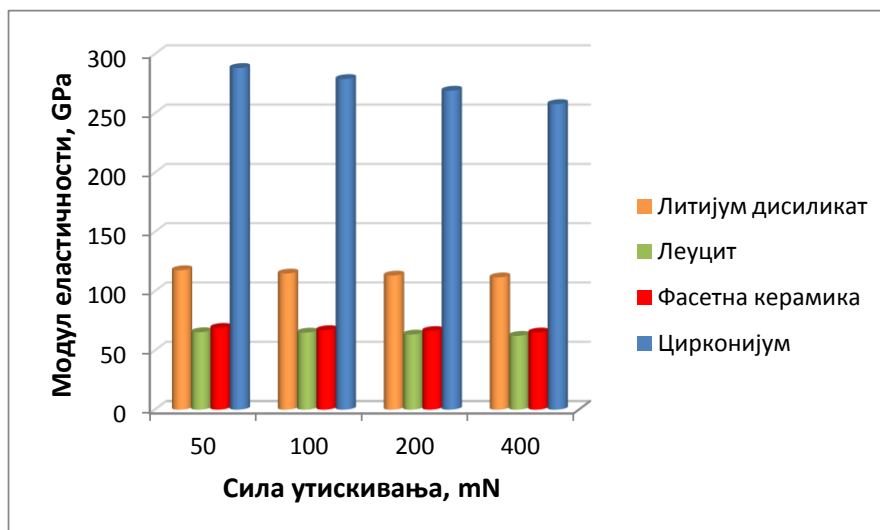


б)

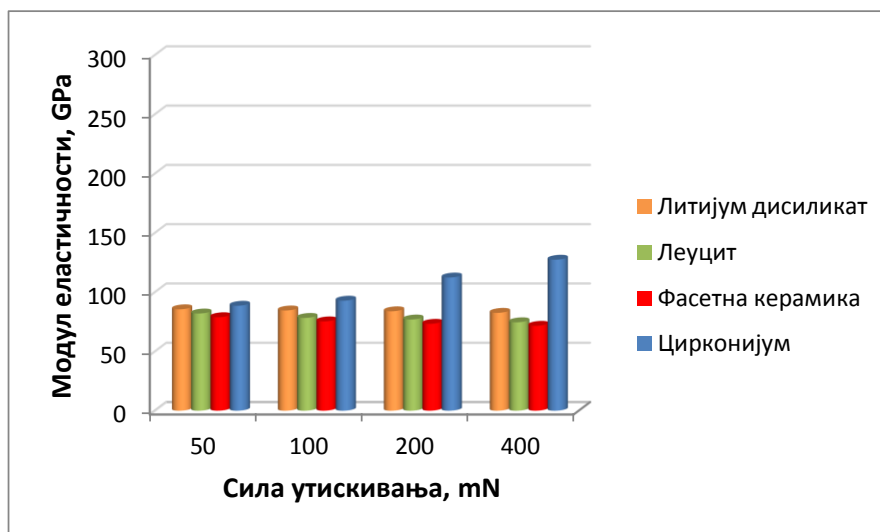


в)

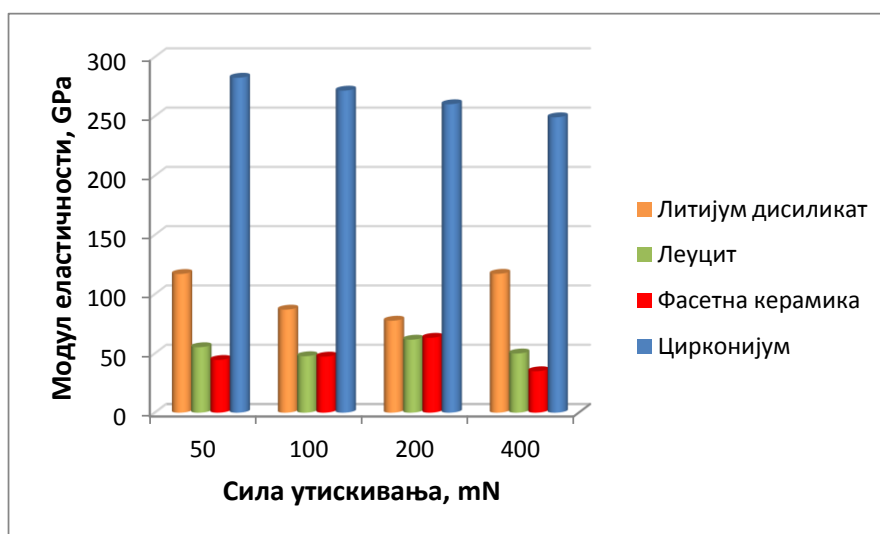
Слика 5.36 Међусобно поређење вредности тврдоће свих испитиваних материјала при различитим завршним обрадама: а) полиране, б) глазиране и в) брушене површине



а)



б)



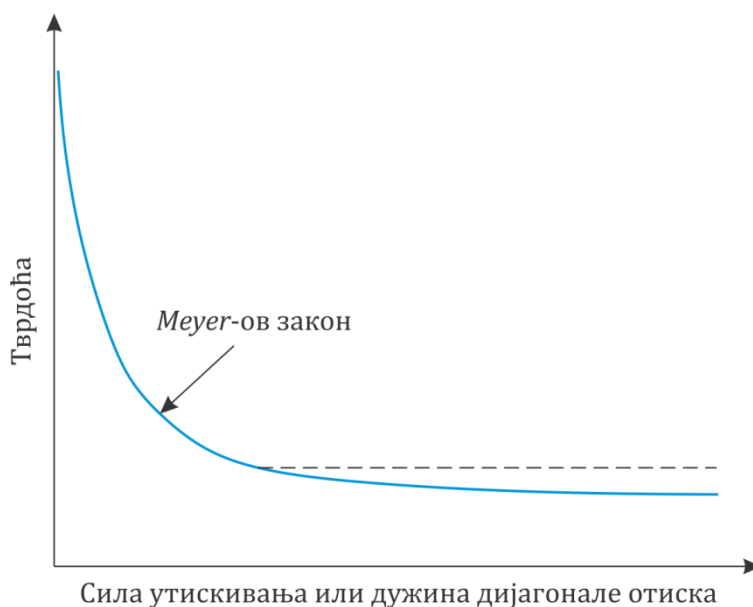
в)

Слика 5.37 Међусобно поређење вредности модула еластичности свих испитиваних материјала при различитим завршним обрадама: а) полиране, б) глазиране и в) брушене површине

Тврдоћа HV полираног цирконијума се креће у просечној вредности од 1533 ± 43 *Vickers*-а услед промене силе утискивања од 50-400 mN. Велики масени проценат ZrO_2 (87-95%) у самој структури оксидне керамике чини битан фактор да разлика у вредности измерене тврдоће у односу на остале материјале, који иначе припадају стакло керамици, буде велика. Просечна вредност тврдоће полираног литијум дисиликата износи 739 ± 37 *Vickers*-а, при варирању силе утискивања од 50-400 mN, код полиране фасетне керамике 625 ± 21 *Vickers*-а и код полираног леуцита тврдоћа је 594 ± 17 . На основу тога, слободно се може рећи да су поменуте вредности тврдоће у директној зависности од хемијског састава самих материјала као и процентом масеног удела SiO_2 . Тренд благог опадање вредности тврдоће и модула еластичности је праћен са порастом силе утискивања и јавља код свих испитиваних полираних површина, што је у складу са добијеним резултатима студије аутора Смита [Smith C.M. (2014)]. Феномен смањење тврдоће са повећањем силе утискивања је познат под термином "Ефекат величине отиска" (*indentation size effect - ISE*), Слика 5.38 [Bull S.J. (1989), Pöhl F. (2016)]. Објашњење овог феномена се најјасније може појаснити *Meyer*-овим законом који представља емпиријски израз који описује зависност силе утискивања (P) од величине (дијагонале) добијеног отиска (d) [Brook R.J. (1991), Wachtman J.V. (2009)]:

$$P = ad^n \quad (7)$$

где су a константа за одређени материјал, а експонент n представља *Meyer*-ов индекс који се креће око 2 и представља вредност утицаја оптерећења на тврдоћу материјала.



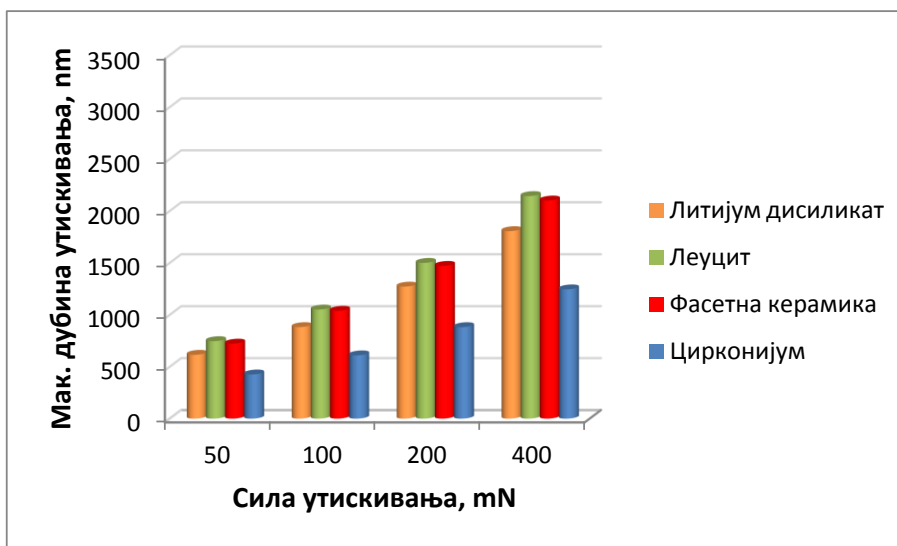
Слика 5.38 Крива ефекта величине отиска [Wachtman J.V. (2009)]

Тврдоћа може да зависи и од карактеристика површинског слоја материјала и начина завршне обраде као вида могућег површинског ојачања. Добро исполирана контактна површина надокнаде може побољшати укупну снагу керамичке рестаурације у његовом подповршинском слоју [Chu F.C. (2000)].

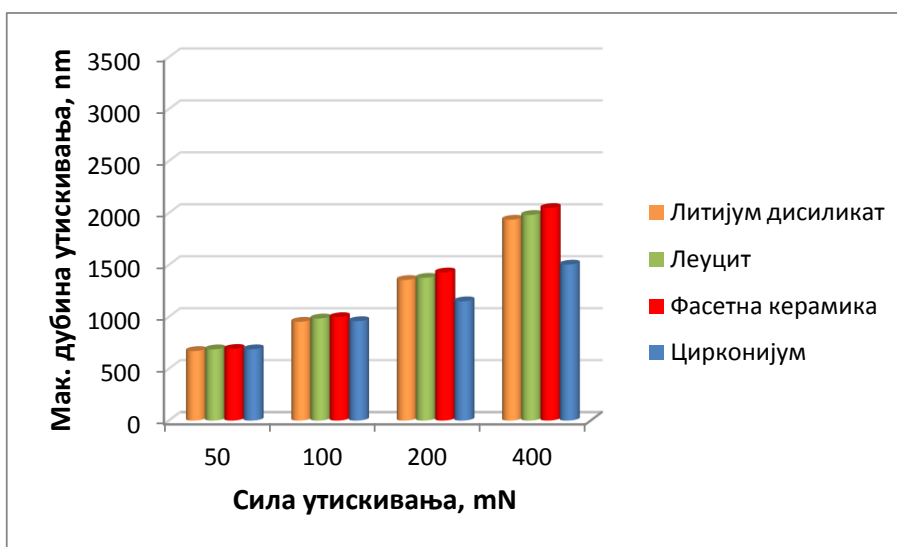
Што се тиче измерених вредности тврдоћа и модула еластичности код глазираних површина литијум дисиликата и фасетне керамике, може се приметити да их сличан тренд и приближне вредности красе као и код полиране завршне обраде. Вредности тврдоћа су релативно мање вредности за ~ 30 *Vickers*-а, као и вредности модула еластичности, на основу чега се може констатовати да глазирани слој има мали утицај на приказане резултате. Леуцитна керамика, за разлику од претходна два поменута материјала, има забележен скок у средњој вредности тврдоће од ~ 70 *Vickers*-а у односу на претходну полирану завршну обраду. Код глазиране површине цирконијума, тренд опадања вредности тврдоће и модула еластичности са порастом силе утискивања је тотално дијаметралан у поређењу са резултатима полиране површине. При мањим силама утискивања од 50 и 100 mN, вредности тврдоће се крећу знатно испод границе реалне тврдоће самог материјала (~ 785 *Vickers*-а). Разлог томе може бити утицај дебљине саме глазуре на добијене резултате, из разлога што је знатно већа дубина продирања утискивача у површински слој глазуре него у основни материјал. Измерене вредности дубина продирања утискивача, које се крећу од 670-950 nm услед дејства сила утискивања од 50 и 100 mN (Слика 5.39б), су недовољно велике да на прави начин окарактерису реалну вредност тврдоће самог основног материјала. Исти закључак важи и за приказане вредности модула еластичности код глазиране површине, јер су добијени резултати окарактерисани истим трендом као и резултати измерених вредности тврдоћа. На основу тога се може слободно рећи да се добијене вредности тврдоће и модула еластичности глазираног цирконијума могу слободно занемарити, услед дејства малих сила утискивања (50 и 100 mN).

Код упоредних хистограмских приказа вредности добијених *HV* и *E* свих материјала третраних брушењем (Слика 5.36в), јасно се може уочити да изражена храпавост најгрубље завршне обраде има велики утицај на добијене резултате. Вредности увелико зависе од топографије контактних површина и распореда самих неравнина у зони контакта. Контакт између врха утискивача и брушене површине се остварује по самим врховима неравнина и на тај начин варирање храпавости има велики утицај на наноутискивање приликом добијања резултата тврдоће и модула еластичности. Као последица свега наведеног, јављају се и осцилације у измереним вредностима максималних дубина продирања утискивача због различите храпавости контактних брушених површина (5.37в).

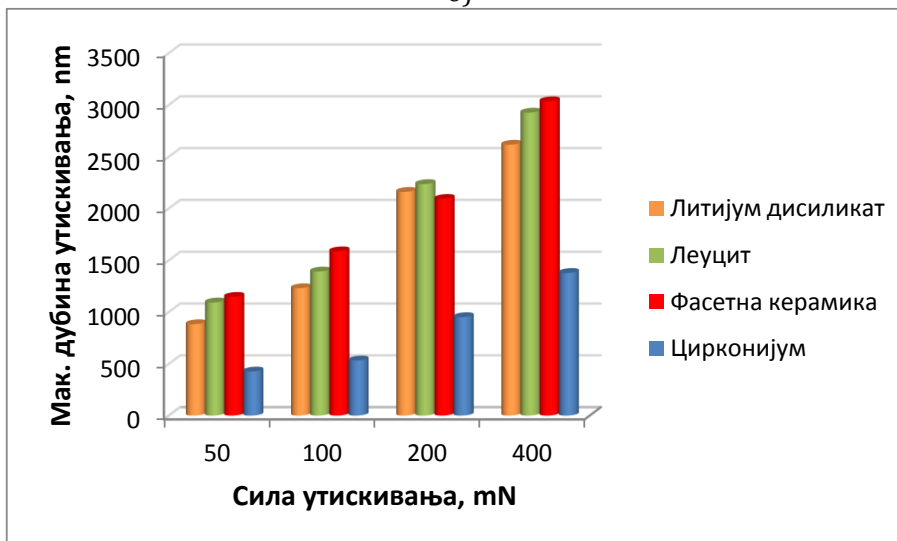
На упоредним приказима зависности максималне дубине утискивања (h_{\max}) од различитих сила утискивања (Слика 5.39), јасно се може видети да постоји тренд да дубина продирања прогресивно расте са порастом силе утискивања код свих завршних обрада материјала. Полиране и глазиране површине код свих испитиваних материјала имају релативно приближне добијене вредности h_{\max} , осим код завршне обраде брушењем. Измерене вредности дубина продирања утискивача код брушених површина литијум дисиликата, леуцита и фасетне керамике су знатно веће осим код цирконијума.



а)



б)

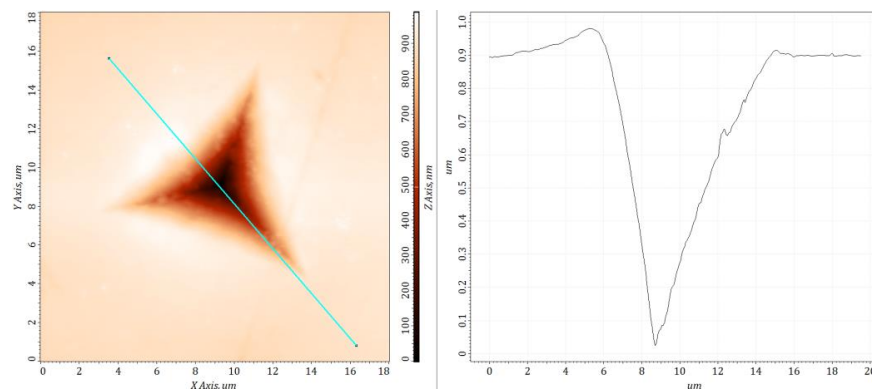


в)

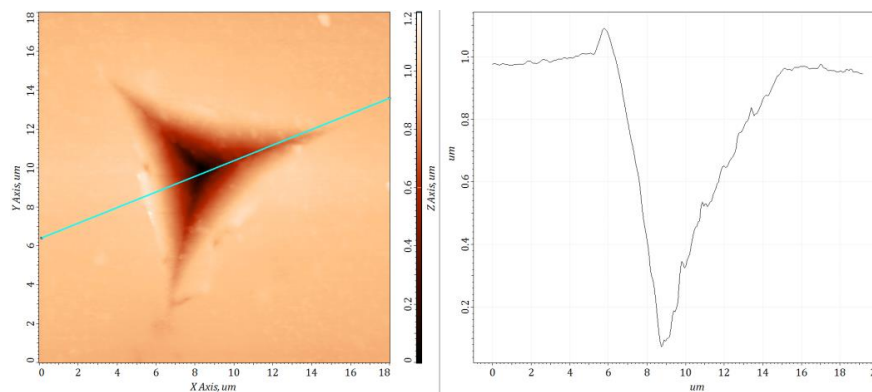
Слика 5.39 Међусобно поређење вредности максималне дубине утискивања свих испитиваних материјала при различитим завршним обрадама: а) полиране, б) глазиране и в) брушене површине

Тврдоћа цирконијума има велики утицај на приказане резултате h_{\max} јер се приликом утискивања повећава отпор кретању самог утискивача кроз површински слој основног материјала у односу на остале материјале. То потврђују и приказани трагови утискивања (Слике 5.33-5.35), код свих завршних обрада цирконијума, где се може уочити да су трагови утискивања за нијансу мање величине у односу на остале испитиване материјале, и да директно прате добијене вредности дубина пропадања.

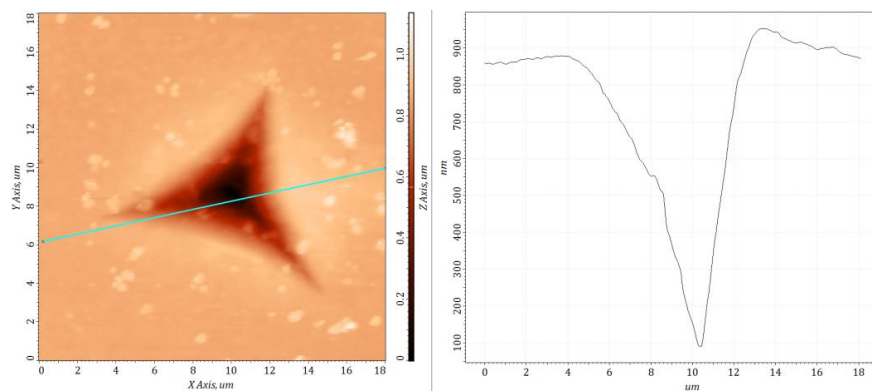
На приказаним Сликама 5.40-5.41 дата је AFM анализа трагова утискивања код полираних и глазираних завршних обрада, где се јасно могу видети изгледи типичних отиска које даје Викерсов утискивач услед дејства силе утискивања од 400 mN.



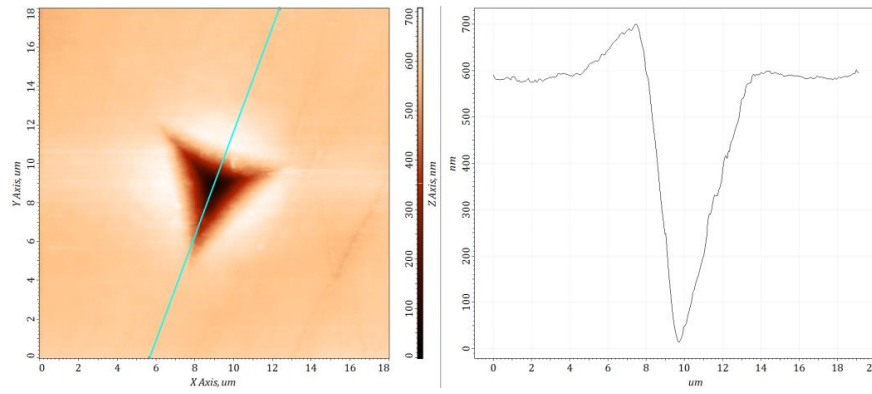
а)



б)

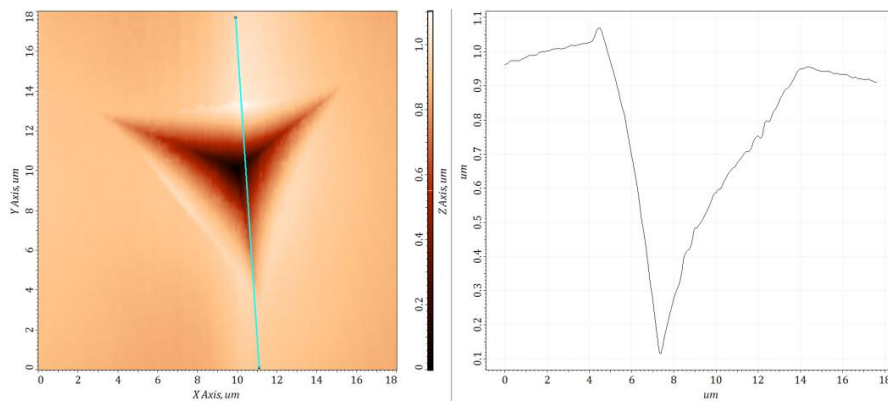


в)

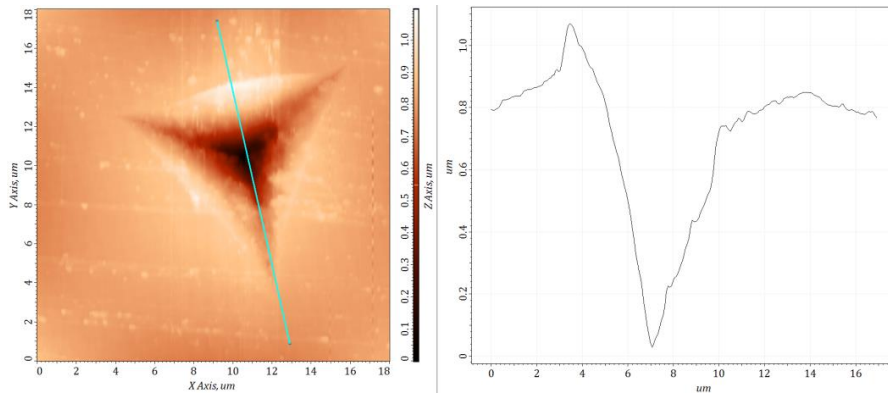


г)

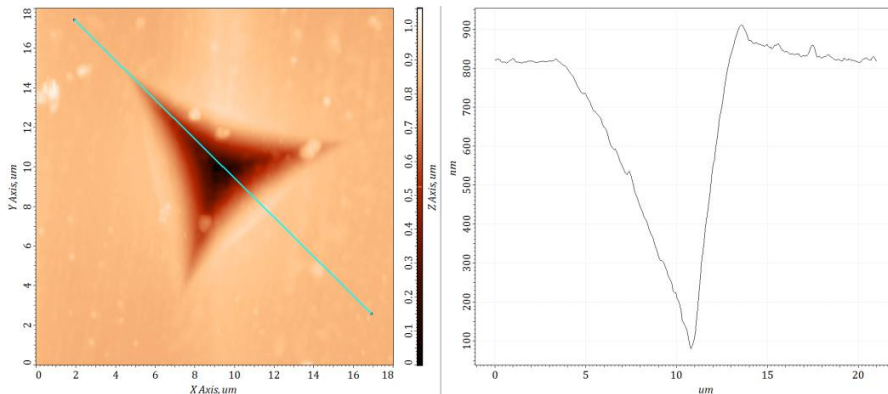
Слика 5.40 2D приказ AFM анализе деформација трагова наноутискивања полираних површина и пресек њихових профила дубине продирања утискивача, при сили утискивања од 400 mN, а) литијум дисиликат, б) леуцит, в) фасетна керамика и г) цирконијум



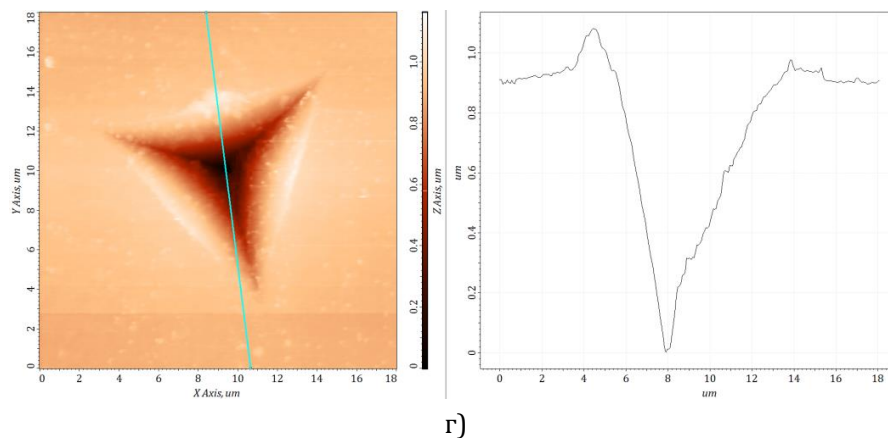
а)



б)



в)



Слика 5.41 2D приказ AFM анализе деформација трагова наноутискивања глазираних површина и пресек њихових профила дубине продирања утискивача, при сили утискивања од 400 mN, а) литијум дисиликат, б) леуцит, в) фасетна керамика и г) цирконијум

Отисци су јасно формирану у самом површинском слоју различитих материјала са добро уочљивим ивицама и без видљивих нано/микро пукотина дуж ивица, што представља предуслов за поузданост добијених резултата утискивања. По ободима самог отиска могу се уочити благе пластичне деформације материјала, као последица истискивања материјала током продирања утискивача у сам површински слој материјала. Вискозност самог материјала увелико зависи од силе утискивања којом се делује, односно брзине деформације. Деформација при оптерећењу представља суму пластичне деформације и еластичне деформације површине на ободу утискивача услед контакта. Пластична деформација се може израчунати одузимањем вредности еластичне деформације од укупне забележене вредности деформације према иницијалном нагибу криве релаксације материјала [Živić F. (2011)].

Приказани резултати истискивања су у складу са са претходним студијама различитих аутора који су се бавили сличном проблематиком [Alao A.-R. (2014), Alao A.-R. (2014a), Smith C.M. (2014), Alao A.-R. (2015), Arsecularatne J.A. (2015), Pantić M. (2016)]. Аутор Смит [Smith C.M. (2014)] је у својој студији наноутискивањем испитивао механичке карактеристике литијум дисиликата где је представио зависност резултата од феномена „Ефекат величине отиска“, што значи да са порастом силе утискивања (2.5, 5, 7.5 и 10 mN) вредности тврдоће и модула еластичности опадају. Закључци овог аутора су потпуно у складу са добијеним резултатима ове тезе. Док је на пример, Алао у својим студијама [Alao A.-R. (2014), Alao A.-R. (2014a), Alao A.-R. (2015)] имао другачији дефинисан план експеримента наноутискивања, где је варирао различите брзине прираштаја силе (*Loading rate*), 0.5, 1, 1.5 и 2 mN/s, услед дејства само једне силе утискивања у вредности од 10 mN. Аутор је испитивао механичке карактеристике цирконијума и литијум метасиликата. Оно што је занимљиво за оба испитивана материјала је то да су вредности тврдоће бележиле прогресиван пораст услед пораста брзине прираштаја силе, док су резултати вредности модула еластичности благо одступали од поменутог тренда тврдоће.

Истискивање материјала на ободима трагова утискивања се може сматрати основним физичким процесом омекшавања материјала услед појаве феномена смицања [Sergueeva A.V. (2005)]. Разлог томе је што истискивање материјала смицањем узрукује одређене структурне промене унутар поља самог материјала, што значи да је у тој зони деформација знатно бржа него у осталом материјалу [Alao A.-R. (2015)]. Материјали који прелазе из стања истискивања (*piling-up*) у стање улегнућа (*sinking-in*), постају знатно еластичнији [Alcala J. (2000)]. Тиме се уједно приказује и значај модула еластичности, који представља меру крутости материјала. Због већег степена деформација, изазваним услед дејста већих сила утискивања, керамике могу бити изложене и повишеном контактном притиску [Buchner S. (2011)]. Распон сила утискивања код наноутискивања су обично реда величине од 10 mN до 1 μ N и пластична деформација се креће приближно величини еластичне деформације [Bhushan B. (2003)]. Услед мале запремине материјала, дубина продирања током наноутискивања је увек мања у односу на микроутискивање [Lawn B.R. (2012)]. Вредности оптерећења које се користе током методе наноиндентације углавном опонашају динамичке особине абразивне завршне обраде, која утичу на механичко понашање различитих керамичких материјала [Golovin Y.I. (2001), Schuh C.A. (2003), Greer A.L. (2004), Li W.H. (2006), Burgess T. (2008), Dey A. (2011), Limbach R. (2014)]. Разлог томе је, приближни степен деформације и пуцања површине материјала услед процеса обраде и процеса утискивања материјала [Xu H.H.K. (1996), Yin L. (2004)]. Заправо, у режиму контролисаног оптерећења, сила утискивања одговара нормалној сили обраде [Yan J. (2006)]. Машинска обрада услед високог степена деформације може довести до стварања константних продуката хабања услед акумулације вишеструког напона смицања, што доводи до технике очвршћавања површине путем пластичне деформације. Очвршћавање материјала услед пластичне деформације може бити веома корисно за биолошке материјале, јер се ови материјали у већини случајева изложени високом степену деформација [Chintapalli R.K. (2014)]. Ово указује да сукцесивне деформације могу бити контролисане кроз очвршћавање површина деформацијом у дуктилном режиму пре појаве самих напрстина, где ће се као узрок томе јавити већи степен тврдоће материјала. Како би се добила глатка површина, неопходно је спровести процес полирања. Осим тога, процес очвршћавања деформацијом доводи до смањења пластичности, а до „сабијања“ материјала може доћи при већем степену деформација уз могућност повећања еластичности материјала. Стога, како би се избегле могуће последице, предлаже се машинска обрада материјала при умереним стопама деформације [Alao A.-R. (2015)].

5.4 Трибо-механичка испитивања

За одређивање трибо-механичких карактеристика глазираних узорака, коришћен је *Anton Paar* микроскреч тестер. Уређај је детаљно описан у претходном поглављу (тачка 4.4) као и план експеримента (тачка 4.7.3). У Табели 5.10 представљени су сви параметри процеса испитивања.

Табела 5.10 Параметри процеса испитивања скреч теста

Параметри уређаја
<ul style="list-style-type: none"> - Прогресивно оптерећење купе од 0.01 до 30 N - Брзина кретања узорка: 1 mm/min - Скенирање површине нормалним оптерећењем од 0.01 N, и брзине од 2 N/s - Фреквенција: 30 Hz - Температура амбијента: 23±2 °C
Метода испитивања
- <i>Rockwell C</i> дијамнтска купа са радијусом врха од 100 μm
Дужина скреч трага
- 3 mm
Испитивани узорци
Комерцијалне безметалне керамике, третиране завршном обрадом глазирањем: <ul style="list-style-type: none"> - литијум дисиликат (<i>IPS e.max CAD</i>) - леуцит (<i>IPS Empress CAD</i>) - фасетна керамика (<i>IPS e.max Ceram</i>) - цирконијум (<i>IPS e.max ZirCAD</i>)

Циљ овог експеримента је да се испита отпорност на хабање површинске глазуре, као вид превлаке, код свих испитиваних материјала, одреде критичне силе услед којих ће доћи до површинског оштећења и одреди стварна дебљина нанете глазуре на површинским слојевима различитих материјала. Површине свих узорака су третиране завршном обрадом глазирањем према тачној прописаној процедури произвођача *Ivoclar Vivadent*. Измерене вредности површинске храпавости (R_a) глазираних узорака варирају у опсегу од ~3 nm, у зависности од материјала: $R_a = 19.817$ nm (литијум дисиликат *IPS e.max CAD*), $R_a = 19.708$ nm (леуцит *IPS Empress CAD*), $R_a = 17.253$ nm (фасетна керамика *IPS e.max Ceram*) и $R_a = 16.655$ nm (цирконијум *IPS e.max ZirCAD*).

Као утискивач коришћена је *Rockwell*-ова *C* дијамнтска купа, радијуса врха 100 μm. Сва испитивања су рађена при прогресивном оптерећењу од 0.01 до 30 N, што значи да вредност нормалне силе расте са променом времена. Распон је изабран што је шире могуће да би се у потпуности пропратило реаговање глазираних површина на промену оптерећења. Брзина кретања узорка, који је

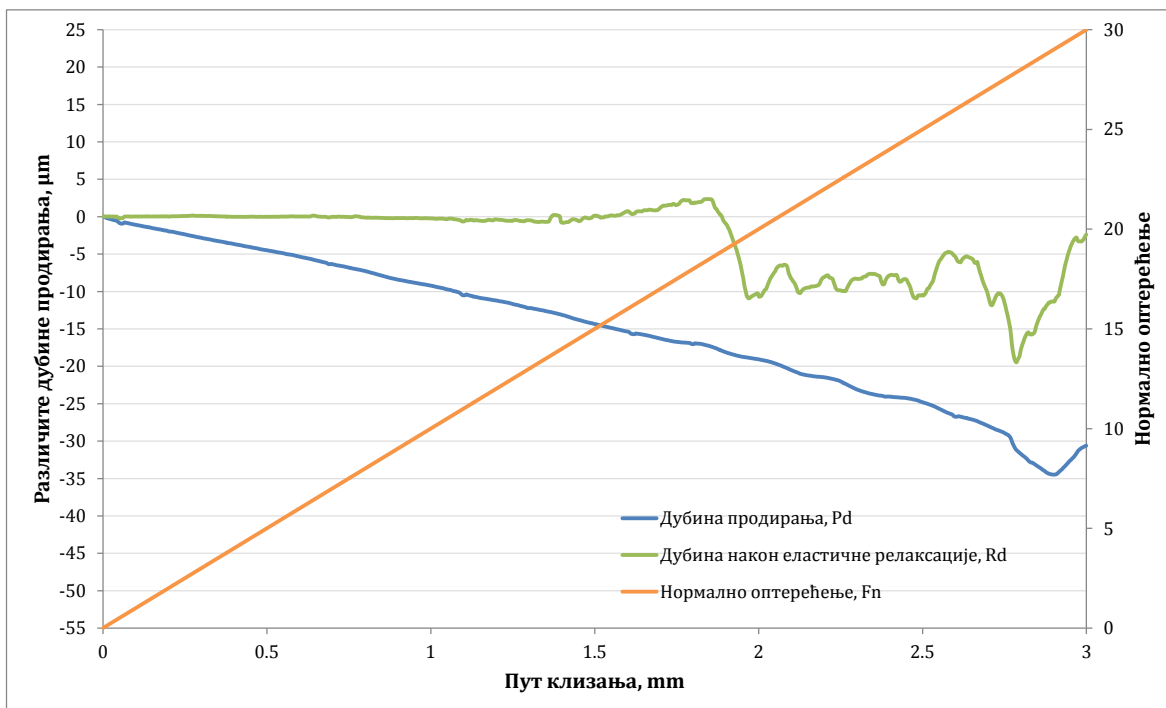
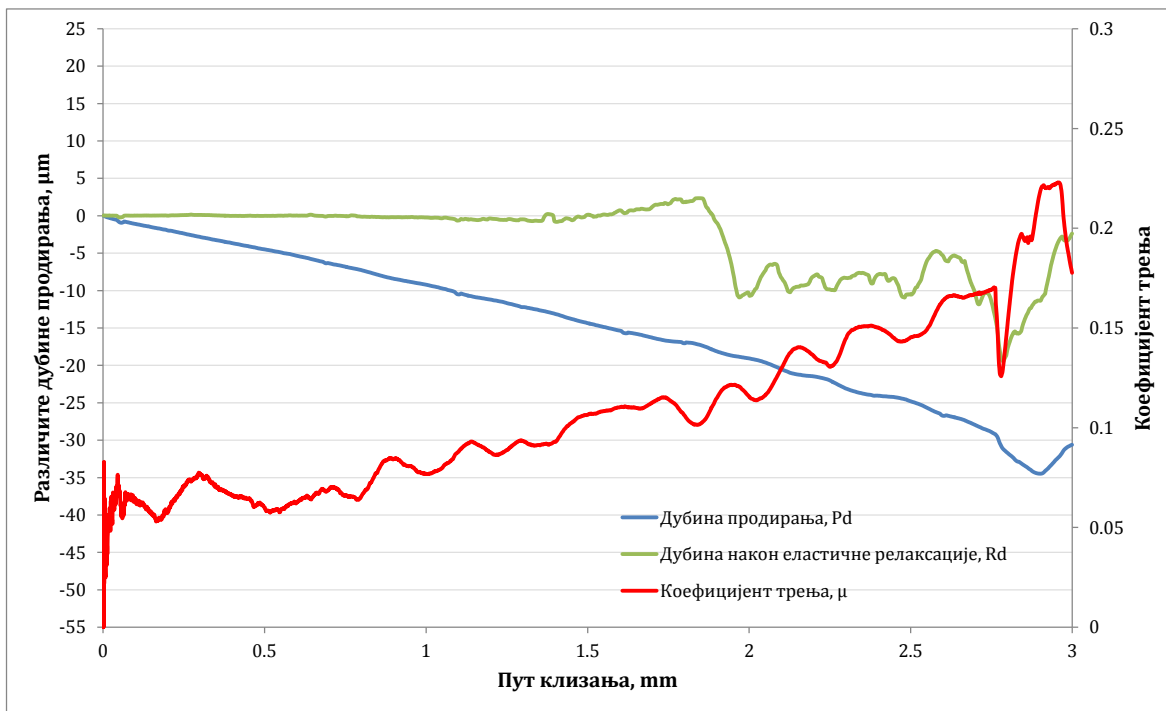
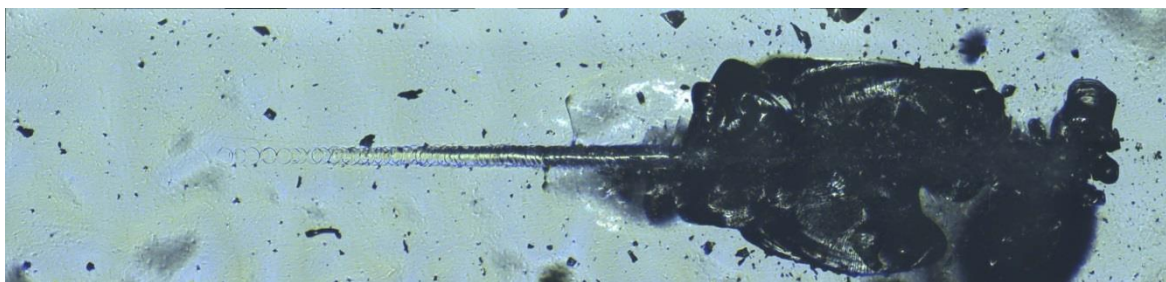
фиксиран у носачу на радном столу, је константна и износи 1 mm/min. Дефинисана дужина скреч трага је 3 mm. Сви тестови су реализовани у условима без подмазивања при собној температури од 23 ± 2 °C и сваки тест је поновљен три пута. Пре самог испитивања, сви узорци су добро очишћени у ултразвучној кадици (30 минута) и 70 % алкохолом како би се отклониле све површинске нечистоће.

5.4.1 Добијени резултати скреч теста

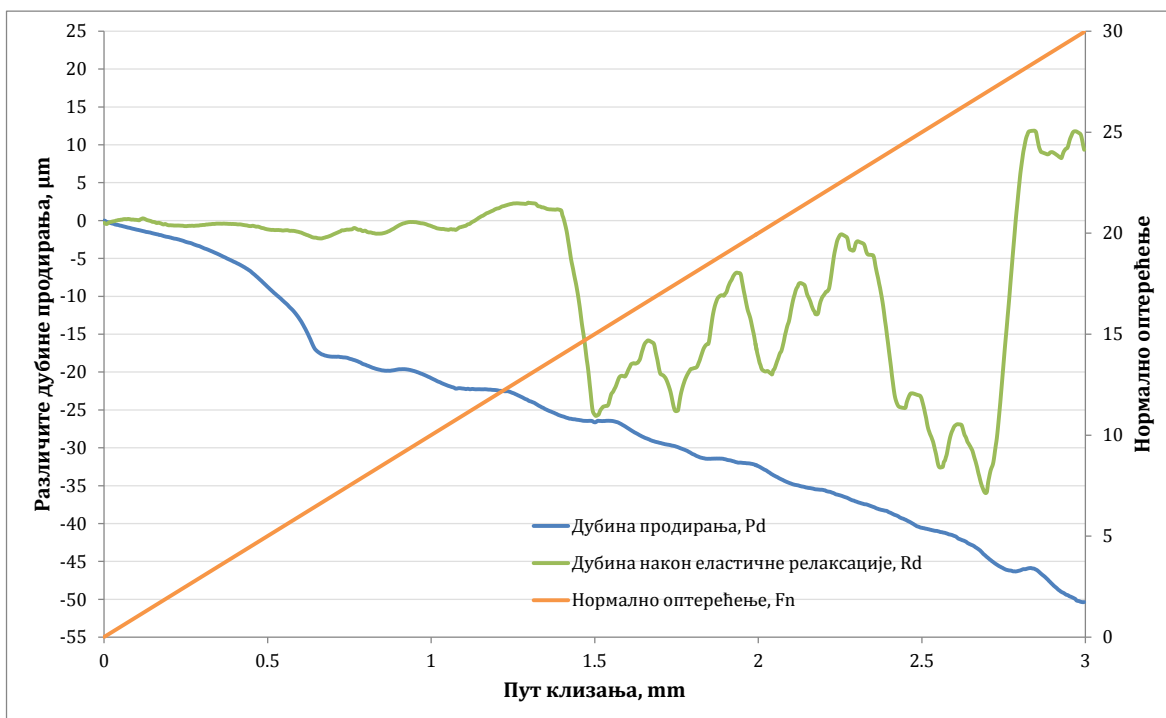
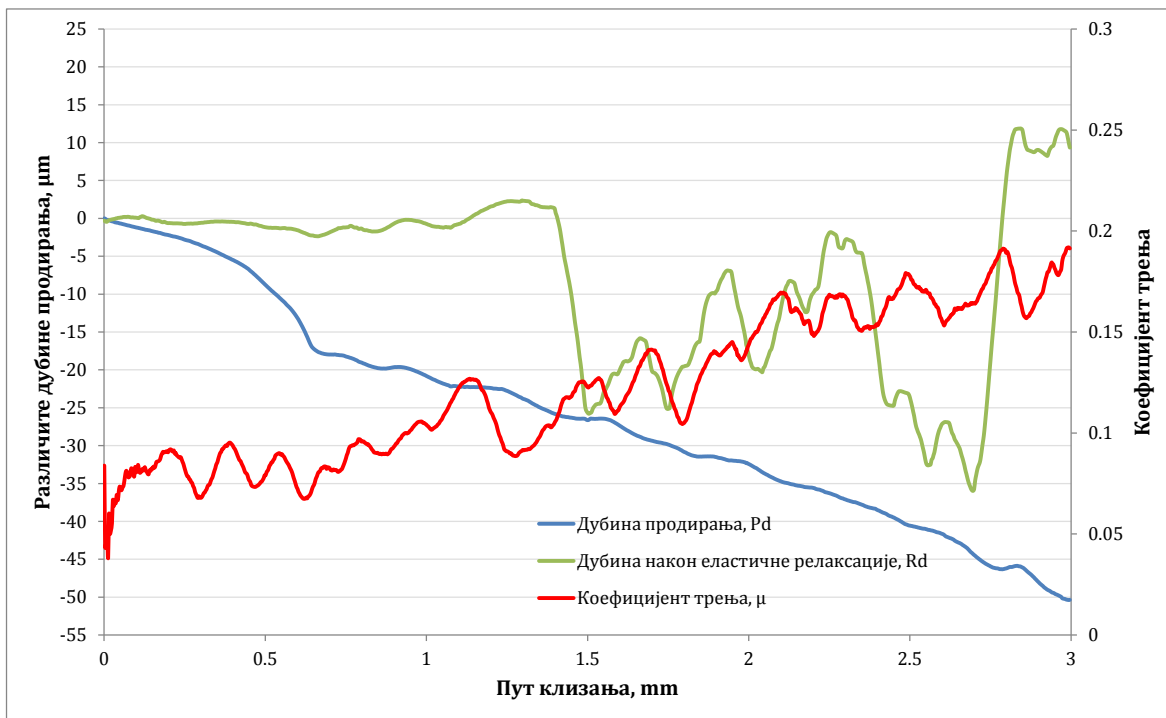
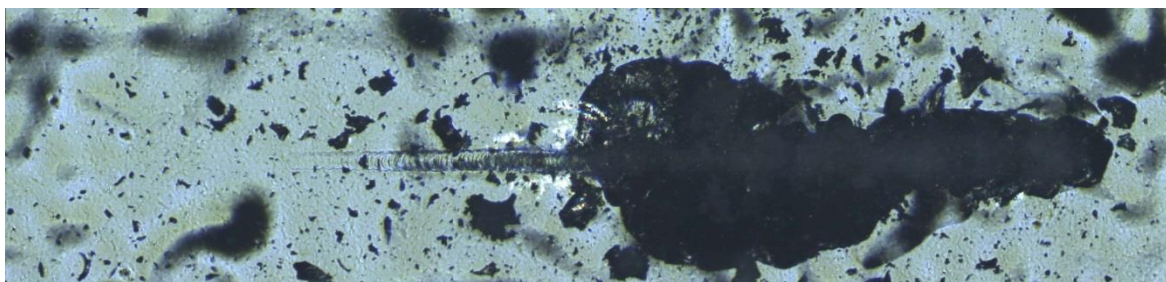
При експерименталном испитивању наведених материјала најпре је извршено скенирање контактних површина (*Pre-scan*) на местима испитивања због саме несавршености глазираних површина (валовитости) као и различите површинске храпавости која осцилује на микро/нано нивоу. Услед продирања MST утискивача у контактни слој материјала, при прогресивном оптерећењу и кретањем узорка брзином 1 mm/min, долази до постепеног настајања скреч траг одређене дубине. Због еластичне релаксације самог материјала/превлаке, на крају скреч теста извршена је нова анализа површине у самом трагу скреча (*Post-scan*), ради утврђивања стварне дубине продирања након еластичне релаксације материјала (R_d) у односу на првобитну измерену дубину продирања (P_d). Добијене вредности различитих дубина продирања као и вредности коефицијента трења представљају средње вредности 3 мерења и у потпуности дефинишу трибо-механичке карактеристике глазираних површина свих материјала.

Добијени резултати су представљени у виду бројних дијаграма коефицијента трења (μ), дубине продирања (P_d), дубине услед еластичне релаксације материјала (R_d), у зависности од пута клизања и нормалног оптерећења. Дефинисане су и вредности различитих критичних сила (L_c) услед којих се јављају различита фазна оштећења површинског слоја глазури од основног материјала. Такође, као резултат дат је приказ слика трагова скреч теста добијен на оптичком микроскопу у виду панорамских приказа целих дужина скреч трагова.

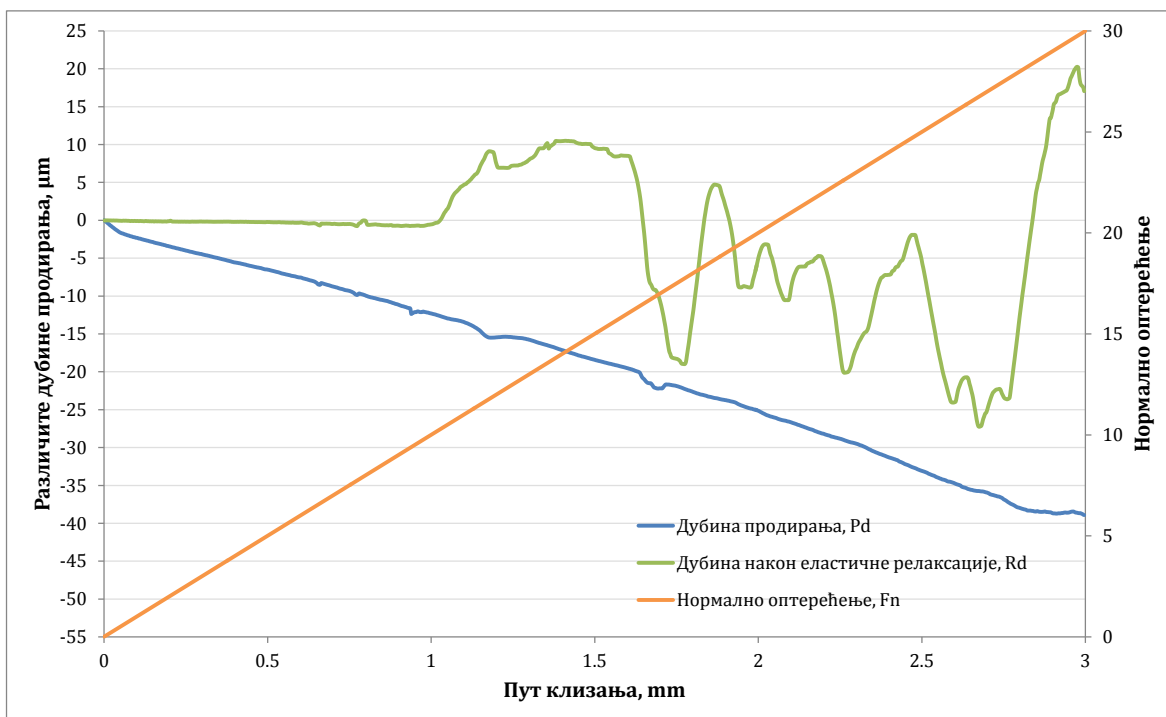
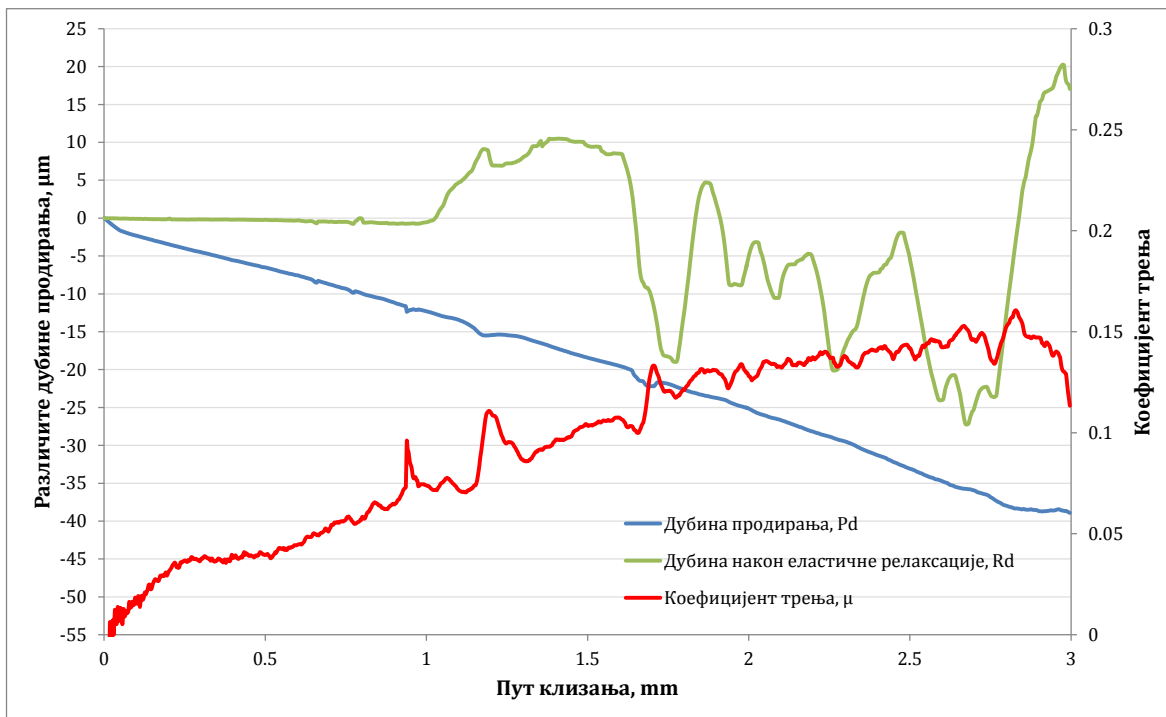
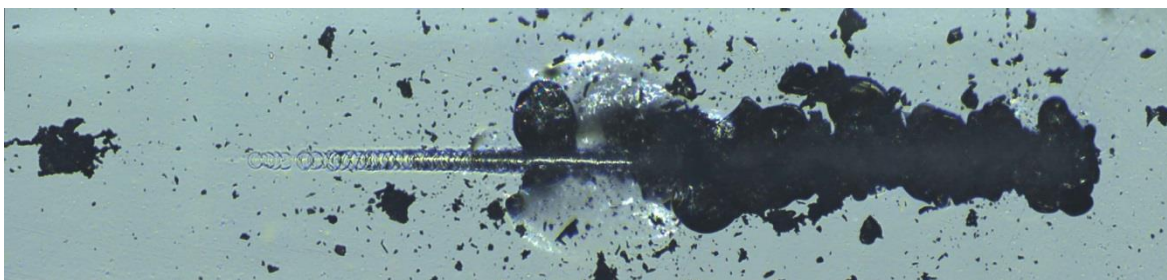
На сликама 5.42-5.45 приказани су скреч трагови за све испитиване материјале које упоредно прате дијаграми зависности различите дубине продирања (P_d и R_d) у зависности од коефицијента трења и нормалног оптерећења. На сликама скреч трагова, код свих испитиваних узорака, јасно се могу уочити изваљене честице површинског слоја глазури различитих величина око самог трага, које су настале као последица задирања и кретања *Rockwell C* дијамнтске купе по самој површини. Механизми који се јављају током процеса скреч теста су обично микро-резање и микро-браздање. Панорамски прикази скреч трагова су настали на оптичком микроскопу који је саставни део уређаја, увећањем од 5 \times . На појединим оптичким сликама скреч трагова могу се уочити и црне мрље које представљају валовитост глазиране контактне површине и појаву гасних мехурова, као вида површинске несавршености, који су иначе карактеристични за ову завршну обраду.



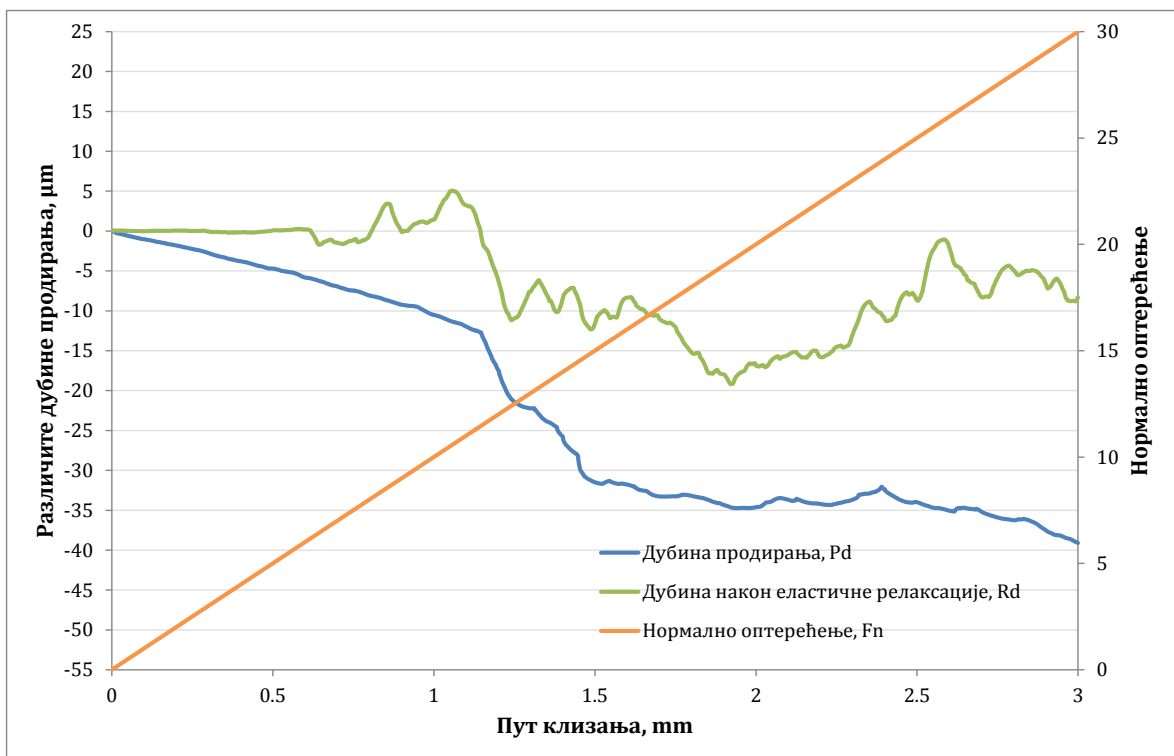
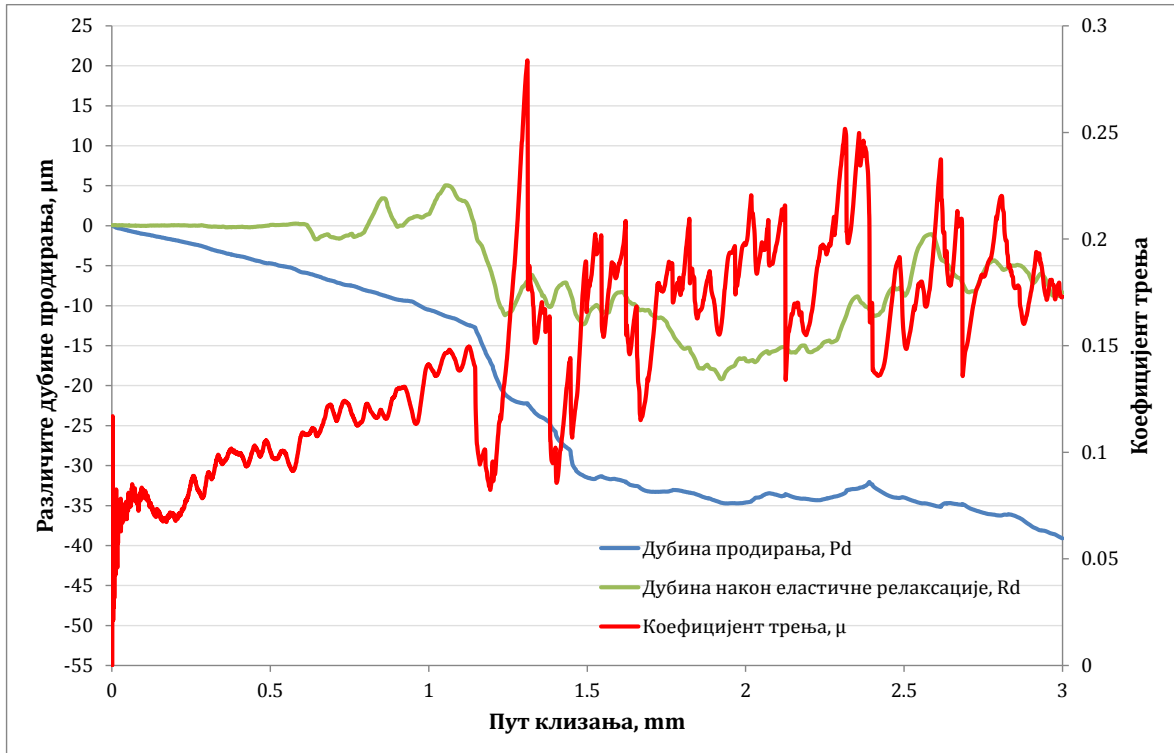
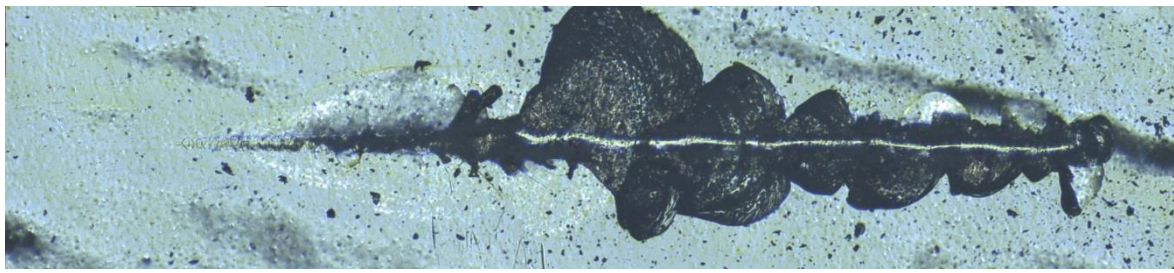
Слика 5.42 Приказ скерч трага глазуране површине литијум дисиликата који прате дијаграми различитих дубина продирања (P_d , R_d) у зависности од коефицијента трења и нормалног оптерећења



Слика 5.43 Приказ скерч трага глазуране површине леуцита који прате дијаграми различитих дубине продирања (P_d , R_d) у зависности од коефицијента трења и нормалног оптерећења



Слика 5.44 Приказ скерч трага глазуране површине фасетне керамике који прате дијаграми различитих дубина продирања (P_d , R_d) у зависности од коефицијента трења и нормалног оптерећења



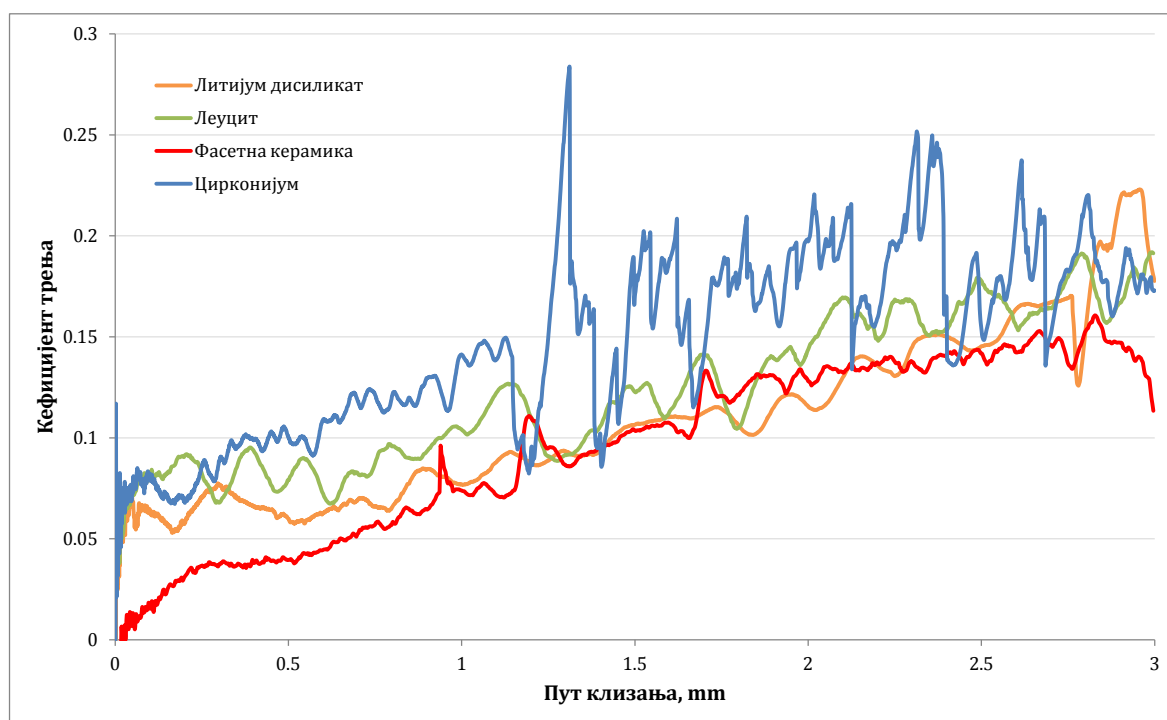
Слика 5.45 Приказ скерч трага глазуране површине цирконијума који прате дијаграми различитих дубина продирања (P_d , R_d) у зависности од коефицијента трења и нормалног оптерећења

Из приложених дијаграма (5.42-5.45) код свих испитиваних узорака, јасно се може уочити тренд пораста вредности коефицијената трења уз благо осциловање дуж пута клизања, услед пораста нормалног оптерећења. Варирање коефицијената трења, које се јавља у виду изражених скокова и падова на дијаграмском приказу, увелико прати тренд осциловања вредности дубине продирања (P_d) и дубине након еластичне релаксације материјала (R_d), што јасно осликава њихову међусобну зависност.

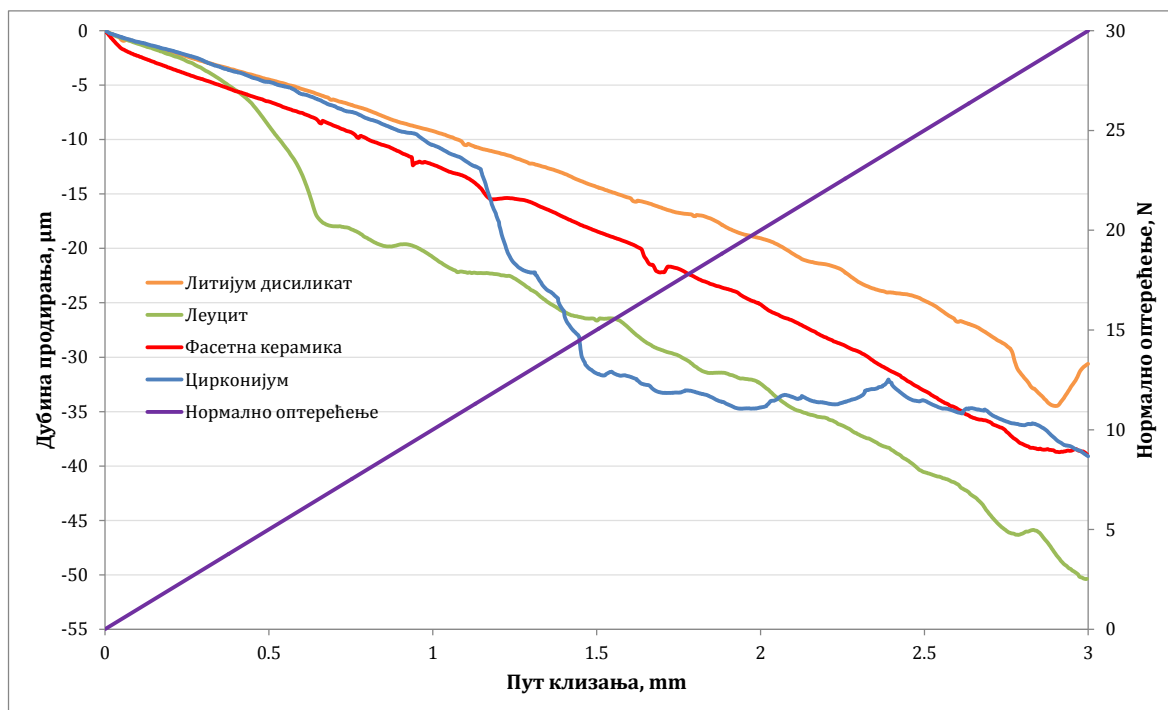
5.4.2 Анализа добијених резултата скреч теста

Сходно бољој прегледности добијених резултата испитивања, на Сликама 5.46-5.48 дат је упоредни прикази средњих вредности резултата коефицијента трења, као и дубине продирања и дубине након еластичне релаксације материјала у зависности од пута клизања и нормалног оптерећења, за сва извршена мерења.

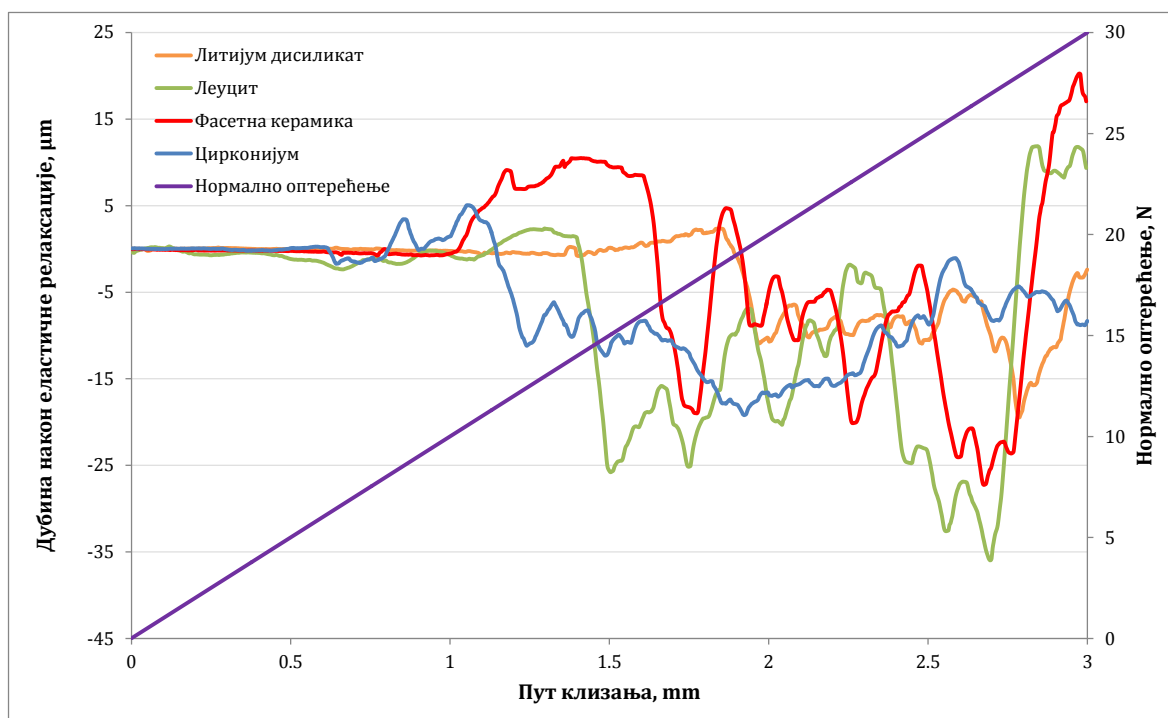
Највећу вредност коефицијената трења од ~ 0.27 има глазирани узорак са основом од цирконијума (Слика 5.46). Та вредност μ уједно представља и критичну силу услед које долази до пробијања глазури на путу клизања од 1.25 mm, што се јасно може видети на дијаграму различитих дубина продирања у зависности од коефицијента трења (Слика 5.45). Пробијање глазираног слоја долази при дејству нормалног оптерећења од ~ 12.5 N, и на основу вредности дубине продирања након еластичне релаксације материјала може се уочити да је дебљина глазури приближно око 20 μm . Оно што је занимљиво је то да је глазирани слој цирконијума показао одлична еластична својства, јер се материјал еластично релаксирао за 20 μm у односу на првобитну измерену вредност P_d .



Слика 5.46 Упоредни приказ коефицијената трења (μ) код свих испитиваних узорака



Слика 5.47 Упоредни приказ дубина продирања (P_d) свих узорака у зависности од нормалног оптерећења



Слика 5.48 Упоредни приказ дубина након еластичне релаксације материјала (R_d) свих узорака у зависности од нормалног оптерећења

Што се тиче осталих материјала, сличан тренд прати и њихове измерене вредности које су дате у виду дијаграмског приказа. Максимална вредност коефицијента трења код литијум дисиликата износи ~ 0.22 и јавља се при највећој вредности дубине продирања материјала од $34 \mu\text{m}$, услед дејства нормалног оптерећења од $\sim 27 \text{ N}$ (Слика 5.47). Еластична релаксација

површинског слоја материјала (R_d) у односу на измерену дубину продирања (P_d) износи 15 μm , што је за нијансу мања вредност од претходног описаног материјала. Вредност дебљине глазираног слоја, очитаног са дијаграмског приказа R_d , износи 20 μm .

При испитивању глазиране површине леуцита јасно се може уочити да су вредности добијених резултата P_d и R_d нешто веће него код осталих испитиваних узорака. Вредност дубине продирања износи око 50 μm (Слика 5.47), док је измерена вредност дубине еластичне релаксације материјала ~ 35 μm (Слика 5.48). Максимална вредност коефицијента трења се креће у граници око 0.19, на месту где је највећа дубина продирања *Rockwell*-ове дијамнтске купе у основни материјал, услед дејства нормалног оптерећења од ~ 28 N.

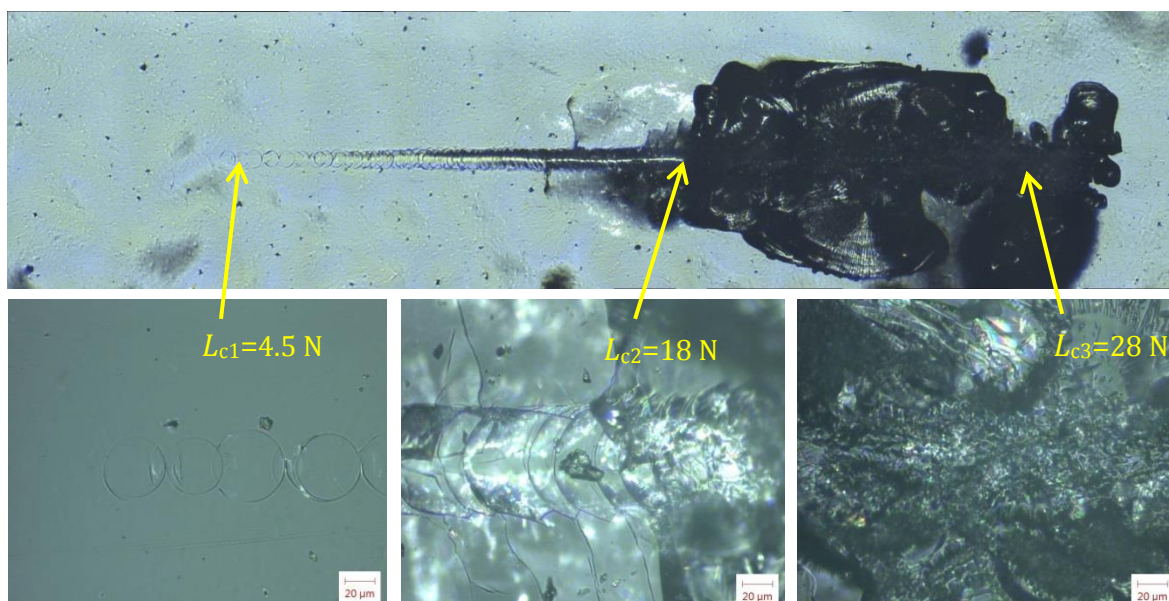
Најмању измерену вредност коефицијента трења има глазирани узорак фасетне керамике и она износи ~ 0.16 на путу клизања од 2.8 mm. Коефицијент трења је праћен знатно мањим осцилацијама на целом путу клизања у односу на све остале испитиване узорке и његова промена вредности је у директној зависности од промене вредности дубине продирања (P_d) и вредности дубине након еластичне релаксације материјала (R_d). Вредност максималне дубине продирања након пута клизања од 3 mm износи приближно око 39 μm , док дубина еластичне релаксације материјала, тиме и дебљина глазуре износи ~ 26 μm .

На основу приказаних резултата, може се констатовати да су максималне вредности коефицијената трења μ , код свих испитиваних узорака, релативно сличне и да варирају у малом опсегу од 0.05. Оно што се битно разликује и јасно уочава на дијаграмима зависности, су разлике у приказаним вредностима максималних дубина продирања дијамнтске купе и вредности дубина еластичне релаксације самих материјала након скреч теста. Одступања добијених резултата P_d и R_d варирају у опсегу до ~ 15 μm . Оно што је битно и треба напоменути је то да вредности измерених резултата скреч теста увелико зависе од услова припреме и начина наношења глазуре. Наношења глазуре се врши ручно, четкицом у танком слоју по површини материјала, у истим условима за све испитиване узорке и након тога се пече у пећи на тачно прописаној температури. Оно што је сигурно је то да се равномерно наношење глазуре може тешко постићи. Експериментом је потврђено да дебљина глазуре није свуда иста, да варира у зависности од места до места на контактним површинама свих испитиваних узорака и да се креће у граници од 20 - 35 μm . Неравномерна расподела глазуре, праћена валовитошћу, јасно се може уочити на приказаним панорамским сликама скреч трагова.

Што се тиче измерених вредности критичних сила, услед којих долази до абразивног одношења глазираног површинског слоја при прогресивном расту нормалног оптерећења, на Сликама 5.49 – 5.52 приказане су њихове различите критичне фазе на самим траговима скреча код свих испитиваних узорака. Панорамски прикази свих скреч трагова су усликани ОМ са $5\times$ увећањем, док су појединачне слике критичних фаза трагова скреча, представљене увећањем од $20\times$.

На приказаним сликама трагова скреча, као доминантан вид хабања, јасно се може уочити абразионо хабање код свих испитиваних узорака. Разлог томе је драстична разлика у тврдоћи два тела у контакту при релативном кретању. *Rockwell*-ова дијамнтска купа, која делује као утискивач, знатно је веће тврдоће у односу на све испитиване узорке.

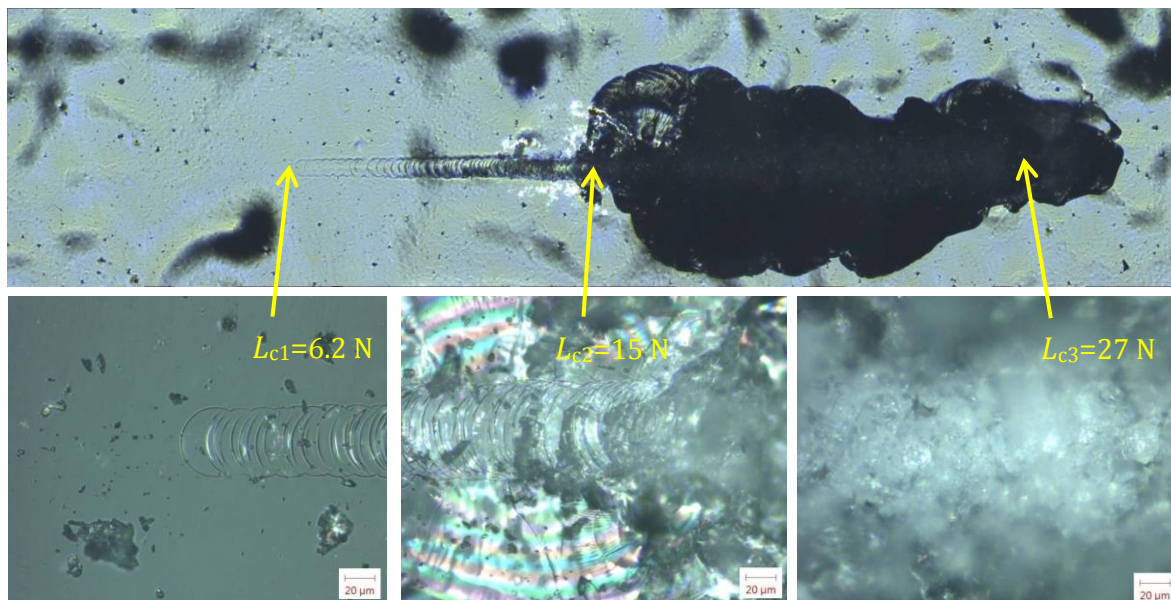
На Слици 5.49 која карактерише различита фазна оштећења површине глазираног слоја литијум дисиликата, може се јасно видети да се та нека почетна оштећења јављају при деловању нормалног оптерећења утискивача у вредности од 4.5 N (L_{c1}). При прогресивном расту нормалног оптерећења, пробијање газираних површине долази у моменту када нормално оптерећење достиже вредност од ~ 18 N. То пробијање превлаке јасно се може видети на оптичком приказу L_{c2} при увећању од 20 \times . Након тог момента, утискивач долази у контакт са површином основног материјала. Даљим растом вредности нормалног оптерећења, при вредности од 28 N јавља се површинско оштећење литијум дисиликата и задирања утискивача у сам основни материјал, што се јасно види на трећој фотографији за вредност L_{c3} . Све вредности критичних оптерећења су добијене као средње вредности три поновљена мерења скреч теста статистичком анализом у самом софтверу MST уређаја. Такође, све поменуте промене критичних оптерећења су праћене скоковима коефицијента трења (μ) и дубина продирања (P_d и R_d), чије су анализе претходно већ приказане и дискутоване.



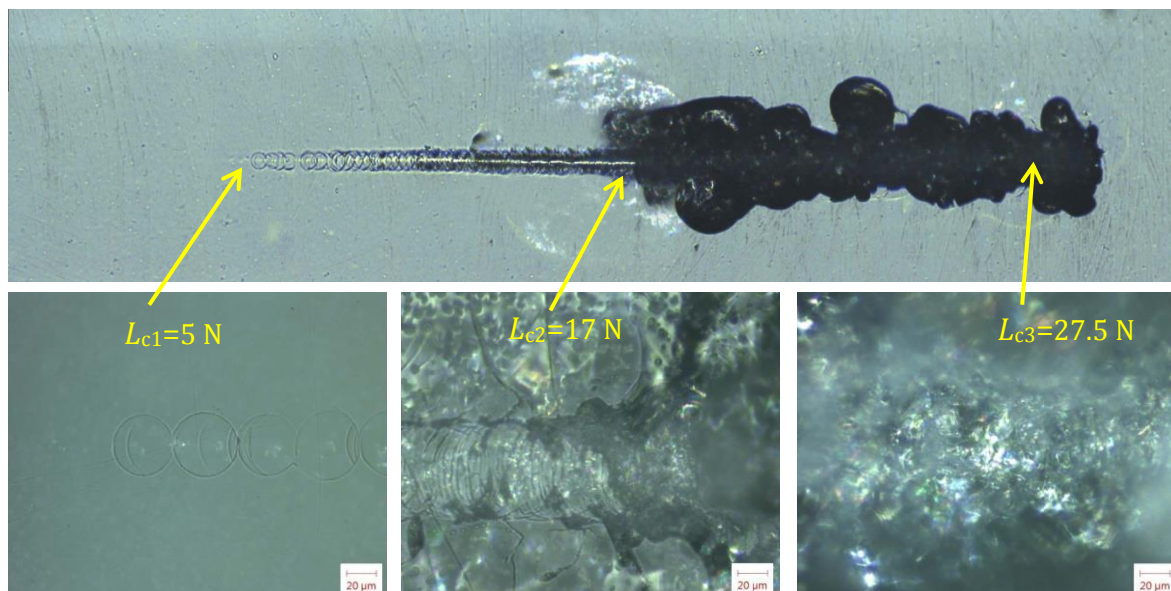
Слика 5.49 Дефинисање критичних сила услед којих долази до различитих фазних оштећења глазиране површине литијум дисиликата

Што се тиче критичних вредности сила код глазираног леуцита (Слика 5.50), може се видети да за разлику од претходног материјала, почетно оштећење контактне површине се јавља при сили L_{c1} у вредности од ~ 6.2 N. До тоталне деламинације глазираног површинског слоја леуцита и пробијања превлаке долази при дејству силе утискивача од 15 N, што је за 3

N мање него код претходног испитиваног материјала. Пробијање глазиране превлаке се дешава на путу клизања од 1.5 mm и након тог момента јавља се контакт између *Rockwell*-ове дијамнтске купе и површине основног материјала леуцита. Услед прогресивног раста нормалног оптерећења јавља се абразионо хабање, као доминантан вид механизма хабања, где критична сила L_{c3} у вредности од ~ 27 N узрукује задирање утискивача у основни материјал леуцита.



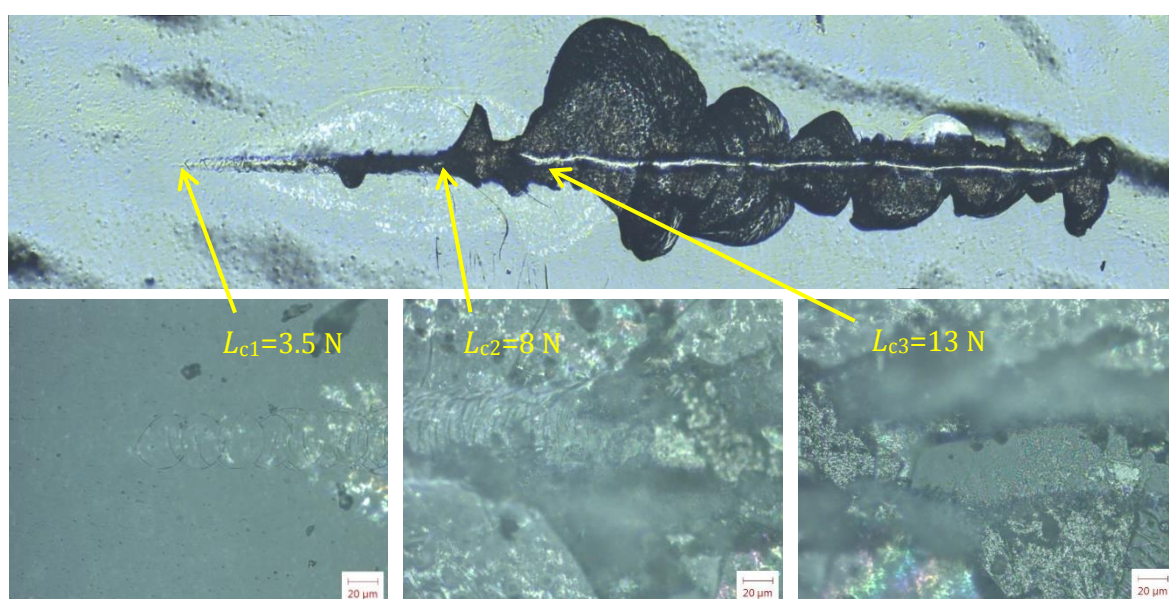
Слика 5.50 Дефинисање критичних сила услед којих долази до различитих фазних оштећења глазиране површине леуцита



Слика 5.51 Дефинисање критичних сила услед којих долази до различитих фазних оштећења глазиране површине фасетне керамике

Измерене вредности критичних оптерећења код глазиране површине фасетне керамике, не одступају знатно од претходних материјала, чак шта

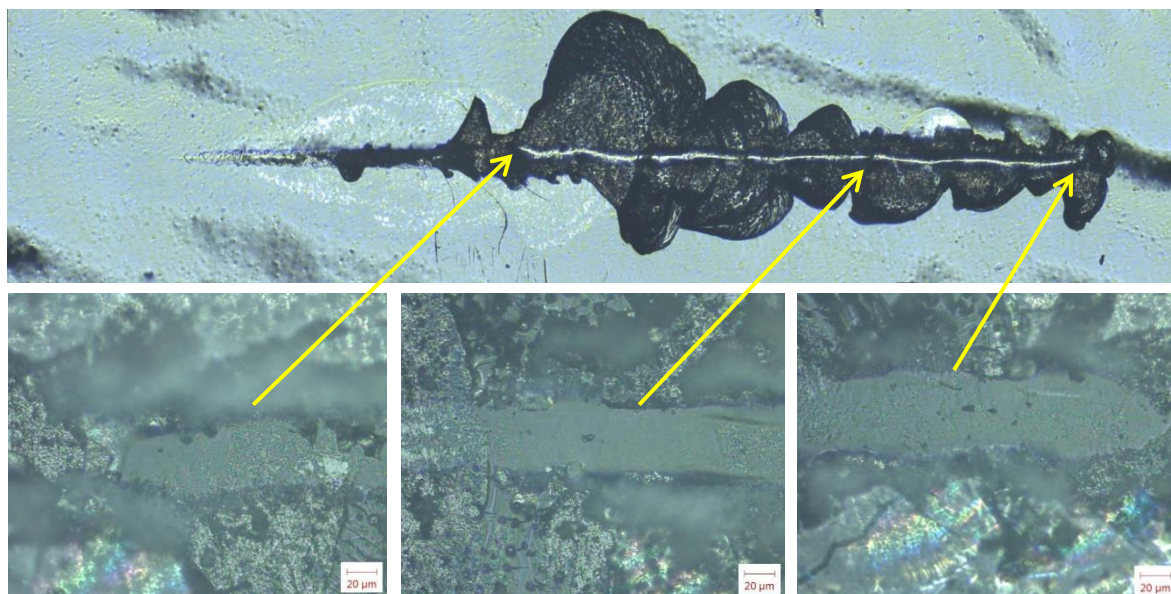
више релативно су сличне. Почетно оштећење контактне површине фасетне керамике се јавља при вредности нормалног оптерећења од 5 N, док тотална деламинација превлаке долази услед дејства критичне силе L_{c2} у вредности од 17 N. Даљим прогресивним растом нормалног оптерећења и дејства *Rockwell*-ове дијамантске купе по површини основног материјала, на путу клизања од 2.7 mm, јавља се задирање дијамантске купе у основни материјал при оптерећењу од 27.5 N. Тврдоћа фасетне керамике је за нијансу мања од претходна два испитиваних материјала. С обзиром да су измерене вредности критичних сила релативно сличне за сва три испитивана стакло керамичка материјала, слободно се може рећи да тврдоћа има утицај на њих. Разлика у измереним вредностима тврдоће, код свих глазираних узорака, јасно се може видети на упоредном хистограмском приказу, Слика 5.37б.



Слика 5.52 Дефинисање критичних сила услед којих долази до различитих фазних оштећења глазиране површине цирконијума

Понашање глазиране површине цирконијума и добијене вредности критичних оптерећења се драстично разликују у поређењу са осталим испитиваним материјалима. Почетна површинска оштећења на самом скреч трагу су уочена при дејству нормалног оптерећења при вредности од 3.5 N. Након тога се из тренутка у тренутак повећавало микро-браздање скреч трага да би услед дејства критичне силе од ~ 8 N дошло до пробијања површинског слоја глазури. Оно што је занимљиво је то да се пробијање глазури на путу клизања десило знатно раније него код свих претходних испитиваних материјала. Разлог томе може бити различита површинска хрпаваост основног материјала у односу на остале материјале пре самог процеса наношења глазури и њеног печења, јер хрпаваост директно утиче на адхезиона својства глазури као и њено хемијско везивање за контактну површину основног материјала. Контакт између скреч утискивача и контактне површине основног материјала долази у тренутку када вредност критичне силе L_{c3} достиже вредност од 13 N.

Анализом скреч трага након тог тренутка па све до завршетка скреча теста (Слика 5.53), на путу клизања од 3 mm и прогресивним оптерећењем до максималне вредности од 30 N, може се јасно уочити да није дошло до задирања утискивача у основни материјал цирконијума.



Слика 5.53 Скреч траг дужине 3 mm на глазираној површини цирконијума

Од тренутка остваривања контакта између *Rockwell*-ове дијамантске купе, са радијусом врха од 100 μm , и контактне површине цирконијума, на преосталој дужини клизања од ~ 1.7 mm ширина скреч трага се константно креће око 30 μm . До задирања утискивача и оштећења основног материјала је дошло код свих претходних испитиваних материјала осим код цирконијума, а разлог томе је његова знатно већа отпорност на хабање, тј. разлика у вредности тврдоће основног материјала која је до ~ 10 пута већа у односу на измерене вредности тврдоће литијум дисиликата, леуцита и фасетне керамике.

Оно што је битно и што треба напоменути је да у моменту прегледа литературе нису пронађени радови са сличном тематиком и планом испитивања који се односе на трибо-механичка испитивања глазираних површина безметалних керамичких система.

Аутор Лафит [Laffite A.F. (2003)] је у својој студији испитивао процес настанка продукта хабања (*chipping*) при скреч испитивању различитих керамика на бази стакла (*MGC1000*, *MGC1120*, *Vita Mark II*, *Empress*, *Empress II*) у условима различитих окружења (ваздух, вода, физиолошки раствор и глицерин). Узорке је припремио завршном обрадом полирањем и скреч тест је реализован уз помоћ два различита утискивача, дијамантске коничне пирамиде и утискивача од волфрам карбида. Бризина скреч теста је износила 1 mm/s, а оптерећења су се кретала прогресивно у опсегу 10-50 N. Скреч трагови су настали при оптерећењу од 30 N и утицај различитог окружење на продукте хабања је био минималан. Аутор је у својој студији представио да

геометрија и тврдоћа утискивача игра значајнију улогу у понашању материјала услед скреч теста, у односу на сам састав испитиваног материјала. Аутор је покушао да испита и трибо-механичке карактеристике полираних површина различитих оксидних керамика (алумина и цирконијум). Оно што је занимљиво је то да је скреч траг на контактної површини алумине био једва уочљив као танка права црта, док се приликом испитивања контактне површине цирконијума, дијаматнски тип оштетио.

Марвин [Marwan S. Al-Haik (2009)] је у својој студији користио наноскреч у циљу одређивања адхезионе карактеристике зубне глеђи, дентина и три различита биокомпатибилна материјала који се користе за зубне испуне (нанокомполит на бази епокси смола, стаклени јономер и амалганска пломба). Експеримен је реализован услед константног оптерећења утискивача у вредности од 20 mN при брзини клизања од 500 nm/s, где је скреч траг дефинисан на дужини од 75 μm . Профил сваког скреч траг је скениран пре и након завршетка скреч теста. Аутор је као резултате представио вредности тврдоћа, модула еластичности и дубине продирања сваког скреч трага, за сваки материјал појединачно. Резултати су показали да најбољу отпорност на хабање има традиционална амалганска пломба у поређењу са свим осталим материјалима који се користе за зубне испуне. На основу тога аутор је констатовао да лоши резултати нанокомполита могу бити као последица неравномерног распореда наночестица у структури материјала, тј. могућег формирања англомерата у самој полимерној материци материјала.

Зенг [Zheng J. (2013)] је у својој *in vitro* студији поредио микротиболошко понашање зубне глеђи и вештачког хидроксиапатита (НА) коришћењем нано скреч теста (ННТ), код полираних површина. Дијамантски конусни тип је коришћен као утискивач са врхом радијуса од 2 μm . Скреч тестови су рађени у два режима, са прогресивним (5, 10, 20, 50 и 100 mN) и константним оптерећењем (5-100 mN). Као резултате представио је вредности коефицијената трења у зависности од пораста оптерећења. Аутор је констатовао да вредност коефицијента трења прогресивно расте са променом оптерећења, за оба испитивана материјала. Раст коефицијент трења код глеђи је релативно без већих искакања и осцилација при промени вредности силе, док код вештачког НА материјала вредност μ знатно осцилације услед дејстава већих оптерећења (80-100 mN). Аутор је као резултате представио и профиле ширина и дубина скреч трагова у зависности од пораста силе оптерећења. Уз помоћ SEM анализе је потврдио да је хабање знатно израженије код зубне глеђи у поређењу са вештачким НА материјалом и да оптерећење има вели утицај на адхезионе карактеристике самих контактних површина.

Зоу [Zhou Z.R. (2013)] је у својој студији испитивао микротиболошко понашање на полираној површини зубне глеђи уз помоћ наноутискивача са дијамантским врхом радијуса 5 μm . Скреч трагови су настали услед константног (20, 50, 100 mN) и континуалног оптерећења (0-120 mN), при брзини клизања у вредности од 200 $\mu\text{m}/\text{min}$. У циљу одређивања утицаја

распореда кристала у структури зубне глеђи услед скреч теста, испитивања су реализована у виду хоризонталних и вертикалних скреч трагова по самој површини глеђи. Након реализованог експеримента услед континуалног и константног оптерећења, вертикални скреч траг је био знатно продуктивнији у односу на хоризонтални, у виду већег нагомилавања продуката хабања око самог трага. Такође, сама дужина трага може утицати на избразданост на локалном нивоу, што може довести до значајног нагомилавања материјала на ободу самог трага. SEM анализом је утврђено да код хоризонталног скреч трага распоред глеђних влакана у самој структури има веће амортизујуће дејство на деловање дијамантског врха у односу на вертикални траг, и самим тим истискивање материјала је знатно мање. Закључак је да трибо-механичко понашање зубне глеђи увелико зависи од њене јединствене микроструктуре.

На основу свега представљеног, приказани резултати скреч анализе представљају одличну основу за будућа трибо-механичка испитивања безметалних керамичких система као и њихово могуће унапређење кроз дубљу карактеризацију самих трагова коришћењем SEM и AFM анализе.

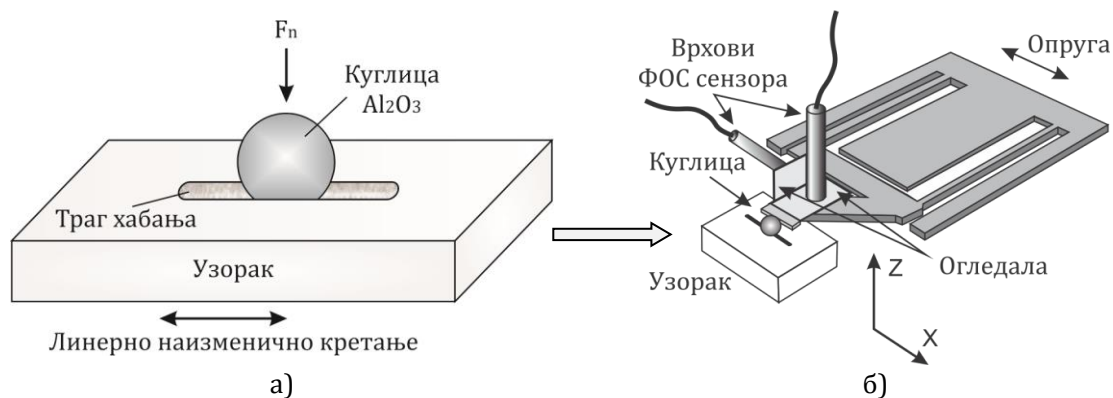
5.5 Триболошка испитивања

У оквиру триболошких испитивања одрађена је карактеризација триболошких феномена, трења и хабања, према дефинисаним контактним условима, на свим материјалима који се испитују. Триболошки тестови чије су параметри приказани у Табели 5.11 реализовани су на линеарном наизменичном модулу CSM нанотрибометра, при микро режимима нормалног оптерећења.

Табела 5.11 Триболошки параметри

Карактеристике уређаја
- Линеарно наизменични модул (линеарни мод аквизиције) - Половина амплитуде: 0.5 mm - Фреквенција: 100 Hz - Температура амбијента: 23±2 °C
Испитивани узорци
Комерцијалне безметалне керамике (завршна обрада: полирана, глазирана и брушена) - литијум дисиликат (<i>IPS e.max CAD</i>) - леуцит (<i>IPS Empress CAD</i>) - фасетна керамика (<i>IPS e.max Ceram</i>) - цирконијум (<i>IPS e.max ZirCAD</i>)
Друго тело у контакту
- Комерцијална куглица: алумина (Al_2O_3) - Пречник куглице: 1.5 mm
Вредности нормалног оптерећења
- F_n : 250 mN; 500 mN; 750 mN; 1000 mN
Максимална брзина клизања
- v : 4 mm/s; 8 mm/s; 12 mm/s
Трајања теста
- 10.000 циклуса (20 m)
Окружење зоне контакта
- Вештачка пљувачка

На основу литературног прегледа одлучено је да се триболошка испитивања реализују у условима присуства вештачке пљувачке у зони контакта, како би се што реалније симулирали реални услови оралног окружења. Контактни елементи трибомеханичког система су узорци израђени од комерцијалне безметалне керамике произвођача *Ivoclar Vivadent* (детално су описани у Поглављу 2) и комерцијална куглица од алумине (Al_2O_3) пречника 1.5 mm. Опште је познато да алумина има ултра високу тврдоћу по Мосовој скали 9 [Mukherjee S. (2012)], одмах иза дијаманта, и одличну отпорност на хабање. Шематски приказ контактне геометрије (*ball-on-plate*) и линеарног модула дат је на Слици 5.54.



Слика 5.54 а) Контактна геометрија; б) линеарно наизменични модул

Триболошка испитивања подразумевала су праћење вредности хабања и коефицијента трења у зависности од пута клизања. Током теста, вредности коефицијента трења снимане су у реалном времену, помоћу TriboX 2.9.0. софтвера. Након сваког завршеног испитивања узорак је скидан са нанотрибометра и трагови хабања су снимани оптичком микроскопијом. Хабање површинског слоја материјала је одређено прецизним мерењем похабане површине на усликаним траговима применом одговарајућег софтвера за обраду слика *INFINITY ANALYZE*. Запремина трага хабања као и степен хабања су рачунати за сваки тест, према ASTM G133-05 стандарду, после укупног пређеног пута од 20 m. Степен хабања (W) рачунат је на основу следеће једначине [Hutchings I.M. (1992)]:

$$W = \frac{V}{s}, [\text{mm}^3/\text{m}] \quad (8)$$

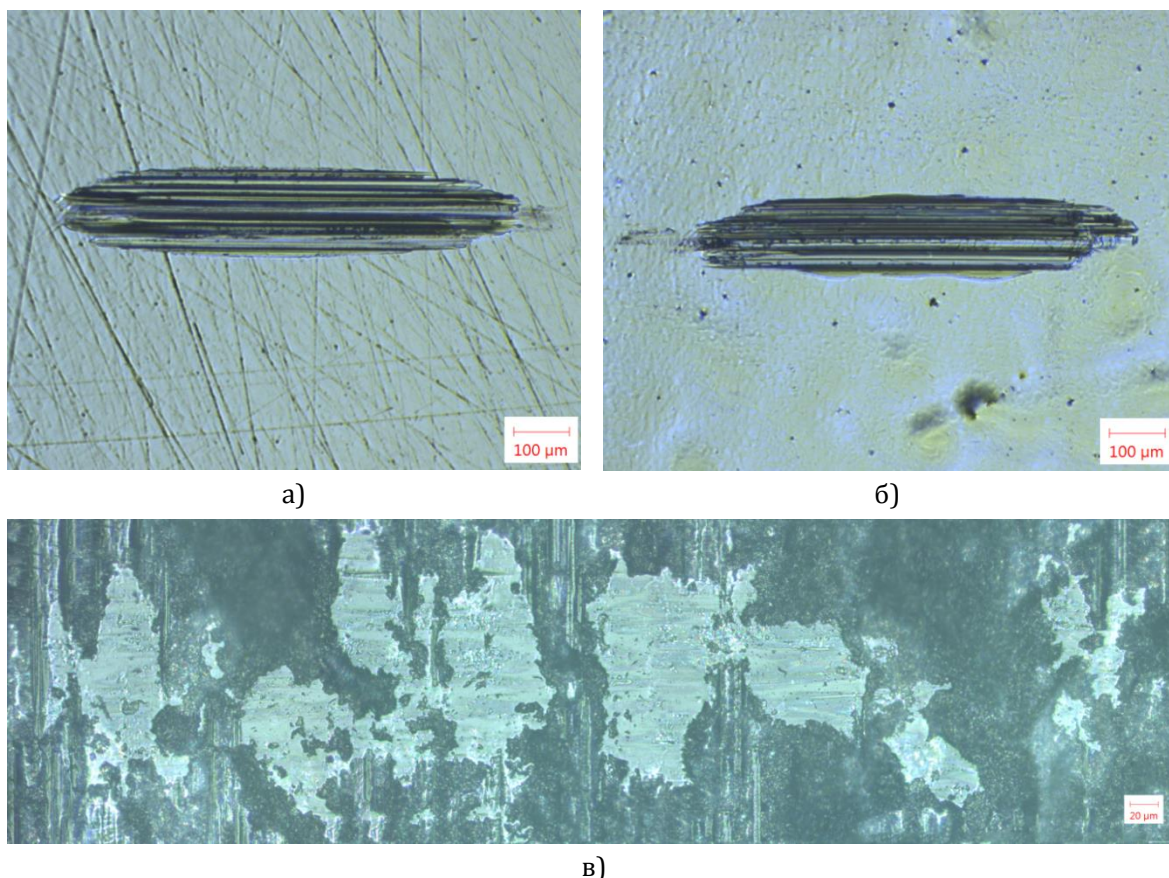
где је V – похабана запремина материјала [mm^3], а s – пређени пут [m]. Вредност степена хабања (W) је изражена у [mm^3/m], односно као изгубљена запремина [mm^3] по јединици пређеног пута [m]. Похабана запремина површине узорка, рачуната је преко просечне површине трага хабања и познатих геометријских образаца, уз претпоставку да похабана запремина одговара равном сегменту лопте. Геометријске карактеристике лопте су усвојене као димензије куглице од алумине са којом је површина узорка у контакту. Како се хабање куглице од алумине може описати као “немерљиво”, рачуна се случај при коме се хаба само површина узорка према G133-05 стандарду.

Дијаграми у реалном времену измереног коефицијента трења, као функција броја циклуса наизменичног клизања или пређеног пута за све реализоване тестове при средњој брзини клизања од 8 mm/s, дати су у Прилогу. У овом поглављу поред приказаних вредности резултата степена хабања и коефицијената трења и њихових дијаграмских приказа, приказане су и оптичке слике одабраних трагова хабања (F_4V_2), код свих материјала третираних различитим завршним обрадама. Остатак оптичких слика трагова хабања, при свим нормалним оптерећењима и брзине клизања од 8 mm/s, приказани су у Прилогу.

Наредни део поглавља се односи на приказ резултата вредности степена хабања и вредности измерених коефицијената трења, у оквиру триболошких испитивања свих материјала према дефинисаним контактним условима.

5.5.1 Резултати испитивања триболошких карактеристика комерцијалног литијум дисиликат (*IPS e.max CAD*)

У овом делу реализованог испитивања тестирана је комерцијална безметална керамика литијум дисиликат (*IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein*) при различитим завршним обрадама. Материјал је претходно припремљен по детаљној описаној процедури у Поглављу 2. Хемијски састав литијум дисиликата дат је у Табели 2.3. Хабање испитиваног материјала третираног различитим завршним обрадама је дату у виду степена хабања (W). На Слици 5.55 дате су репрезентативни оптички прикази трагова хабања литијум дисиликата, третираног различитим завршним обрадама, при нормалном оптерећењу од 1 N и брзине клизања од 8 mm/s. У Табели 5.12 приказане су вредности аритметичке средине степена хабања, добијене на основу три мерења. На сликама 5.56-5.58 дате су зависности степена хабања, од промене нормалног оптерећења и брзине клизања при различитим завршним обрадама.

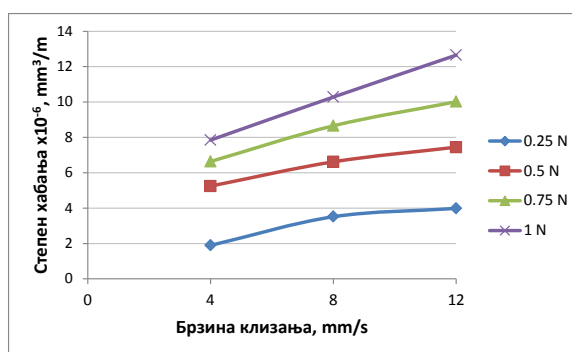
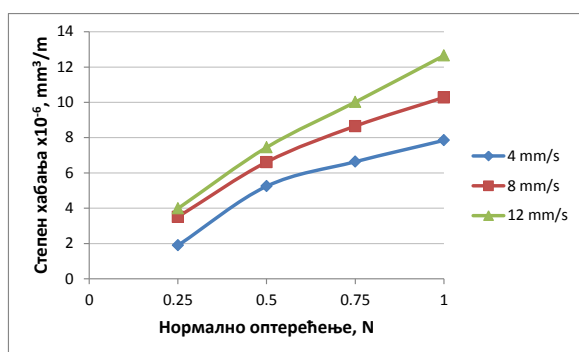


Слика 5.55 Оптички приказ трагова хабања литијум дисиликата при различитим завршним обрадама, уз присуство вештачке пљувачке, $F_n=1$ N, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5 \times); б) глазирана површина (5 \times) и в) брушена површина (20 \times)

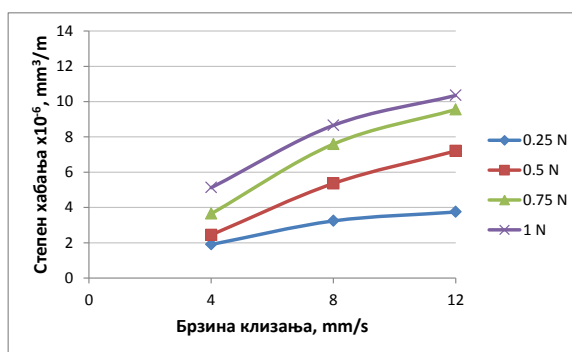
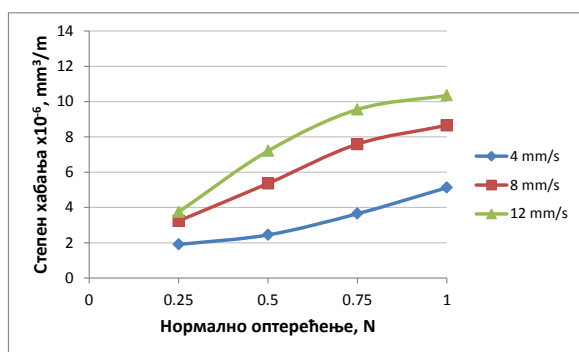
Вредности степена хабања представљене су у зависности од вредности нормалног оптерећења и вредности брзине клизања. Код полиране и глазиране завршне обраде јасно је уочљив тренд прогресивног раста степена хабања са порастом вредности нормалног оптерећења и брзине клизања.

Табела 5.12 Вредности степена хабања комерцијалне керамике литијум дисиликат (*IPS e.max CAD*) при различитим завршним обрадама

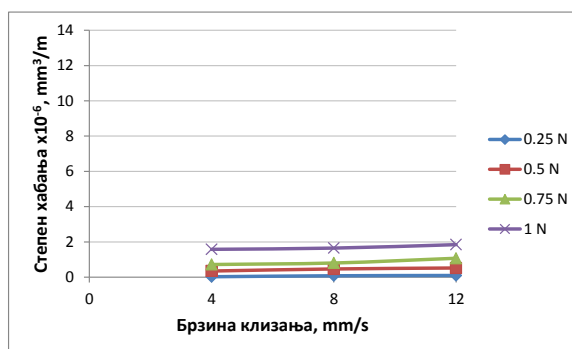
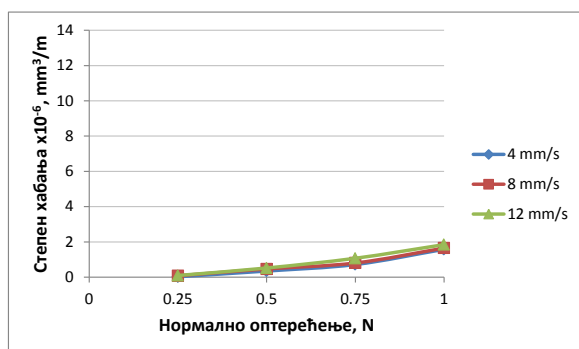
Степен хабања, $W, \text{mm}^3/\text{m}$				
F_n, N	$v, \text{mm/s}$	Полирана површина	Глазирана површина	Брушена површина
0.25	4	1.893	1.905	0.028
	8	3.512	3.240	0.084
	12	3.983	3.744	0.100
0.5	4	5.244	2.449	0.352
	8	6.617	5.363	0.469
	12	7.446	7.203	0.524
0.75	4	6.635	3.647	0.721
	8	8.653	7.592	0.806
	12	10.013	9.553	1.075
1	4	7.846	5.122	1.582
	8	10.279	8.655	1.651
	12	12.648	10.348	1.848



Слика 5.56 Степен хабања полиране површине литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*)



Слика 5.57 Степен хабања глазиране површине литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*)



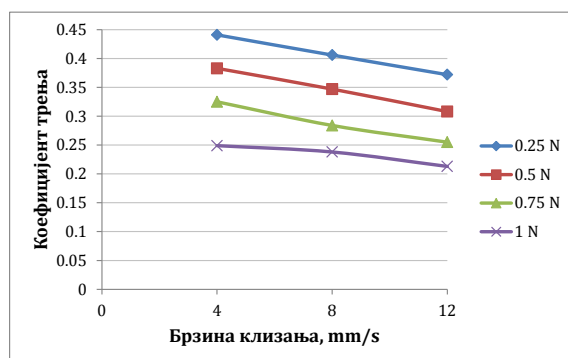
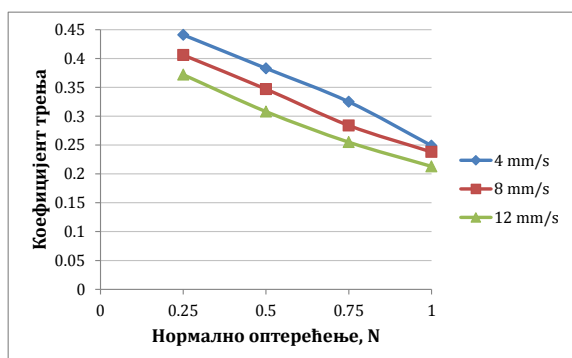
Слика 5.58 Степен хабања брушене површине литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*)

Тренд раста степена хабања је доста блажи код брушене површине, и у зависности од брзине клизања пораст је у веома малом распону за све вредности нормалног оптерећења. Такође, вредности степена хабања прогресивно расту са порастом оптерећења за све брзине, али због приближних вредности које одступају само $\sim 0.2 \text{ mm}^3/\text{m}$ чини се да долази до благог преклапања. Измерене вредности степена хабања су и до 10 пута мање у односу на претходне две завршне обраде.

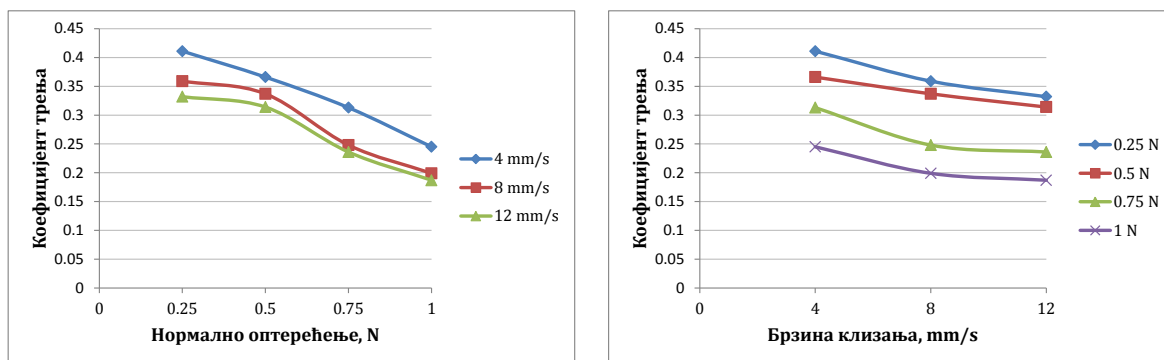
У Табели 5.13 приказане су средње вредности коефицијената трења литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*), добијене на нанотрибometру. Анализом вредности приказаних у табели, коефицијент трења (μ) при свим вредностима контактних параметара креће се у границама од ~ 0.13 до ~ 0.44 . На Сликама 5.59-5.61 приказане су вредности дијаграмске зависности коефицијената трења од брзине клизања и нормалног оптерећења, при различитим завршним обрадама.

Табела 5.13 Коефицијенти трења комерцијалне керамике литијум дисиликат (*IPS e.max CAD*) при различитим завршним обрадама

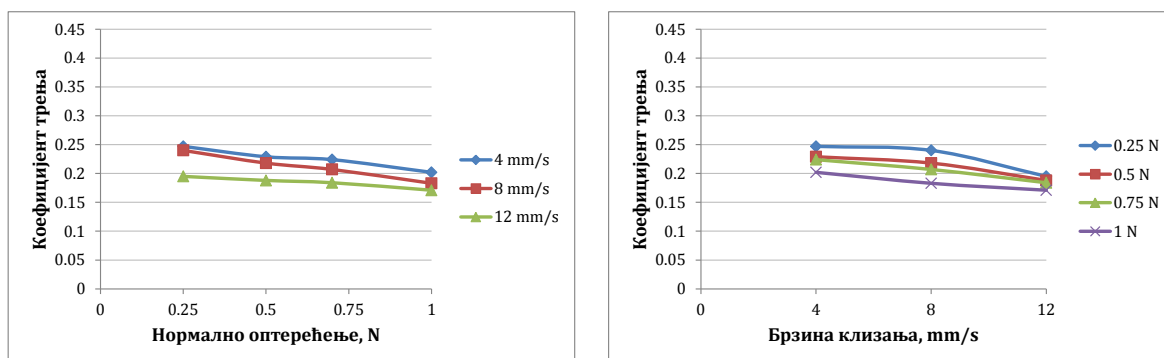
Коефицијенти трења				
F_n , N	v , mm/s	Полирана површина	Глазирана површина	Брушена површина
0.25	4	0.441	0.411	0.247
	8	0.406	0.359	0.240
	12	0.372	0.332	0.195
0.5	4	0.383	0.366	0.229
	8	0.347	0.337	0.218
	12	0.308	0.314	0.188
0.75	4	0.325	0.313	0.224
	8	0.284	0.248	0.207
	12	0.255	0.236	0.184
1	4	0.249	0.245	0.202
	8	0.238	0.199	0.183
	12	0.213	0.187	0.171



Слика 5.59 Коефицијент трења полиране површине литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*)



Слика 5.60 Коефицијент трења глазиране површине литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*)



Слика 5.61 Коефицијент трења брушене површине литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*)

Са приказаних дијаграма јасно се може уочити тренд опадања вредности коефицијената трења са порастом нормалног оптерећења и брзине клизања, код свих завршних обрада. Оно што је карактеристично за овај материјал је да је максимална вредност коефицијента трења ~ 0.44 и да настаје при најмањој брзини клизања и најмањој сили. Најмање добијене вредности коефицијената трења за различите услове испитивања, које подразумевају промену три брзине и четири оптерећења, има завршна обрада брушењем.

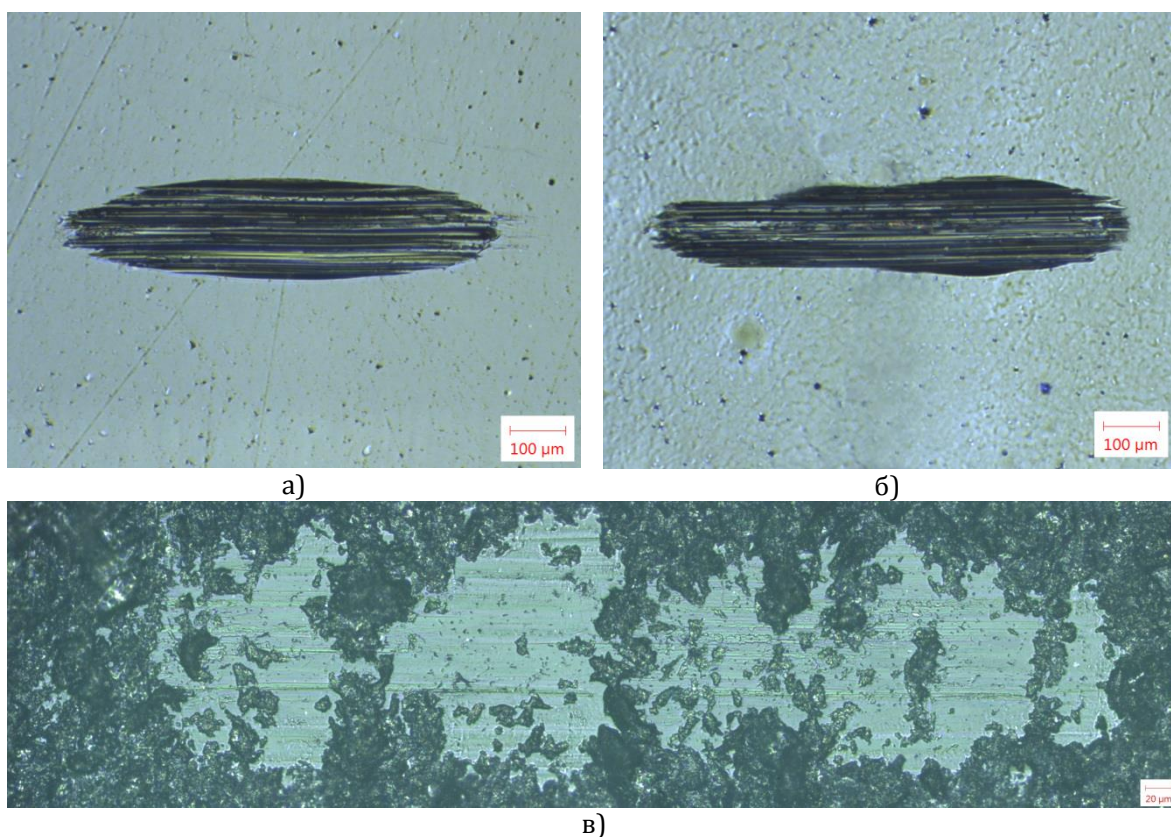
5.5.2 Резултати испитивања триболошких карактеристика комерцијалне леуцитне керамике (*IPS Empress CAD*)

Измерене вредности запремине хабања леуцитне керамике представљене су у Табели 5.14. На Слици 5.62 приказане су оптичке слике трагова хабања (при увећању од $5\times$ и $20\times$) при завршним обрадама полирањем, глазирањем и брушењем, уз нормално оптерећење од 1 N и брзине клизања 8 mm/s. Дијаграмске зависности степена хабања од промене нормалног оптерећења и брзина клизања дате су на Сликама од 5.63 до 5.65.

Са приказаних дијаграма зависности степена хабања од нормалног оптерећења и брзине клизања, може се јасно уочити тренд прогресивног раста степена хабања како са порастом нормалног оптерећења, тако и са порастом брзине клизања код свих испитиваних завршних обрада.

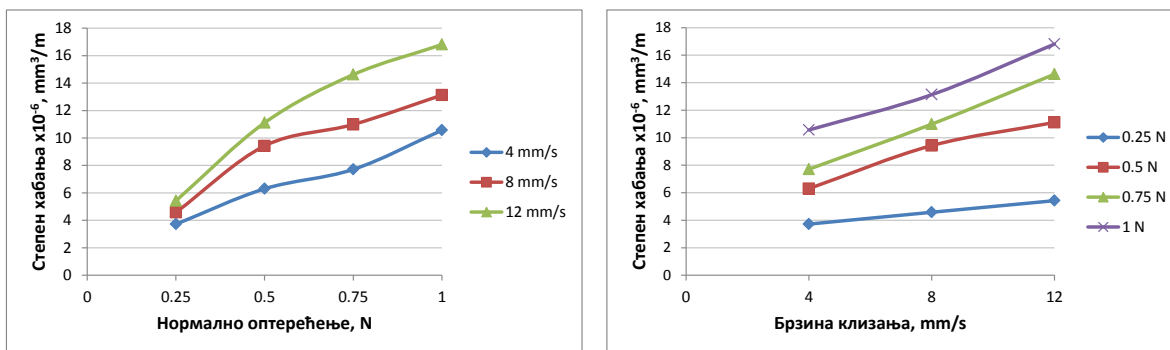
Табела 5.14 Вредности степена хабања комерцијалне леуцитне керамике (*IPS Empress CAD*) при различитим завршним обрадама

Степен хабања, W , mm^3/m				
F_n , N	v , mm/s	Полирана површина	Глазирана површина	Брушена површина
0.25	4	3.718	2.150	0.057
	8	4.579	3.084	0.083
	12	5.422	4.198	0.193
0.5	4	6.299	5.461	0.200
	8	9.424	6.144	0.489
	12	11.107	6.931	0.570
0.75	4	7.711	6.231	1.608
	8	10.984	7.455	1.760
	12	14.616	8.035	2.335
1	4	10.562	7.508	1.841
	8	13.125	9.683	2.781
	12	16.804	10.403	3.240

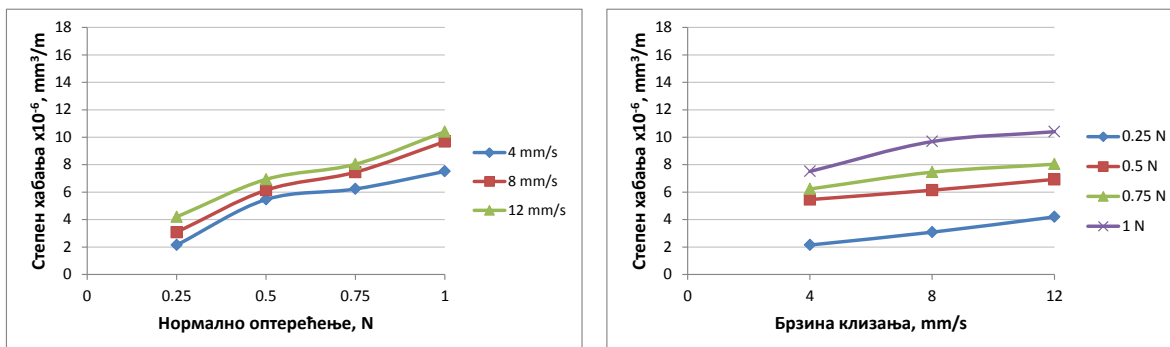


Слика 5.62 Оптички приказ трагова хабања леуцита при различитим завршним обрадама, уз присуство вештачке пљувачке, $F_n=1$ N, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5 \times); б) глазирана површина (5 \times) и в) брушена површина (20 \times)

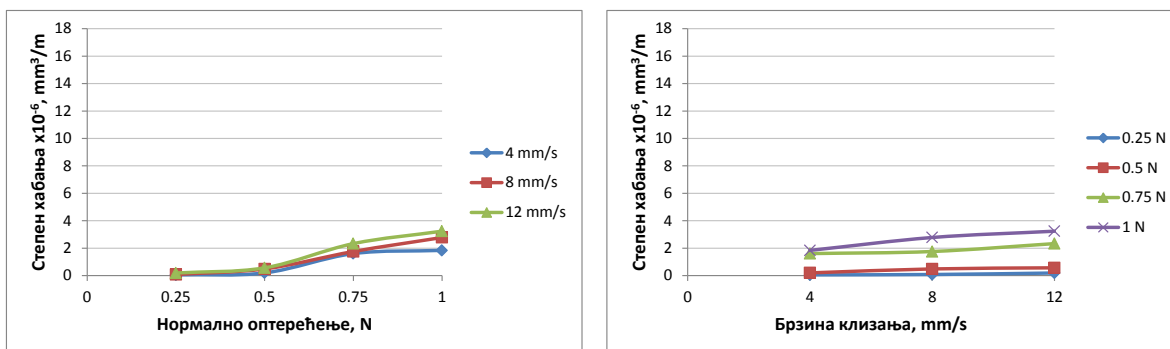
Тренд раста степена хабања код брушене површине, са порастом оптерећења и брзине клизања, је вишеструко пута мањи у односу на претходне две завршне обраде и креће се у малом опсегу вредности. Као што је приказано на оптичком приказу брушене површине леуцита, јасно је уочљиво да је ширина трага хабање знатно мања у односу на друге две завршне обраде због самог начина остваривања контакта између куглице и контактне површине.



Слика 5.63 Степен хабања полиране површине леуцита (IPS Empress CAD)



Слика 5.64 Степен хабања глазиране површине леуцита (IPS Empress CAD)



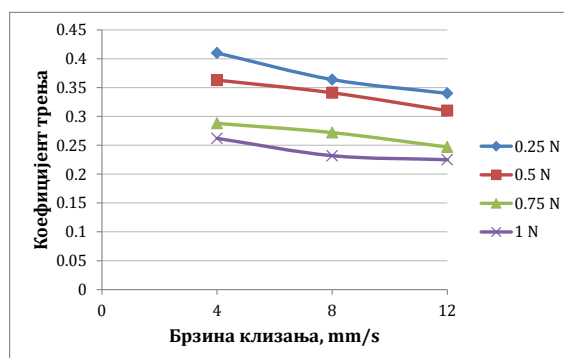
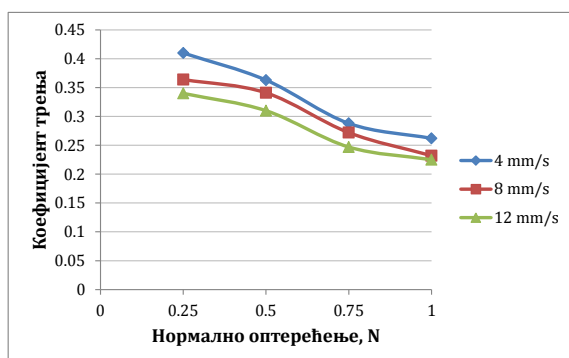
Слика 5.65 Степен хабања брушене површине леуцита (IPS Empress CAD)

Вредности коефицијента трења комерцијалне леуцитне керамике (IPS Empress CAD), при различитим завршним обрадама, дате су у Табели 5.15. На Сликама 5.66-5.68 приказане су средње вредности коефицијента трења у зависности од нормалног оптерећења и брзина клизања. Бројне вредности представљене у Табели 5.15 указују на то да вредност коефицијента трења варира у опсегу од ~0.16 до ~0.41.

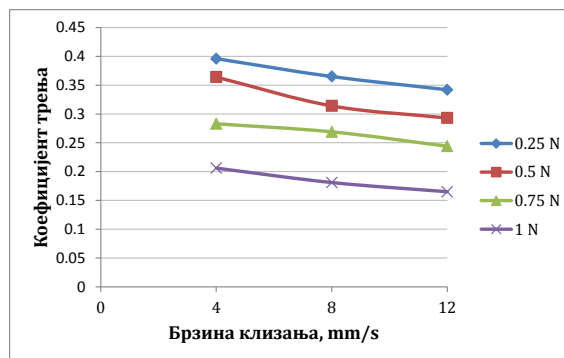
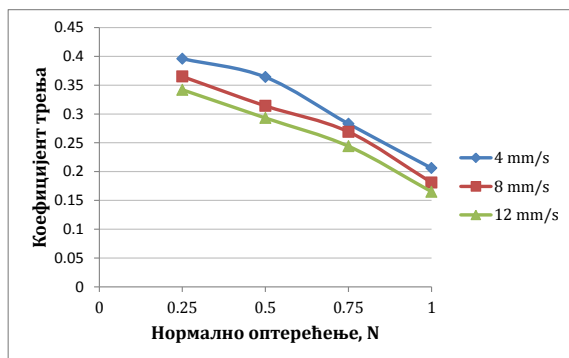
Са приказаних дијаграма може се запазити да коефицијенти трења леуцитне керамике (IPS Empress CAD) имају исти тренд, опадање коефицијента трења са порастом нормалног оптерећења и брзине клизања, као и литијум дисиликат. Такође, распон вредности коефицијената трења је приближан вредностима претходног испитиваног материјала (IPS e.max CAD).

Табела 5.15 Коефицијенти трења комерцијалне леуцитне керамике (*IPS Empress CAD*) при различитим завршним обрадама

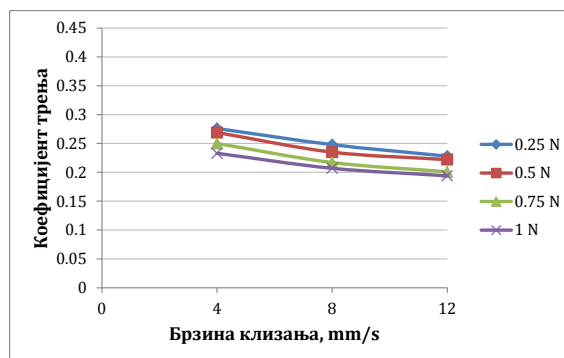
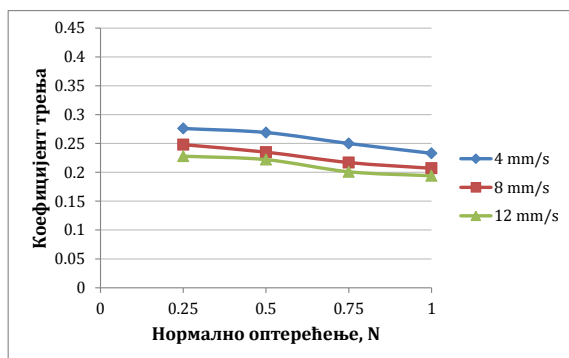
Коефицијенти трења				
F_n, N	$v, mm/s$	Полирана површина	Глазирана површина	Брушена површина
0.25	4	0.410	0.396	0.276
	8	0.364	0.365	0.248
	12	0.340	0.342	0.228
0.5	4	0.363	0.364	0.269
	8	0.341	0.314	0.235
	12	0.310	0.293	0.222
0.75	4	0.288	0.283	0.250
	8	0.272	0.269	0.217
	12	0.247	0.244	0.201
1	4	0.262	0.206	0.233
	8	0.232	0.181	0.207
	12	0.225	0.165	0.194



Слика 5.66 Коефицијент трења полиране површине леуцита (*IPS Empress CAD*)



Слика 5.67 Коефицијент трења глазиране површине леуцита (*IPS Empress CAD*)



Слика 5.68 Коефицијент трења брушене површине леуцита (*IPS Empress CAD*)

5.5.3 Резултати испитивања триболошких карактеристика комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*)

У Табели 5.16 представљене су измерене и осредњене (свако испитивање је поновљено минимум три пута) вредности степена хабања код свих завршних обрада фасетне керамике.

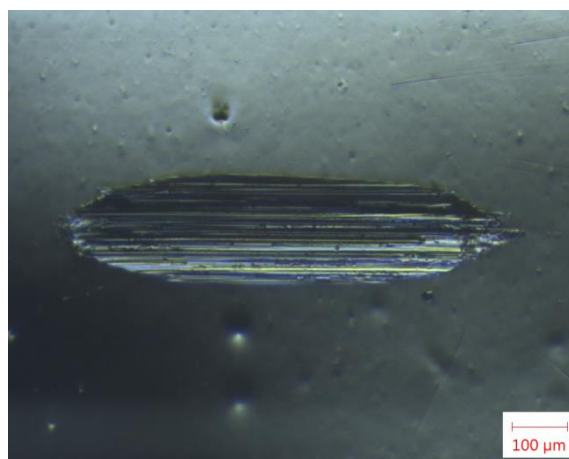
Табела 5.16 Вредности степена хабања комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) при различитим завршним обрадама

Степен хабања, $W, \text{mm}^3/\text{m}$				
F_n, N	$v, \text{mm/s}$	Полирана површина	Глазирана површина	Брушена површина
0.25	4	1.780	3.267	0.040
	8	3.828	4.072	0.056
	12	4.823	7.430	0.155
0.5	4	4.989	4.497	0.268
	8	6.510	6.253	0.853
	12	10.517	9.680	1.975
0.75	4	6.396	6.831	0.846
	8	8.258	9.793	1.758
	12	12.079	10.958	3.118
1	4	9.897	9.170	1.220
	8	14.340	11.162	2.183
	12	15.550	12.279	4.741

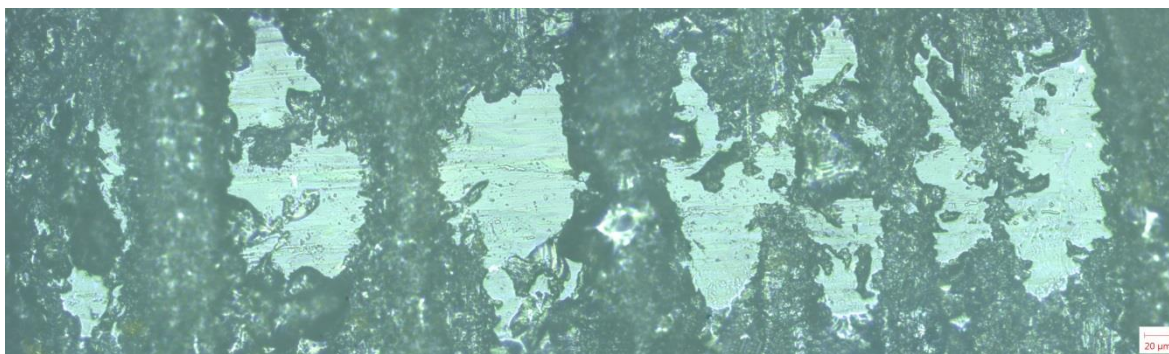
На оптичком микроскопу при увећањима од $5\times$ и $20\times$, усликани су трагови хабања полиране, глазиране и брушене контактне површине, настали при линераном наизменичном кретању узорка у контакту са Al_2O_3 куглицом радијуса од 1.5 mm (Слика 5.69). Дијаграми степена хабања које се односе на све завршне обраде фасетне керамике, приказани су на Сликама 5.70-5.72, такође у зависности од промене нормалног оптерећења и брзина клизања.



а)

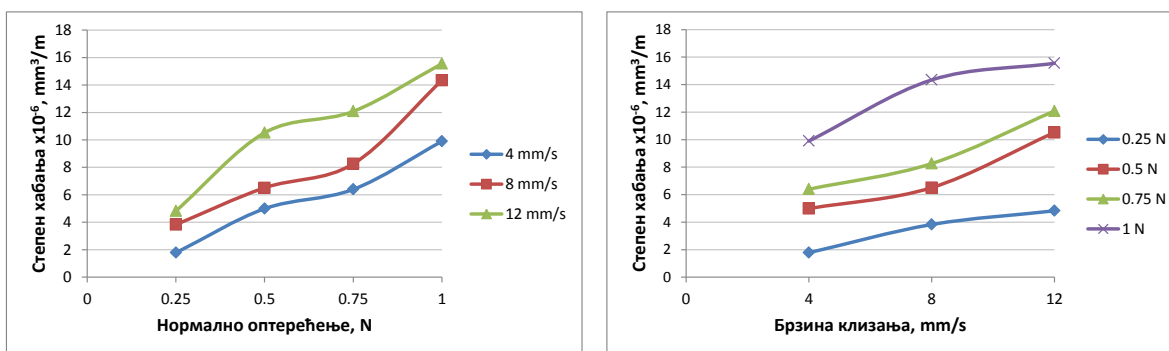


б)

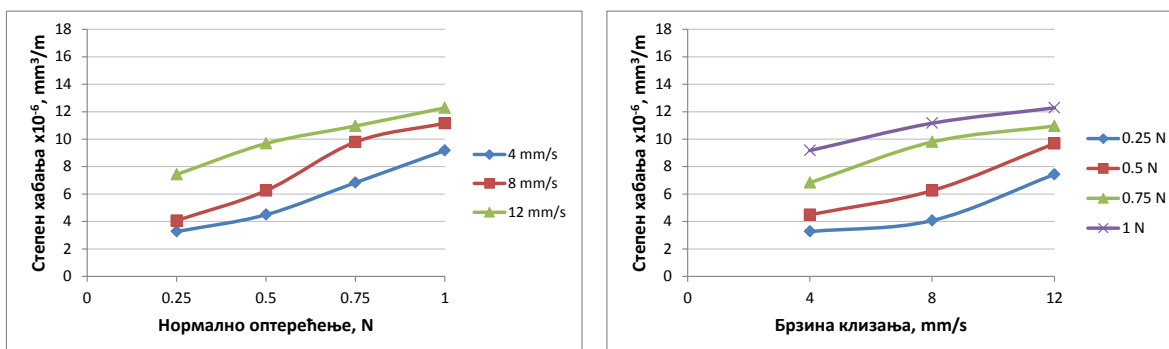


в)

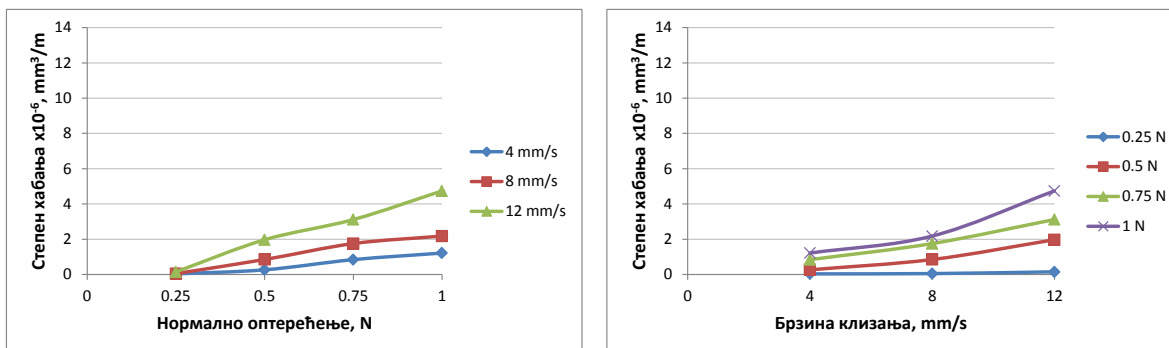
Слика 5.69 Оптички приказ трагова хабања фасетне керамике при различитим завршним обрадама, уз присуство вештачке пљувачке, $F_n=1\text{ N}$, $v=8\text{ mm/s}$: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (20×)



Слика 5.70 Степен хабања полиране површине фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*)



Слика 5.71 Степен хабања глазиране површине фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*)



Слика 5.72 Степен хабања брушене површине фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*)

Са представљених резултата у виду дијаграма зависности степена хабања, може се слободно рећи да фасетна керамика има исти тренд као и претходна

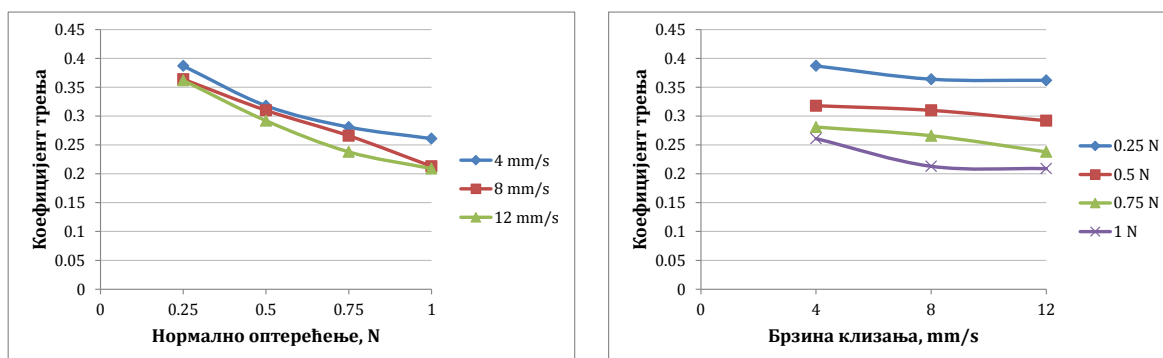
два материјала, тј. да степен хабања прогресивно расте са порастом нормалног оптерећења и брзине клизања код свих испитиваних завршних обрада. Бројне вредности степена хабања фасетне керамике, представљене у Табели 5.16, делимично су сличне са добијеним резултатима леуцитне керамике.

У Табели 5.17 приказане су вредности аритметичке средине коефицијента трења комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*), при различитим завршним обрадама. Бројне вредности представљене у табели указују на то да коефицијент трења варира у границама од ~0.11 до ~0.38, у зависности од нормалног оптерећења и брзина клизања.

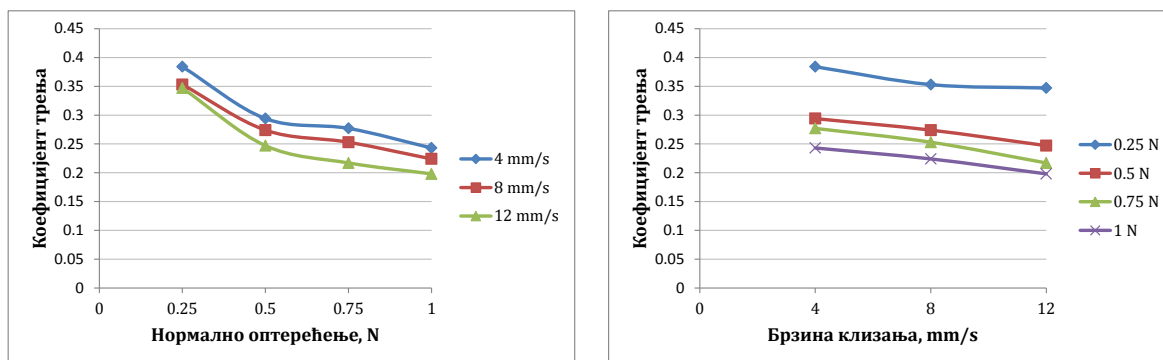
Табела 5.17 Коефицијент трења комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) при различитим завршним обрадама

Коефицијенти трења				
F_n, N	$v, mm/s$	Полирана површина	Глазирана површина	Брушена површина
0.25	4	0.387	0.384	0.293
	8	0.364	0.353	0.277
	12	0.362	0.347	0.229
0.5	4	0.318	0.294	0.289
	8	0.310	0.274	0.251
	12	0.292	0.247	0.223
0.75	4	0.281	0.277	0.261
	8	0.266	0.253	0.241
	12	0.238	0.217	0.176
1	4	0.261	0.243	0.258
	8	0.213	0.224	0.189
	12	0.209	0.198	0.175

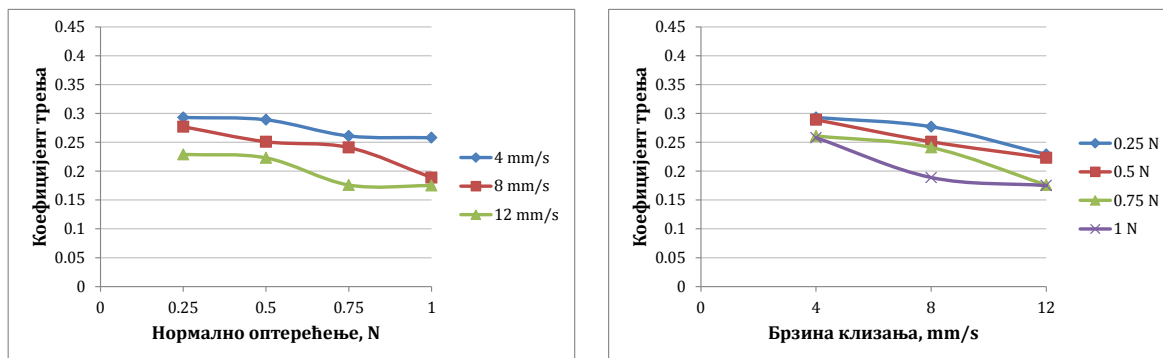
Са приказаних дијаграма (Слика 5.73-5.75) може се запазити да је фриксионо понашање фасетне керамике, при свим завршним обрадама, у складу са претходним трендовима. Једина разлика у односу на претходне материјале је та, да минималну вредност коефицијента трења има завршна обрада полирањем ~0.11.



Слика 5.73 Коефицијент трења полиране површине фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*)



Слика 5.74 Коэффициент трења глазиране површине фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*)



Слика 5.75 Коэффициент трења брушене површине фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*)

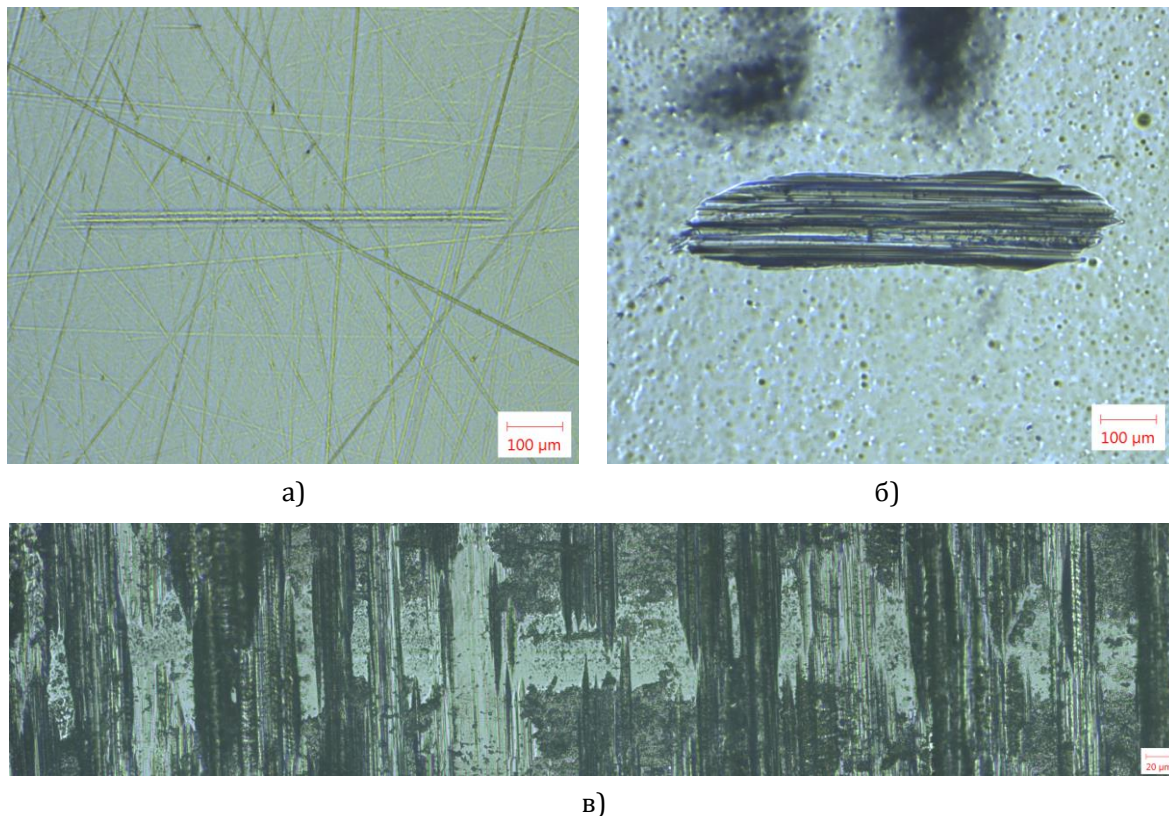
5.5.4 Резултати испитивања триболошких карактеристика комерцијалне цирконијум керамике (*IPS e.max ZirCAD*)

Хабање цирконијума третираног различитим завршним обрадама дато је у виду вредности аритметичке средине степена хабања, добијених на основу три мерења (Табела 5.18). Оптички прикази трагова хабања цирконијума услед полирања, глазирања и брушења, приказани су на Слици 5.76, при нормалном оптерећењу од 1 N и брзине клизања од 8 mm/s.

Табела 5.18 Вредности степена хабања комерцијалне цирконијум керамике (*IPS e.max ZirCAD*) при различитим завршним обрадама

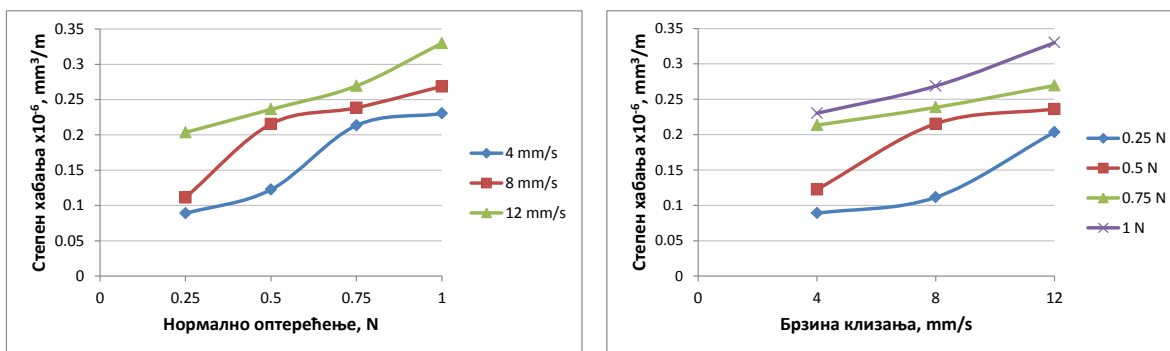
Степен хабања, W , mm ³ /m				
F_n , N	v , mm/s	Полирана површина	Глазирана површина	Брушена површина
0.25	4	0.089	1.678	0.0019
	8	0.099	5.082	0.0025
	12	0.203	6.329	0.0030
0.5	4	0.122	4.159	0.0029
	8	0.215	6.831	0.0107
	12	0.236	7.814	0.0130
0.75	4	0.213	5.138	0.1164
	8	0.238	7.381	0.0146
	12	0.269	8.380	0.0186
1	4	0.230	10.608	0.0196
	8	0.269	11.220	0.0509
	12	0.330	12.436	0.0820

Оно што је занимљиво и уочљиво код испитиваног материјала цирконијума у односу на претходне узорке је то да је вредност измереног степена хабања при завршној обради полирањем и до 40 пута мања у односу на све остале материјале за исту завршну обраду. То се може јасно видети на оптичкој слици на којој је приказан траг хабања (Слика 5.76а).

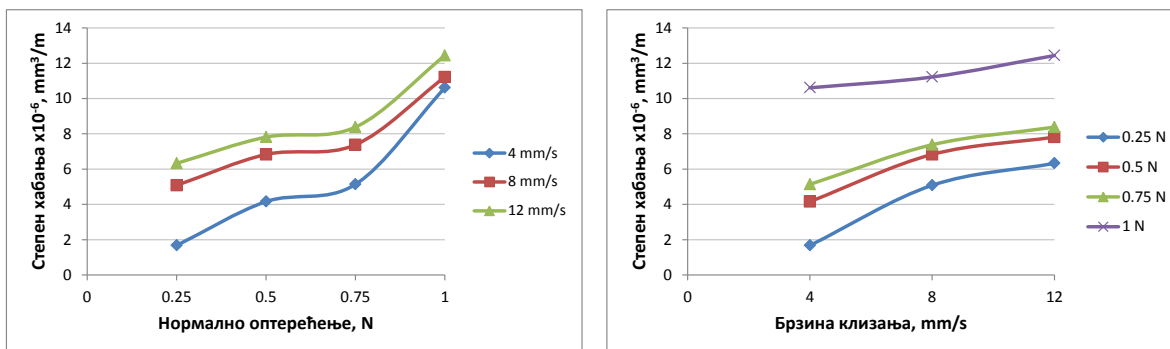


Слика 5.76 Оптички приказ трагова хабања цирконијума при различитим завршним обрадама, уз присуство вештачке пљувачке, $F_n=1\text{ N}$, $v=8\text{ mm/s}$: а) полирана површина (5 \times); б) глазирана површина (5 \times) и в) брушена површина (20 \times)

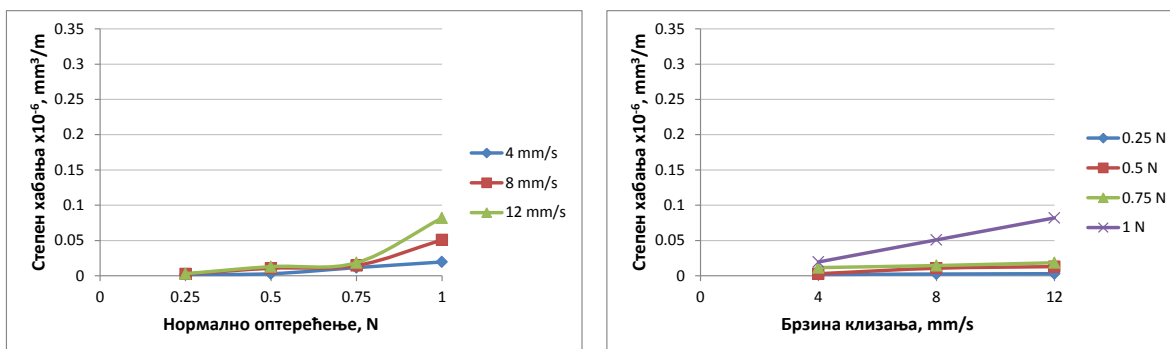
На Сликама 5.77-5.79 приказане су зависности степена хабања од промене нормалног оптерећења и брзине клизања при различитим завршним обрадама. Такође, јасно је уочљиво да цирконијум, код полиране и глазиране завршне обраде, има тренд пораста степена хабања као и код претходних материјала услед варирања контактних параметара. Вредности степена хабања код брушене површине цирконијума су знатно израженије при дејству максималног оптерећења од 1 N и променама брзине клизања од 8 и 12 mm/s. Нормална оптерећења у вредности од 0.25, 0.5 и 0.7 су се показала као недовољно велике да својим дејством на полираној контактаној површини направе значајнији траг хабања, већ је траг хабања формиран у облику једва видљиве огреботине.



Слика 5.77 Степен хабања полиране површине цирконијум керамике (*IPS e.max ZirCAD*)



Слика 5.78 Степен хабања глазиране површине цирконијум керамике (*IPS e.max ZirCAD*)



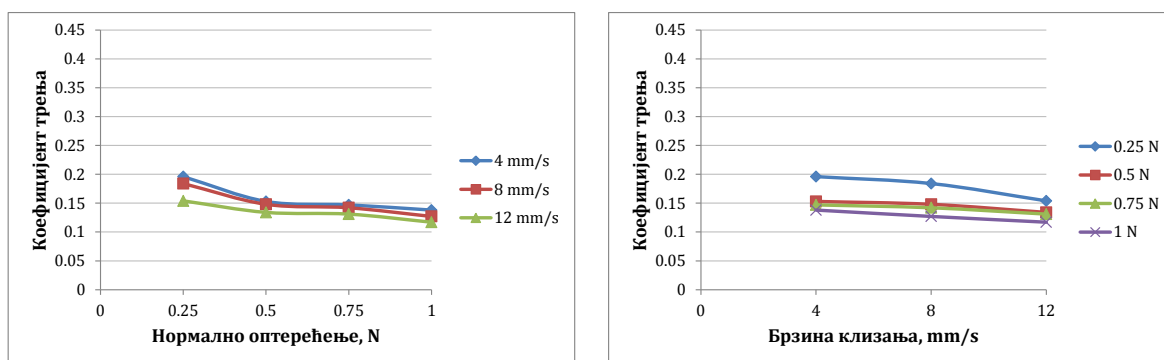
Слика 5.79 Степен хабања брушене површине цирконијум керамике (*IPS e.max ZirCAD*)

Фрикционо понашање комерцијалног цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*), при различитим завршним обрадама, у зависности од нормалног оптерећења и брзина клизања, приказано је у Табели 5.19. Очигледно је да вредности коефицијената трења опадају са порастом брзине и оптерећења, тј. да имају исти тренд као и сви претходни материјали. Представљене резултати у табели указују на то да вредности коефицијента трења варирају у границама од ~ 0.11 до ~ 0.40 .

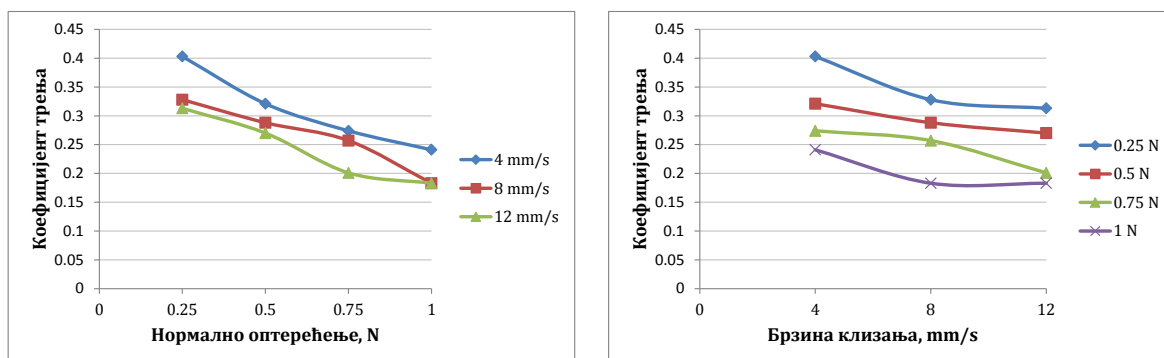
На Сликама 5.80-5.82 приказане су средње вредности коефицијента трења цирконијума у зависности од варирања контактних параметара. Оно што је занимљиво је то да се јасно може уочити разлика у измереним вредностима коефицијената трења полираних површина код цирконијума и осталих испитиваних материјала. Вредности коефицијента трења код полираног цирконијума варирају у границама од ~ 0.11 до ~ 0.19 , што је дупло мања вредност него код претходних материјала за исту завршну обраду. Узрок томе може бити велика разлика у тврдоћи самих материјала, где је вредност тврдоће цирконијума од 2 до 2.5 пута већа у односу на све остале испитиване материјале.

Табела 5.19 Коefицијенти трења комерцијалне керамике цирконијум (*IPS e.max ZirCAD*) при различитим завршним обрадама

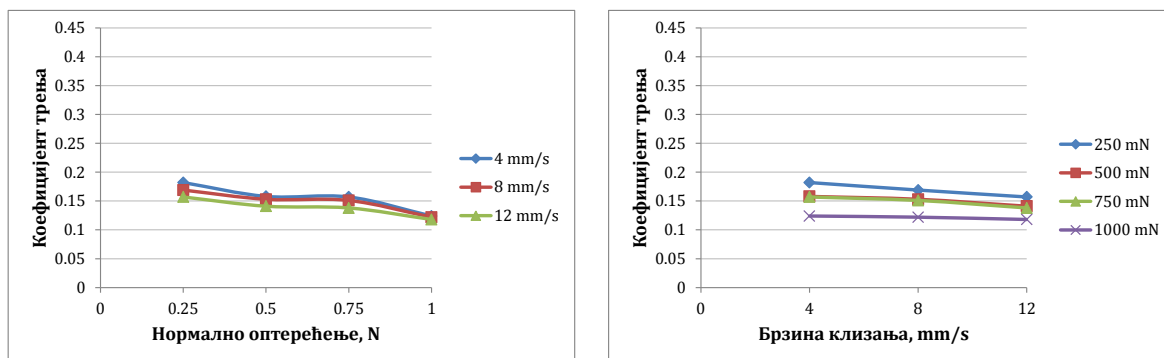
Коefицијенти трења				
F_n, N	$v, mm/s$	Полирана површина	Глазирана површина	Брушена површина
0.25	4	0.196	0.403	0.182
	8	0.184	0.328	0.169
	12	0.154	0.313	0.157
0.5	4	0.153	0.321	0.158
	8	0.147	0.288	0.153
	12	0.134	0.270	0.141
0.75	4	0.148	0.274	0.157
	8	0.142	0.257	0.151
	12	0.131	0.201	0.138
1	4	0.138	0.241	0.124
	8	0.127	0.183	0.122
	12	0.117	0.183	0.118



Слика 5.80 Коefицијент трења полиране површине цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*)



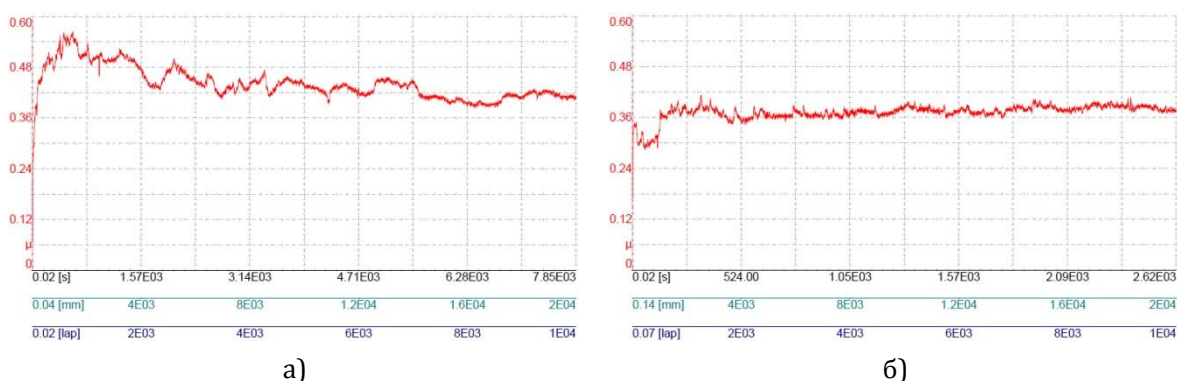
Слика 5.81 Коefицијент трења глазиране површине цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*)



Слика 5.82 Коefицијент трења брушене површине цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*)

5.5.5 Анализа добијених триболошких резултата

С обзиром на дефинисан план експеримента, у оквиру триболошких карактеристика праћене су фрикционе карактеристике различитих завршних обрада, у виду вредности коефицијента трења (COF) и степена хабања (W) код свих материјала услед варирања контактних параметра. Вредности коефицијента трења су мерене у реалном времену уз помоћ софтвера за аквизицију података на нанотрибометру (*TriboX*), при варирању три брзине клизања и четири оптерећења, уз присуство вештачке пљувачке. Детаљан опис и начин рада нанотрибометра дат је у претходном Поглављу 4. За свако завршено испитивање на нанотрибометру добијен је излазни *.txt* фајл са снимљеним средњим вредностима COF, као и извештај у *.pdf* формату. Дијаграми средњих вредности коефицијента трења испитиваних материјала, у зависности од нормалног оптерећења и брзини клизања од 8 mm/s, приказани су у Прилогу. Са приказаних дијаграма се јасно може уочити да су при најмањим силама добијене највеће вредности коефицијента трења код свих испитиваних материјала. На Слици 5.83 је приказан репрезентативан пример изгледа дијаграма коефицијента трења полиране контактне површине комерцијалног материјала литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*) за два изабрана режима испитивања ($F_1V_1=250$ mN, 4 mm/s; и $F_4V_3=1000$ mN, 12 mm/s), у трајању од 10.000 циклуса (20 m) и уз присуство вештачке пљувачке у зони контакта.

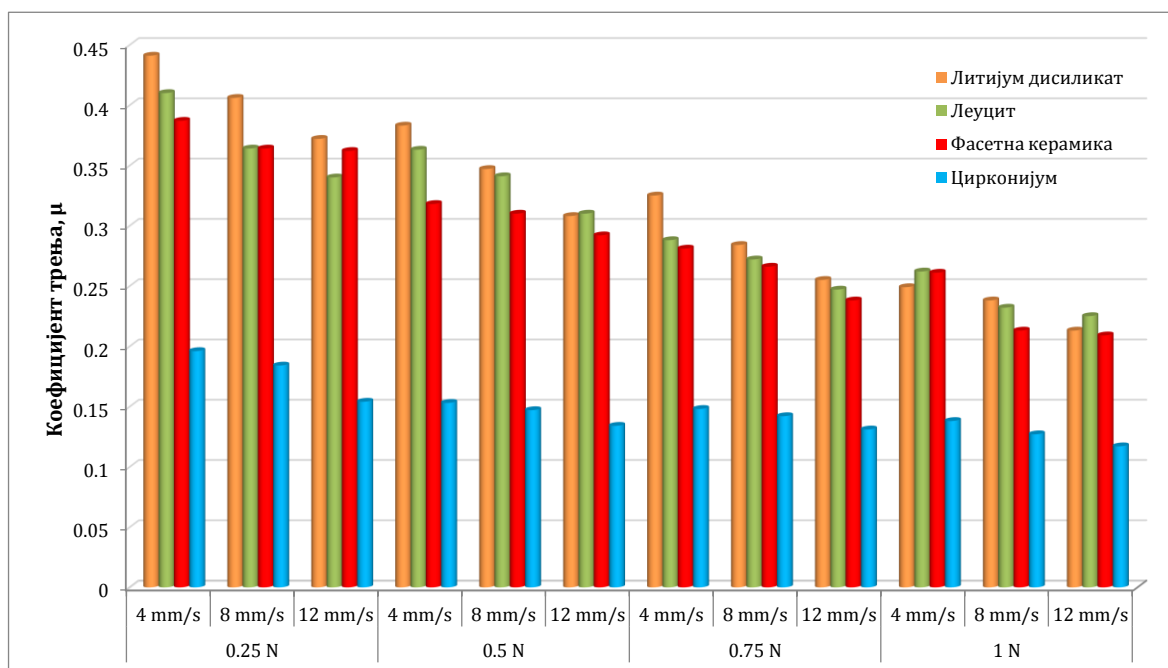


Слика 5.83 Филтриран сигнал криве COF, узорак *IPS e.max CAD* третиран полирањем, клизање у вештачкој пљувачки при 10.000 циклуса: а) 250 mN, 4 mm/s; б) 1000 mN, 12 mm/s

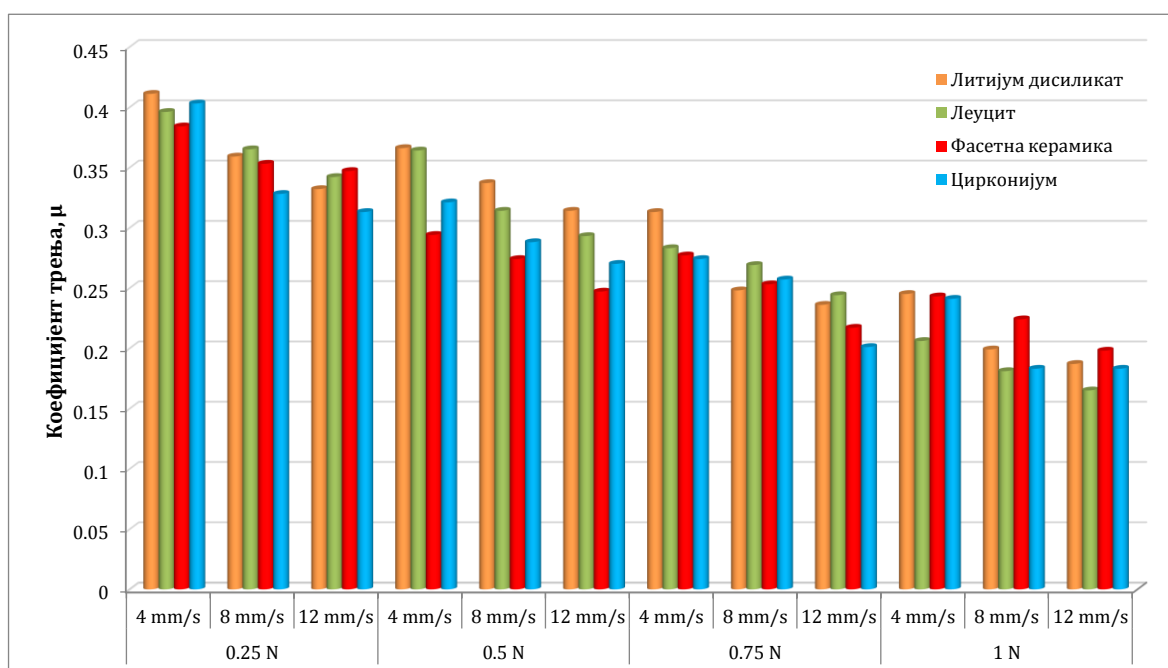
На приказаном репрезентативном дијаграму (Слика 5.83) јасно се може уочити да са повећањем вредности нормалног оптерећења, коефицијент трења опада. Генерално, вредности COF су опадале са повећањем силе при свим реализованим тестовима на нанотрибометру. Код већих вредности сила (Слика 5.83б), дијаграми COF-а су били без већег осциловања и сличног изгледа за све испитиване материјале током теста. Стабилно устаљено стање коефицијента трења је постигнуто већ након првих пређених 500 циклуса. Код нижих вредности сила (Слика 5.83а), вредности COF су имале знатно израженије осцилације у виду појаве наглих скокова на високе вредности COF што указује на промену понашања услед промене површинске хрпавости, периода уходавања као и акумулираних продуката хабања у зони контакта.

Дистрибуција и појављивање пикова на кривој COF могу бити важни показатељи различитих утицаја и промене механизма хабања у току испитивања. Фрикционо понашање испитиваних површина материјала се разликује у зависности од завршних обрада.

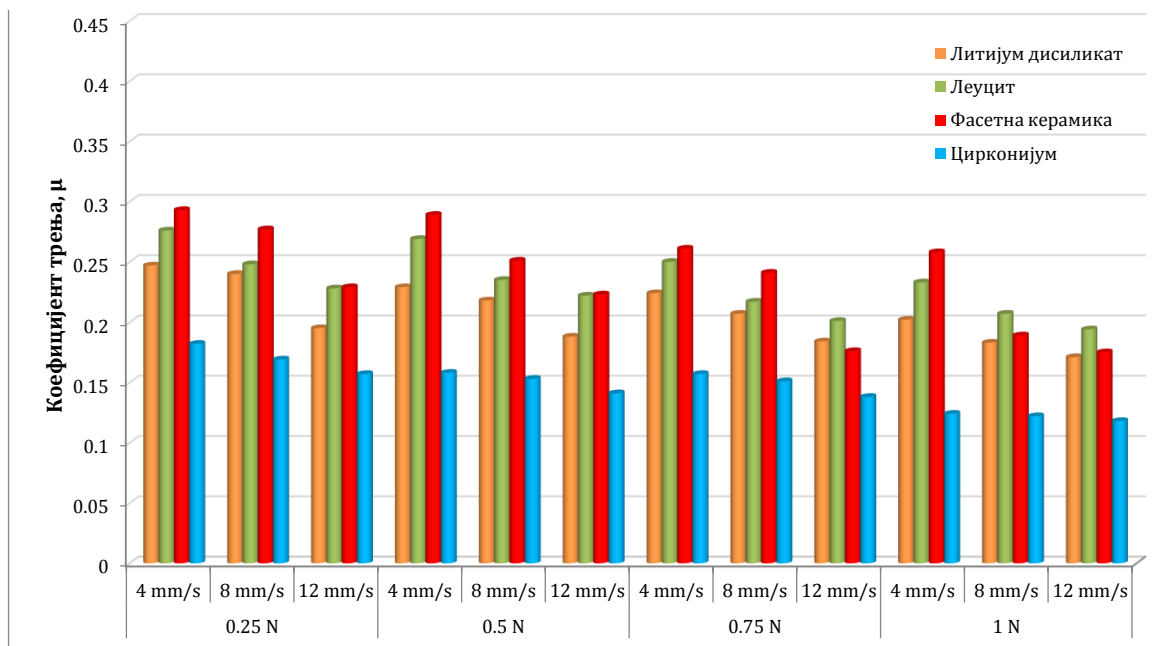
У циљу лакшег поређења добијених вредности коефицијената трења, на Сликама 5.84-5.86 приказани су упоредни прикази измерених вредности за све завршне обраде у зависности од промене нормалног оптерећења и брзине клизања, за све испитиване материјале.



Слика 5.84 Упоредни приказ вредности коефицијената трења код полираних површина испитиваних материјала



Слика 5.85 Упоредни приказ вредности коефицијената трења код глазираних површина испитиваних материјала



Слика 5.86 Упоредни приказ вредности коефицијента трења код брушених површина испитиваних материјала

Код упоредних хистограмских приказа вредности COF свих материјала, јасно се може уочити тренд опадања коефицијент трења са порастом нормалног оптерећења и брзине клизања, код свих завршних обрада. Добијени резултати коефицијената трења показују да увелико зависе од вредности нормалног оптерећења и брзине клизања. До пада коефицијента трења долази и са порастом нормалног оптерећења и са порастом брзине клизања. Разлог томе је велика акумулација честица продуката хабања, тј. утицаја трећег тела у зони контакта.

Уопштено, најбоље фрикционе карактеристике за различите услове испитивања, које подразумевају промену три брзине и четири оптерећења, је показала завршна обрада брушењем код свих испитиваних материјала. Вредности коефицијента трења брушених површина су у директној корелацији са вредностима степена хабања за исту завршну обраду. Разлог томе је што је реална површина остваривања контакта услед линеарног наизменичног кретања Al_2O_3 куглице по површинама брушених узорак знатно мања у поређењу са осталим завршним обрадама. То је јасно осликано на оптичким приказима брушених површина (Слике 5.55, 5.62, 5.69 и 5.76), где изглед самих трагова показује да је процес хабање материјала остварен искључиво по врховима неравнина који су окарактерисани различитим висинама. Као последица тога, присуство продуката хабања у самој зони контакта готово да и не постоји зато што их проток вештачке пљувачке, услед линеарног наизменичног кретања, знатно лакше избације бројним каналима који представљају долине врхова неравнина. Тај феномен је јасно осликан на SEM сликама брушених површина у наредној тачки 5.6. Из тог разлога утицај „трећег тела“ на вредности коефицијента трења је сведен на минимум, што није случај код полиране и глазиране завршне обраде.

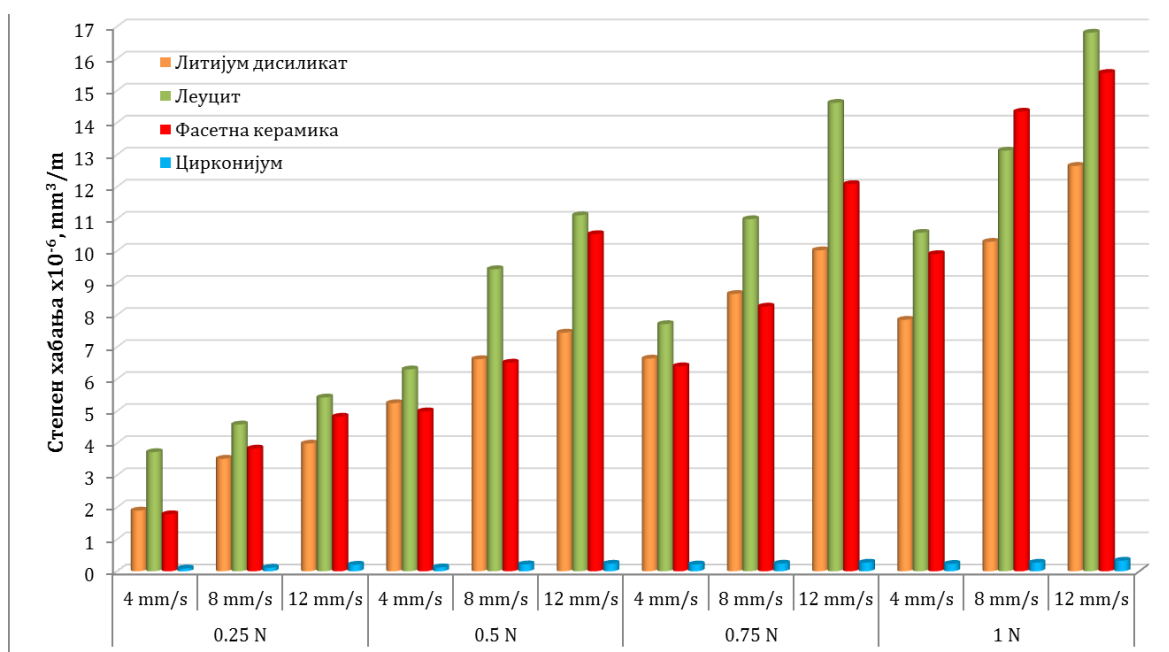
Констатација да честице продуката хабања, као треће тело у контакту, доприносе већим вредностима COF најбоље се осликава код глазиране површине цирконијума. Вредности коефицијента трења глазиране површине су драстично веће (скоро дупло) у поређењу са вредностима полиране и брушене површине, чије су вредности релативно сличне. Знатно боље механичке карактеристике површинског материјала код полираног и брушеног цирконијума су показале драстично већу отпорност на хабање (Слика 5.76). Та тврдња је потпуно у корелацији са резултатима приказаних у Прилогу у виду дијаграма коефицијената трења код полираних и брушених површина цирконијума, услед варирања контактних параметара, са којих се јасно види стабилно стање COF-а, без икаквих осцилација и изражених скокова, током целог трајања теста (10.000 циклуса), за разлику од глазиране површине. На основу тога може се слободно рећи да глазура као вид завршне обраде код цирконијума није пожељна због знатно лоших фрикционих карактеристика, што је у сагласности са закључцима студија [Miyazaki T. (2013), Janyavula S. (2013)]. Поређењем резултата добијених вредности COF код полираних и глазираних површина стакло керамичких материјала (литијум дисиликат, леуцит и фасетна керамика), долази се до закључка да је глазура, као вид заштитног слоја, показала за нијансу боље фрикционе карактеристике од полираних површина, што је потпуно дијаметрално у односу на претходну констатацију код цирконијума за исте завршне обраде.

Коефицијент трења је веома битан параметар који осликава површинску интеракцију карактеристика триболошког система [Schuh C. (2005), Katona T.R. (2001)]. Поједини аутори су истакли да би трење, као последица расипања енергије на контактним површинама материјала, требало да обезбеди бољи увид у механизме хабања код стоматолошких материјала [Ramalho A. (2007), Sajewicz E. (2006), Palin W.M. (2005)]. Идеална стоматолошка рестаурација би требала да има вредност коефицијента трења која приближно одговара COF природним зубима, како би се олакшао сам процес жвакања и смањила прекомерна абразија природних зуба [Lin W. (2012)]. Бројни аутори [Lee A. (2014), Figueiredo-Pina C.G. (2013), Janyavula S. (2013), Molla R.A. (2009)] су у својим студијама одређивали COF поређењем различитих третираних керамичких материјала уз константно оптерећење услед варирања број циклуса и окружења у којима се испитивања одвијају. Аутор Лин [Lin W. (2012)] је испитивао фрикционе карактеристике глеђи у контакту са стоматолошким керамикама као антагонистима и дошао до закључка да коефицијенти трења зубне глеђи увелико зависи од механичких карактеристика (тврдоће и модула еластичности), микро структуре и завршне обраде како антагонисте, тако и материјала који се испитују, што је у сагласности са закључком аутора Ванг [Wang L. (2012)], као и са приказаним резултатима у овој дисертацији. Прегледом литературе уочено је да бројни истраживачи у својим *in vitro* студијама више пажње посвећују самој анализи хабања природних и вештачких материјала у поређењу са разумевањем процеса и фактора који утичу на вредности коефицијента трења. Ово указује на то да се трењу као битном

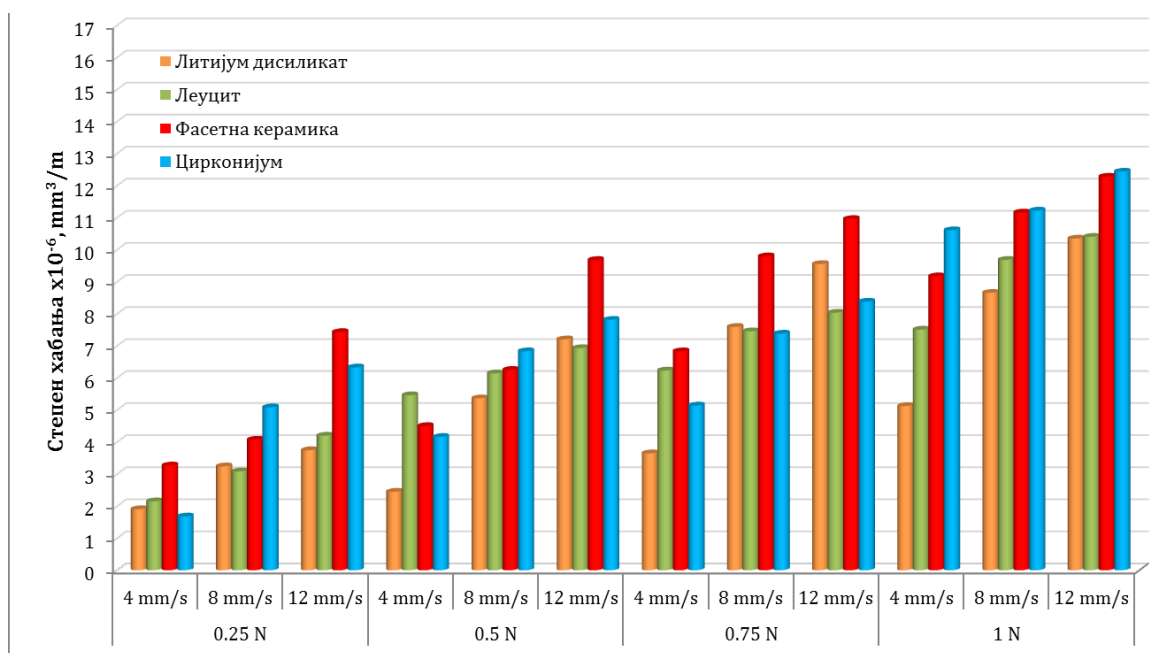
фактору хабања није поклањала велика важност, иако је његова улога у оралним процесима хабања стоматолошких материјала значајно велика. Такође, примећен је врло мали број радова [Arsecularatne J.A. (2015), Min-Soo S. (2008)] који својим планом експеримента, услед испитивања различитих материјала, варирају различите контактне параметре, вредности нормалног оптерећења и брзине клизања, са циљем одређивања како фрикционих карактеристика, тако и степена хабања испитиваних материјала. На основу тога, значај добијених резултати у овој дисертацији је самим тим већи у циљу унапређења истраживања трибологије стоматолошких материјала.

Са друге стране, у циљу лакшег сагледавања претходно приказаних резултата степена хабања (W), код свих материјала третираних различитим завршним обрадама, на Сликама 5.87-5.89 приказани су упоредни хистограмски прикази њихових добијених резултата. Анализом представљених хистограмских приказа, лако се може закључити да се са порастом нормалног оптерећења и брзине клизања јавља прогресиван тренд раста степена хабања код свих испитиваних материјала, при различитим завршним обрадама.

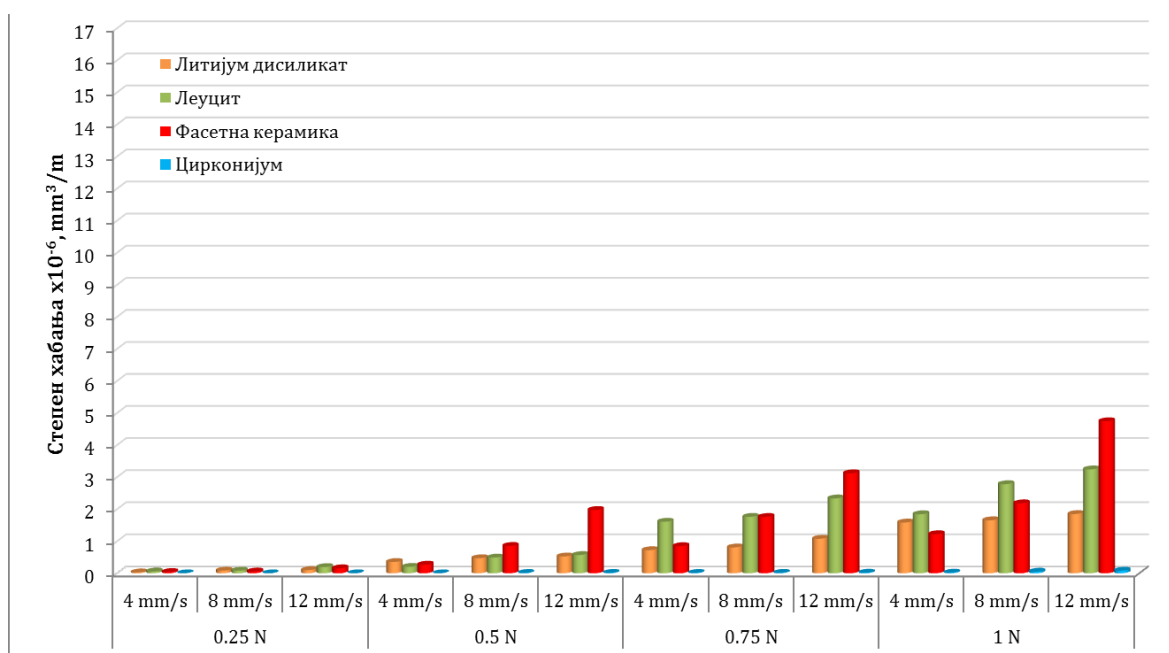
На упоредним хистограмским приказима, јасно се може увидети да је највећу оторност на хабање показала завршна обрада брушењем, код свих испитиваних материјала. Разлог томе је већ објашњен у претходној анализи када се дискутовало о добијеним вредностима COF за исту завршну обраду где су добијени резултати коефицијената трења потпуно у корелацији са вредностима степена хабања. Брушене површине су непожељан вид завршне обраде и врло ретко се могу срести у пракси због свог негативног утицаја на појаву хабања оклузалних контактних површина, било да се ради о природним или вештачким материјалима.



Слика 5.87 Упоредни приказ вредности степена хабања (W) код полираних површина испитиваних материјала



Слика 5.88 Упоредни приказ вредности степена хабања (*W*) код глазираних површина испитиваних материјала



Слика 5.89 Упоредни приказ вредности степена хабања (*W*) код брушених површина испитиваних материјала

Бројни аутори [Lawson N.C. (2014), Miyazaki T. (2013), Janyavula S. (2013), Wang L. (2012)] су у својим студијама посматрали хабање зубне глеђи као антагонисте у контакту са различитим керамичким материјалима где су закључили да се хабање антагонисте повећава са израженијом храпавшћу контактне површине керамичких рестаурација. У овом случају, антагониста (куглица Al_2O_3) је знатно веће тврдоће у односу на испитиване материјале, и план експеримента је да се прати хабање површина различитих третираних керамика, па из тог разлога добијени резултати нису у сагласности са претходним студијама. Аутор Хајнц [Heintze S.D. (2008)] је у својој студији

закључио да сам процес хабања увелико зависи од врсте материјала у контакту, њихове микроструктуре као и бројних физичко-механичких карактеристика.

С обзиром да су полиране и глазиране завршне обраде најзаступљеније у естетској стоматологији, најбоље триболошке карактеристике, посматрајући степен хабања, показао је материјал цирконијум при полираној завршној обради. Знатно боље механичке карактеристике цирконијума, у поређењу са стакло керамичким материјалима, омогућиле су му високу отпорност на хабање контактне површине основног материјала. Резултати овог истраживања показују да постоји добра корелација између тврдоће и добијених вредности степена хабања. Пре свега, визуелном анализом трагова хабања који су представљени у прилогу, може се јасно видети да ширина трагова хабања расте са порастом нормалног оптерећења и брзине клизања код свих завршних обрада стакло керамичких материјала и глазиране површине цирконијума, изузев код полираног цирконијума. Анализом свих трагова хабања, уочено је веће присуство паралелних бразда и присуство честица продуката хабања код материјала који су окарактерисани добијеним релативно већим вредностима степена хабања, коефицијената трења и нижим вредностима тврдоће материјала.

Код стакло керамичких материјала, литијум дисиликата, леуцита и фасетне керамике, анализом степена хабања свих завршних обрада, најбољу отпорност на хабање је показао литијум дисиликат. Оно што је евидентно и јасно уочљиво код стакло керамичких материјала је то да су добијене вредности степена хабања, као и вредности коефицијената трења, код глазираних површина мање у поређењу са полираном завршном обрадом поменутих материјала. Глазирани слој је показао заштитна својства код стакло керамичких материјала, што није случај код цирконијума третираног истом завршном обрадом. Глазура као вид заштитне превлаке код цирконијума је показала знатно негативнија својства, у виду већег степена хабања и фрикционих карактеристика у поређењу са полираном површином. Детаљна анализа поменутих феномена, као и разлог њиховог настанка, у потпуности је објашњена и приказана у наредној тачки 5.6 која се односи на SEM и ЕДС анализу самих трагова хабања.

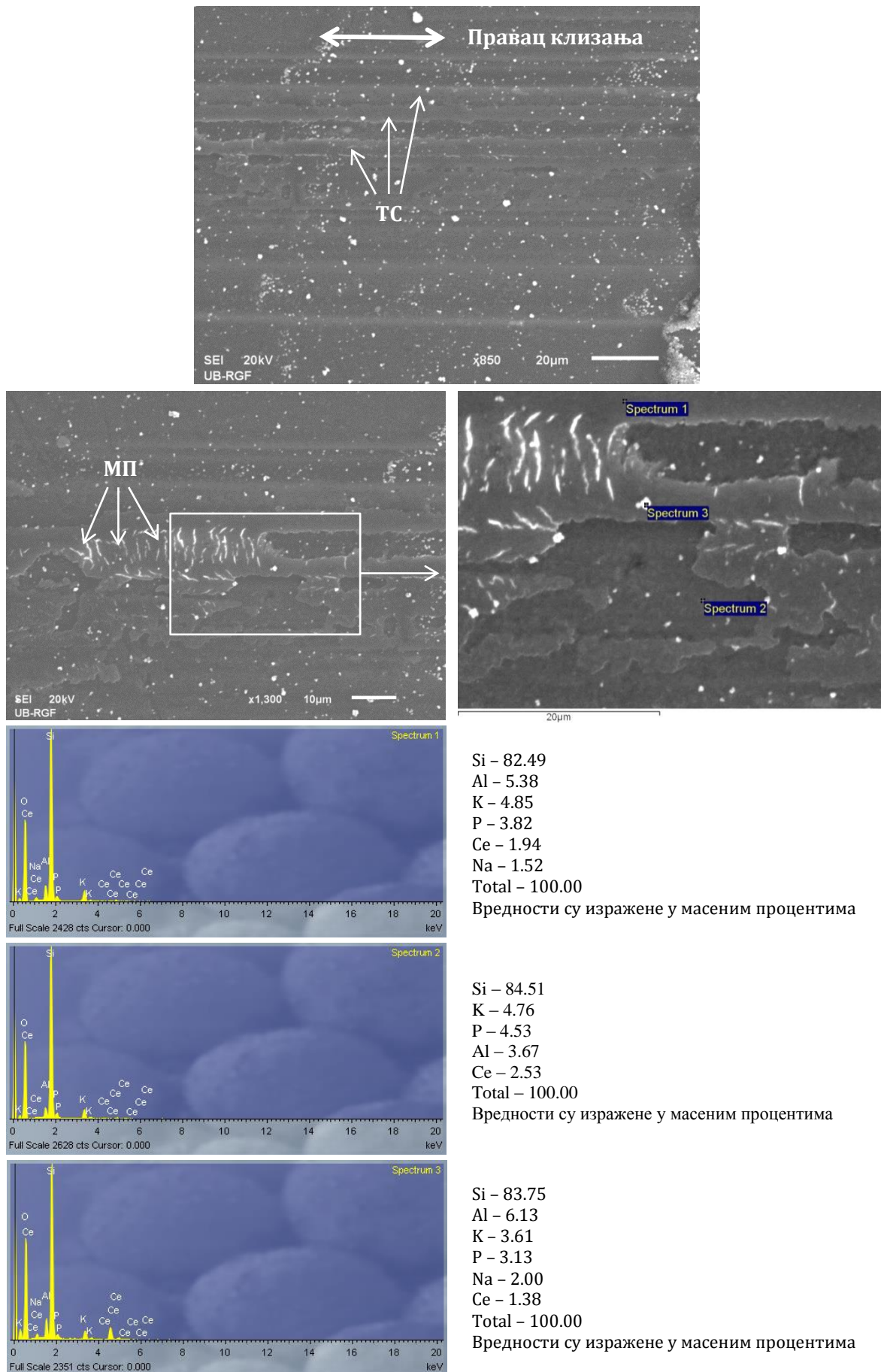
5.6 Анализа механизма хабања на основу SEM микроскопије и EDS спектроскопије

Овај део поглавља се односи на анализу самих трагова хабања код испитиваних материјала, третираних различитим завршним обрадама (полирањем, галзирањем и брушењем), у циљу одређивања доминантних механизма хабања. Анализа је извршена применом оптичке и скенирајуће електронске микроскопије. На Сликама 5.90 и 5.101 представљена је SEM микроскопија трагова хабања свих материјала, услед дејства нормалног оптерећења од 1 N, брзини клизања од 8 mm/s и присуства вештачке пљувачке. Оптичка микроскопија је коришћена за анализу полиране површине цирконијума (Слика 5.93) из разлога што је било немогуће уочити траг хабања на SEM микроскопу, како због његове релативно мале величине (невидљив голим оком), тако и због самог напаравања површине узорка угљеником. Прекривање узорака угљеником се углавном користи за полиране површине, када је готово тешко уочавање саме морфологије материјала, а испитивање има за циљ хемијску анализу, што у овом случају није дало жељени ефекат. Увећања оптичког микроскопа на сликама трагова хабања полираног цирконијума износе 50× и 100× (Слика 5.93).

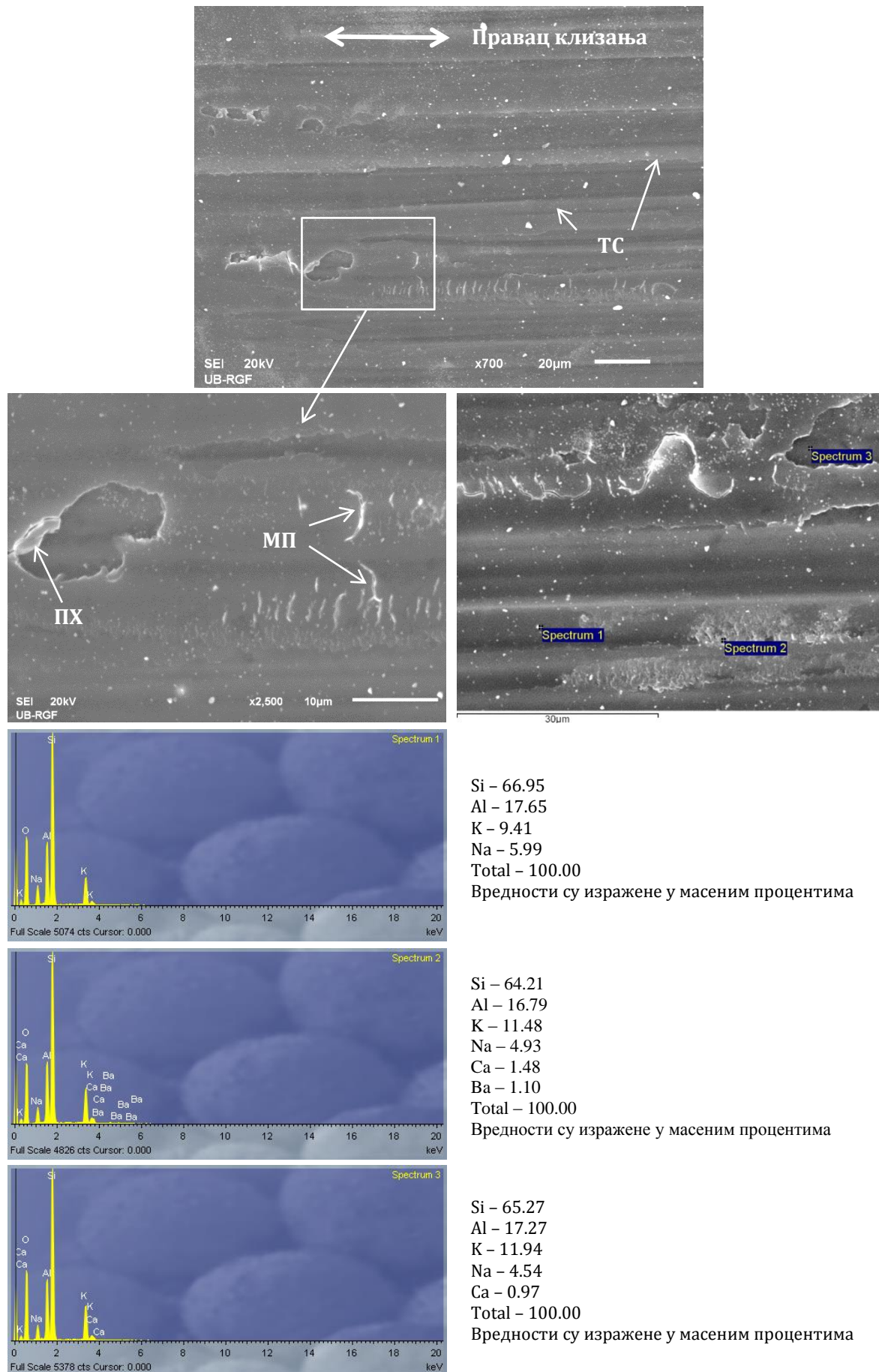
Генерално понашање свих испитиваних материјала, третираних различитим завршним обрадама, са аспекта хабања се може јасно видети на представљеним оптичким сликама у Прилогу. Са слика је јасно уочљиво да са порастом нормалног оптерећења F_n , ширина трага хабања се видљиво повећава код свих испитиваних материјала. Након сваког завршеног трибо теста, оптички је анализирана контактна површина куглице Al_2O_3 , где је приликом чишћења куглице уочен благи трансфер материјала са контактне површине испитиваних материјала при свим варираним параметрима остваривања контакта. Такође, приликом оптичке анализе након сваког завршеног теста, није уочено значајно хабање контактне површине куглице услед варирања различитих параметара испитивања. Оно што је битно и што треба нагласити да се при сваком завршеном тесту контактна површина куглице мењала новом, окретањем куглице у носачу, а за свако испитивање новог материјала користила нова куглица Al_2O_3 . На основу приказаних оптичких слика трагова хабања (Слике 5.55, 5.62, 5.69 и 5.76), у претходној тачки овог поглавља, који су настали при највећем нормалном оптерећењу (1 N) и средњој брзини клизања (8 mm/s) уз присуство вештачке пљувачке, може се јасно уочити велики број дубоких бразди које прате пут клизања распоређених равномерно по целој ширини трага хабања. Дубоке бразде су карактеристичне за абразионо хабање које се јавља код тела у контакту чије се тврдоће знатно разликују, где услед дејства нормалног оптерећења и релативног кретања, врхови неравна тврђег тела врше браздање контактне површине мекшег материјала. У овом случају, елементи у интеракцији су керамика по керамици, с тим што је вредност тврдоће контра тела (куглице Al_2O_3) знатно већа у поређењу са вредностима тврдоће испитиваних узорака. У траговима хабања се јасно може видети да је абразионо хабање доминантни механизам хабања који

се јавља у комбинацији са адхезионим, због трансфера материјала на контра тело и појаве микро заварених спојева, заморним или деламинацијом услед линераног наизменичног кретања и претходне појаве адхезије, као и трибохемијским хабањем услед појаве хемијске реакције између површине материјала и Al_2O_3 куглице, изазване присуством вештачке пљувачке. При анализи доминантних механизма хабања и изражене абразије, треба узети у обзир и утицај честица продуката хабања које су заробљене у зони контакта, као трећег тела у контакту.

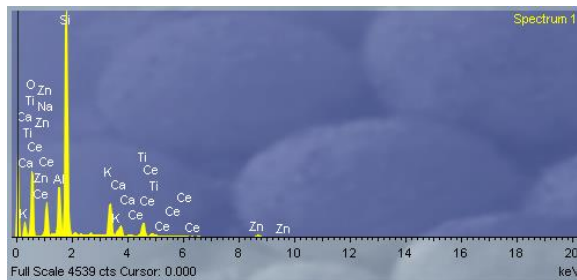
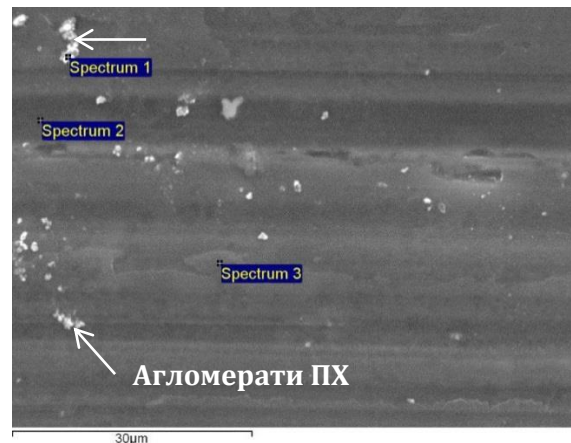
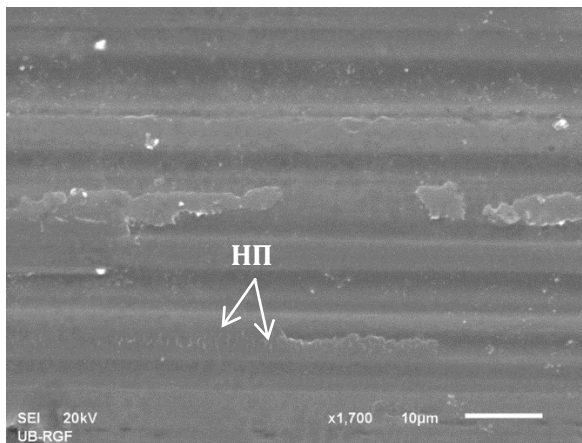
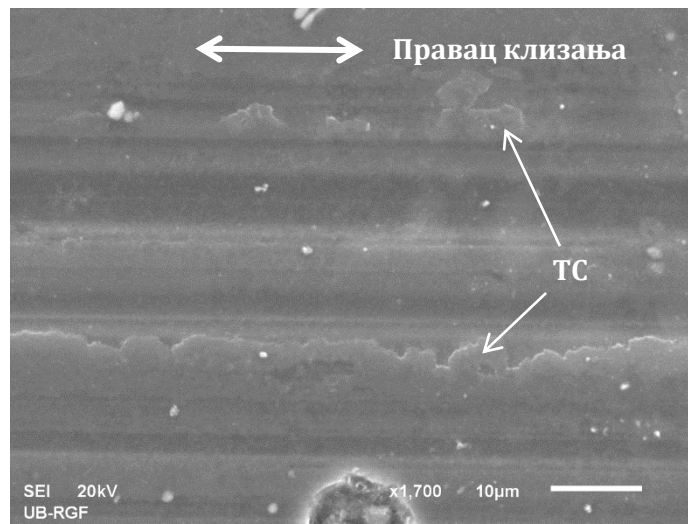
Самим тим, у циљу што бољег разумевања природе доминантних механизма хабања током процеса хабања, спроведена је детаљна SEM и EDS анализа морфологије самих трагова хабања. SEM и EDS анализом обухваћени су само трагови који су настали у условима вредности нормалног оптерећења од 1 N и брзине клизања 8 mm/s, као средњим и репрезентативним вредностима контактних параметара. Анализом слика трагова хабања, уочено је да се за исте завршне обраде материјала јављају релативно слични феномени и механизми хабања за све испитиване материјале. Када су механизми хабања у питању, тешко се може закључити који механизам хабања је доминантнији у односу на неки други, из разлога што велики број фактора (микроструктура самог материјала, храпавост, механичке карактеристике, врста окружења, контактна геометрија, контактни параметри и тврдоћа контра тела) имају велики утицај на могућност појаве одређеног механизма хабања. Из тог разлога, у зависности од поменутих фактора, све више аутора у својим студијама тумачење доминантних механизма хабања базирају на међусобну повезност различитих механизма хабања који се јављају као последица интеракције два или три тела у контакту. С обзиром да се на приказаним SEM сликама могу јасније уочити одређени феномени, настале паралелне бразде у траговима хабања представљају последицу комбинације абразионог хабања и деловања чврстих честица продуката хабања ношених протоком вештачке пљувачке у зони контакта. Услед линерано наизменичног кретања Al_2O_3 куглице по контактної површини керамичких материјала, при високим брзинама и високим силама, долази до појаве високих контактних температурних фешева (*flash temperature*), где се као последица тога јавља омекшавања контактне површине материјала у зони контакта и убрзавање процеса оксидације саме површине. Ови процеси битно погодују процесу браздања, задирања тврђег материјала (куглице Al_2O_3) у површину испитиваних материјала, као и процесу микро-заваривања. Присуство вештачке пљувачке у зони контакта, услед линеарног наизменичног кретања, узрукује појаву хемијске реакције на омекшаној површини материјала где се као последица тога формирају одређени трибо слојеви. Након достизања критичних величина, трибо слојеви бивају однешени деламинацијом или абразивним хабањем. Процес настанка и одношења трибо слојева је присутан све док траје тест. Деламинација је карактеристична за услове *Hertz*-овг контакта у процесима константног клизања који је праћен генерисањем напона на истезање и притисак у зонама контакта, услед којих долази до одвајања формираних трибо слојева и стварања бројних микропукотина које се временом шире и претварају у пордукте хабања.



Слика 5.90 SEM и EDS анализа трага хабања полираног литијум дисилката при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s, (ТС-трибо слојеви, МП-микро пукотине)

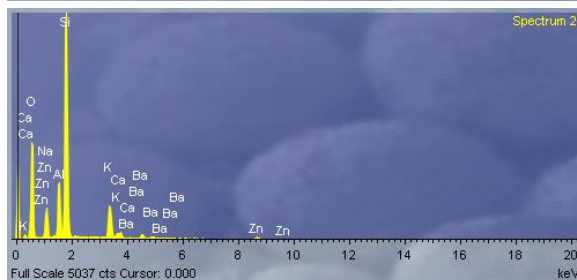


Слика 5.91 SEM и EDS анализа трага хабања полираног леуцита при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s, (ТС-трибо слојеви, МП-микро пукотине, ПХ-продукт хабања)



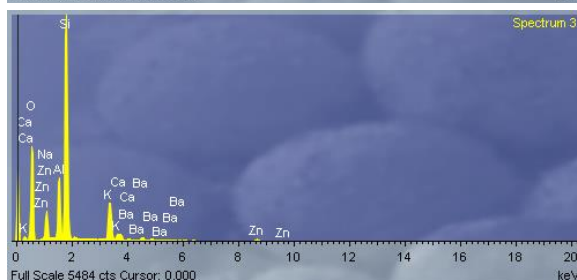
Si – 62.55
Al – 12.61
K – 7.94
Na – 6.93
Ti – 4.37
Zn – 3.23
Ca – 1.27
Ce – 1.09
Total – 100.00

Вредности су изражене у масеним процентима



Si – 65.11
Al – 12.28
K – 8.44
Na – 6.46
Zn – 3.38
Ba – 2.93
Ca – 1.40
Total – 100.00

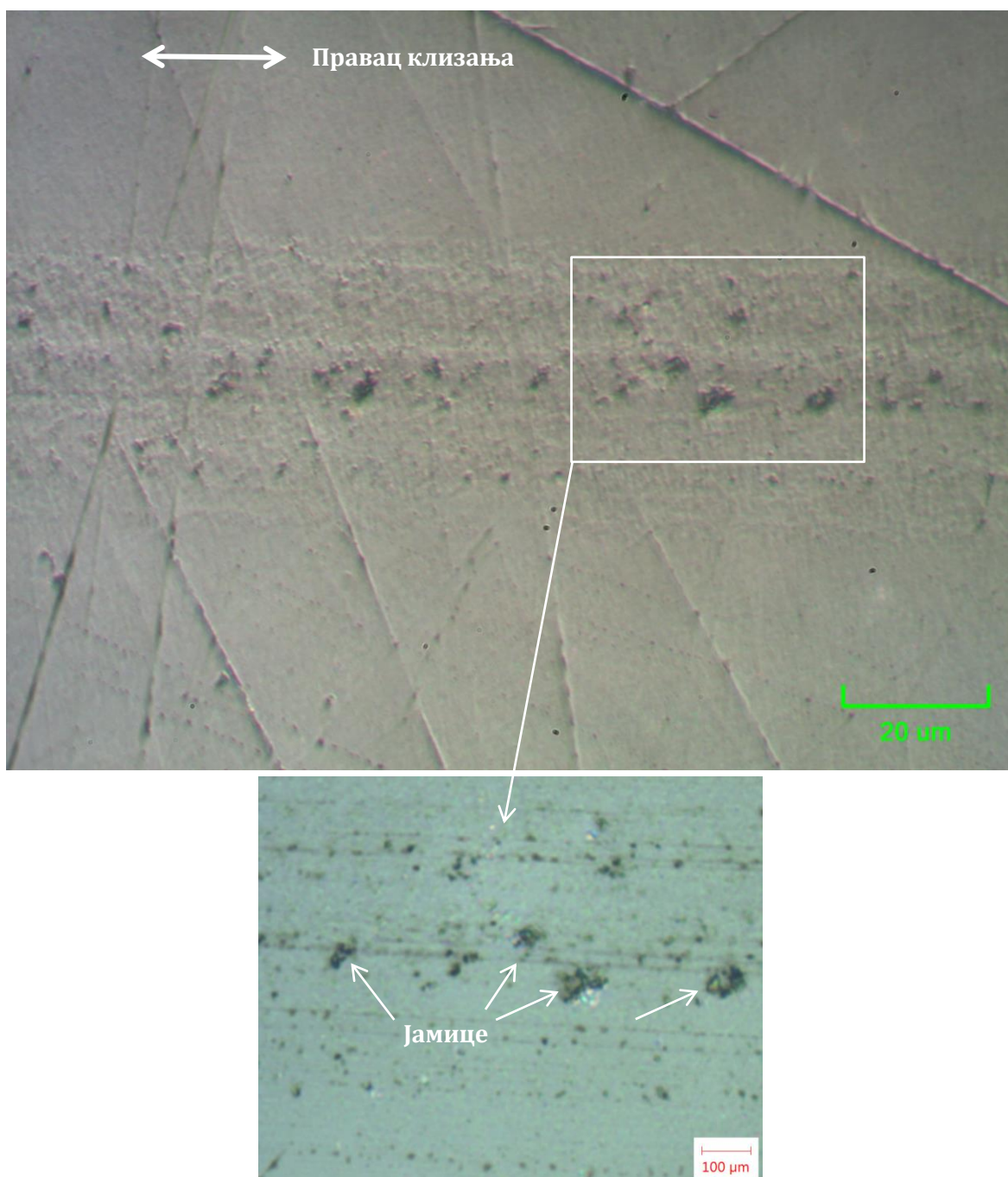
Вредности су изражене у масеним процентима



Si – 63.28
Al – 13.43
K – 9.65
Na – 6.02
Zn – 3.13
Ba – 2.75
Ca – 1.73
Total – 100.00

Вредности су изражене у масеним процентима

Слика 5.92 SEM и EDS анализа трага хабања полиране фасетне керамике при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s, (ТС-трибо слојеви, НП-нано пукотине)



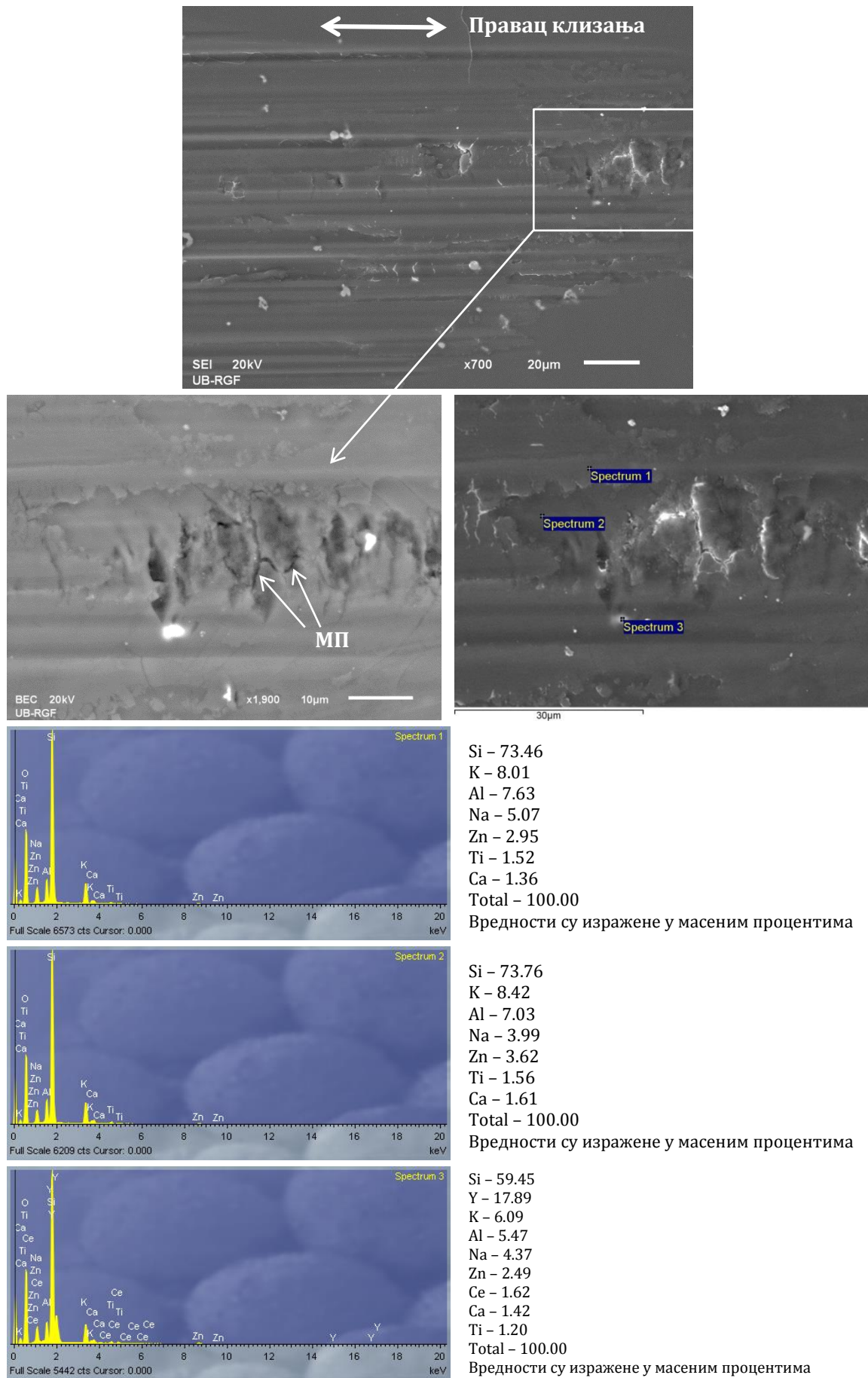
Слика 5.93 Оптички приказ трага хабања полираног цирконијума при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s

На приказаним SEM сликама, које се односе на порлирану завршну обраду материјала литијум дисиликата, леуцита и фасетне керамике (5.90-5.92), у самим траговима хабања је евидентна деформација и оштећење глатке контактне површине у виду формираних трибо слојева и појаве бројних микропукутина. Повећавањем брзине клизања услед линеарног наизменичног кретања постојеће пукотине се временом шире и услед деламинације трибо слојева изазване константиним клизањем куглице, узрокује се уситњавање продукта хабања, што за резултат даје *three body* абразију. Процес одношења и формирања нових трибо слојева је константан и дешава се све док траје тест. На Слици 5.90 се јасно може уочити полуодвојени део трибо слоја у трагу хабања

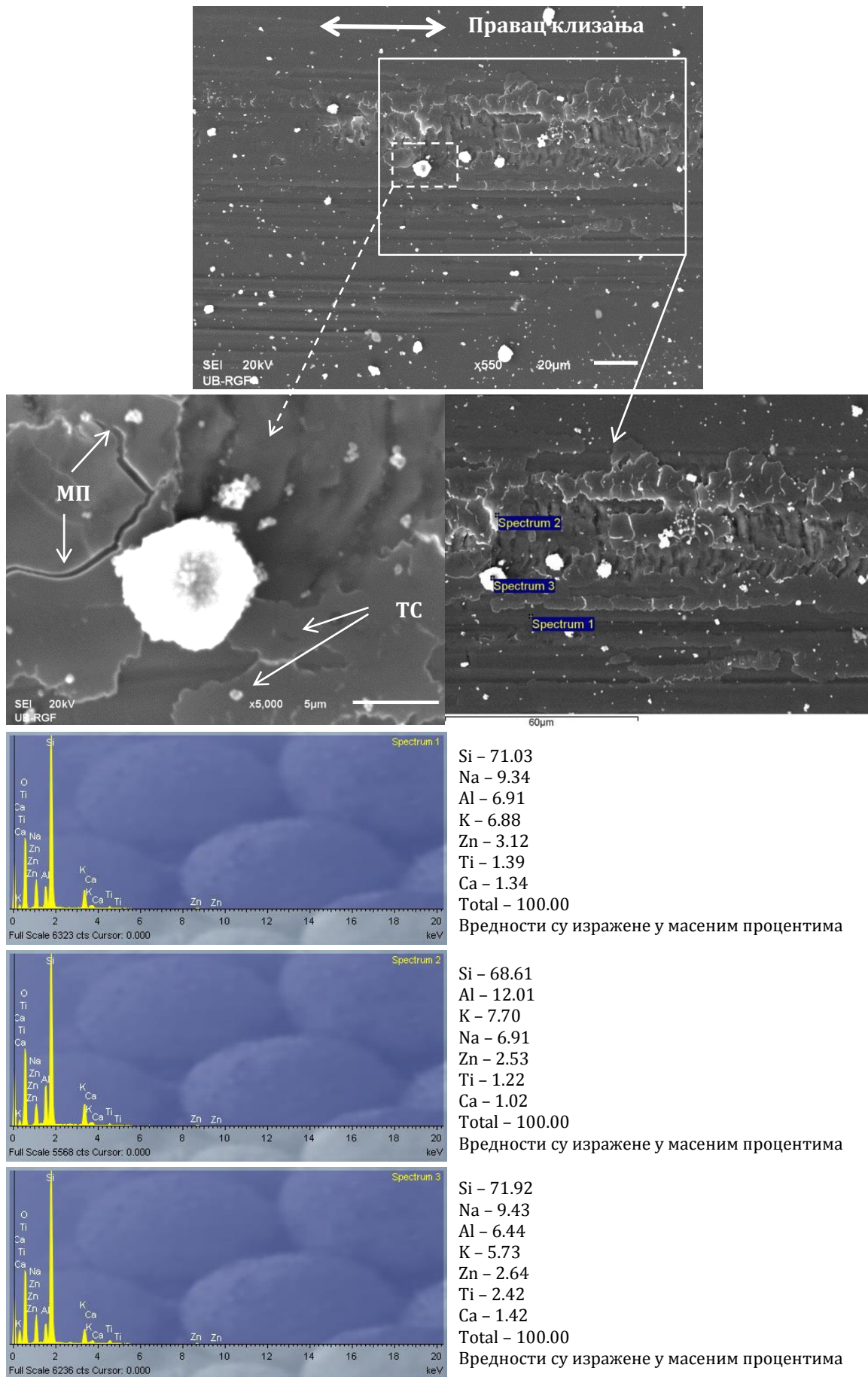
полираног леуцита, на који директно утиче трибохемијско деловање окружења. Уситњене честице продуката хабања које су умешане у насталим трибо слојевима јасно су видљиве у свим траговима хабања како код полираних, тако и код глазираних узорака. Такође, на Слици 5.92 се јасно може уочити појава формираних агломерата у трагу хабања код полиране фасетне керамике.

Траг хабања код полираног цирконијума се знатно разликује у односу на стакло керамичке материјале, где су његове знатно боље механичке карактеристике показале значајно већу отпорност на хабање (Слика 5.93). Након 10.000 циклуса, на површини полираног цирконијума могу се једва приметити незнатне огреботине. Паралелне бразде, оријентисане у правцу пута клизања, окружују јамице различитих величина. Величина јамице зависи од хомогености самог површинског слоја. Уколико је хомогеност површинског слоја мања, јамице ће бити веће и обрнуто. Јамице настају као последица настанка комбинације адхезионог и заморног механизма хабања материјала у површинском слоју између Al_2O_3 куглице и контактне површине самог цирконијума. С обзиром да нису велике разлике у твроти контактне пара, за разлику од свих осталих испитиваних материјала, услед линерно наизменичног кретања стварају се микро заварени спојеви, чије раскидање настаје услед деловања смицајних сила приликом кретања елемената у контакту. Услед раскидања веза, јавља се одвајања делова материјала са контактних површина мекшег материјала, у овом случају цирконијума, остављајући на површини јамице. Адхезионе честице продуката хабања цирконијума услед линеарног наизменичног кретања су формирале благе паралелне бразде у самом трагу хабања где су ношене протоком вештачке пљувачке у зони контакта. Браздање и сама ширина трага код полираног цирконијума су много мање него код претходних испитиваних материјала. Добре механичке карактеристике цирконијума, висока вредност тврдоће и модула еластичности, су омогућиле висок степен отпорности на хабање контактне површине. Структура полираног цирконијума је углавном задржала своју финоћу током процеса абразије, представљајући уједно и стабилан коефицијент трења током времена, што се јасно може видети на представљеним дијаграмима COF-а приказаних у Прилогу.

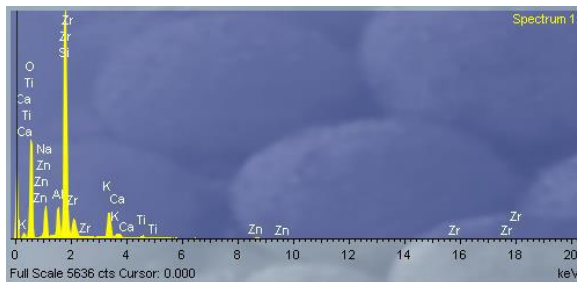
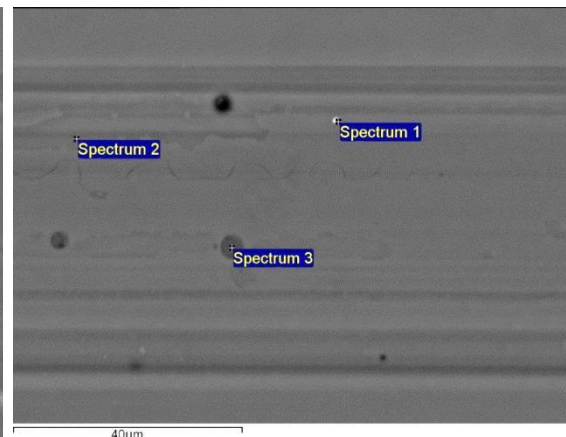
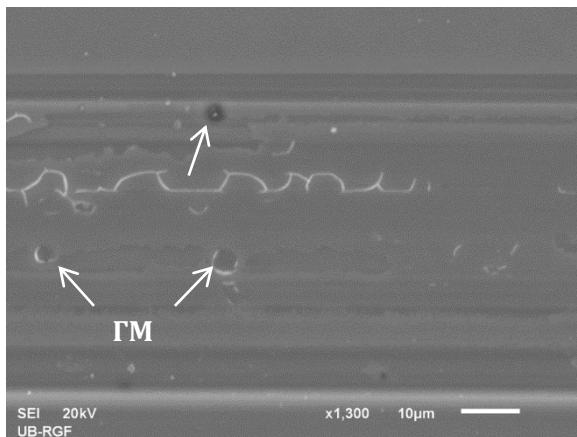
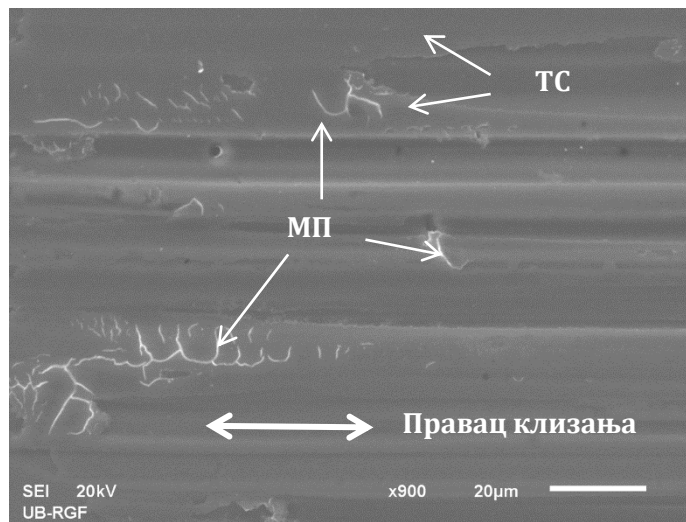
У оквиру SEM анализе, одрађена је и EDS спектроскопија за све приказане трагове хабања испитиваних материјала при различитим завршним обрадама. Како би се што боље разумели резултати добијени уз помоћ EDS анализе, треба нагласити да је примарни сноп електрона скенирајућег електронског микроскопа фокусиран у пречнику од 1 μm , док је реална површина снопа пречника 5 μm , услед расипања електронског снопа. EDS спектроскопија код свих завршних обрада испитиваних материјала је у потпуности показала хомогеност самих материјала у траговима хабања. Код полираних и глазираних површина мали проценат других оксида (Ba-1.10 %, Ca-1.48, Ce-1.52 %, Ti-1.52 %, Na-5 %) је пронађен у самим траговима хабања испитиваних материјала, што се може занемарити и сматрати нечистоћама које су највероватније пренете током самог процеса кристализације, највероватније гипсом или неким другим материјалима који су у сталној употреби у зубним лабораторијама.



Слика 5.94 SEM и EDS анализа трага хабања глазираног литијум дисилката при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s

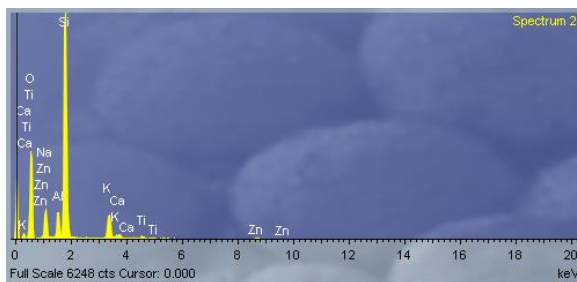


Слика 5.95 SEM и EDS анализа трага хабања глазираног леуцита при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s



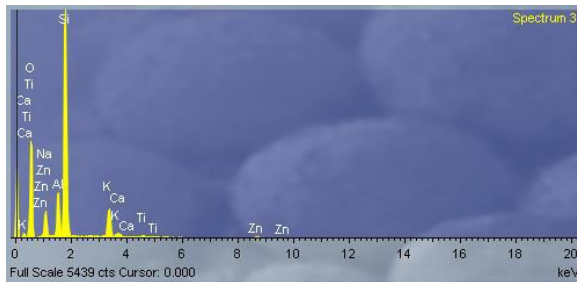
Si - 63.08
 Zr - 12.11
 Na - 7.21
 K - 6.72
 Al - 6.12
 Zn - 2.78
 Ti - 1.07
 Ca - 0.91
 Total - 100.00

Вредности су изражене у масеним процентима



Si - 72.66
 Na - 7.66
 K - 7.17
 Al - 6.76
 Zn - 2.97
 Ti - 1.51
 Ca - 1.27
 Total - 100.00

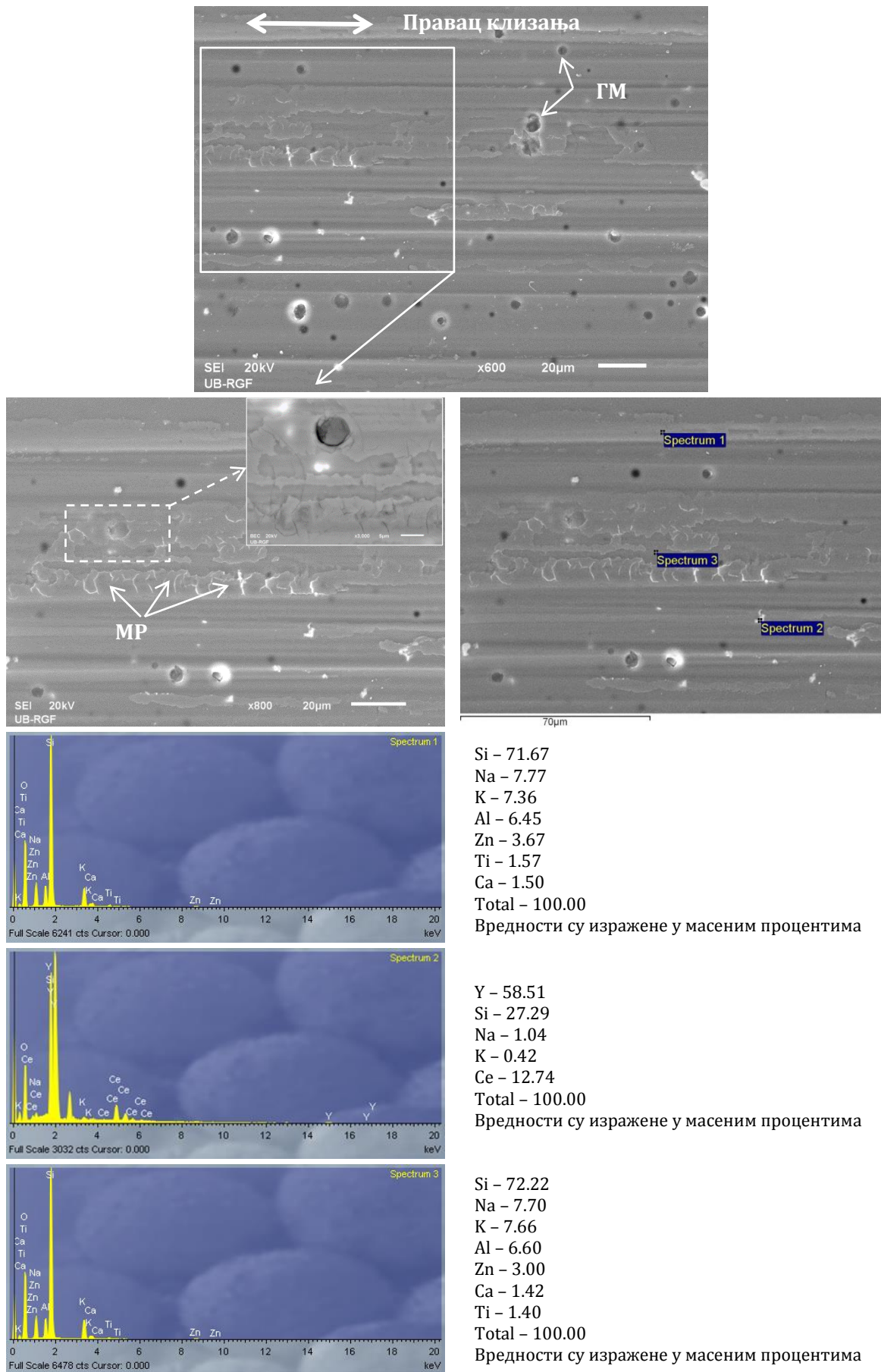
Вредности су изражене у масеним процентима



Si - 70.51
 Al - 10.36
 K - 7.77
 Na - 6.40
 Zn - 2.70
 Ti - 1.13
 Ca - 1.12
 Total - 100.00

Вредности су изражене у масеним процентима

Слика 5.96 SEM и EDS анализа трага хабања глазиране фасетне керамике при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s

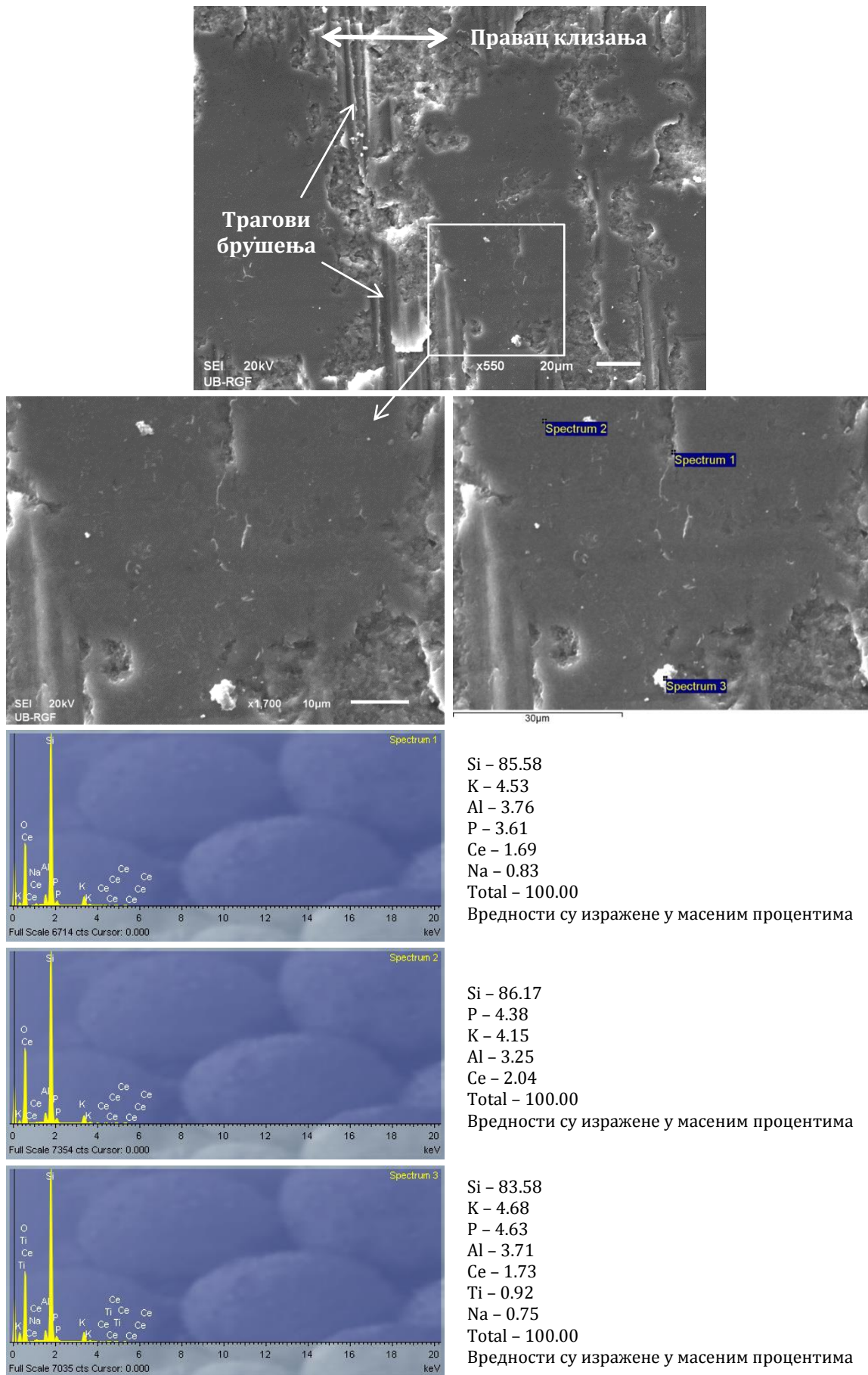


Слика 5.97 SEM и EDS анализа трага хабања глазираног цирконијума при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s

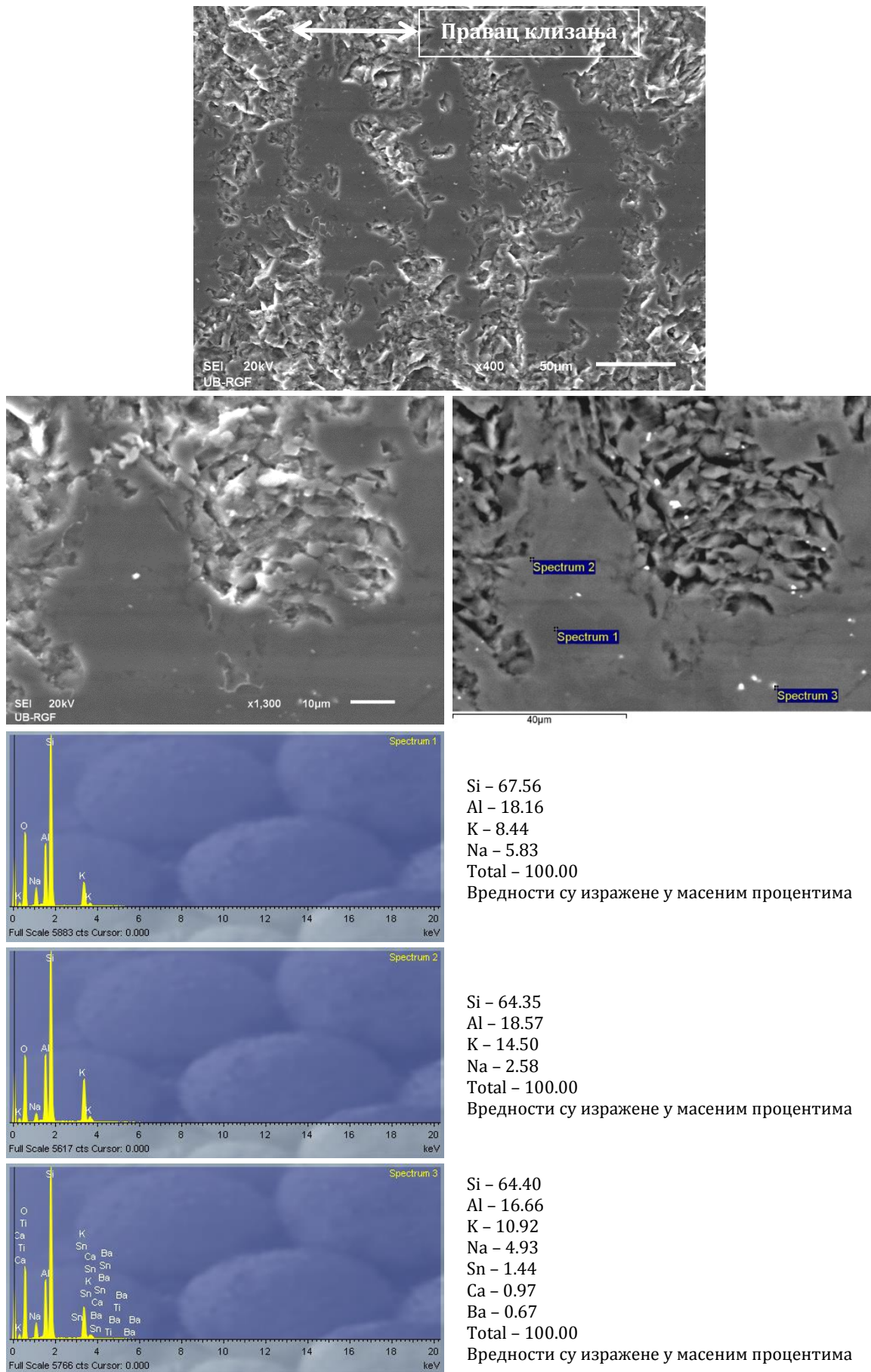
На Сликама 5.94-5.97, приказана је SEM и EDS анализа глазираних трагова хабања свих испитиваних материјала. Аланизмом слика може се закључити да су присутни исти механизми хабања као и код претходне завршне обраде, с тим што су бразде које прате правац клизања и микро пукотине у формираним трибо слојевима, знатно израженије код глазиране завршне обраде у односу на полирану. Разлог томе је што је глазуре сама по себи веома крта и знатно слабија у поређењу са основним материјалом на који се наноси, па из тих разлога је присутан знатно већи степен абразије. Поред тога, честице које су настале као последица похабаног глазираног слоја се могу понашати као додатни абразиви током процеса хабања заједно са производима хабања основног материјала. Такође, у свим траговима хабања јасно се могу видети и гасни мехурови који су настали као последица заробљеног ваздуха између површине основног материјала и формираног слоја глазуре током самог процеса печења глазуре.

С обзиром да су добијене вредности степена хабања (W) и коефицијента трења (μ) код глазираних површина литијум дисиликата, леуцита и фасетне керамике мање у поређењу са полираном завршном обрадом поменутих материјала, јасно је да глазуре као вид превлаке има заштитна триболошка својства код стакло керамичких материјала. Формирани трибо слојеви који се јасно могу видети у траговима хабања, сачињени од продукта хабања саме глазуре и основног материјала, представљају заштитни слој који доводи до раздвајања две површине у контакту и директан су узрочник добијених мањих вредности степена хабања и COF-а.

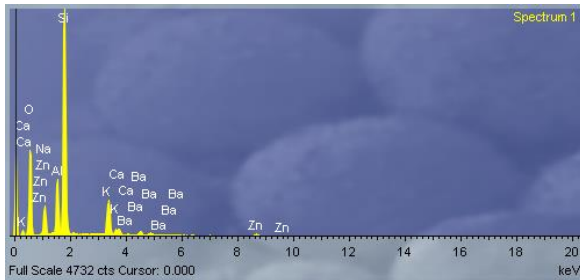
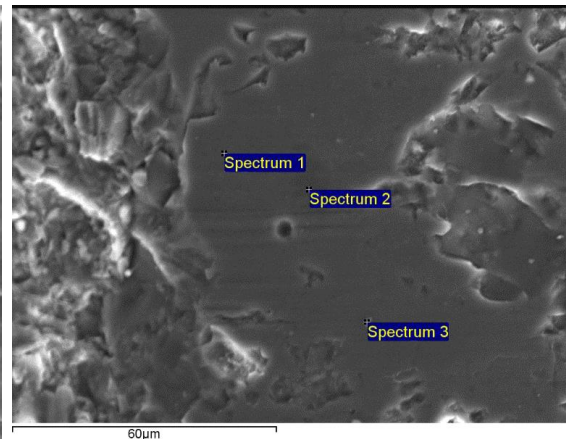
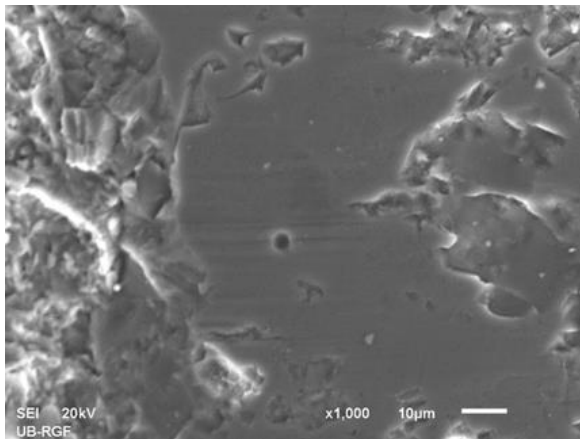
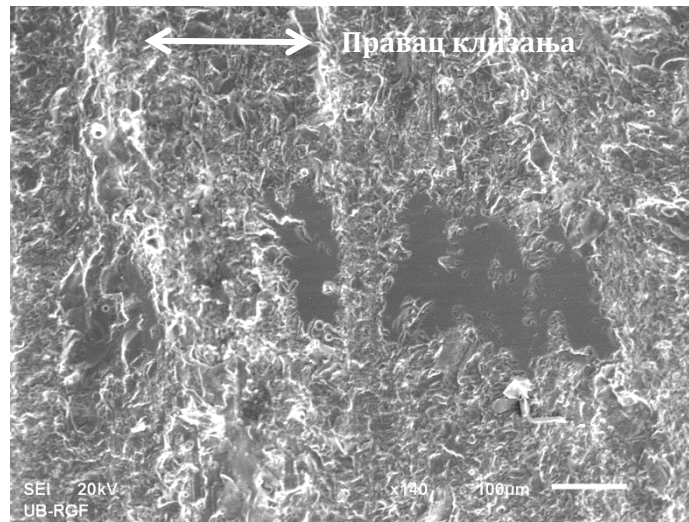
Оно што је занимљиво, је то да је претходна поменута констатација тотално дијаметрална за глазирани цирконијум у поређењу са осталим испитиваним материјалима при истој завршној обради. Разлог томе је што су триболошки резултати глазираног цирконијума (степен хабања, коефицијенти трења и трагови хабања) показали тотално супротна триболошка својства него полирана површина, што није случај код претходних коментарисаних материјала од стакло керамике. Код глазираног цирконијума је дошло до значајно већег степена оштећења и хабања глазиране површине у поређењу са полираном. Оно што је евидентно је то да се процес хабања код глазираног узорка све време одвија по самој глазури чија дебљина износи $\sim 20 \mu\text{m}$ и да при томе не долази до оштећења контактне површине основног материјала цирконијума. Ту констатацију потврђује EDS анализа глазиране површине, где се јасно може видети да у хемијском саставу нема Zr за разлику од брушене површине. Приликом EDS анализе глазираног слоја цирконијума, уочена је једна честица продукта хабања од $\sim 2 \mu\text{m}$ (спектрум тачка 2) чији хемијски састав садржи приближно 59 % Y (итријум), што се слободно може сматрати садржајем цирконијума јер су итријум и цирконијум налазе један до другог у периодном систему и имају релативно сличне $K\alpha$ вредности, на основу којих се помоћу енерго-дисперзивне спектрографије одређује хемијска анализа површинског слоја материјала.



Слика 5.98 SEM и EDS анализа трага хабања брушеног литијум дисилката при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s

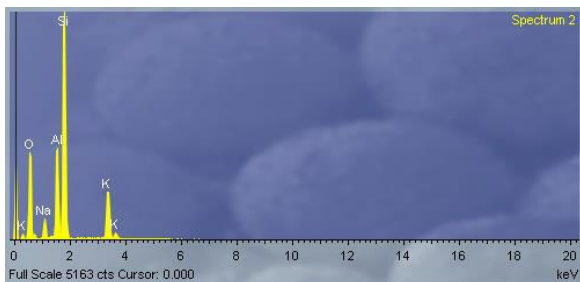


Слика 5.99 SEM и EDS анализа трага хабања брушеног леуцита при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s



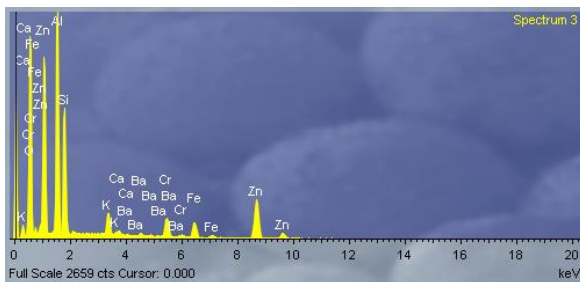
Si - 64.71
Al - 11.91
K - 8.72
Na - 6.69
Zn - 3.20
Ba - 3.18
Ca - 1.59
Total - 100.00

Вредности су изражене у масеним процентима



Si - 64.39
Al - 18.99
K - 11.98
Na - 4.64
Total - 100.00

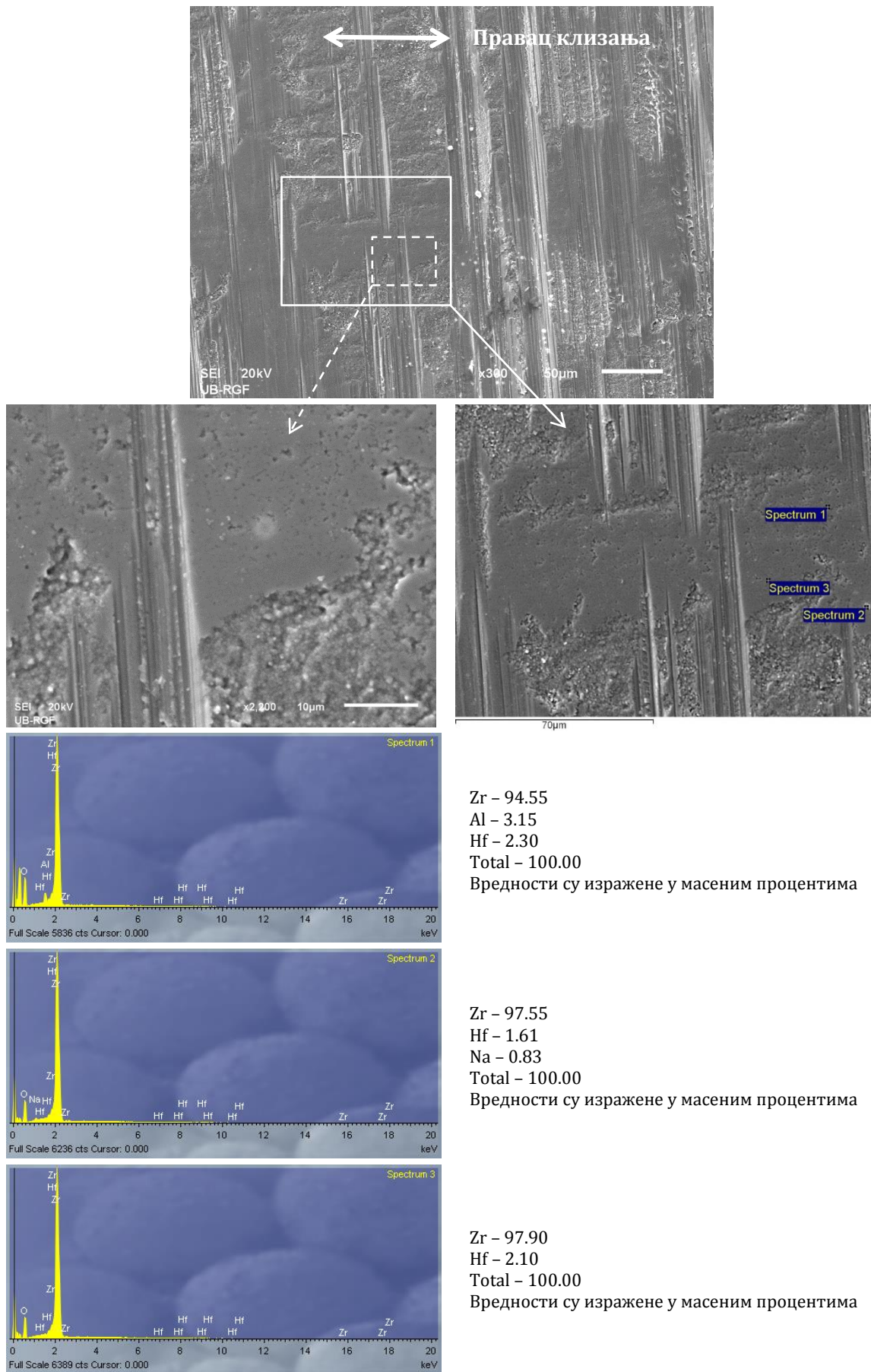
Вредности су изражене у масеним процентима



Al - 31.58
Zn - 31.22
Si - 22.95
Cr - 5.12
Fe - 5.04
K - 2.48
Ba - 1.11
Ca - 0.50
Total - 100.00

Вредности су изражене у масеним процентима

Слика 5.100 SEM и EDS анализа трага хабања брушене фасетне керамике при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s



Слика 5.101 SEM и EDS анализа трага хабања брушеног цирконијума при оптерећењу од 1 N и брзине клизања 8 mm/s

Што се тиче SEM анализе брушених површина (Слике 5.98-5.101), јасно се може уочити да се облик самих трагова и механизми хабања знатно разликују у односу на претходне две анализиране завршне обраде код свих испитиваних материјала. Разлог томе је знатно грубља контактна површина брушених узорака окарактерисана знатно већим вредностима параметара храпавости у поређењу са измереним параметрима храпавости код полираних и глазираних површина. Услед линераног наизменичног кретања, клизање Al_2O_3 куглице по контактної површини брушених узорак првенствено се одвија по врховима неравнина који су окарактерисани различитим висинама. Као последица тога реална контактна површина је знатно мања у зони контакта два тела у додиру, где се након сваког завршеног теста као резултат процеса хабања добијају знатно различити изгледи трагова хабања (испрекидани) у поређењу са претходним завршним обрадама. Као доминантни механизам хабања код свих брушених површина јавља се прогресивно абразионо хабање, праћено благим бразадама, због самог начина оставривања контакта куглице са површином. Јасно се може уочити да у траговима хабања нема формираних трибо слојева и велике акумулације продуката хабања, што је био случај код претходне две завршне обраде. Разлог томе је што се током линераног наизменичног кретања, продукти хабања уз присуство вештачке пљувачке знатно лакше избацују из зоне контакта бројним каналима који представљају долине врхова неравнина и где као резултат тога настају равне и релативно глатке похабане површине. На тај начин продукти хабања као слободне абразионе честице немају велики утицај на абразију трећег тела. Ту тврдњу потврђују и дијаграми коефицијената трења брушених површина код свих испитиваних материјала који су приказани у Прилогу, са којих се јасно види стабилно стање COF-а добијено након 10.000 циклуса скоро без икаквих осцилација и скокова. Код брушеног цирконијума (Слика 5.101), поред абразионог хабања јавља се и благог адхезионо хабање услед микрозаваривања тела у контакту на местима на којима се јављају највише локалне температуре. Као последица тога, површина трага хабања је окарактерисан појавом врло ситних јамицама у самом трагу хабања.

С обзиром да су брушене површине врло ретко заступљене у пракси и да да је то непожељан вид завршне обраде, на основу свих претходних констатација и представљених механизма хабања на основу SEM слика, најбоље триболошке карактеристике је показао материјал цирконијум при полираној завршној обради. Добијени триболошки резултати су у сагласности са неколико сличних студија [Jung Y.S. (2010), Kuretzky T. (2011), Preis V. (2011), Mitov G. (2012), Yang D.H. (2012), Preis V. (2012), Miyazaki T. (2013), Janyavula S. (2013), Stawarczyk B. (2013), Burgess J.O. (2014), Lawson N.C. (2014), Park J.H. (2014)]. Аутори су констатовали да цирконијум третиран завршном обрадом глазирањем доводи до значајно већег степена оштећења и хабања глазиране површине у поређењу са полираним цирконијумом. Абразија комплетног глазираног слоја се јавља из разлога што је сама глазура по себи знатно мекша

и слабија у поређењу са основним материјалом. У том случају, у пракси се често дешава да настала груба површина у комбинацији са акумулираним продуктима хабања веома агресивно (абразивно) делују на контактне површине антагониста из супротне вилице, било да се ради о зубној глеђи или рестаурацијама [Albashaireh Z.S.M. (2010), Kontos L. (2013)]. У одређеним клиничким условима, висок степен хабања се јавља у првих 6 месеци након уградње керамичких рестаурација и углавном је повезан са губитком глазираног слоја [Etman M.K. (2008), Etman M.K. (2009)]. Уколико сама естетика захтева глазирање цирконијумске рестаурације, препорука је да се пре самог процеса глазирања рестаурација претходно добро исполира, како би се смањило хабање контра тела у додиру са материјалом. Аутор Јанавула [Janavula S. (2013)] је наведену препоруку потврдио експерименталним путем где је претходно исполиран па глазиран цирконијум показао за нијансу мањи степен хабања глеђи као антагонисте у поређењу са само глазираном површином цирконијума, као завршном обрадом. Хабање пре свега зависи од храпавости, хомогености материјала и величине честица микроструктуре ресторативног материјала. Будући да цирконијум поседује фину и хомогену структуру, веома је погодан за фино полирање као вида завршне обраде. Добро исполирана контактна површина цирконијум показује нижи степен хабања антагониста у поређењу са осталим стоматолошким материјалима, као и стабилан коефицијент трења током времена, што се такође покалапа са резултатима ове дисертације. Насупрот томе, неколико студија [Kuretzky T. (2011), Lin W. (2012), Preis V. (2012), Miyazaki T. (2013)] је показало да се хабање глеђи као антагонисте знатно повећава са израженијом храпавошћу контактне површине цирконијума. Оно што је битно, да уколико се цирконијум користи за израду естетских надокнада његова контактна површина мора бити што финије исполирана како би се избегло изражено хабање оклузалне површине контра тела у додиру [Miyazaki T. (2013)]. На основу свега претходно реченог, може се слободно закључити да глазура као завршна обрада није препоручљива у пракси код цирконијумских рестаурација.

Међутим оно што је јако занимљиво је то да претходна констатација не важи за стаклокерамичке материјале, из разлога што су вредности добијених резултата степена хабања и фрикционих карактеристика полираних и глазираних површина тотално дијаметрални у поређењу са резултатима истих завршних обрада цирконијума. Глазура се код свих стакло керамичких материјала показала као вид заштитног слоја контактних површина, где су вредности степена хабања и коефицијената трења биле за нијансу мање у поређењу са полираним површинама, што није био случај код претходног поменутог материјала. Наравно, знатно боље механичке карактеристике, посебно висока вредност тврдоће и отпорност на хабање, чине цирконијум много супериорнијим на могућа оштећења у поређењу са осталим керамичким материјалима [Al-Amleh B. (2010)]. Са аспекта SEM анализе трагова хабање код полираних и глазираних стакло керамичких површина јасно се могло закључити присуство релативно истих механизма хабања. Добијени

резултати SEM анализе стакло керамичких материјала су потпуно у сагласности са уоченим феноменима и механизмима хабања сличних студија [Figueiredo-Pina C.G. (2016), Saiki O. (2016), Arsecularatne J.A. (2015), Lee A. (2014), Lawson N.C. (2014), Figueiredo-Pina C.G. (2013), Lin W. (2012), Albashaireh Z.S.M. (2010), Molla R.A. (2009)].

Циљ бројних *in vivo* и *in vitro* студија је истраживање отпорности материјала на процес хабања, где је првенствено фокус на абразивном потенцијалу керамике према контактним површинама природних зуба и рестауративних материјала, као и на појаву различитих механизма хабања [Ramp M.H. (1997), Yip K.H. (2004), Ghazal M. (2008), Heintze S.D. (2008)]. Идеални ресторативни материјали би требали да поседују триболошке карактеристике које су врло сличне карактеристикама природних зуба са аспекта храпавости, фрикционих карактеристика и механизма хабања, како би се избегла прекомерна абразија површина природних зуба у међусобном контакту. Аутор Лин [Lin W. (2012)] је настајање паралелних бразда и појаву пукотина окарактерисао као главне структурне карактеристике трагова хабања које су карактеристичне за зубну глеђ у контакту са стаклокерамиком као антагонистом, указујући да је оштећење зубне глеђи углавном изазвано абразивним хабањем. Лин је дошао до закључка да кристалне честице, као настали фрагменти литијум дисиликата током процеса испитивања, имају значајан утицај на промену начина абразије са *two-body* на *three-body* абразију. Аутор Делонг [DeLong R. (1989)] је још давно у својој студији констатовоао да хабање, услед клизања керамике по керамици или зубној глеђи, није изазвано пластичном деформацијом, као код метала, него настанком напрслина које се јављају након одређеног времена на контактної површини. Триболошка испитивања појединих студија [Figueiredo-Pina C.G. (2016), Molla R.A. (2009)] чији су предмет испитивања биле различите стакло керамике, услед присуства вештачке пљувачке као средства за подмазивање, дошли су до закључка да се поред абразије као доминантног механизма хабања, јавља и трибохемиско хабање као последица оксидације контактне површине са окружењем. Понашање рестауративних материјала у процесу хабања се значајно разликује у зависности од врсте материјала, микроструктуре као и бројних физичко-механичких карактеристика [Heintze S.D. (2008)]. Поједине студије [Preis V. (2013), Kim M.J. (2012), Rosentritt M. (2012), Albashaireh Z.S.M. (2010)] су показале да су стаклокерамичке рестаурације, услед fine завршне обраде, знатно већи узрочници процеса хабања антагониста у поређењу са деловањем цирконијумске рестаурације. Разлог томе је велика разлика у физичко-механичким карактеристикама, микроструктури, као и самом хемисјком саставу материјала. Цирконијум је сам по себи знатно хомогенији материјал док је састав стаклокерамика углавном сачињен од великог броја различитих оксида у различитом масеном% (SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , LiO_2 , ZrO_2 итд.), који као продукти хабања имају знатно агресивно дејство у зони контакта два тела. Такође, неколико аутора [Kunzelmann K.H. (2001), Albashaireh Z.S.M. (2010)] је дошло до сазнања да је стакло керамика много осетљива на замор у одређеним условима испитивања, где се као последица тога јављају бројне пукотине у

самом материјалу. Такође, настали продукти хабања услед заморног хабања су често иницијатори *three-body* абразије у формираним траговима хабања. Аутор Албашаир [Albashaireh Z.S.M. (2010)] је у својој студији дошао и до закључка да на механизме хабања код различитих стакло керамика увелико утичу физичко-механичке и микроструктурне карактеристике материјала, посебно са знаком да су веће вредности савојне чврстоће и отпорности на лом директно повезане са нижим степеном хабања материјала.

Оно што је битно је то да се мора имати у виду да поређење различитих триболошких тестова за одређивање хабања испитиваних материјала у комбинацији са различитим варијантним параметрима испитивања (силе, брзине клизања, број циклуса, услови окружења итд.), могу знатно утицати на разлике у добијеним резултатима. Као последица тога, добијени резултати *in vitro* студија за испитивање хабања врло често нису у корелацији са већ постојећим клиничким резултатима [Heintze S.D. (2006)]. Из тог разлога аутор Хајнц [Heintze S.D. (2008)] је изразио потребу за стандардизацијом облика и материјала антагонисте у *in vitro* студијама са циљем лакшег и адекватнијег поређења добијених резултата, из разлога што је припрема зубне глеђи као антагонисте веома компликована, како због његовог облика, тако и због саме природе супстрата који може да варира. С обзиром да у оклузалној области контактни елементи могу бити зуб-по-зубу, зуб-по-рестаурацији и рестаурација-по-рестаурацији, приказани триболошки резултати у овој докторској дисертацији су погодни за поређење искључиво са резултатима других *in vitro* студија где су контактни елементи сличног типа, тј. керамика-по-керамици.

6

ЗАКЉУЧНА РАЗМАТРАЊА

Хабање контактних површина зуба представља значајан клинички проблем који постаје све важнији код пацијената свих старосних доба. Као суштински важан задатак у области стоматологије, са аспекта смањења трења и хабања материјала је унапређење реалних трибомеханичких система. Основни начин решавања тог задатка блиско је повезан са развојем нових и унапређењем постојећих материјала. На основу тога, трибологија као наука је привукла велику пажњу истраживача у области стоматолошких материјала. Данас, сва триболошка истраживања у свету теже да се укључе у текуће клиничке пробе у циљу бољег праћења и разумевања присутних механизма хабања како код нових стоматолошких материјала, тако и код оних који се већ примењују у пракси. Бројни орални фактори (широк опсег оптерећења, наизменична кретања, температурни шокови и константна изложеност различитим рН вредностима) имају значајан ефекат на процес хабања како природних, тако и рестауративних материјала. Процес хабања стоматолошких материјала би требало бити сличан процесу хабању природне глеђи. Међутим, ако се не контролише, хабање може довести до бројних оралних проблема у виду лошег функционисања жвакања, самог естетског изгледа, смањења квалитета живота пацијената и могућег погоршања општег здравља. Као резултат тога, главни циљ трибологије у области стоматолошких материјала се односи на схватање механизма хабања као и његово контролисање.

Планом експеримента у овој дисертацији реализована су бројна триболошка, трибо-механичка и испитивања која се тичу одређивања механичких карактеристика самих површина материјала, на бројним лабораторијским уређајима новије генерације. Испитане су четири групе комерцијалних материјала на бази безметалних керамичких система, који представљају тренутно најновије материјале у данашњој естетској стоматологији:

- литијум дисиликат (*IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent*),
- леуцит (*IPS Empress CAD, Ivoclar Vivadent*),
- фасетна керамика (*IPS e.max Ceram, Ivoclar Vivadent*), и
- цирконијум (*IPS e.max ZirCAD, Ivoclar Vivadent*).

Карактеристике које одликују ове материјале су одлична естетика, дуготрајност надокнада, добра механичка чврстоћа, потпуна биокомпатибилност,

потпуна безметална конструкција и у контакту са меким ткивима и костима не изазивају никакве нежељене или алергијске реакције.

План испитивања је подразумевао различиту припрему контактних површина свих узорака, у виду различитих завршних обрада, како би се што реалније извршила симулација стварних услова остваривања контакта у оралном окружењу. Различита припрема контактних површина материјала је подразумевала три завршне обраде које су често присутне у пракси: полирање, глазирање и брушење.

Као главни предуслов свим експерименталним испитивањима, претходило је одређивање храпавости свих контактних површина материјала, третираних различитим завршним обрадама. Дефинисана је методологија површинске карактеризације и уз помоћ AFM анализе добијени су резултати за све три завршне обраде испитиваних материјала у виду: изабраних параметара храпавости: R_a , R_z , R_{max} и R_q ; 3D топографија и профила храпавости.

Поређењем добијених резултата параметара храпавости, установљено је да су добијене вредности површинске храпавости релативно блиске код свих испитиваних материјала, за исте завршне обраде, чиме су уједно обезбеђени идентични контактни услови за сва експериментална испитивања. Тај услов је веома битан из разлога што у почетним тренуцима остваривања контакта, микро геометрија и храпавост контактних површина имају велики утицај на триболошке феномене, трење и хабање.

Механичка карактеризација је реализована уз помоћ тренутно најсавременијег уређаја за одређивање механичких карактеристика површинских слојева материјала, на микро и нано нивоу. Анализом добијених резултата применом наноутискивања (NHT), може се закључити следеће:

- Добијени резултати тврдоћа и модула еластичности су у директној корелацији код свих испитиваних материјала при различитим завршним обрадама.
- Убедљиво најбоље механичке карактеристике је показао материјал цирконијум са просечном вредношћу тврдоће од 1533 ± 43 *Vickers*-а и модулом еластичности од 273 ± 17 GPa. Велики масени проценат ZrO_2 (87-95 %) у самој структури ове оксидне керамике чини пресудан фактор да разлика у измереној тврдоћи буде велика у поређењу са осталим материјалима, који иначе припадају групи стакло керамичким материјалима.
- Добијени резултати тврдоће и модула еластичности глазираног цирконијума, услед дејства малих сила утискивања (50 и 100 mN) се могу слободно занемарити због добијених нереалних вредности. Дебљина глазури има велики утицај на добијене резултате, из разлога што је знатно већа дубина продирања утискивача у површински слој глазури него у основни материјал.
- Висока вредност тврдоће цирконијума има велики утицај на добијене резултате максималне дубине утискивања (h_{max}) и на мању величину добијених отисака утискивања у поређењу са осталим испитиваним материјалима. Разлог томе је што се приликом утискивања јавља већи

отпор кретању самог утискивача кроз површински слој основног материјала цирконијума.

- Поређењем добијених резултата механичких карактеристика стакло керамичких материјала, литијум дисиликата, леуцита и фасетне керамике, може се слободно констатовати да су вредности полиране и глазиране завршне обраде релативно приближне. Најбоље механичке карактеристике има полирани литијум дисиликат ($HV = 739 \pm 37$ Vickers-а и $E = 114 \pm 17$ GPa), при варирању силе утискивања од 50-400 mN, затим глазирани леуцит ($HV = 690 \pm 17$ Vickers-а и $E = 78 \pm 4$ GPa) и на крају глазирана фасетна керамика ($HV = 654 \pm 35$ Vickers-а и $E = 75 \pm 4$ GPa). На основу тога, слободно се може рећи да су добијене вредности механичких карактеристика у директној зависности од завршне обраде и хемијског састава самих материјала где масени% SiO₂ игра битну улогу.
- Тренд благог опадање вредности тврдоћа и модула еластичности са порастом силе утискивања је забележен код свих полираних испитиваних материјала. Феномен је познат под термином „Ефекат величине отиска“, и описује зависност силе утискивања од величине добијеног отиска. Код полираних површина, чија је примена у пракси најчешћа, механичке карактеристике материјала су од великог значаја јер сам век трајања рестаурација увелико зависи од квалитета завршне обраде.

Скреч тест је спроведен са циљем одређивања трибо-механичких карактеристика глазираних површина код свих испитиваних материјала. На основу приказаних резултата коефицијената трења, може се констатовати да су максималне вредности COF код свих испитиваних узорака, релативно сличне и да варирају у малом опсегу од 0.05. Експериментом је потврђено да дебљина глазури није свуда иста, због начина њеног nanoшења и да варира у зависности од места до места на контактним површинама свих испитиваних узорака у граници од 20-35 μm . Критичне силе, услед којих долази до пробијања глазираних превлаке, јављају се при дејству нормалног оптерећења од 15 до 18 N код стакло керамика, док се пробијање превлаке код цирконијума јавља услед дејства силе од ~ 13 N.

У оквиру триболошких испитивања одрађена је карактеризација триболошких феномена, трења и хабања, према дефинисаним контактним условима, на свим материјалима који се испитују. Анализом добијених резултата применом нанотрибометра, могу се извести следећи закључци:

- Сви узорци су имали тренда опадања коефицијента трења са порастом брзине клизања и нормалног оптерећења, због утицаја трећег тела у зони контакта.
- Најбоље фрикционе карактеристике су показале брушене завршне обраде. Разлог томе је што је реална површина остваривања контакта између Al₂O₃ куглице и врхова неравна брушених узорак знатно мања у поређењу са осталим завршним обрадама. Најнижу вредност коефицијента трења (0.118) имао је брушени цирконијум. Вредности

кофицијента трења брушених површина су у директној корелацији са вредностима степена хабања за исту завршну обраду.

- Завршна обрада глазирањем је показала да има велики утицај на триболошке карактеристике код свих испитиваних материјала. Глазирани слој је показао заштитна својства код стакло керамичких материјала, што није случај код цирконијума третираног истом завршном обрадом. Глазура као вид заштитне превлаке код цирконијума је показала знатно негативнија својства, у виду већег степена хабања и фрикционих карактеристика у поређењу са полираном површином.
- Вредности степена хабања су имале тренд прогресивног раста са порастом вредности нормалног оптерећења и брзине клизања, код свих завршних обрада испитиваних материјала. Такође, степен хабања је показао да је потпуно у корелацији са вредностима механичких карактеристика испитиваних материјала при различитим завршним обрадама. Најмању вредност степена хабања је убедљиво показао цирконијум где су његове знатно боље механичке карактеристике показале значајно већу отпорност на хабање. Код стакло керамичких материјала, најбољу отпорност на хабање је показао литијум дисиликат.

SEM микроскопија је увелико помогла у циљу одређивања доминантних механизма хабања код свих испитиваних материјала. На основу SEM слика јасно је уочено да је абразионо хабање доминантни механизам хабања који се јавља код свих материјала у комбинацији са адхезионим, заморним и/или деламинацијом, као и трибохемијским хабањем услед појаве хемијске реакције између површине материјала и Al_2O_3 куглице, изазване присуством вештачке пљувачке. При анализи доминантних механизма хабања и изражене абразије, узет је у обзир и утицај честица продуката хабања које су заробљене у зони контакта, као утицај трећег тела у контакту. Поменути механизми су потврђеним SEM сликама.

У оквиру SEM анализе, одрађена је и EDS спектроскопија за све приказане трагове хабања испитиваних материјала при различитим завршним обрадама. EDS спектроскопија је у потпуности показала хомогеност материјала. Код полираних и глазираних површина мали проценат других оксида (Ba-1.10 %, Ca-1.48, Ce-1.52 %, Ti-1.52 %, Na-5 %) је регистрован, што се може занемарити и сматрати контаминацијом која је пренета током самог процеса кристализације, највероватније гипсом или неким другим материјалима који су у сталној употреби у зубним лабораторијама.

На самом крају, овим експерименталним истраживањем дошло се до оригиналних резултата који ће поставити основу за сва будућа триболошка испитивања безметалних керамичких система, на основу прописане методологије лабораторијских испитивања приказане у овој дисертацији. Такође, овом дисертацијом је у великој мери умањен недостатак домаће литературе из области био-трибологије која се односи на испитивање стоматолошких материјала на бази безметалних керамичких система.

7

ЛИТЕРАТУРА

- 1 **Addy M. (2002)**, Hughes J., Pickles M.J., Joiner A., Huntington E., *Development of a method in situ to study toothpaste abrasion of dentine*, J. Clin. Periodontol. 29 (2002) 896–900.
- 2 **Addy M. (2003)**, Hunter M.L., *Can tooth brushing damage your health? Effects on oral and dental tissues*, Int. Dental J. 53 (2003) 177–186.
- 3 **Aksoy G. (2006)**, Polat H., Polat M., Coskun G., *Effect of various treatment and glazing (coating) techniques on the roughness and wettability of ceramic dental restorative surfaces*, Colloids Surf B Biointerfaces 53(2) (2006) 254-259.
- 4 **Al-Amleh B. (2010)**, Lyons K., Swain M.V., *Clinical trials in zirconia: a systematic review*, J. Oral Rehabil. 37 (2010) 641–652.
- 5 **Alao A.-R. (2014)**, Yin L., *Loading rate effect on the mechanical behavior of zirconia in nanoindentation*, Materials Science & Engineering A 619 (2014) 247–255.
- 6 **Alao A.-R. (2014a)**, Yin L., *Nano-scale mechanical properties and behaviour of pre-sintered zirconia*, Journal of the mechanical behaviour of biomedical materials 36 (2014) 21–31.
- 7 **Alao A.-R. (2015)**, Yin L., *Nano-mechanical behaviour of lithium metasilicate glass-ceramic*, Journal of the mechanical behavior of biomedical materials 49 (2015) 162–174.
- 8 **Albakry M. (2003)**, Guazzato M., Swain M.V., *Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials*, J. Dent. 31 (2003) 181–188.
- 9 **Albashaireh Z.S.M. (2010)**, Ghazal M., Kern M., *Two-body wear of different ceramic materials opposed to zirconia ceramic*, J Prosthet Dent. 104(2) (2010) 105-113.
- 10 **Alcala J. (2000)**, Barone A.C., Anglada M., *The influence of plastic hardening on surface deformation modes around Vickers and spherical indents*, Acta Mater. 48 (2000) 3451–3464.
- 11 **Al-Haik M.S. (2009)**, Trinkle S., Garcia D., Yang F., Martinez U., Sumali H., Miltenberger S., *Investigation of the nanomechanical and tribological properties of dental materials*, Int. J. Theoretical and Applied Multiscale Mechanics 1(1) (2009) 1-15.

- 12 **Alkhiary Y.M. (2003)**, Morgano S.M., Giordano R.A., *Effects of Acid Hydrolysis and Mechanical Polishing on Surface Residual Stresses of Low-Fusing Dental Ceramics*, J. Prosthet. Dent. 90 (2003) 133–142.
- 13 **Al-Shammery H.A. (2007)**, Bubb N.L., Youngson C.C., Fasbinder D.J., Wood D.J., *The use of confocal microscopy to assess surface roughness of two milled CAD-CAM ceramics following two polishing techniques*, Dent Mater 23 (2007) 736-741.
- 14 **Amaechi B.T. (2003)**, Higham S.M., Edgar W.M., *Influence of abrasion in clinical manifestation of human dental erosion*, J. Oral Rehabil. 30 (2003) 407–413.
- 15 **Amaechi B.T. (2005)**, Higham S.M., *Dental erosion: possible approaches to prevention and control*, J. Dentistry 33 (2005) 243–252.
- 16 **Amerongen A.V. (2004)**, Bolscher J.G.M, Veerman E.C.I., *Salivary proteins: Protective and diagnostic value in cariology*, Caries Res. 38 (2004) 247–253.
- 17 **Amin W.M. (2001)**, Al-Omouh S.A., Hattab F.N., *Oral health status of workers exposed to acid fumes in phosphate and battery industries in Jordan*, Int. Dental J. 51 (2001) 169–174.
- 18 **Anđelković Z. (2001)**, Somer Lj., Perović M., Avramović V., Milenkova Lj., Kostovska N., Petrović A., *Histološka građa organa*, Bonafides, Niš, 2001.
- 19 **Annette W. (2007)**, Thomas A., *Occupational dental erosion from exposure to acids—a review*, Occup Med 57(3) (2007) 169-176.
- 20 **Apel E. (2008)**, Deubener J., Bernard A., Holand M., Muller R., Kappert H., Rheinberger V., Holand W., *Phenomena and mechanisms of crack propagation in glass-ceramics*, J. Mech. Behav. Biomed. Mater. 1 (2008) 313–325.
- 21 **Arsecularatne J.A. (2010)**, Hoffman M., *On the wear mechanism of human dental enamel*, J Mech Behav Biomed Mater 3 (2010) 347-356.
- 22 **Arsecularatne J.A. (2012)**, Hoffman M., *Ceramic-like wear behaviour of human dental enamel*, J Mech Behav Biomed Mater 8 (2012) 47-57.
- 23 **Arsecularatne J.A. (2015)**, Dingeldein J.P., Hoffman M., *An in vitro study of the wear mechanism of a leucite glass dental ceramic*, Biosurf. Biotribol. 1 (2015) 50–61.
- 24 **Asai T. (2010)**, Kazama R., Fukushima M., Okiji T., *Effect of overglazed and polished surface finishes on the compressive fracture strength of machinable ceramic materials*, Dent Mater J. 29(6) (2010) 661-667.
- 25 **ASTM (2002) G 40-02: Terminology Relating to Wear and Erosion**, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials, 2002.
- 26 **ASTM C1161 (2002)**, *Standard Test Methods for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*, 2002.
- 27 **ASTM Standard G133-05 (2005)**, *Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear*, Annual Book of ASTM Standards, vol. 03.02, 2005.

- 28 **Attin T. (2004)**, Siegel S., Buchalla W., Lennon A.M., Hannig C., Becker K., *Brushing abrasion of softened and remineralised dentin: an in situ study*, Caries Res. 38(1) (2004) 62–66.
- 29 **Babić M. (2004)**, *Monitoring ulja za podmazivanje*, Monografija, Mašinski fakultet u Kragujevcu, Kragujevac, 2004.
- 30 **Babić M. (2008)**, Rac A., Ivković B., *15. Years of the Serbian Tribology Society – origin and activities*, Journal of the Balkan Tribological Association 14(3) (2008) 284–291.
- 31 **Bach H. (1995)**, *Low Thermal Expansion Glass Ceramics*, Scott Series on Glass and Glass Ceramics, Springer Verlag Berlin, 1995.
- 32 **Baldissara P. (2010)**, Liukacej A., Ciocca L., Valandro F.L., Scotti R., *Translucency of zirconia copings made with different CAD-CAM systems*, J Prost Dent 104 (2010) 6–12.
- 33 **Bansal G.K. (1972)**, Heuer A.H., *On a Martensitic Phase Transformation in Zirconia (ZrO₂)-I. Metallographic Evidence*, Acta Metall. 20(11) (1972) 1281-1289.
- 34 **Barbour M.E. (2003)**, Parker D.M., Allen G.C., Jandt K.D., *Human enamel dissolution in citric acid as a function of pH in the range 2.30≤pH≤6.30-a nanoindentation study*, Eur. J. Oral Sci. 111 (2003) 258–262.
- 35 **Barbour M.E. (2004)**, Rees J.S., *The laboratory assessment of enamel erosion: a review*, J. Dentistry 32 (2004) 591–602.
- 36 **Barghi N. (1976)**, Alexander L., Draugh R., *When to glaze- an electron microscope study*, J Prosthet Dent 35 (1976) 648-653.
- 37 **Barsoum M. (2003)**, *Fundamentals of Ceramics*, Taylor & Francis Group, New Yourk, 2003.
- 38 **Bartlett D.W. (1997)**, Blunt L., Smith B.G.N., *Measurement of tooth wear in patients with palatal erosion*, Br. Dental J. 182 (1997) 179–184.
- 39 **Beall G.H. (1992)**, *Design and Properties of Glass-Ceramics*, Annu. Rev. Mater. Sci. 22 (1992) 91-119.
- 40 **Becher B.F. (1998)**, Francis Rose L.R., *Toughening mechanisms in ceramic systems*. In: Swain MV, editor. Structure and properties of ceramics, Material science and technology, Vol 11. New York: VCH, 1998.
- 41 **Berg I.C.H. (2003)**, Rutland M.W., Arnebrant T., *Lubricating properties of the initial salivary pellicle-an AFM study*, Biofouling 19 (2003) 365–369.
- 42 **Berkovitz B.K.B. (1977)**, Holland G.R., Moxham B.J., *A Color Atlas and Textbook of Oral Anatomy*, London: Wolfe Medical Publications Ltd, 1977.
- 43 **Bhushan B. (1995)**, Israelachvili J.N., Landman U., *Nanotribology: Friction, wear and lubrication at the atomic scale*, Nature, 374 (1995) 607–616.

- 44 **Bhushan B. (1999)**, *Handbook of Micro/Nanotribology. 2nd edition*, CRC Press LLC, USA, 1999.
- 45 **Bhushan B. (2000)**, *Mechanics and Reliability of Flexible Magnetic Media. 2nd edition*, Springer-Verlag Berlin Heilderberg, 2000.
- 46 **Bhushan B. (2001)**, *Modern Tribology Handbook*, Vol. 1&2, CRC Press LLC, USA, 2001.
- 47 **Bhushan B. (2003)**, Li X., *Nanomechanical characterisation of solid surfaces and thin films*, International Materials Reviews 43 (2003) 125-164.
- 48 **Bhushan B. (2004)**, *Handbook of Nanotechnology*, Springer-Verlag Berlin Heilderberg, 2004.
- 49 **Bhushan B. (2005)**, *Nanotribology and Nanomechanics: An Introduction*, Springer-Verlag Berlin Heilderberg, 2005.
- 50 **Bhushan B. (2010)**, *Handbook of Nanotechnology*, Springer-Verlag Berlin Heilderberg, 2010.
- 51 **Bhushan B. (2011)**, *Nanotribology and Nanomechnics*, Springer-Verlag Berlin Heilderberg, 3rd Edition, 2011.
- 52 **Binnig G. (1986)**, Quate C.F., Gerber Ch., *Atomic force microscope*, Phys. Rev. Lett. 56 (1986) 930-933.
- 53 **Binnig G. (1987)**, Gerber Ch., Stoll E., Albrecht T.R., Quate C.F., *Atomic resolution with atomic force microscope*, Europhys. Lett. 3 (1987) 1281-1286.
- 54 **Blaus B. (2014)**, Blausen.com staff. *Blausen gallery 2014*, Wikiversity Journal of Medicine 1(2) (2014). doi:10.15347/wjm/2014.010. ISSN 20018762.
- 55 **Boaventura J.M.C. (2013)**, Nishida R., Elossais A.A., Lima D.M., Nunes Reis J.M.S., Campos E.A., De Andrade M.F., *Effect finishing and polishing procedures on the surface roughness of IPS Empress 2 ceramic*, Acta Odontologica Scandinavica 71 (2013) 438-443.
- 56 **Bollen C.M.L. (1997)**, Lambrechts P., Quirynen M., *Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature*, Dent Mater 13 (1997) 258-269.
- 57 **Borrero-Lopez O. (2015)**, Pajares A., Constantino P.J., Lawn B.R., *Mechanics of microwear traces in tooth enamel*, Acta Biomaterialia 14 (2015) 146-153.
- 58 **Bošković M. (2008)**, Stanković S., Ajduković Z., Krunić N., *Short Review of Non-metal Ceramic Systems*, Acta Stomatologica Naissi 24(57) (2008) 767-774.
- 59 **Bottino M.C. (2006)**, Valandro L.F., Kantorski K.Z., Bressiani J.C., Bottin M.A., *Polishing methods of an alumina-reinforced feldspar ceramic*, Braz Dent J 17(4) (2006) 285-289.
- 60 **Braden M. (1976)**, *Biophysics of the tooth*, Front. Oral Physiol. 2 (1976) 1-37.
- 61 **Bremer F. (2011)**, Grade S., Kohorst P., Stiesch M., *In vivo biofilm formation on different dental ceramics*, Quintessence Int 42 (2011) 565-574.

- 62 **Brentel A.S. (2011)**, Kantorski K.Z., Valandro L.F., Fucio S.B., Puppini-Rontani R.M., Bottino M.A., *Confocal laser microscopic analysis of biofilm on newer feldspar ceramic*, Oper Dent. 36(1) (2011) 43-51.
- 63 **Brook R.J. (1991)**, Cahn R.W., Bever M.B., *Concise encyclopedia of advanced ceramic materials*. Pergamon Press, New York, 1991.
- 64 **Bruxism (2016)**, [Online] <http://londonroaddental.com/bruxism/> [Accessed: 10.07.2016.]
- 65 **Bucaille J. (2003)**, Stauss C., Felder E., Michler J., *Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters*, Acta Materialia 51(6) (2003) 1663-1678.
- 66 **Buchner S. (2011)**, Lepienski C.M., Soares Jr P.C., Balzaretto N.M., *Effect of high pressure on the mechanical properties of lithium disilicate glass*, Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. 528 (2011) 3921-3924.
- 67 **Bühler-Zemp P. (2005)**, Völkel T., *Scientific Documentation IPS e.max Ceram*, Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, 2005.
- 68 **Bühler-Zemp P. (2005a)**, Völkel T., *Scientific Documentation IPS e.max ZirCAD*, Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, 2005.
- 69 **Bühler-Zemp P. (2011)**, Völkel T., Fischer K., *Scientific Documentation IPS Empress CAD*, Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, 2011.
- 70 **Bull S.J. (1989)**, Page T.F., Yoffe E.H., *An explanation of the indentation size effect in ceramics*, Journal Philosophical Magazine Letters 59 (1989) 281-288.
- 71 **Burak N. (1999)**, Kaidonis J.A., Richards L.C., Townsend G.C., *Experimental studies of human dentine wear*, Arch Oral Biol 44 (1999) 885-887.
- 72 **Burgess J.O. (2014)**, Janyavula S., Lawson N.C., Lucas T.J., Cakir D., *Enamel wear opposing polished and aged zirconia*, Operative Dentistry 39 (2014) 189-94.
- 73 **Burgess T. (2008)**, Laws K.J., Ferry M., *Effect of loading rate on the serrated flow of a bulk metallic glass during nanoindentation*, Acta Mater. 56 (2008) 4829-4835.
- 74 **Calés B. (1998)**, *Colored zirconia ceramics for dental applications*. In: LeGeros RZ, LeGeros JP, editors. Bioceramics 11: Proc of the 11th Intl. Symp. on Ceramics in Medicine. New York: World Scientific Publ, 591-594, 1998.
- 75 **Camacho G.B. (2006)**, Vinha D., Panzeri H., Nonaka T., Gonçalves M., *Surface roughness of a dental ceramic after polishing with different vehicles and diamond pastes*, Braz Dent J 17 (2006) 191-194.
- 76 **Carlsson G.E. (2003)**, Egermark I., Magnusson T., *Prediction of bruxism, other oral parafunctions, and tooth wear over 20-year follow-up period*, J. Orofacial Pain 17 (2003) 50-57.
- 77 **Cavalcante L.M. (2009)**, Masouras K., Watts D.C., Pimenta L.A., Silikas N., *Effect of nanofillers' size on surface properties after toothbrush abrasion*, Am J Dent 22 (2009) 60-64.

- 78 **Cesar P.F. (2007)**, Gonzaga C.C., Miranda Jr W.G., Yoshimura H.N., *Effect of ion exchange on hardness and fracture toughness of dental porcelains*, J Biomed Mater Res B: Appl Biomater 83(2) (2007) 538-45.
- 79 **Cheung K.C. (2002)**, Darvell B.W., *Sintering of dental porcelain: effect of time and temperature on appearance and porosity*, Dent Mater J. 18 (2002) 163-173.
- 80 **Chintapalli R.K. (2014)**, Breton S., Dastjerdi A.K., Barthlat F., *Strain rate hardening: a hidden but critical mechanism for biological composites*, Acta Biomater. 10 (2014) 5064–5073.
- 81 **Christel P. (1989)**, Meunier A., Heller M., Torre J.P., Cales B., Peille C.N., *Mechanical Properties and short-term in-vivo evaluation of Yttrium-Oxide-Partially-Stabilized Zirconia*, J Biomed Mater Res 23 (1989) 45–61.
- 82 **Chu F.C. (2000)**, Frankel N., Smales R.J., *Surface roughness and flexural strength of self-glazed, polished, and reglazed In-Ceram/Vitadur Alpha porcelain laminates*, Int J Prosthodont 13(1) (2000) 66-71.
- 83 **Clark D.C. (1990)**, Woo G., Silver J.G., Sweet D., Grisdale J.C., *The influence of frequent ingestion of acids in the diet on treatment for dentin sensitivity*, J. Can. Dent. Assoc. 56(12) (1990) 1101-1103.
- 84 **Condon J.R. (1996)**, Ferracane J.L., *Evaluation of composite wear with a new multi-mode oral wear simulator*, Dental Mater. 12 (1996) 218–226.
- 85 **Crothers A.J.R. (1992)**, *Tooth wear and facial morphology*, J. Dentistry 20 (1992) 333–341.
- 86 **Cuy J.L. (2002)**, Mann A.B., Livi K.J., Teaford M.F., Weihs T.P., *Nanoindentation mapping of the mechanical properties of human molar tooth enamel*, Arch. Oral Biol. 47 (2002) 281–291.
- 87 **Cvar J.F. (1971)**, Ryge G., *Criteria for the Clinical Evaluation of Dental Restorative Materials*, San Francisco, CA: United States Public Health Service, 1971.
- 88 **D. Dowson (1998)**, *History of Tribology*. Professional Engineering Publishing Limited, London, UK, 1998.
- 89 **Dao M. (2001)**, Chollacoop N., Van Vliet K., Venkatesh T., Suresh S., *Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation*, Acta Materialia 49(19) (2001) 3899-3918.
- 90 **de Jager N. (2000)**, Feilzer A.J., Davidson C.L., *The influence of surface roughness on porcelain strength*, Dent. Mater. 16 (2000) 381-388.
- 91 **DeLong R. (1983)**, Douglas W.H., *Development of an artificial oral environment for testing of dental restoratives: biaxial force and movement control*, J. Dental Res. 62 (1983) 92–113.
- 92 **DeLong R. (1989)**, Sasik C., Pintado M.R., Douglas W.H., *The wear of enamel when opposed by ceramic systems*, Dental Materials 5(4) (1989) 266-271.

- 93 **Delong R. (2006)**, *Inter-oral restorative materials wear: rethinking the current approaches: how to measure wear*, Dental Mater. 22 (2006) 702–711.
- 94 **Demir A. (2004)**, Uysal T., Guray E., Basciftci F.A., *The relationship between bruxism occlusal factors among seven- to 19-year-old Turkish children*, Angle Orthodontist 74 (2004) 672–676.
- 95 **Deville S. (2004)**, Guénin G., Chevalier J., *Martensitic transformation in zirconia Part I. Nanometer scale prediction and measurement of transformation induced relief*, Acta Materialica 52 (2004) 5697–5707.
- 96 **Devlin H. (2006)**, Bassiouny M.A., Boston D., *Hardness of enamel exposed to Coca-Cola and artificial saliva*, J Oral Rehabil. 33(1) (2006) 26–30.
- 97 **Dey A. (2011)**, Chakraborty R., Mukhopadhyay A.K., *Enhancement in nanohardness of soda–lime–silica glass*, J. Non-Cryst. Solids 357 (2011) 2934–2940.
- 98 **Džunić D. (2015)**, *Analiza procesa trenja i habanja nanokompozita sa metalnom osnovom*, Doktorska disertacija, Fakultet inženjerskih nauka Univerziteta u Kragujevcu, 2015.
- 99 **Đorđević V. (1998)**, Vukićević M., *Mašinski materijali*. Univerzitet u Beogradu, Mašinski fakultet, Beograd, 1998.
- 100 **Eisenburger M. (2002)**, Addy M., *Erosion and attrition of human enamel in vitro: I. Interaction effects*, J. Dentistry 30 (2002) 341–347.
- 101 **El-Meliegy E. (2012)**, Richard van Noort, *Glasses and Glass Ceramics for Medical Applications*, Springer, New York, 2012.
- 102 **Etman M.K. (2008)**, Woolford M.J., Dunne S., *Quantitative measurement of tooth and ceramic wear: in vivo study*, Int. J. Prosthodont. 21 (2008) 245–252.
- 103 **Etman M.K. (2009)**, *Confocal examination of subsurface cracking in ceramic materials*, J Prosthodont 18 (2009) 550–559.
- 104 **Fairhurst C.W. (1992)**, Lockwood P.E., Ringle R.D., Thompson W.O., *The Effect of Glaze on Porcelain Strength*, Dent. Mater. 8 (1992) 203–207.
- 105 **Figueiredo-Pina C.G. (2013)**, Monteiro A., Guedes M., Mauricio A., Serro A.P., Ramalho A., Santos C., *Effect of feldspar porcelain coating up on the wear behavior of zirconia dental crowns*, Wear 297 (2013) 872–877.
- 106 **Figueiredo-Pina C.G. (2016)**, Patas N., Canhoto J., Claudio R., Olhero S.M., Serro A.P., Ferroe A.C., Guedes M., *Tribological behaviour of unveneered and veneered lithium disilicate dental material*, Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials 53 (2016) 226–238.
- 107 **Fischer K. (2011)**, Bühler-Zemp P., Völkel T., *Scientific Documentation IPS e.max CAD*, Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, 2011.
- 108 **Fischer-Cripps A.C. (2002)**, *Nanoindentation*, Springer, New York, 2002.

- 109 **Flanders L.A. (2003)**, Quinn J.B., Wilson Jr O.C., Lloyd I.K., *Scratch hardness and chipping of dental ceramics under different environments*, Dent Mater 19(8) (2003) 716-724.
- 110 **Flury S. (2010)**, Lussi A., Zimmerli B., *Performance of different polishing techniques for direct CAD/CAM ceramic restorations*, Oper Dent 35 (2010) 470-481.
- 111 **Fouquet S. (2008)**, Rollin M., Paillet R., Bourrat X., *Tribological behaviour of composites made of carbon fibres and ceramic matrix in the Si-C system*, Wear 264 (2008) 850-856.
- 112 **Fuzzi M. (1996)**, Zaccheroni Z., Vallania G., *Scanning electron microscopy and profilometer evaluation of glazed and polished dental porcelain*, Int J Prosthodont 9 (1996) 452-458.
- 113 **Garber D.A. (1994)**, Goldstein R.E., *Porcelain and composite inlays and onlays: Esthetic posterior restorations*, Quintessence, Chicago, 1994.
- 114 **Garvie R.C. (1972)**, Nicholson P.S., *Structure and thermodynamical properties of Partially Stabilized Zirconia in the CaO-ZrO₂ System*, J Am Ceram Soc 55 (1972) 152-157.
- 115 **Garvie R.C. (1975)**, Hannink R.H.J., Pascoe R.T., *Ceramic Steel?*, Nature 258(5537) (1975) 703-704.
- 116 **Ghazal M. (2008)**, Yang B., Ludwig K., Kern M., *Twobody wear of resin and ceramic denture teeth in comparison to human enamel*, Dent Mater 24 (2008) 502-507.
- 117 **Giannina M. (2004)**, Soaresb C.J., Carvalho R.M., *Ultimate tensile strength of tooth structures*, Dental Mater. 20 (2004) 322-329.
- 118 **Giunta J.L. (1983)**, *Dental erosion resulting from chewable vitamin C tablets*, J Am Dent Assoc. 107(2) (1983) 253-256.
- 119 **Goel V.K. (1991)**, Khera S.C., Ralston J.L., Chang K.H., *Stresses at the dentin-enamel junction of human teeth. A finite element investigation*, J. Prosthetic Dentistry 66 (1991) 451-459.
- 120 **Golovin Y.I. (2001)**, Ivolgin V.I., Khonik V.A., Kitagawa K., Tyurin A.I., *Serrated plastic flow during nanoindentation of a bulk metallic glass*, Scr. Mater. 45 (2001) 947-952.
- 121 **Goodhew P.J. (2001)**, Humphreys J., Beanland R., *Electron Microscopy and Analysis*, Taylor & Francis, London, 2001.
- 122 **Gouldstone A. (2007)**, Chollacoop H., Dao M., Li J., Minor A., Shen Y., *Indentation across size scales and disciplines: Recent developments in experimentation and modeling*, Acta Materialia 55(12) (2007) 4015-4039.
- 123 **Grace E.G. (2004)**, Sarlani E., Kaplan S., *Tooth erosion caused by chewing aspirin*, J Am Dent Assoc 135(7) (2004) 911-914.

- 124 **Greer A.L. (2004)**, Castellero A., Madge S.V., Walker I.T., Wilde J.R., *Nanoindentation studies of shear banding in fully amorphous and partially devitrified metallic alloys*, Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. 375–377 (2004) 1182–1185.
- 125 **Gregory-Head B.L. (2000)**, Curtis D.A., Kim L., Cello J., *Evaluation of dental erosion in patients with gastroesophageal reflux disease*, J. Prosthetic Dentistry 83 (2000) 675–680.
- 126 **Grippo J.O. (1991)**, *Abfractions. A new classification of hard tissue lesions of teeth*, J. Esthetic Restorative Dentistry 3 (1991) 14–19.
- 127 **Grippo J.O. (2004)**, Simring M., Schreiner S., *Attrition, abrasion, corrosion and abfraction revisited—a new perspective on tooth surface lesions*, J. Am. Dental Assoc. 135 (2004) 1109–1118.
- 128 **Grossmann D.G. (1983)**, *The Formation of Chips in a Machineable Glass Ceramic*, Glass Technology 24(1) (1983) 11–13.
- 129 **Guazzato M. (2004)**, Albakry M., Ringer S.P., Swain M.V., *Strength, fracture toughness and micro structure of a selection of all-ceramic materials, Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics*, Dent. Mater. 20 (2004) 441–448.
- 130 **Guazzato M. (2005)**, Albakry M., Quach L., Swain M.V., *Influence of Surface and Heat Treatments on the Flexural Strength of a Glass-Infiltrated Alumina/Zirconia-Reinforced Dental Ceramic*, Dent. Mater. 21 (2005) 454–463.
- 131 **Gupta T.K. (1978)**, Bechtold J.H., Kuznickie R.C., Cadoff L.H., Rossing B.R., *Stabilization of tetragonal phase in polycrystalline zirconia*, J Mater Sci 13 (1978) 1464.
- 132 **Gwinnett A.J. (1992)**, *Structure and composition of enamel*, Operative Dentistry 17(5) (1992) 10–17.
- 133 **Habelitz S. (2001)**, Marshall S.J., Marshall G.W., Balooch M., *Mechanical properties of human dental enamel on the nanometre scale*, Arch. Oral Biol. 39 (2001) 173–183.
- 134 **Hagberg C. (1987)**, *Assessment of bite force: a review*, J. Craniomandibular Disorders 1 (1987) 162–169.
- 135 **Hamlet S. (1997)**, Faull J., Klein B., Aref A., Fontanesi J., Stachler R., Shamsa F., Jones L., Simpson M., *Mastication and swallowing in patients with postirradiation xerostomia*, Int. J. Radiat. Oncol. Biol. Phys. 37 (1997) 789–796.
- 136 **Hämmerle C. (2008)**, Sailer I., Thoma A., Hälg G., Suter A., Ramel C., *Dental Ceramics: Essential Aspects for Clinical Practice*, Quintessence, Surrey, 2008.
- 137 **Hannig M. (2002)**, *The protective nature of the salivary pellicle*, Int. Dental J. 52 (2002) 417–423.
- 138 **Hannig M. (2004)**, Fiebiger M., Guntzer M., Dobert A., Zimehl R., Nekrashevych Y., *Protective effect of the in situ formed short-term salivary pellicle*, Arch. Oral Biol. 49 (2004) 903–910.

- 139 **Hannink R.H.J. (2000)**, Kelly P.M., Muddle B.C., *Transformation toughening in zirconia containing ceramics*, J Am Ceram Soc 83 (2000) 461–487.
- 140 **Haralur S.B. (2012)**, *Evaluation of efficiency of manual polishing over autoglazed and overglazed porcelain and its effect on plaque accumulation*, J Adv Prosthodont 4 (2012) 179-186.
- 141 **Hays G.L. (1992)**, Bullock Q., Lazzari E.P., Puente E.S., *Salivary pH while dissolving vitamin C-containing tablets*, Am J Dent. 5(5) (1992) 269-271.
- 142 **Haywood V.B. (1988)**, Heymann H.O., Kusy R.P., Whitley J.Q., Andreaus S.B., *Polishing porcelain veneers: An SEM and specular reflectance analysis*, Dent Mater 4 (1988) 116-121.
- 143 **Heffernan M.J. (2002)**, Aquilino S.A., Diaz-Arnold A., Haselton D.R., Stanford C.M., Vargas M.A., *Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: Core materials*, J Prost Dent 1 (2002) 4–9.
- 144 **Hefferren J.H. (1976)**, *A laboratory method for assessment of dentifrice abrasivity*, J. Dental Res. 55 (1976) 563–573.
- 145 **Heintze S.D. (2006)**, *How to qualify and validate wear simulation devices and methods*, Dental Mater. 22 (2006) 712–734.
- 146 **Heintze S.D. (2008)**, Cavalleri A., Forjanic M., Zellweger G., Rousson V., *Wear of ceramic and antagonist-a systematic evaluation of influencing factors in vitro*, Dent Mater 24 (2008) 433-449.
- 147 **Hennicke H.W. (1967)**, *Zum Begriff Keramik und zur Einteilung keramischer Werkstoffe*, Ber. Dtsch. Keram. Ges. 44 (1967) 209-201.
- 148 **Heuer A.H. (1982)**, Claussen N., Kriven W.H., Rühle R., *Stability of Tetragonal ZrO₂-Particles in Ceramic Matrices*, J. Am. Ceram. Soc. 65 (1982) 642-650.
- 149 **Ho G.W. (2011a)**, Matinlinna J.P., *Insights on porcelain as a dental material. Part I: ceramic material types in dentistry*, Silicon 3 (2011) 109–15.
- 150 **Höland W. (2001)**, Rheinberger V., *Nucleation and crystallization phenomena in glass-ceramics*, Adv Eng Mater 3(10) (2001) 768–774.
- 151 **Höland W. (2002)**, Beall G.H., Chap. 2: *Composition systems for glass-ceramics*, Chap. 4: *Applications of glass-ceramics. Glass-ceramic technology, 1st ed.* Westerville: The American Ceramic Society, Wiley, p. 119–24. p. 291–300, 2002.
- 152 **Höland W. (2007)**, et al., *Principles and phenomena of bioengineering with glass-ceramics for dental restoration*, J Eur Ceram Soc 27 (2007) 1521–1526.
- 153 **Holbrook W.P. (2003)**, Arnadottir I.B., Kay E.J., *Prevention: 3. Prevention of tooth wear*, Br. Dental J. 195 (2003) 75–81.
- 154 **Hooper S. (2003)**, West N.X., Pickles M.J., Joiner A., Newcombe R.G., Addy M., *Investigation of erosion and abrasion on enamel and dentine: a model in situ using toothpastes of different abrasivity*, J. Clin. Periodontol. 30 (2003) 802–808.

- 155 **Hooper S. (2007)**, Newcombe R.G., Faller R., Eversole R., Addy M., West N.X., *The protective effects of toothpaste against erosion by orange juice: studies in situ and in vitro*, J. Dentistry 35 (2007) 476–481.
- 156 **Howden G.F. (1971)**, *Erosion as the representing symptom in hiatus hernia: a case report*, Br. Dental J. 131 (1971) 455–456.
- 157 **Hu X. (1999)**, Harrington E., Marquis P.M., Shortall A.C., *The influence of cyclic loading on the wear of a dental composite*, Biomaterials 20 (1999) 907–912.
- 158 **Hughes J.A. (2000)**, West N.X., Parker D.M., van den Braak M.H., Addy M., *Effects of pH and concentration of citric, malic and lactic acids on enamel, in vitro*, J. Dentistry 28 (2000) 147–152.
- 159 **Hunter J. (1778)**, *The Natural History of Human Teeth*, J. Johnson, London, 1778.
- 160 **Hutchings I.M. (1992)**, *Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials*, Edward Arnold, University of Michigan, 1992.
- 161 **Iijima D. (2003)**, Yoneyama T., Doi H., Hamanaka H., Kurosaki N., *Wear properties of Ti and Ti–6Al–7Nb castings for dental prostheses*, Biomaterials 24 (2003) 1519–1524.
- 162 **Imbeni V. (2005)**, Kruzic J.J., Marshall G.W., Marshall S.J., Ritchie R.O., *The dentin–enamel junction and the fracture of human teeth*, Nature Materials 4 (2005) 229 – 232.
- 163 **IPS e.max Ceram (2015)**, *Instructions for Use*, Ivoclar Vivadent AG, 9494 Schaan, Liechtenstein, 2015.
- 164 **ISO 23146 (2008)**, *Fine Ceramics (Advanced Ceramics, Advanced Technical Ceramics)–Determination of Fracture Toughness of Monolithic Ceramics at Room Temperature by the Single-edge Vee-notched Beam (SEVNB) Method*, 2008.
- 165 **ISO 24370 (2005)**, *Fine Ceramics (Advanced Ceramics, Advanced Technical Ceramics)–Determination of Fracture Toughness of Monolithic Ceramics at Room Temperature by the Chevron-notched Beam (CNB) Method*, 2005.
- 166 **Iuliadent (2016)**, [Online] <http://www.iuliadent.ro/Protetica.htm> [Accessed: 10.11.2016.]
- 167 **Ivoclar – Vivadent (2005)**, *Manual instruction for IPS e.max system*, Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, F1, 2005.
- 168 **J. Zheng (2013)**, Y. Li, M.Y. Shi, Y.F. Zhang, L.M. Qian, Z.R. Zhou, *Microtribological behaviour of human tooth enamel and artificial hydroxyapatite*, Tribology International 63 (2013) 177–185.
- 169 **Jagger D. (1995)**, Harrison A., *An in vitro investigation into the wear effects of selected restorative materials on enamel*, J Oral Rehabil 22 (1995) 275-281.
- 170 **Jahanmir S. (1995)**, Dong, X., *Wear mechanism of a dental glass-ceramic*, Wear, 181-183 (1995) 821-825.

- 171 **Jain P. (2007)**, Nihill P., Sobkowski J., Agustin M.Z., *Commercial soft drinks: pH and in vitro dissolution of enamel*, Gen Dent. 55(2) (2007) 150-154.
- 172 **Janyavula S. (2013)**, Lawson N., Cakir D., Beck P., Ramp L.C., Burgess J.O., *The wear of polished and glazed zirconia against enamel*, J Prosthet Dent. 109(1) (2013) 22-29.
- 173 **Jarvinen V.K. (1991)**, Rytomaa I.I., Heinonen O.P., *Risk factors in dental erosion*, J. Dent. Res. 70(6) (1991) 942-947.
- 174 **Jefferies S.R. (2007)**, *Abrasive finishing and polishing in restorative dentistry: a state-of-the-art review*, Dent Clin North Am 51 (2007) 379-397.
- 175 **Jung Y.S. (2010)**, Lee J.W., Choi Y.J., Ahn J.S., Shin S.W., Huh J.B., *A study on the in-vitro wear of the natural tooth structure by opposing zirconia or dental porcelain*, J Adv Prosthodont 2 (2010) 1111-5.
- 176 **Kadokawa A. (2006)**, Suzuki S., Tataka T., *Wear evaluation of porcelain opposing gold, composite resin, and enamel*, J. Prosthetic Dentistry 96 (2006) 258-265.
- 177 **Kaidonis J.A. (1998)**, Richards L.C., Townsen G.C., Tansley G.D., *Wear of human enamel: a quantitative in vitro assessment*, J. Dental Res. 77 (1998) 1983-1990.
- 178 **Kaminski H.D. (2009)**, Easton A.D., *Dental Materials Research*, Nova Science, New York, 2009.
- 179 **Kantorski K.Z. (2009)**, Scotti R., Valandro L.F., *Surface roughness and bacterial adherence to resin composites and ceramics*, Oral Health Prev Dent 7 (2009) 29-32.
- 180 **Katona T.R. (2001)**, *A mathematical analysis of the role of friction in occlusal trauma*, J. Prosthetic Dentistry 86 (2001) 636-643.
- 181 **Kawai K. (2000)**, Urano M., Ebisu S., *Effect of surface roughness of porcelain on adhesion of bacteria and their synthesizing glucans*, J Prosthet Dent 83 (2000) 664-667.
- 182 **Kelleher M. (1999)**, Bishop K., *Tooth surface loss: an overview*, Br Dent J 186 (1999) 61-66.
- 183 **Kelly H.M. (2004)**, Deasy P.B., Busquet M., Torrance A.A., *Bioadhesive, rheological, lubricant and other aspects of an oral gel formulation intended for the treatment of xerostomia*, Int. J. Pharmaceutics 278 (2004) 391-406.
- 184 **Kelly J.R. (1996)**, Nishimura I., Campbell S.D., *Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives*, J Prosthet Dent 75 (1996) 18-32.
- 185 **Kelly J.R. (1997)**, *Ceramics in restorative and prosthetic dentistry*, Ann. Rev. Mater. Sci. 27 (1997) 443-468.
- 186 **Kelly J.R. (2008)**, Denry I.L., *Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview*, Dent Mater 24 (2008) 289-298.
- 187 **Khan M.A. (1996)**, Williams R.L., Williams D.F., *In-vitro corrosion and wear of titanium alloys in the biological environment*, Biomaterials 17 (1996) 2117-2126.

- 188 **Kim M.J. (2012)**, Oh S.H., Kim J.H., Ju S.W., Seo D.G., Jun S.H., et al, *Wear evaluation of the human enamel opposing different Y-TZP dental ceramics and other porcelains*, Journal of Dentistry 40 (2012) 979–988.
- 189 **Kingery W.D. (1976)**, Bowen H.K., Uhlmann D.R., *Introduction to ceramics, 2nd edition*, Wiley, New York, 1976.
- 190 **Kitchens M. (2007)**, Owens B.M., *Effect of carbonated beverages, coffee, sports and high energy drinks, and bottled water on the in vitro erosion characteristics of dental enamel*, J Clin Pediatr Dent. 31(3) (2007) 153-159.
- 191 **Kluemper G.T. (2002)**, Hiser D.G., Rayens M.K., Jay M.J., Efficacy of a wax containing benzocaine in the relief of oral mucosal pain caused by orthodontic appliances, Am. J. Orthodontics Dentofacial Orthopedics 122 (2002) 359–365.
- 192 **Kontos L. (2013)**, Schille C., Schweizer E., Geis-Gerstorfer J., *Influence of surface treatment on the wear of solid zirconia*, Acta Odontol Scand 71 (2013) 482–487.
- 193 **Kriegesmann J. (1996)**, Burger W., Technische Keramische Werkstoff; *Deutscher Wirtschaftsdienst Köln*; Kapitel 8.7.2.0. "Zirkonoxid in der Medizintechnik", 1-45, 1996.
- 194 **Kunzelmann K.H. (2001)**, Jelen B., Mehl A., Hickel R., *Wear evaluation of MZ100 compared to ceramic CAD/CAM materials*, Int J Comput Dent 4 (2001) 171-184.
- 195 **Kuretzky T. (2011)**, Urban M., Dittmann R., Peez R., Mecher E., *Wear behaviour of zirconia compared to state-of-the-art ceramics*, in: 89th IADR, paper no. 3055, 2011.
- 196 **Laffite A.F. (2003)**, Janet B.Q., Otto C.W. Jr., Isabel K.L., *Scratch hardness and chipping of dental ceramics under different environments*, Dental Materials 19 (2003) 716–724.
- 197 **Lakshmanan A. (2012)**, Raghavan R.N., *Sintering of Ceramics – New Emerging Techniques*, Chapter 10: Ceramics in Dentistry, InTech, Croatia, 2012.
- 198 **Lambrechts P. (1989)**, Braem M., Vuylsteke-Wauters M., Vanherle G., Quantitative in vivo wear of human enamel, J. Dental Res. 68 (1989) 1752–1754.
- 199 **Lambrechts P. (2006)**, Debels E., Landuyt K.V., Peumans M., Meerbeek B.V., *How to simulate wear? Overview of existing methods*, Dental Mater. 22 (2006) 693–701.
- 200 **Lambrechts P. (2006a)**, Goovaerts K., Bharadwaj D., De Munck J., Degradation of tooth structure and restorative materials: a review, Wear 261 (2006) 980–986.
- 201 **Lange F.F. (1982)**, *Transformation Toughening*, J. Mat. Sci 17 (1982) 247–254.
- 202 **Lange F.F. (1986)**, Dunlop G.L., Davis B.I., *Degradation During Aging of Transformation-Toughened ZrO₂-Y₂O₃ Materials at 250 °C*, J. Am. Ceram. Soc. 69 (1986) 237–240.
- 203 **Lange F.F. (1986a)**, *Transformation-Toughened ZrO₂: Correlations between Grain Size Control and Composition in the System ZrO₂-Y₂O₃*, J. Am. Ceram. Soc. 69(3) (1986) 240-242.

- 204 **Larsson T.F. (2007)**, Martin Martinez J.M., Valles J.L, *Biomaterials for Healthcare*, A decade of EU-funded research, European Commission, Directorate – General for Research, Industrial technologies, Unit G3, Value – Added Materials, <https://ec.europa.eu/research/rtdinfo/>, 2007.
- 205 **Lawn B.R. (2012)**, Cook R.F., *Probing material properties with sharp indenters: a retrospective*, J. Mater. Sci. 47 (2012) 1–22.
- 206 **Lawson N.C. (2014)**, Janyavula S., Syklawer S., McLaren E.A., Burgess J.O., *Wear of enamel opposing zirconia and lithium disilicate after adjustment, polishing and glazing*, Journal of Dentistry 42 (2014) 1586–1591.
- 207 **Lee A. (2014)**, Swain M., He L., Lyons K., *Wear behavior of human enamel against lithium disilicate glass ceramic and type III gold*, J Prosthet Dent. 12(6) (2014) 1399-1405.
- 208 **Leinfelder K.F. (1986)**, Taylor D.K., Barkmeier W.W., Goldberg A.J., *Quantitative wear of posterior composite resins*, Dental Mater. 2 (1986) 198–201.
- 209 **Leinfelder K.F. (1995)**, *Posterior composite resins: the materials and their clinical performance*, J. Am. Dental Assoc. 126 (1995) 663–676.
- 210 **Lewis R. (2005)**, Dwyer-Joyce R.S., *Wear of human teeth: a tribological perspective*, Proc. Inst. Mech. Eng. J: J. Eng. Tribol. 219(1) (2005) 1–18.
- 211 **Lewis R. (2007)**, Barber S.C., Dwyer-Joyce R.S., *Particle motion and stain removal during simulated abrasive tooth cleaning*, Wear 263 (2007) 188–197.
- 212 **Li H. (2001)**, Zhou Z.R., *Wear behavior of human teeth in dry and artificial saliva conditions*, Wear 249 (2001) 980–984.
- 213 **Li W.H. (2006)**, Zhang T.H., Xing D.M., Wei B.C., Wang Y.R., Dong Y.D., *Instrumented indentation study of plastic deformation in bulk metallic glasses*, J. Mater. Res. 21 (2006) 75–81.
- 214 **Li X. (1998)**, Bhushan B., *Measurement of fracture toughness of ultra-thin amorphous carbon films*, Thin Solid Films 315(1-2) (1998) 214–221.
- 215 **Li X. (1999)**, Bhushan B., *Evaluation of fracture toughness of ultra-thin amorphous carbon coatings deposited by different deposition techniques*, Thin Solid Films 355-356 (1999) 330–336.
- 216 **Limbach R. (2014)**, Rodrigues B.P., Wondraczek L., *Strain-rate sensitivity of glasses*, J. Non-Cryst. Solids 404 (2014) 124–134.
- 217 **Lin C.P. (1994)**, Douglas W.H., *Structure–property relations and crack resistance at the bovine dentin junction*, J. Dental Res. 73 (1994) 1072–1078.
- 218 **Lin W. (2012)**, Yihong L., Wenjie S., Hailan F., Yongqing T., Zhizuo M., *Friction and wear behaviors of dental ceramics against natural tooth enamel*, Journal of the European Ceramic Society 32 (2012) 2599-2606.
- 219 **Liu G.T. (2005)**, Duh J.G., Chung K.H., Wang J.H., *Mechanical characteristics and corrosion behavior of (Ti, Al)N coating on dental alloys*, Surf. Coat. Technol. 200 (2005) 2100–2105.

- 220 **Louwerse C. (2004)**, Kjaeldgaard M., Huysmans M.C.D.N.J.M., *The reproducibility of ultrasonic enamel thickness measurement: an in vitro study*, J. Dentistry 32 (2004) 83–89.
- 221 **Lu H. (2005)**, Roeder L.B., Lei L., *Effect of surface roughness on stain resistance of dental resin composites*, J Esthet Restor Dent 17 (2005) 102-108.
- 222 **Lung C.Y.K. (2012)**, Matinlinna J.P., *Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview*, Dent Mater 28 (2012) 467–77.
- 223 **Lupi-pegurier L. (2003)**, Muller M., Leforestier E., Bertrand M.F., Bolla M., *In vitro action of Bordeaux red wine on the microhardness of human dental enamel*, Arch. Oral Biol. 48 (2003) 141–145.
- 224 **Lussi A. (2000)**, Kohler N., Zero D., Schaffner M., Megert B., *A comparison of the erosive potential of different beverages in primary and permanent teeth using an in vitro model*, Eur. J. Oral Sci. 108 (2000) 110–114.
- 225 **Lussi A. (2004)**, Jaeggi T., Gerber C., Megert B., *Effect of amine/sodium fluoride rinsing on toothbrush abrasion of softened enamel, in situ* Caries Res. 38 (2004) 567–571.
- 226 **Lussi A. (2006)**, Jaeggi T., *Chemical factors*, Monographs Oral Sci. 20 (2006) 77-87.
- 227 **Magne P. (1999)**, Oh W., Pintado M., DeLong R., *Wear of enamel and veneering ceramics after laboratory and chairside finishing procedures*, J Prosthet Dent 82 (1999) 669-679.
- 228 **Mair L.H. (1992)**, *Wear in dentistry—current terminology*, J. Dentistry 20 (1992) 140–144.
- 229 **Mair L.H. (1996)**, Strlarski T.A., Vowles R.W., Loyd C.H., *Wear: mechanisms, manifestations and measurement Report of a workshop*, J. Dentistry 24 (1996) 141–148.
- 230 **Majstorović A. (1988)**, Đukić V., *Ispitivanje mašinskih materijala*, Naučna knjiga, Beograd, 1998.
- 231 **Mandel L. (2005)**, *Dental erosion due to wine consumption*, J Am Dent Assoc. 136(1) (2005) 71-75.
- 232 **Martínez-Gomis J. (2003)**, Bizar J., Anglada J.M., Samsó J., Peraire M., *Comparative evaluation of four finishing systems on one ceramic surface*, Int. J. Prosthodont 16 (2003) 74-77.
- 233 **Martinović Ž. (2000)**, *Osnovi dentalne morfologije, II izdanje*, Službeni glasnik, Beograd, 2000.
- 234 **Marwan S. Al-Haik (2009)**, Trinkle S., Garcia D., Yang F., Martinez U., Sumali H., Miltenberger S., *Investigation of the nanomechanical and tribological properties of dental materials*, Int. J. Theoretical and Applied Multiscale Mechanics 1(2009) 1-15.
- 235 **Mass M. (1994)**, *A scanning electron-microscope study of in vitro abrasion of mammalian tooth enamel under compressive loads*, Arch. Oral Biol. 39 (1994) 1–11.

- 236 **McCracken M. (2000)**, O'Neal S.J., *Dental erosion and aspirin headache powders: a clinical report*, J Prosthodont 9(2) (2000) 95-98.
- 237 **Mckinney J.E. (1982)**, Wu W., *Relationship between subsurface damage and wear of dental restorative composites*, J. Dental Res. 61 (1982) 1083-1088.
- 238 **McMillan P.W. (1979)**, *Glass-Ceramics*, Academic Press Inc., London, 1979.
- 239 **Mecholsky J.J. (1977)**, Freiman S.W., Rice R.W., *Effect of Grinding on Flaw Geometry and Fracture of Glass*, J. Am. Ceram. Soc. 60 (1977) 114-117.
- 240 **Mehulic K. (2010)**, Svetlicic V., Segota S., Vojvodic D., Kovacic I., Katanec D., Petricevic N., Glavina D., Celebic A., *A Study of the Surface Topography and Roughness of Glazed and Unglazed Feldspathic Ceramics*, Coll. Antropol 34 (2010) 235-238.
- 241 **Min-Soo S. (2008)**, Young-Hun C., Seock-Sam K., *Friction and wear behavior of structural ceramics sliding against zirconia*, Wear 264 (2008) 800-806.
- 242 **Mitov G. (2012)**, Heintze S.D., Walz S., Woll K., Muecklich F., Pospiech P., *Wear behavior of dental Y-TZP ceramic against natural enamel after different finishing procedures*, Dental Materials 28 (2012) 909-918.
- 243 **Miyazaki T. (2013)**, Nakamura T., Matsumura H., Ban S., Kobayashi T., *Current status of zirconia restoration*, Journal of Prosthodontic Research 57 (2013) 236-261.
- 244 **Mjor I.A. (1972)**, *Human coronal dentine: structure and reactions*, Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endodontics 33 (1972) 810-823.
- 245 **Mjor I.A. (1985)**, *Dentin-predentin complex and its permeability: Pathology and treatment overview*, J Dent Res 64 (1985) 621-627.
- 246 **Molla R.A. (2009)**, Kumar B.V.M., Basu B., *Friction and wear mechanisms of $K_2O-B_2O_3-Al_2O_3-SiO_2-MgO-F$ glass-ceramics*, Journal of the European Ceramic Society 29 (2009) 2481-2489.
- 247 **Monasky G.E. (1971)**, Taylor D.F., *Studies in the wear of porcelain, enamel and gold*, J. Prosthetic Dentistry 25 (1971) 299-306.
- 248 **Morgan M. (2004)**, *Finishing and polishing of direct posterior resin restorations*, Pract Proced Aesthet Dent 16 (2004) 211-217.
- 249 **Mukherjee S. (2012)**, *Applied Mineralogy: Applications in Industry and Environment*, Springer Science & Business Media, 2012.
- 250 **Mutone V. (2008)**, *Estetica su zirconia-proprietà ottiche*. In: Piconi C., Rimondini L., Cerroni L., *La Zirconia in Odontoiatria*. Milano: Elsevier Masson, 2008.
- 251 **Nagarajan V. (1996)**, Jahanmir S., *The relationship between microstructure and wear of mica-containing glass-ceramics*, Wear 200 (1996) 176-185.
- 252 **Nagarajan V.S. (2000)**, Hockey B.J., Jahanmir S., *Contact wear mechanisms of a dental composite with high filler content*, J. Mater. Sci. 35 (2000) 487-496.

- 253 **Nagarajan V.S. (2004)**, Jahanmir S., Thompson V.P., *In vitro contact wear of dental composites*, Dental Mater. 20 (2004) 63–71.
- 254 **Nicholson J.W. (2007)**, *Polyacid-modified composite resins ('compomers') and their use in clinical dentistry*, Dental Mater. 23 (2007) 615–622.
- 255 **NTMDT (2016)** [Online] <http://www.ntmdt-tips.com/products/view/nsg10> [Accessed: 05.03.2016.]
- 256 **Odatsu T. (2013)**, Jimbo R., Wennerberg A., Watanabe I., Sawase T., *Effect of polishing and finishing procedures on the surface integrity of restorative ceramics*, Am J Dent 26 (2013) 51-55.
- 257 **Oginni A.O. (2003)**, Olusile A.O., Udoeye C.I., *Non-cariou cervical lesions in a Nigerian population: abrasion or abfraction?* Int. Dental J. 53 (2003) 275–279.
- 258 **Oh W. (2002)**, DeLong R., Anusavice K.J., *Factors affecting enamel and ceramic wear: a literature review*, J. Prosthetic Dentistry 87 (2002) 451–459.
- 259 **Ohkubo C. (2000)**, Shimura I., Aoki T., Hanatani S., Hosoi T., Okabe T., *In vitro wear assessment of titanium alloy teeth*, in: Proc. Int. Tribology Conf., Nagasaki, Japan, pp. 1479–1483, 2000.
- 260 **Ohkubo C. (2003)**, Shimura I., Aoki T., Hanatani S., Hosoi T., Hattori M., Oda Y., Okabe T., *Wear resistance of experimental Ti–Cu alloys*, Biomaterials 24 (2003) 3377–3381.
- 261 **Oliver W.C. (1992)**, Pharr G.M., *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, Journal of Materials Research 7 (1992) 1564-1583.
- 262 **Olivera A. (2008)**, Marques M., *Esthetic restorative materials and opposing enamel wear*, Oper Dent 33 (2008) 332-337.
- 263 **Ono M. (2007)**, Nikaido T., Ikeda M., *Surface properties of resin composite materials relative to biofilm formation*, Dent Mater J 26 (2007) 613-622.
- 264 **Palaci I. (2007)**, *Atomic Force Microscopy Studies of Nanotribology and Nanomechanics*, École Polytechnique Federale De Lausanne, Suisse, 2007.
- 265 **Palaniappan S. (2013)**, Celis J.-P., Meerbeek B.V., Peumanas M., Lambrechts P., *Correlating in vitro scratch test with in vivo contact free occlusal area wear of contemporary dental composites*, Dental Materials 29 (2013) 259-268.
- 266 **Palin W.M. (2005)**, Fleming G.J.P., Burke F.J.T., Marquis P.M., Pintado M.R., Randall R.C., Douglas W.H., *The friction coefficients and associated wear resistance of novel low-shrink resin-based composites*, Dental Mater. 21 (2005) 1111–1118.
- 267 **Pantić M. (2015)**, Mitrović S., Babić M., Jevremović D., Džunić D., Živić F., Adamović D., *AFM Surface Roughness and Topography Analysis of Lithium Disilicate Glass Ceramic*, 14th International Conference on Tribology, Serbiatrib '15, Belgrade, Serbia, 13 – 15 May 2015, pp. 514-521.

- 268 **Pantić M. (2015a)**, Mitrović S., Babić M., Jevremović D., Kanjevac T., Džunić D., Adamović D., *AFM Surface Roughness and Topography Analysis of Lithium Disilicate Glass Ceramic*, *Tribology in Industry* 37(4) (2015) 391-399.
- 269 **Pantić M. (2016)**, Mitrović S., Babić M., Jevremović D., Džunić D., Kanjevac T., Adamović D., *Effects of Different Finishing Procedure onto Nanomechanical and Nanotribological Characteristics of Lithium Disilicate Glass Ceramics*, *Tribological Journal BULTRIB* 6 (2016) 137-146.
- 270 **Park J.H. (2014)**, Park S., Lee K., Yun K.D., Lim H.P., *Antagonist wear of three CAD/CAM anatomic contour zirconia ceramics*, *J Prosthet Dent* 111 (2014) 20–29.
- 271 **Patterson C.J. (1992)**, McLundie A.C., Stirrups D.R., Taylor W.G., *Efficacy of a porcelain refinishing system in restoring surface finish after grinding with fine and extra-fine diamond burs*, *J Prosthet Dent* 68 (1992) 402-406.
- 272 **Pergamalian A. (2003)**, Rudy T.E., Zaki H.S., Greco C.M., *The association between wear facts, bruxism, and severity of facial pain in patients with temporomandibular disorders*, *J. Prosthetic Dentistry* 90 (2003) 194–200.
- 273 **Petzow G. (1982)**, Kaysser W.A., Amtenbrink M., *Materials science monographs 14, Sintering theory and practice*, edited by Kolar D., Pejovnik S., Ristic M.M., Elsevier, Amsterdam, Oxford, New York, 1982.
- 274 **Phase T. (2016)** [Online] <http://slideplayer.com/slide/227236/> [Accessed: 07.06.2016.]
- 275 **Piconi C. (1999)**, Maccauro G., *Zirconia as a ceramic biomaterial*, *Biomaterials* 20 (1999) 1–25.
- 276 **Piconi C. (2008)**, *Proprietà della zirconia*. In: Piconi C., Rimondini L., Cerroni L., editors. *La Zirconia in Odontoiatria*. Milano: Elsevier Masson, 2008.
- 277 **Pigno M.A. (2001)**, Hatch J.P., Rodrigues-Garcia R.C.M., Sakai S., Rugh J.D., *Severity, distribution, and correlates of occlusal tooth wear in a sample of Mexican–American and European–American adults*, *Int. J. Prosthodontics* 14 (2001) 65–70.
- 278 **Pintado M.R. (1997)**, Anderson G.C., DeLong R., Douglas W.H., *Variation in tooth wear in young adults over a two-year period*, *J. Prosthetic Dentistry* 77 (1997) 313–320.
- 279 **Pocketdentistry (2016)**, [Online] <http://pocketdentistry.com/biological-mineral/> [Accessed: 01.05.2016.]
- 280 **Pöhl F. (2016)**, Huth S., Theisen W., *Detection of the indentation-size-effect (ISE) and surface hardening by analysis of the loading curvature C*, *International Journal of Solids and Structures* 84 (2016) 160-166.
- 281 **Powers J. (1988)**, Bayne S.C., *Friction and wear of dental materials ASM Handbook*, vol. 18, Friction, Lubrication and Wear Technology (Metals Park, OH: ASTM) pp 666–681.

- 282 **Powers J.M. (2006)**, Sakaguchi R. L., *Craig's Restorative Dental Materials*, Elsevier, St. Louis, 2006.
- 283 **Powers J.M. (2008)**, Wataha J.C., *Dental Materials: Properties and Manipulation*, Elsevier, St. Louis, 2008.
- 284 **Prakki A. (2005)**, Cilli R., Mondelli R.F.L., Kalachandra S., Pereira J.C., *Influence of pH environment on polymer based dental material properties*, J. Dentistry 33 (2005) 91–98.
- 285 **Preis V. (2011)**, Behr M., Kolbeck C., Hahnel S., Handel G., Rosentritt M., *Wear performance of substructure ceramics and veneering porcelains*, Dental Materials 27(8) (2011) 796-804.
- 286 **Preis V. (2012)**, Behr M., Handel G., Schneider-Feyrer S., Hahnel S., Rosentritt M., *Wear performance of dental ceramics after grinding and polishing treatments*, Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials 10 (2012) 13-22.
- 287 **Preis V. (2013)**, Weiser F., Handel G., Rosentritt M., *Wear performance of monolithic dental ceramics with different surface treatments*, Quintessence International 44 (2013) 393–405.
- 288 **Raigrodski A.J. (2004)**, *Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: A review of the literature*, J Prosthet Dent 92 (2004) 557-562.
- 289 **Ramalho A. (2007)**, Antunes P.V., *Reciprocating wear test of dental composites against human teeth and glass*, Wear 263 (2007) 1095–1104.
- 290 **Ramp M.H. (1997)**, Suzuki S., Cox C.F., Lacefield W.R., Koth D.L., *Evaluation of wear: enamel opposing three ceramic materials and a gold alloy*, J Prosthet Dent 77 (1997) 523-530.
- 291 **Randall R.C. (1999)**, Wilson N.H.F., *Clinical testing of restorative materials: some historical landmarks*, J. Dentistry 27 (1999) 543–550.
- 292 **Rashid H. (2012)**, *Comparing glazed and polished ceramic surfaces using confocal laser scanning microscopy*, J Adv Microscop Res 7 (2012) 208-213.
- 293 **Rashid H. (2014)**, *The effect of surface roughness on ceramics used in dentistry: A review of literature*, European Journal of Dentistry 8(4) (2014) 571-579.
- 294 **Ratledge D.K. (1994)**, Smith B.G.N., Wilson R.F., *The effect of restorative materials on the wear of human enamel*, J Prosthet Dent 72 (1994) 194-203.
- 295 **Rees J.S. (1998)**, *The role of cuspal flexure in the development of abfraction lesions: a finite element study*, Eur. J. Oral Sci. 106 (1998) 1028–1032.
- 296 **Rees J.S. (2003)**, Jagger D.C., *Abfraction lesions: myth or reality?*, J. Esthetic Restorative Dentistry 15 (2003) 263–271.
- 297 **Rekov E.D. (1997)**, van Thompson P., Jahanmir S., Nagarajan R., *Wear in the unique environment of the mouth*, Second Joint American–Eastern European Conf. New Materials and Technologies in Tribology, Gomel, Belarus, p 45, 1997.

- 298 **Ren Y.-F. (2009)**, Amin A., Malmstrom H., *Effects of tooth whitening and orange juice on surface properties of dental enamel*, J Dent. 37(6) (2009) 424-31.
- 299 **Rieth P.H. (1976)**, Reed J.S., Naumann A.W., *Fabrication and flexural strength of ultra-fine grained yttria-stabilised zirconia*, Bull Am Ceram Soc 55 (1976) 717.
- 300 **Ritzberger C. (2016)**, Schweiger M., Höland W., *Principles of crystal phase formation in Ivoclar Vivadent glass-ceramics for dental restorations*, Journal of Non-Crystalline Solids 432 (2016) 137-142.
- 301 **Rizkalla A.S. (2004)**, Jones D.W., *Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials*, Dent Mater 20(2) (2004) 207-212.
- 302 **Rosentritt M. (2012)**, Preis V., Behr M., Hahnel S., Handel G., Kolbeck C., *Two-body wear of dental porcelain and substructure oxide ceramics*, Clinical Oral Investigations 16 (2012) 935-43.
- 303 **Ruff O. (1929)**, Ebert F., Stephen E., *Contributions to the ceramics of highly refractory materials: II, System Zirconia-Lime*, Z Anorg Allg Chem 180 (1929) 215-224.
- 304 **Saiki O. (2016)**, Koizumi H., Akazawa N., Kodaira A., Okamura K., Matsumura H., *Wear characteristics of polished and glazed lithium disilicate ceramics opposed to three ceramic materials*, Journal of Oral Science 58(1) (2016) 117-123.
- 305 **Sajewicz E. (2006)**, *On evaluation of wear of tooth enamel and dental materials*, Wear 260 (2006) 1256-1261.
- 306 **Sajewicz E. (2007)**, Kulesza Z., *A new tribometer for friction and wear studies of dental materials and hard tooth tissues*, Tribol. Int. 40 (2007) 885-895.
- 307 **Sakar-Deliormanli A. (2006)**, Guden M., *Microhardness and fracture toughness of dental materials by indentation method*, J Biomed Mater Res B Appl Biomater 76(2) (2006) 257-264.
- 308 **Sandhaus S. (1994)**, Pasche H., *Tenon radicaire en zircone pour la realisation d'inlay-cores tout ceramiques*, Tribune dentaire 2 (1994) 2-17.
- 309 **Sano H. (1994)**, Ciucchi B., Matthews W.G., Pashley D.H., *Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin*, J Dent Res 73 (1994) 1205-1211.
- 310 **Sarac D. (2006)**, Sarac Y.S., Yuzbasioglu E., Bal S., *The effects of porcelain polishing systems on the color and surface texture of feldspathic porcelain*, J Prosthet Dent 96(2) (2006) 122-128.
- 311 **Sarikaya I. (2010)**, Güler A.U., *Effects of different polishing techniques on the surface roughness of dental porcelains*, J Appl Oral Sci 18 (2010) 10-16.
- 312 **Sato S. (2000)**, Hotta T.H., Pedrazzi V., *Removable occlusal overlay splint in the management of tooth wear: a clinical report*, J. Prosthetic Dentistry 83 (2000) 392-395.

- 313 **Sato T. (1985)**, Shimada M., *Transformation of Yttria-Doped Tetragonal ZrO₂-Polycrystals by Annealing in Water*, J. Am. Ceram. Soc. 68(6) (1985) 356–359.
- 314 **Sato T. (1986)**, Ohtaki S., Endo T., Shimada M., *Improvement of Thermal Stability of Yttria-Doped Tetragonal Zirconia Polycrystals by Alloying with Various Oxides*, Int. J. High Technology Ceramics 2 (1986) 167–177.
- 315 **Schmalz G. (2009)**, Arenholt-Bindslev D., *Biocompatibility of Dental Materials*, Springer, Berlin, 2009.
- 316 **Scholtanus J.D. (2007)**, Huysmans M.-C.D.N.J.M., *Clinical failure of class-II restorations of a highly viscous glass-ionomer materials over a 6-year period: a retrospective study*, J. Dentistry 35 (2007) 156–162.
- 317 **Schuh C. (2005)**, Kinast E.J., Mezzomo E., Kapczinski M.P., *Effect of glazed and polished surface finishes on the friction coefficient of two low-fusing ceramics*, J Prosthet Dent 93(3) (2005) 245-252.
- 318 **Schuh C.A. (2003)**, Nieh T.G., *A nanoindentation study of serrated flow in bulk metallic glasses*, Acta Mater. 51 (2003) 87–99.
- 319 **Schweiger M. (2008)**, Rheinberger V., Burke H., Höland W., *Lithium silicate materials*, US patent 2008/0125303A1.
- 320 **Scotti R. (2007)**, Kantorski K.Z., Monaco C., Valandro L.F., Ciocca L., Bottino M.A., *SEM evaluation of in situ early bacterial colonization on a Y-TZP ceramic: A pilot study*, Int J Prosthodont 20 (2007) 419-422.
- 321 **Seghi R.R. (1991)**, Rosenstiel S.F., Bauer P., *Abrasion of human enamel by different dental ceramics in vitro*, J Dent Res 70 (1991) 221-225.
- 322 **SemLab (2011)**, *Brošura SEM-EDS uređaja JEOL JSM-6610 LV*, Univerzitet u Beogradu, Rudarsko geološki fakultet, Beograd, 2011.
- 323 **Sengupta A. (1999)**, Whittaker D.K., Barber G., Rogers J., Musgrave J.H., *The effects of dental wear on third molar eruption and on the curve of spee in human archaeological dentitions*, Arch. Oral Biol. 44 (1999) 925–934.
- 324 **Sergueeva A.V. (2005)**, Mara N.A., Kuntz J.D., Lavernia E.J., Mukherjee A.K., *Shear band formation and ductility in bulk metallic glass*, Philos. Mag. 85 (2005) 2671–2687.
- 325 **Shah K. (2008)**, Holloway J., Denry I.L., *Effect of coloring with various metal oxides on the micro-structure, color, and flexural strength of 3Y-TZP*, J Biomed Mater Res: Appl Biomater 87B (2008) 327–337.
- 326 **Sharma S. (2013)**, et al., *On the optical microscopic method for the determination of ball-on-flat surface linearly reciprocating sliding wear volume*, Wear 300(1-2) (2013) 82-89.
- 327 **Shelby J.E. (2005)**, *Introduction to glass science and technology, 2nd Edition*, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, 2005.
- 328 **Shen J.Z. (2014)**, Kosmač T., *Advanced Ceramics for Dentistry*, Elsevier, USA, 2014.

- 329 **Singh R.K. (2015)**, Gupta P., Sharma O.P., Ray S.S., *Homogeneous synthesis of cellulose fatty esters in ionic liquid (1-butyl-3-methylimidazolium chloride) and study of their comparative antifriction property*, Journal of Industrial and Engineering Chemistry 24 (2015) 14-19.
- 330 **Sinmazisik G. (2006)**, Ovecoglu M.L., *Physical properties and microstructural characterization of dental porcelains mixed with distilled water and modeling liquid*, Dent Mater 22(8) (2006) 735-745.
- 331 **Smith B.G.N. (1984)**, Knight J.K., *An index for measuring tooth wear*, Br. Dental J. 156 (1984) 435-438.
- 332 **Smith C.M. (2014)**, Jiang D., Gong J., Yin L., *Determination of the mechanical behavior of lithium disilicate glass ceramics by nanoindentation & scanning probe microscopy*, Materials Chemistry and Physics 148 (2014) 1036-1044.
- 333 **Soares Jr. P.C. (2004)**, Lepienski C.M., *Residual stress determination on lithium disilicate glass-ceramic by nanoindentation*, J. Non-Cryst. Solids 348 (2004) 139-143.
- 334 **Song M. (2013)**, Liu Y., He X., Bei H., Hu W., Liu F., Li Z., *Nanoindentation creep of ultrafine-grained Al_2O_3 particle reinforced copper composites*, Materials Science and Engineering: A 560 (2013) 80-85.
- 335 **Stanford (2016)**, [Online]
<http://www.stanfordchildrens.org/en/topic/default%3Fid%3D anatomy-and-development-of-the-mouth-and-teeth-90-P01872&rct> [Accessed: 02.05.2016.]
- 336 **Stawarczyk B. (2013)**, Ozcan M., Schmutz F., Trottmann A., Roos M., Hammerle F., *Two-body wear of monolithic, veneered and glazed zirconia and their corresponding enamel antagonists*, Acta Odontol Scand 71 (2013) 102-112.
- 337 **Steinberg D. (1995)**, Klinger A., Kohavi D., Sela M.N., *Adsorption of human salivary proteins to titanium powder: I. Adsorption of human salivary albumin*, Biomaterials 16 (1995) 1339-1343.
- 338 **Stempflé P. (2012)**, Takadom J., *Multi-asperity nanotribological behavior of single-crystal silicon: Crystallography-induced anisotropy in friction and wear*, Tribology International 48 (2012) 35-43.
- 339 **Subbarao E.C. (1974)**, Mati H.S., Srivastava K.K., *Phase Transformation in Zirconia*, Phys. Status Solidi A 21(1) (1974) 9-40.
- 340 **Swadener J.G. (2002)**, George E.P., Pharr G.M., *The correlation of the indentation size effect measured with indenters of various shapes*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids 50(4) (2002) 681-694.
- 341 **Swain M.V. (1979)**, *Micro-Fracture About Scratches in Brittle Solids*, Proc. R. Soc. Lond., A (Math Phys Sci) 366 (1979) 275-297.
- 342 **Szabo I. (2000)**, Nagy B., Volksch G., Holand W., *Structure, chemical durability and microhardness of glass-ceramics containing apatite and leucite crystals*, J Non-Cryst solids 272(2-3) (2000) 191-199.

- 343 **Štefanac I. (2011)**, *Kompozitni materijali u stomatologiji*, Polimeri 32(3-4) (2011) 136-138.
- 344 **Štefančić S. (2013)**, Ćurković L., Baršić G., Majić-Renjo M., Mehulić K., *Investigation of Glazed Y-TZP Dental Ceramics Corrosion by Surface Roughness Measurement*, Acta stomatol Croat. 47(2) (2013) 163-168.
- 345 **Taher S.M. (2000)**, *A specimen preparation technique to study the organic phase of tooth enamel under scanning electron microscopy*, Mater. Res. Bull. 35 (2000) 1725-1735.
- 346 **Taylor D.F. (1994)**, Bayne S.C., Leinfelder K.F., Davis S., Koch G.G., *Pooling of long term clinical wear data for posterior composites*, Am. J. Dentistry 7 (1994) 167-174.
- 347 **Tholt de Vasconcellos B. (2006)**, Miranda-Junior W.G., Prioli R., Thompson J., Oda M., *Surface roughness in ceramics with different finishing techniques using atomic force microscope and profilometer*, Oper Dent. 31(4) (2006) 442-449.
- 348 **Thompson J.Y. (2007)**, Stoner B.R., Piascik J.R., *Ceramics for restorative dentistry: critical aspects for fracture and fatigue resistance*, Mater. Sci. Eng. C 27 (2007) 565-569.
- 349 **Touati B. (1999)**, Miara P., Nathanson D., *Esthetic Dentistry and Ceramic Restorations*, Martin Dunitz, London, 1999.
- 350 **Tselepis M. (1994)**, Brockhurst P., West V.C., *The dynamic frictional resistance between orthodontic brackets and arch wires*, Am. J. Orthodontics Dentofacial Orthopedics 106 (1994) 131-138.
- 351 **Turker S.B. (2002)**, Biskin T., *The effect of bleaching agents on the microhardness of dental aesthetic restorative materials*, J Oral Rehabil 29(7) (2002) 657-661.
- 352 **Ubassy G. (1993)**, *Shape and Color: the Key to Successful Ceramic Restorations*, Quintessence, Chicago, 1993.
- 353 **Upadhyay D. (2006)**, Panchal M.A., Dusbey R.S., Srivastava V.K., *Corrosion of alloys used in dentistry: a review*, Mater. Sci. Eng. A 432 (2006) 1-11.
- 354 **Vallittu P. (2013)**, *Non-metallic biomaterials for tooth repair and replacement*, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 2013.
- 355 **Van Noort R. (2004)**, Gjerdet N., Schedle A., Bjokman L., Berglund A., *An overview of the current status of national reporting systems for adverse reactions to dental materials*, J. Dentistry 32 (2004) 351-358.
- 356 **Van Noort R. (2007)**, *Introduction to dental Materials*, Elsevier, Philadelphia, 2007.
- 357 **Vencel A. (2011)**, Arostegui S., Favaro G., Živić F., Mrdak M., Mitrović S., Popović V., *Evaluation of adhesion/cohesion bond strenght of the thick plasma spray coatings by scratch testing on coatings cross-sections*, Tribology International 44(11) (2011) 1281-1288.

- 358 **Vencel A. (2013)**, Rajković V., Živić F., Mitrović S., Cvijović-Alagić I., Jovanović M., *The effect of processing techniques on microstructural and tribological properties of copper-based alloys*, Applied Surface Science 280 (2013) 646-654.
- 359 **Veneers (2016)**, [Online] <http://www.perfectsmiles.com/dental-blog/wp-content/uploads/2015/09/dental-veneers.png> [Accessed: 10.11.2016.]
- 360 **Völkel T. (2006)**, *Report No 17 - Research and Development Ivoclar Vivadent AG*, FL-9494 Schaan / Liechtenstein, 2006.
- 361 **Vujošević Lj. (1997)**, Stamenković D., Obradović-Đuričić K., Pavlović G., Popović G., *Stomatološki materijali*. Medicinska knjiga, Medicinske komunikacije, Beograd, 1997.
- 362 **Wachtman J.B. (2009)**, Roger Cannon W., John Matthewson M., *Mechanical properties of ceramics*. John Wiley & Sons, USA, 2009.
- 363 **Wang L. (2012)**, Liu Y., Si W., Feng H., Tao Y., Ma Z., *Friction and wear behaviors of dental ceramics against natural tooth enamel*, J. Eur. Ceram. Soc. 32 (2012) 2599-2606.
- 364 **Wang R.Z. (1998)**, Weiner S., *Strain-structure relations in human teeth using moiré fringes*, J. Biomech. 31 (1998) 135-141.
- 365 **Waterhouse R.B. (1981)**, *Fretting Fatigue*, London: Elsevier Applied Science, 1981.
- 366 **Waters N.E. (1980)**, *Some mechanical and physical properties of teeth* *Mechanical Properties of Biological Material*, ed JFV Vincent and D Currey, Cambridge: Cambridge University Press, 1980.
- 367 **West N.X. (1998)**, Maxwell A., Hughes J.A., Parker D.M., Newcombe R.G., Addy M., *A method to measure clinical erosion. The effect of orange juice consumption on erosion of enamel*, J. Dentistry 26 (1998) 329-336.
- 368 **Wiegand A. (2014)**, Schlueter N., *The role of oral hygiene: does toothbrushing harm?*, Monogr Oral Sci. 25 (2014) 215-219.
- 369 **Willems G. (2001)**, Clocheret K., Celis J.P., Verbeke G., Chatzicharalampous E., Carels C., *Frictional behavior of stainless steel bracketwire combinations subjected to small oscillating displacements*, Am. J. Orthodontics Dentofacial Orthopedics 120 (2001) 371-377.
- 370 **Wolten G.M. (1963)**, *Diffusionless Phase Transformations in Zirconia and Hafnia*, J. Am. Ceram. Soc. 46(9) (1963) 418-422.
- 371 **Xu H.H.K. (1996)**, Smith D.T., Jahanmir S., *Influence of microstructure on indentation and machining of dental glass-ceramics*, J. Mater. Res. 11 (1996) 2325-2337.
- 372 **Xu H.H.K. (1998)**, Smith D.T., Jahanmir S., Romberg E., Kelly J.R., Thompson V.P., Rekow E.D., *Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin*, J. Dental Res. 77 (1998) 472-480.

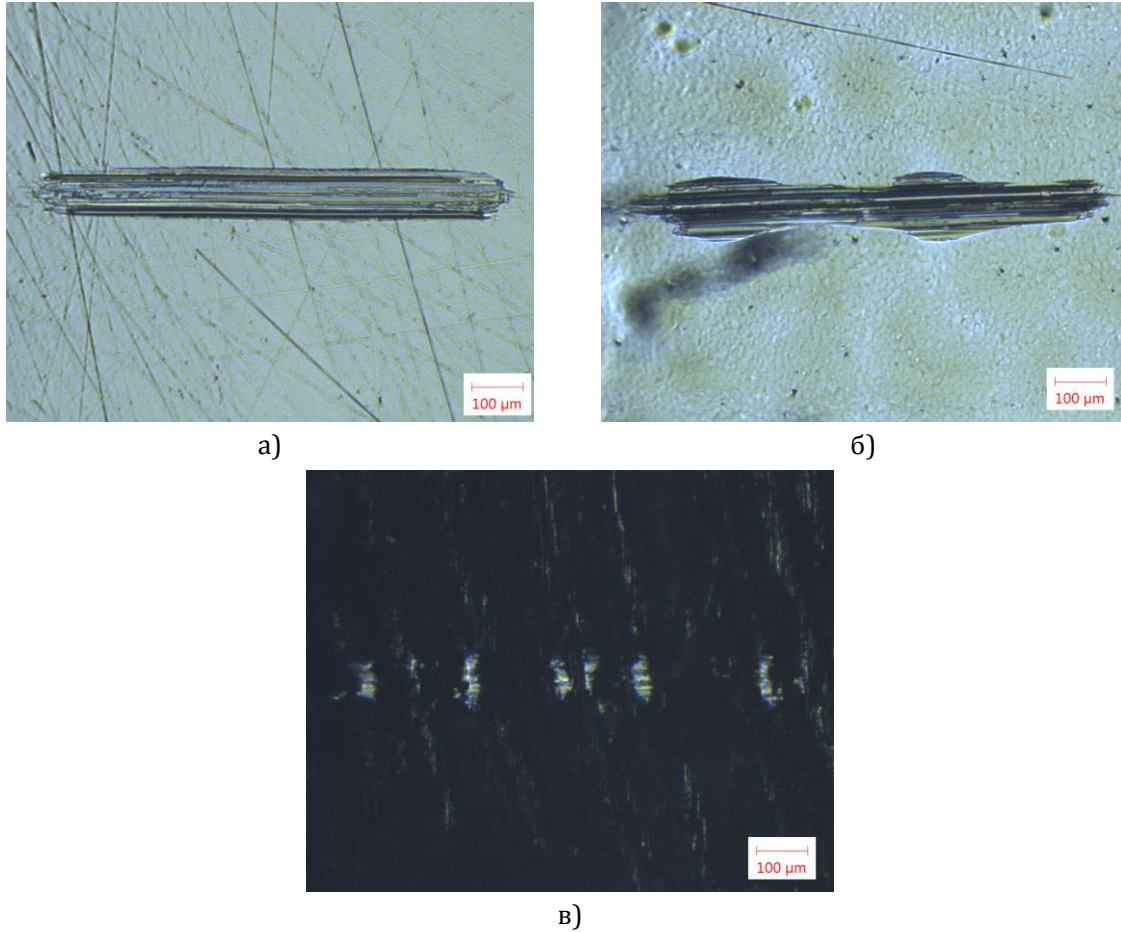
- 373 **Xu H.H.K. (2004)**, Quinn J.B., Giuseppetti A.A., Eichmiller F.C., Parry E.E., Schumacher G.E., *Three-body wear of dental resin composites reinforced with silica-fused whiskers*, Dental Mater. 20 (2004) 220–227.
- 374 **Yan J. (2006)**, Takakashi H., Gai X., Harada H., Tamaki J., Kuriyagawa T., *Load effects on the phase transformation of single-crystal silicon during nanoindentation tests*, Mater. Sci. Eng. A-Struct. 423 (2006) 19–23.
- 375 **Yan J. (2014)**, Zeng X., Ren T., Heide van der E., *Boundary lubrication of stainless steel and CoCrMo alloy based on phosphorous and boron compounds in oil-in-water emulsion*, Applied Surface Science 315 (2014) 415-424.
- 376 **Yan-Fang R. (2011)**, *Dental Erosion: Etiology, Diagnosis and Prevention*. ADA CERP – American Dental Association, 2011.
- 377 **Yang D.H. (2012)**, Park J.H., Yang H.S., Park S.W., Lim H.P., Yun K.D., et al., *Antagonist enamel wear to 3 CAD/CAM full contour zirconia ceramics*, in: 90th IADR, paper no. 1381, 2012.
- 378 **Yao N. (2005)**, Wang Z.L., *Handbook of microscopy for nanotechnology*. Kluwer Academic Publisher, USA, 2005.
- 379 **Yettram A.L. (1976)**, Wright K.W.J., Pickard H.M., *Finite element stress analysis of the crowns of normal and restored teeth*, J. Dental Res. 55 (1976) 1004–1011.
- 380 **Yin L. (2003)**, Jahanmir S., Ives L.K., *Abrasive machining of porcelain and zirconia with a dental handpiece*, Wear 255 (2003) 975–989.
- 381 **Yin L. (2004)**, Huang H., *Ceramic response to high speed grinding*, Mach. Sci. Technol. 8 (2004) 21–37.
- 382 **Yip K.H. (2004)**, Smales R.J., Kaidonis J.A., *Differential wear of teeth and restorative materials: clinical implications*, Int J Prosthodont 17 (2004) 350-356.
- 383 **Yondem I. (2011)**, Inan O., *The effect of different surface finishing procedures on surface roughness and toughness in all-ceramic restorations*, Int. J. Appl. Ceram. Technol. 8(2) (2011) 437-445.
- 384 **Yu H.Y. (2005)**, Cai Z.B., Zhou Z.R., Zhu M.H., *Fretting behavior of cortical bone against titanium and its alloy*, Wear 259 (2005) 910–918.
- 385 **Yu H.Y. (2006)**, Cai Z.B., Ren P.D., Zhu M.H., Zhou Z.R., *Friction and wear behavior of dental feldspathic porcelain*, Wear 261 (2006) 611–621.
- 386 **Zahn (2016)**, [Online] <http://www.zahn-zahnarzt-berlin.de/onlay.html> [Accessed: 07.05.2016.]
- 387 **Zandim D.L. (2008)**, Correa F.O.B., Rossa Junior C., Sampaio J.E.C., *In vitro evaluation of the effect of natural orange juices on dentin morphology*, Braz Oral Res. 22(2) (2008) 176-183.
- 388 **Zhang Y. (2008)**, Rao P.G., Lu M., Wu J.Q., *Mechanical properties of dental porcelain with different leucite particle sizes*, J Am Ceram Soc 91(2) (2008) 527-534.

- 389 **Zheng J. (2003)**, Zhou Z.R., Zhang J., Li H., Yu H.Y., *On the friction and wear behavior of human tooth enamel and dentin*, *Wear* 255 (2003) 967–974.
- 390 **Zheng J. (2006)**, Zhou Z.R., *Effect of age on the friction and wear behaviors of human teeth*, *Tribol. Int.* 39 (3) (2006) 266–273.
- 391 **Zheng J. (2007)**, Zhou Z.R., *Friction and wear behavior of human teeth under various wear conditions*, *Tribol. Int.* 40 (2007) 278–284.
- 392 **Zheng J. (2007a)**, Zhou Z.R., *Study of in vitro wear of human tooth enamel*, *Tribol. Lett.* 26 (2007) 181–189.
- 393 **Zheng J. (2011)**, Huang H., Shi M.Y., Zheng L., Qian L.M., Zhou Z.R., *In vitro study on the wear behaviour of human tooth enamel in citric acid solution*, *Wear* 271 (2011) 2313–2321.
- 394 **Zheng J. (2013)**, Li Y., Shi M.Y., Zhang Y.F., Qian L.M., Zhou Z.R., *Micro tribological behaviour of human tooth enamel and artificial hydroxyapatite*, *Tribology International* 63 (2013) 177–185.
- 395 **Zhou Z.R. (2006)**, Zheng J., *Oral tribology*, *Proc. Inst. Mech. Eng. J: J. Eng. Tribol.* 220 (2006) 739–754.
- 396 **Zhou Z.R. (2008)**, Zheng J., *Tribology of dental materials: a review*, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 41 (2008) 1–22.
- 397 **Zhou Z.R. (2013)**, Yu H.-Y., Zheng J., Qian L.-M., Yan Y., *Dental Biotribology*, Springer Science+Business Media, New York, 2013.
- 398 **Zum Gahr K.H. (1987)**, *Microstructure and wear of materials*. Amsterdam: Elsevier Science, 1987.
- 399 **Živić F. (2011)**, *Analiza procesa trenja i habanja nanokompozita sa metalnom osnovom*, Doktorska disertacija, Fakultet inženjerskih nauka Univerziteta u Kragujevcu, 2011.
- 400 **Živić F. (2011a)**, Babić M., Mitrović S., Vencl A., *Continuous control as alternative route for wear monitoring by measuring penetration depth during linear reciprocating sliding of Ti6Al4V alloy*, *Journal of Alloys and Compounds* 509(19) (2011) 5748–5754.
- 401 **Živić F. (2012)**, Babić M., Adamović D., Mitrović S., Todorović P., Favaro G., Pantić M., *Influence of the surface roughness on adhesion of chrome coatings on alloy tool steel X165CrMoV12*, *Journal of the Balkan Tribological Association* 18(2) (2012) 228–237.
- 402 **Živić F. (2013)**, Babić M., Grujović N., Mitrović S., Adamović D., *Influence of loose PMMA bone cement particles on the corrosion assisted wear of the orthopedic AISI 316LVM stainless steel during reciprocating sliding*, *Wear* 300 (2013) 65–77.

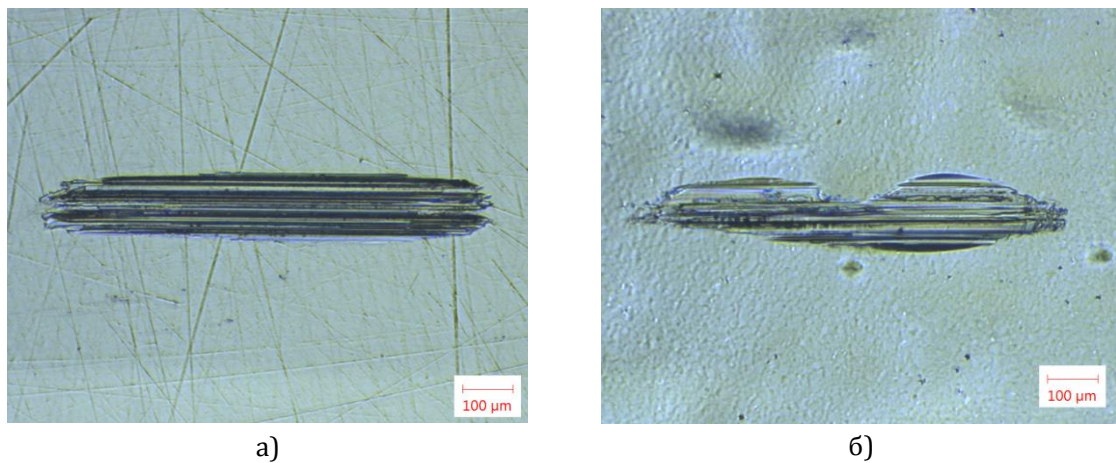
ПРИЛОГ

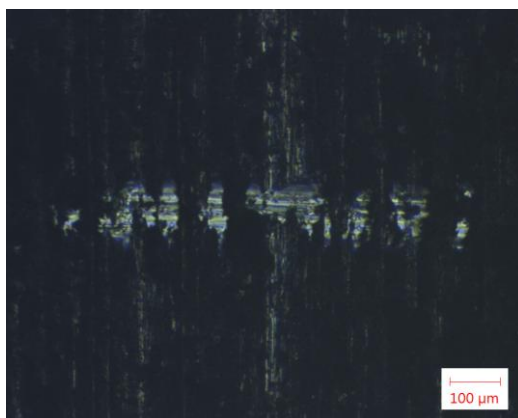
ПРИЛОГ 1 – Трагови хабања

Трагови хабања комерцијалног литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*) у контакту са Al_2O_3 куглицом при линерано наизменичном кретању, уз присуство вештачке пљувачке у зони контакта:



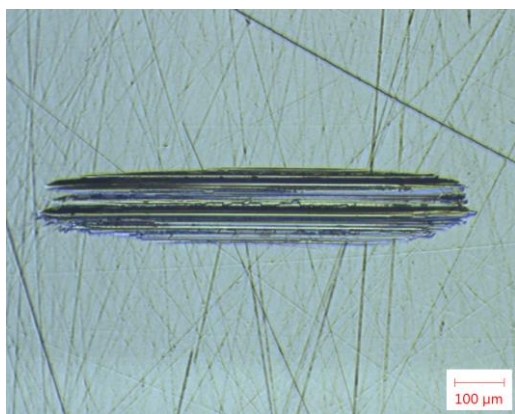
Слика 1 Оптички приказ трагова хабања комерцијалног литијум дисиликата при различитим завршним обрадама, $F_n=250\text{ mN}$, $v=8\text{ mm/s}$: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (5×)



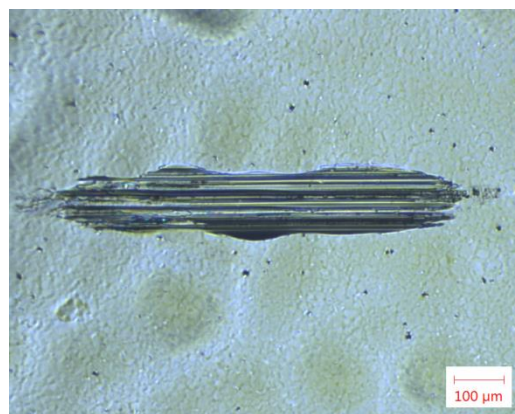


в)

Слика 2 Оптички приказ трагова хабања комерцијалног литијум дисиликата при различитим завршним обрадама, $F_n=500$ mN, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (5×)



а)



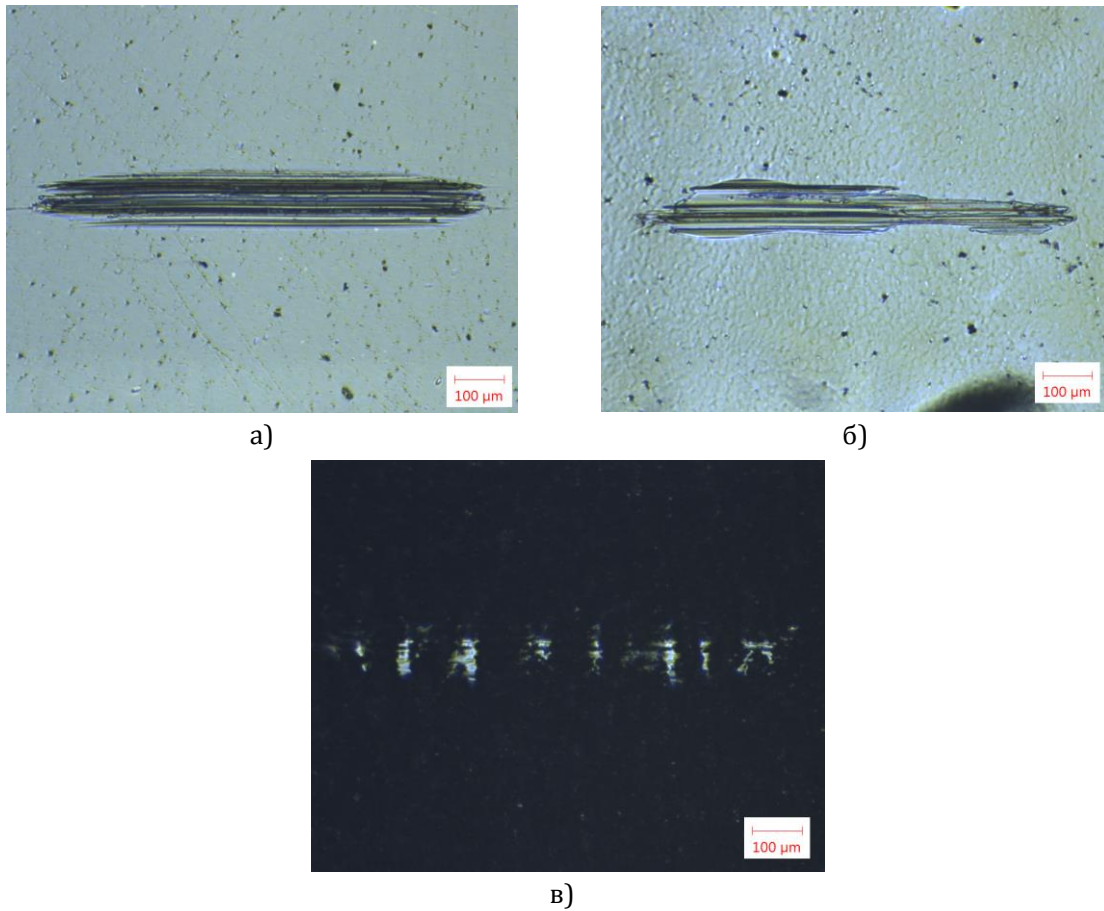
б)



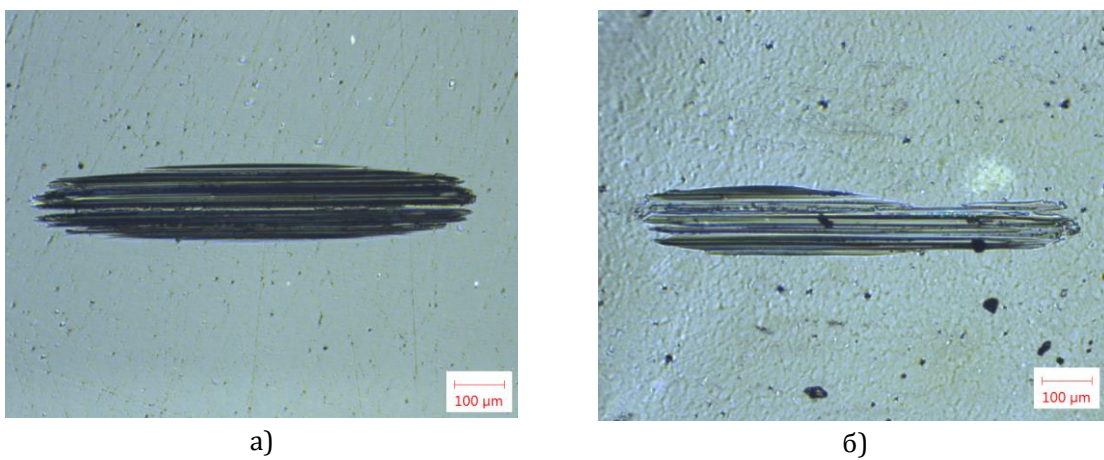
в)

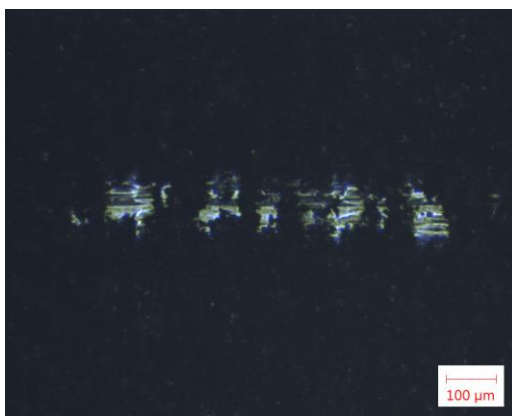
Слика 3 Оптички приказ трагова хабања комерцијалног литијум дисиликата при различитим завршним обрадама, $F_n=750$ mN, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (5×)

Трагови хабања комерцијалног леуцита (*IPS Empress CAD*) у контакту са Al_2O_3 куглицом при линерано наизменичном кретању, уз присуство вештачке пљувачке у зони контакта:



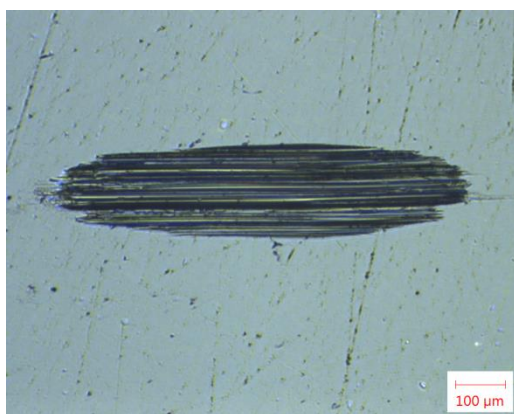
Слика 4 Оптички приказ трагова хабања комерцијалног леуцита при различитим завршним обрадама, $F_n=250\text{ mN}$, $v=8\text{ mm/s}$: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (5×)



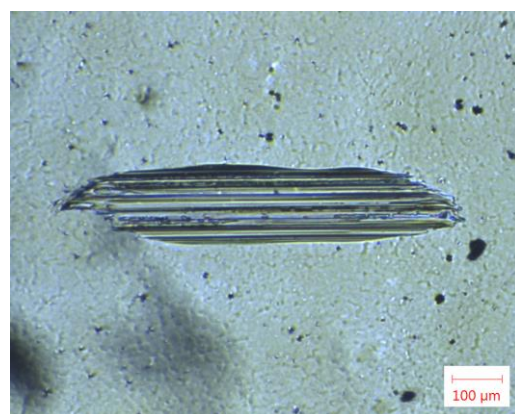


в)

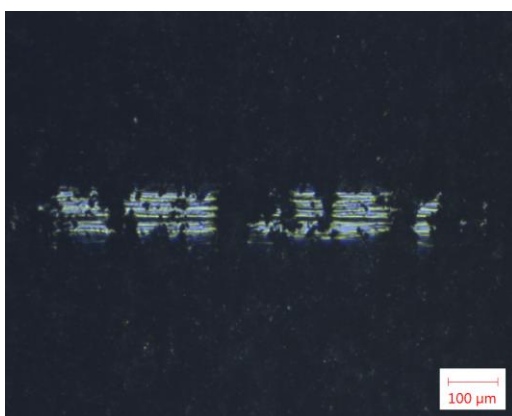
Слика 5 Оптички приказ трагова хабања комерцијалног леуцита при различитим завршним обрадама, $F_n=500$ mN, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (5×)



а)



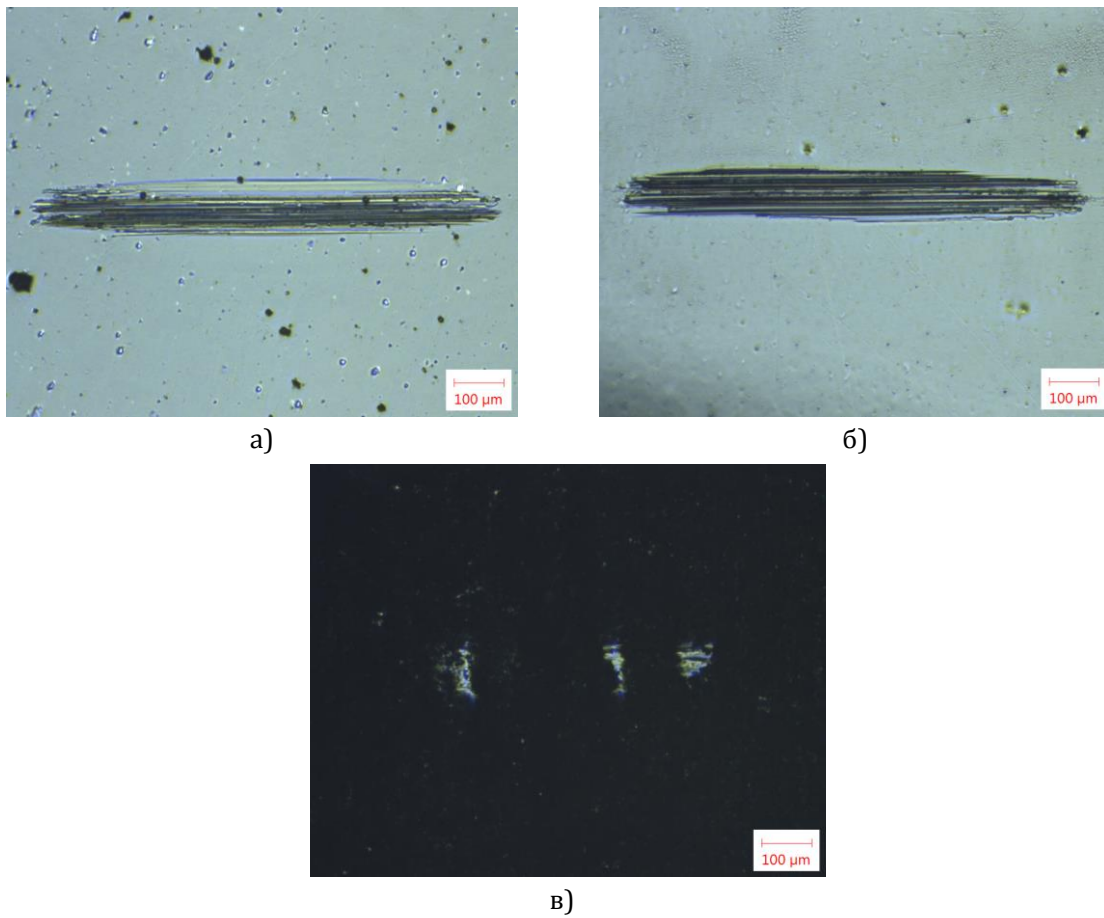
б)



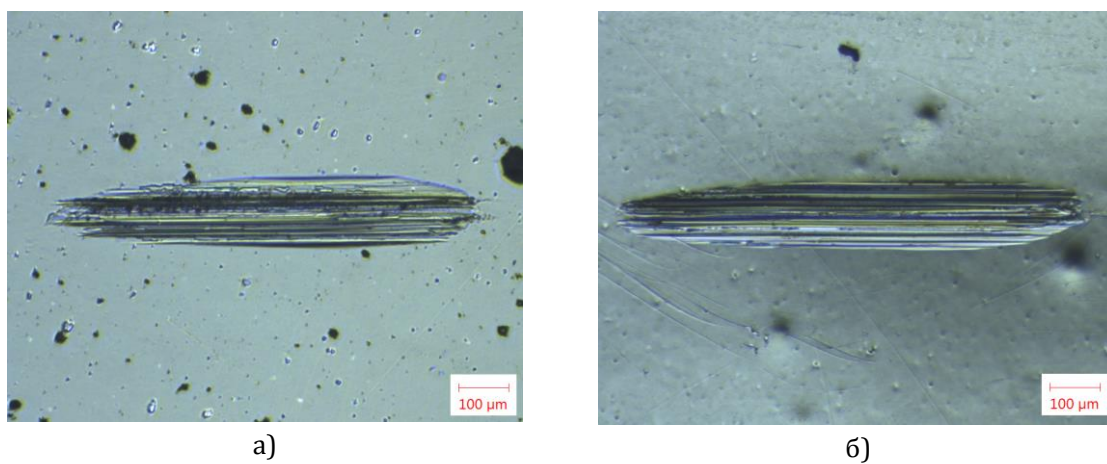
в)

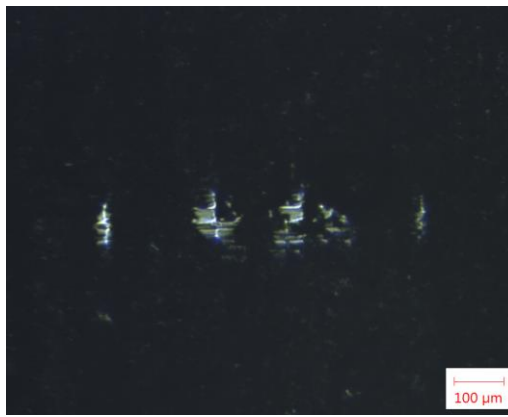
Слика 6 Оптички приказ трагова хабања комерцијалног леуцита при различитим завршним обрадама, $F_n=750$ mN, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (5×)

Трагови хабања комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) у контакту са Al_2O_3 куглицом при линерано наизменичном кретању, уз присуство вештачке пљувачке у зони контакта:



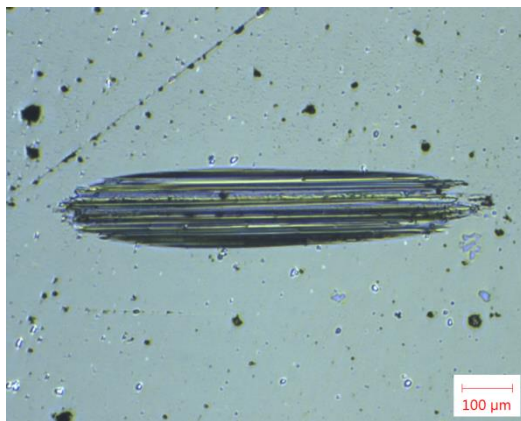
Слика 7 Оптички приказ трагова хабања комерцијалне фасетне керамике при различитим завршним обрадама, $F_n=250$ mN, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (5×)





в)

Слика 8 Оптички приказ трагова хабања комерцијалне фасетне керамике при различитим завршним обрадама, $F_n=500$ mN, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (5×)



а)



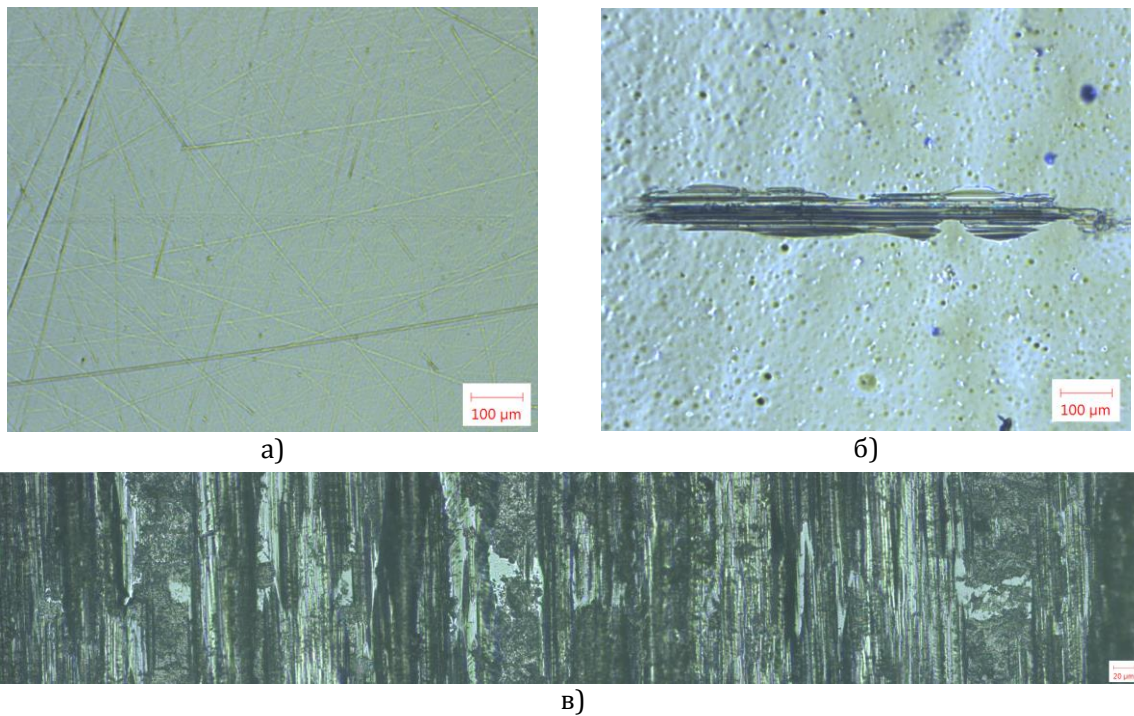
б)



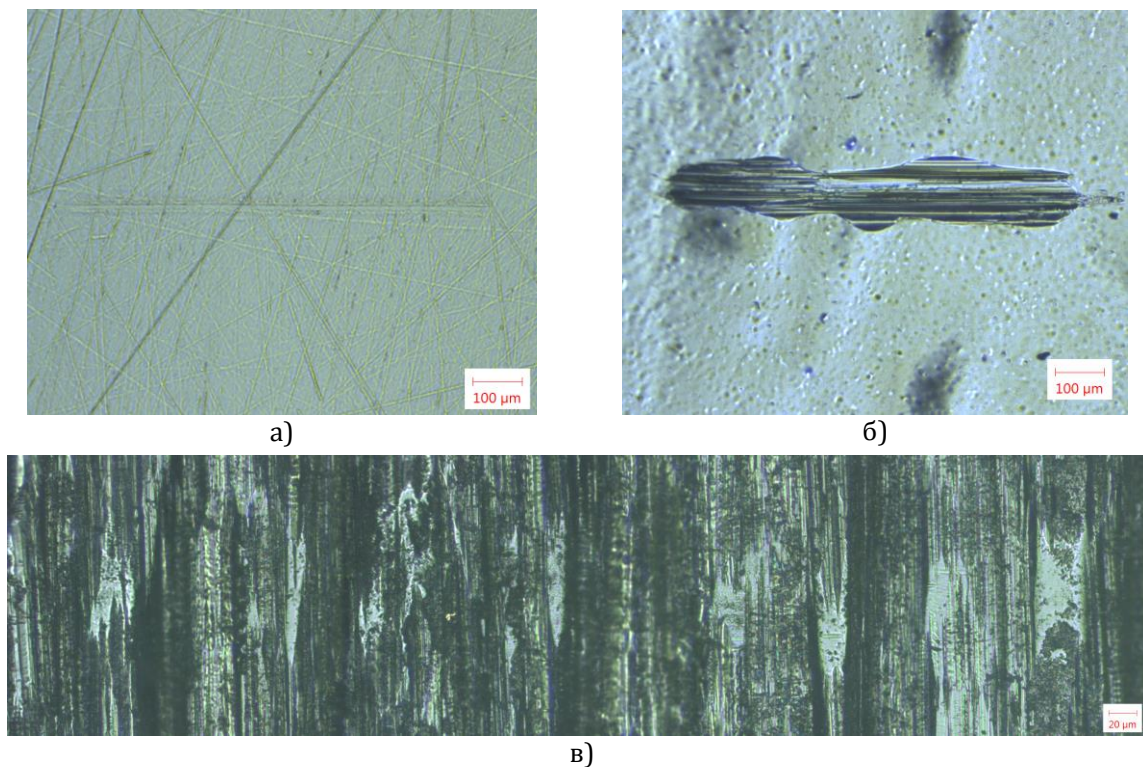
в)

Слика 9 Оптички приказ трагова хабања комерцијалне фасетне керамике при различитим завршним обрадама, $F_n=750$ mN, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (5×)

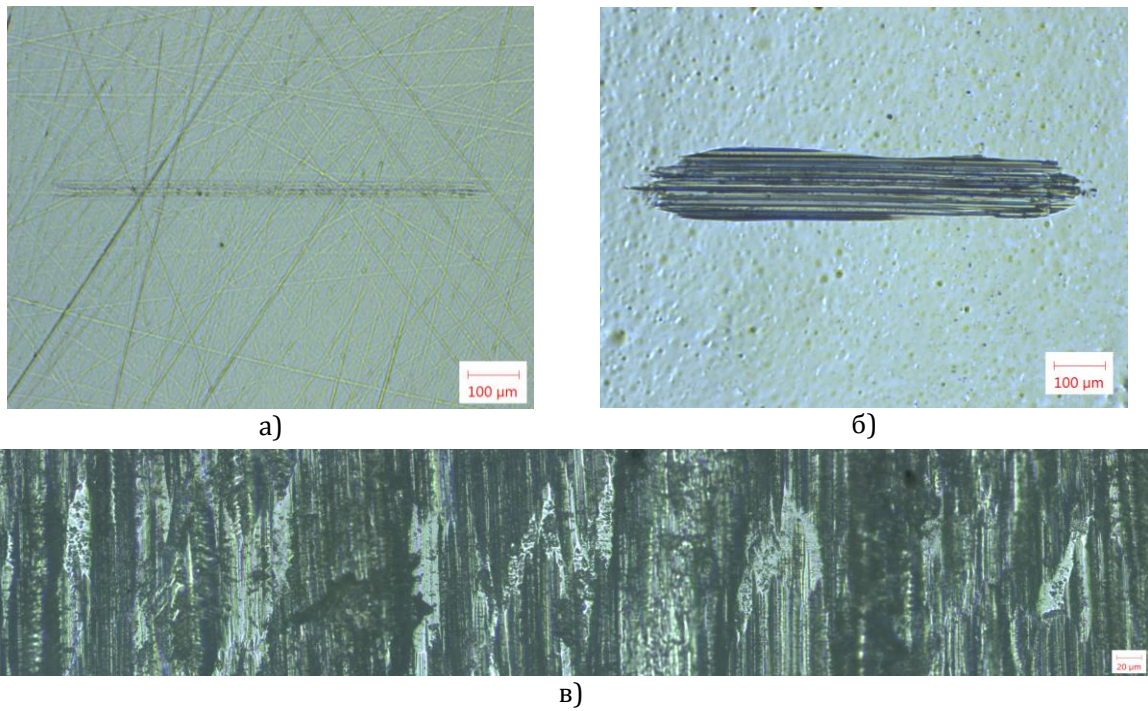
Трагови хабања комерцијалног цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*) у контакту са Al_2O_3 куглицом при линерано наизменичном кретању, уз присуство вештачке пљувачке у зони контакта:



Слика 10 Оптички приказ трагова хабања комерцијалног цирконијума при различитим завршним обрадама, $F_n=250$ mN, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (20×)



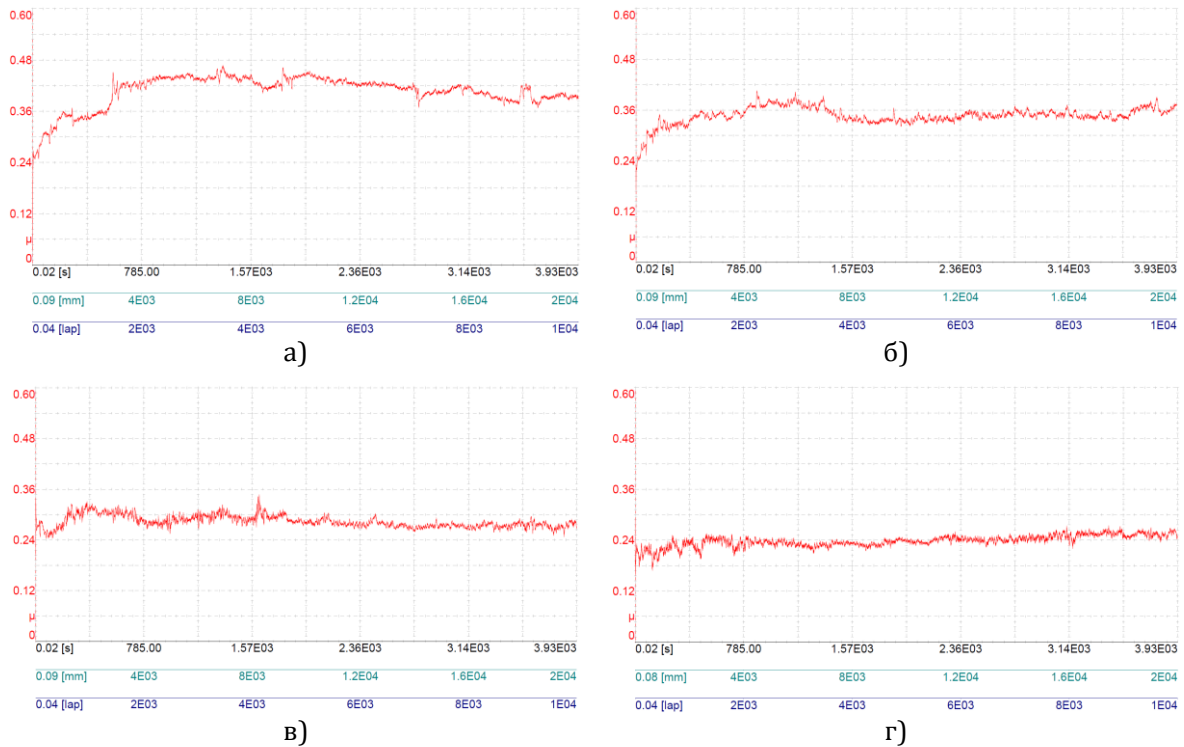
Слика 11 Оптички приказ трагова хабања комерцијалног цирконијума при различитим завршним обрадама, $F_n=500$ mN, $v=8$ mm/s: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (20×)



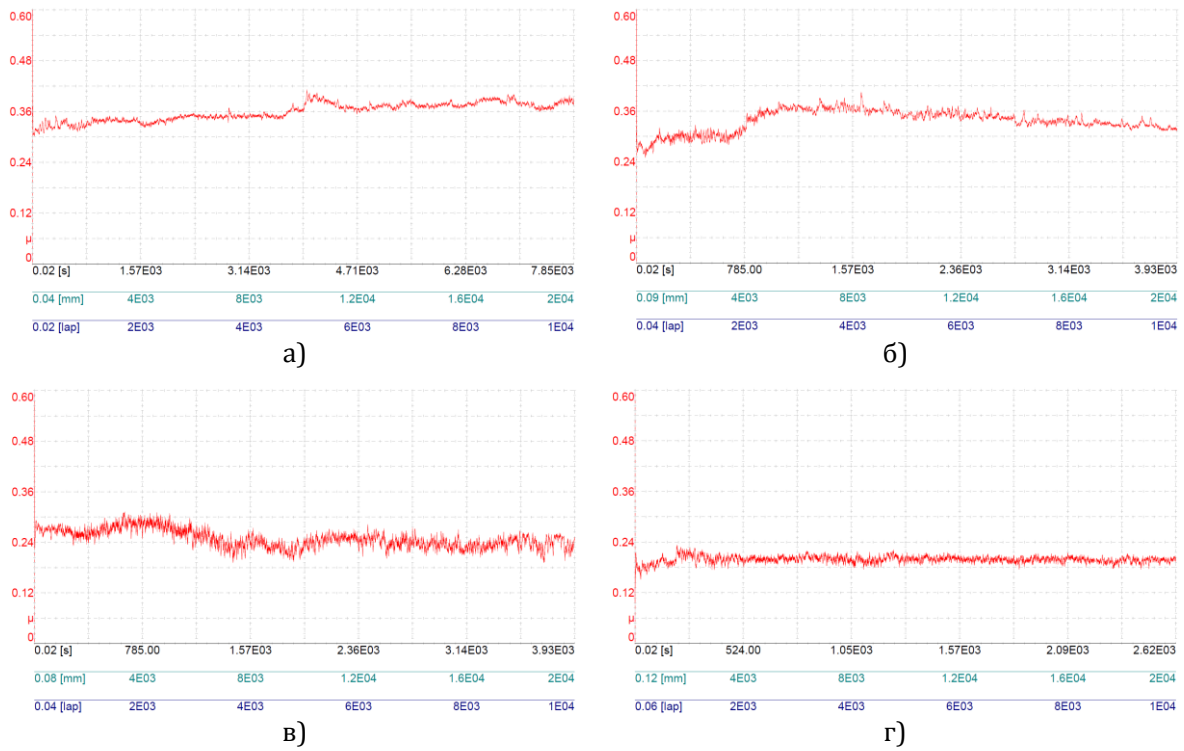
Слика 12 Оптички приказ трагова хабања комерцијалног цирконијума при различитим завршним обрадама, $F_n=750\text{ mN}$, $v=8\text{ mm/s}$: а) полирана површина (5×); б) глазирана површина (5×) и в) брушена површина (20×)

ПРИЛОГ 2 – Коefицијенти трења

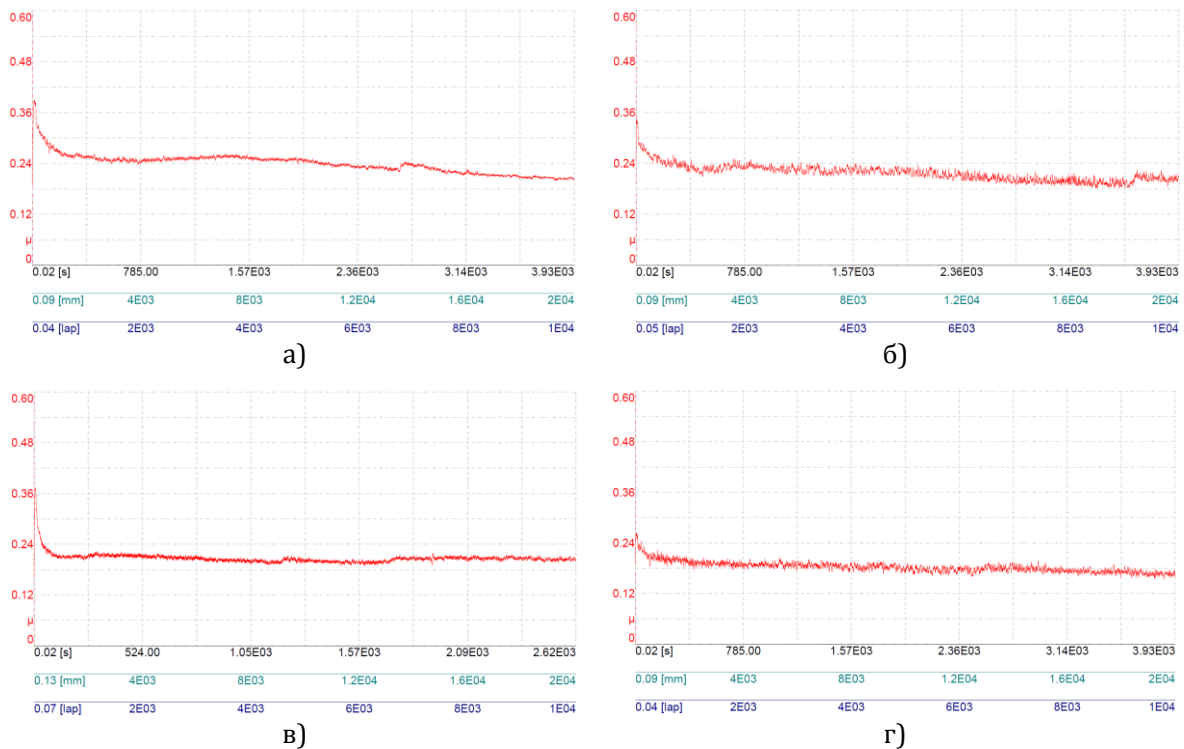
Коefицијенти трења комерцијалног литијум дисиликата (*IPS e.max CAD*) у контакту са Al_2O_3 куглицом при линерано наизменичном кретању и присуства вештачке пљувачке у зони контакта:



Слика 13 COF код полираног литијум дисиликата при клизању од 10.000 циклуса и $v=8\text{ mm/s}$: а) $F_n=250\text{ mN}$; б) $F_n=500\text{ mN}$; в) $F_n=750\text{ mN}$; и г) $F_n=1000\text{ mN}$

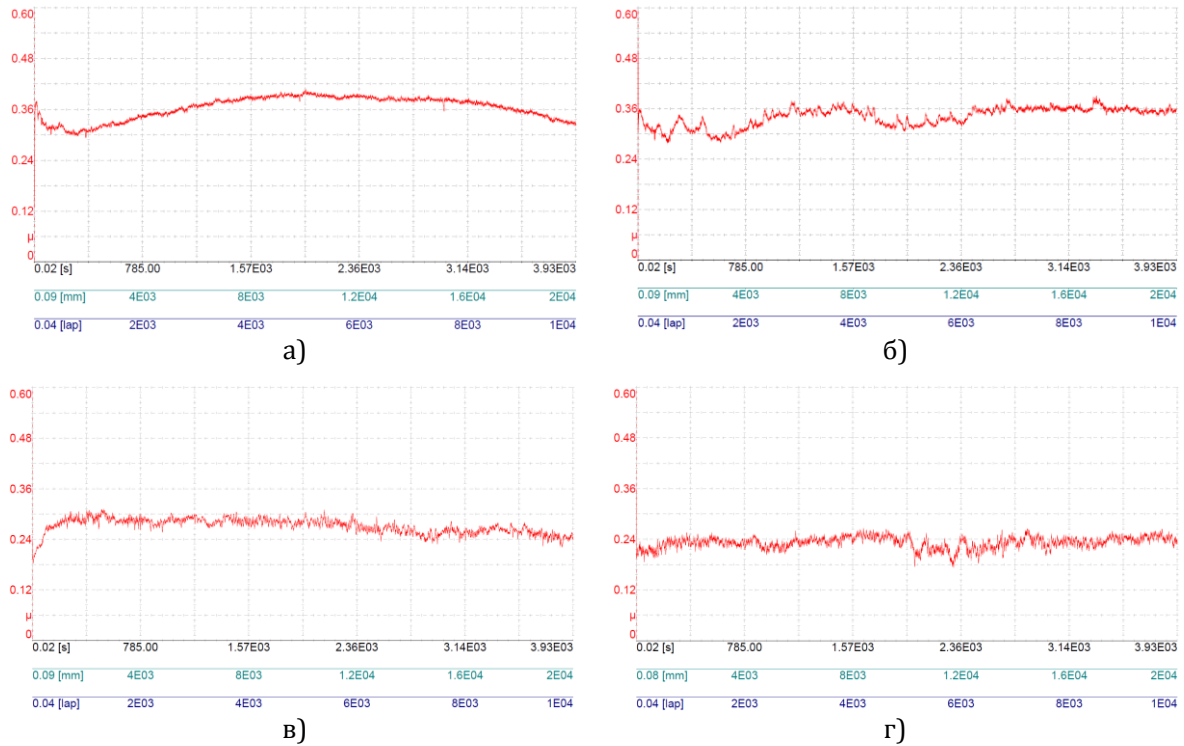


Слика 14 COF код глазираног литијум дисиликата при клизању од 10.000 циклуса и $v=8$ mm/s:
 а) $F_n=250$ mN; б) $F_n=500$ mN; в) $F_n=750$ mN; и г) $F_n=1000$ mN

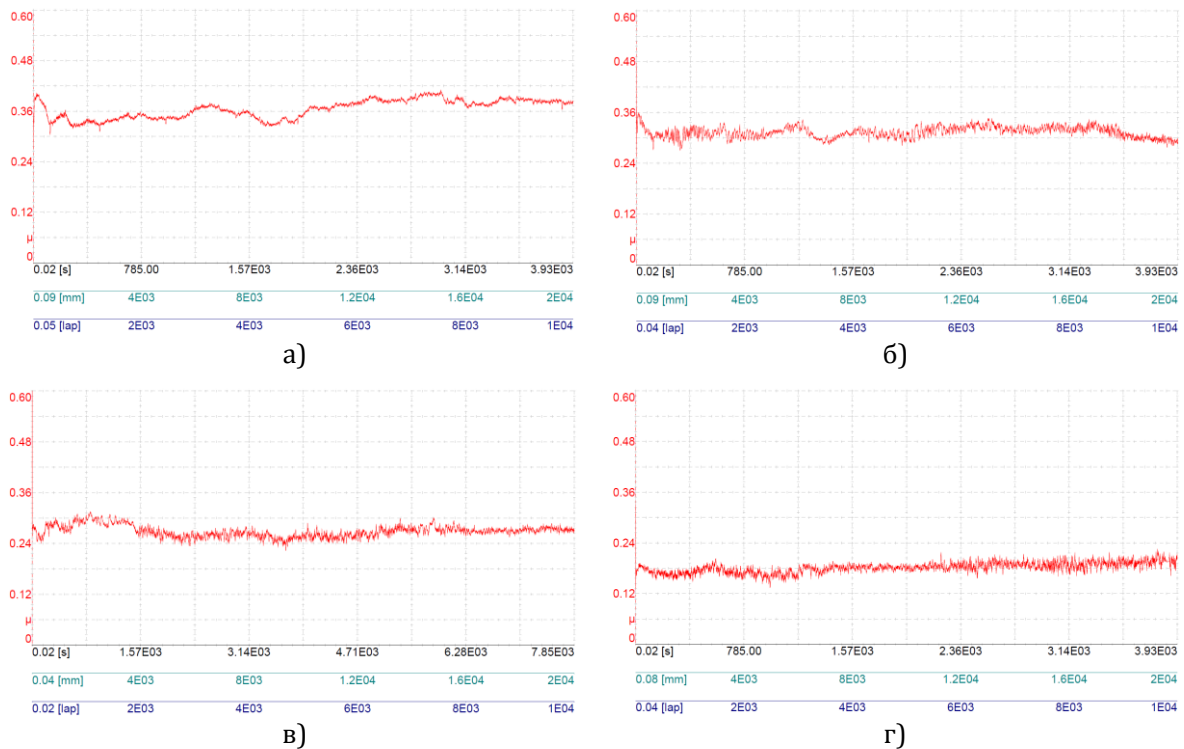


Слика 15 COF код брушеног литијум дисиликата при клизању од 10.000 циклуса и $v=8$ mm/s:
 а) $F_n=250$ mN; б) $F_n=500$ mN; в) $F_n=750$ mN; и г) $F_n=1000$ mN

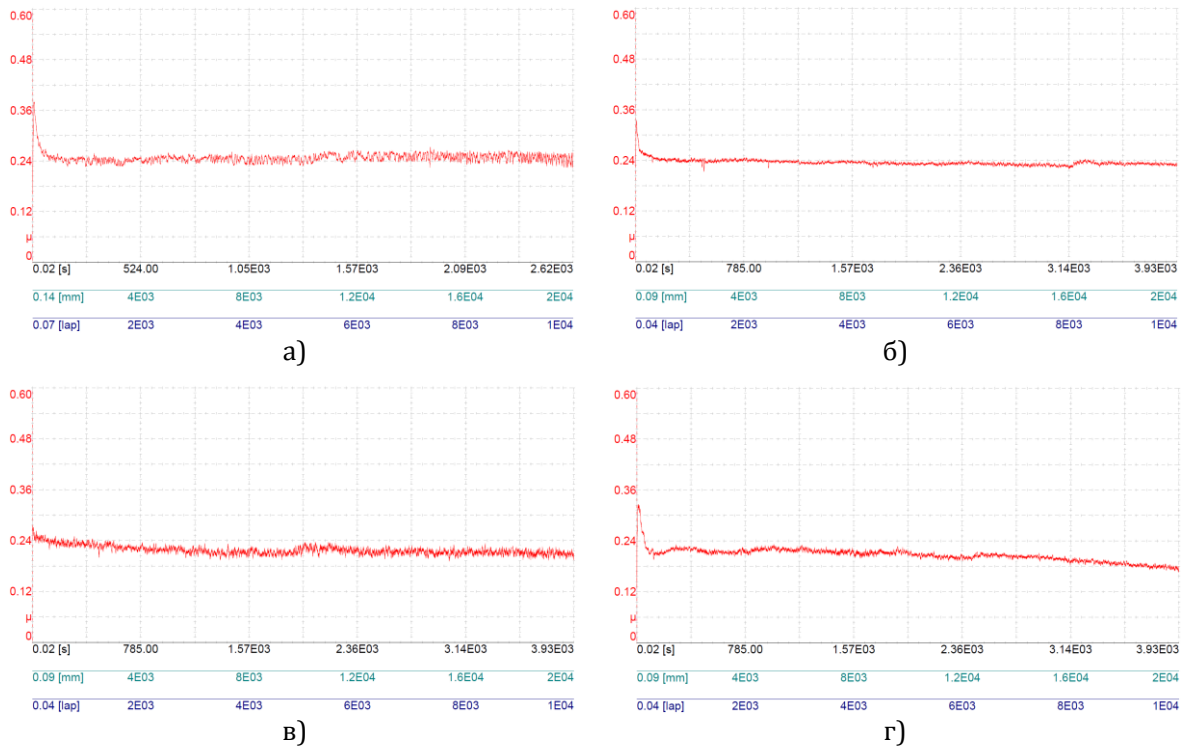
Коефицијенти трења комерцијалног леуцита (*IPS Empress CAD*) у контакту са Al_2O_3 куглицом при линерано наизменичном кретању и присуства вештачке плувачке у зони контакта:



Слика 16 COF код полираног леуцита при клизању од 10.000 циклуса и $v=8$ mm/s:
 а) $F_n=250$ mN; б) $F_n=500$ mN; в) $F_n=750$ mN; и г) $F_n=1000$ mN

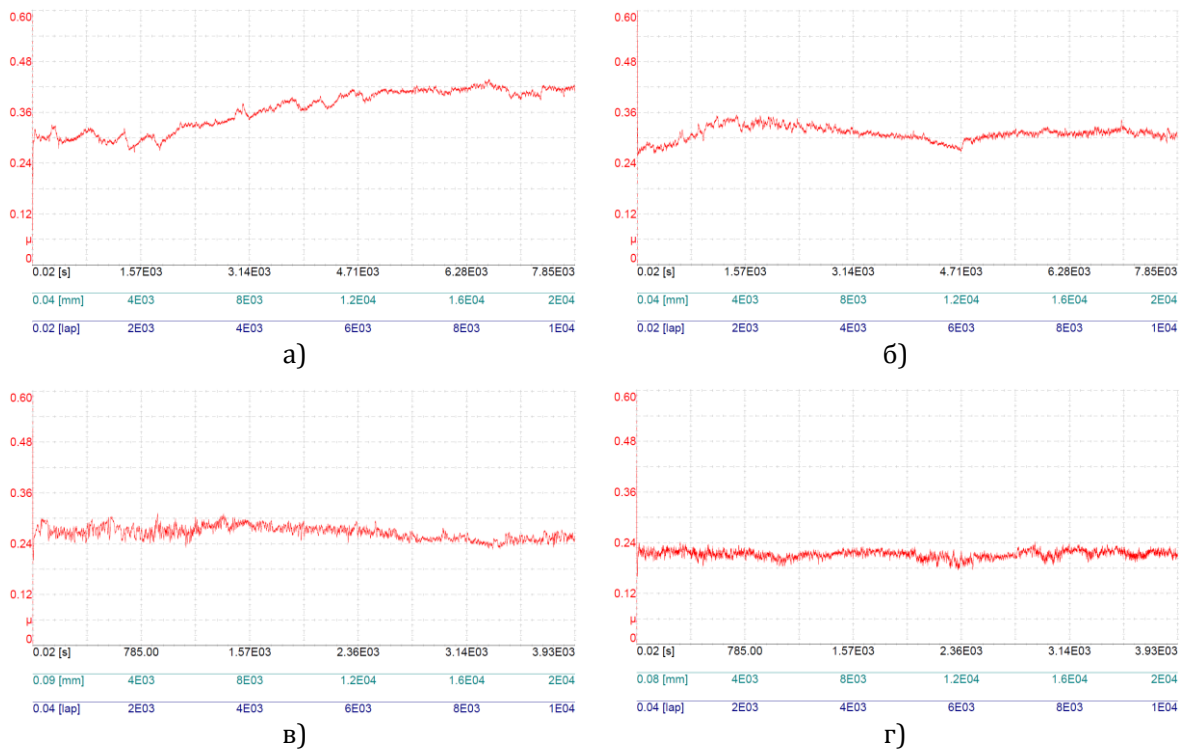


Слика 17 COF код глазираног леуцита при клизању од 10.000 циклуса и $v=8$ mm/s:
 а) $F_n=250$ mN; б) $F_n=500$ mN; в) $F_n=750$ mN; и г) $F_n=1000$ mN

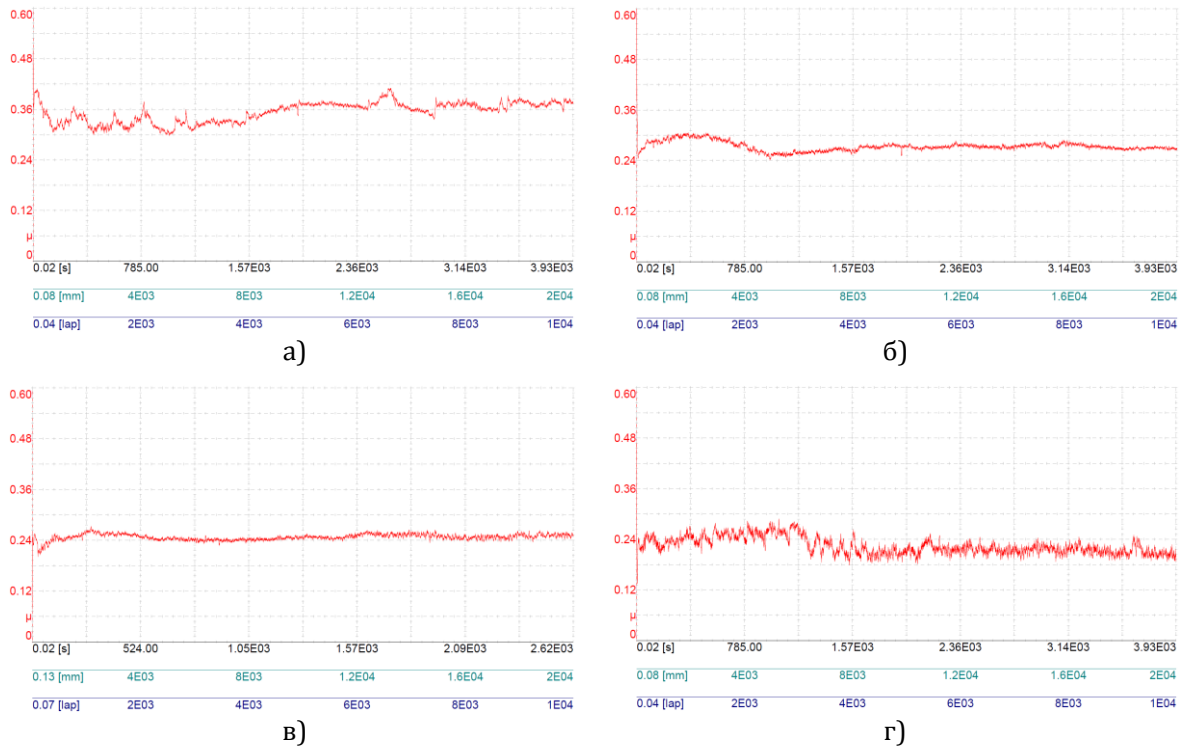


Слика 18 COF код брушеног леуцита при клизању од 10.000 циклуса и $v=8$ mm/s:
 а) $F_n=250$ mN; б) $F_n=500$ mN; в) $F_n=750$ mN; и г) $F_n=1000$ mN

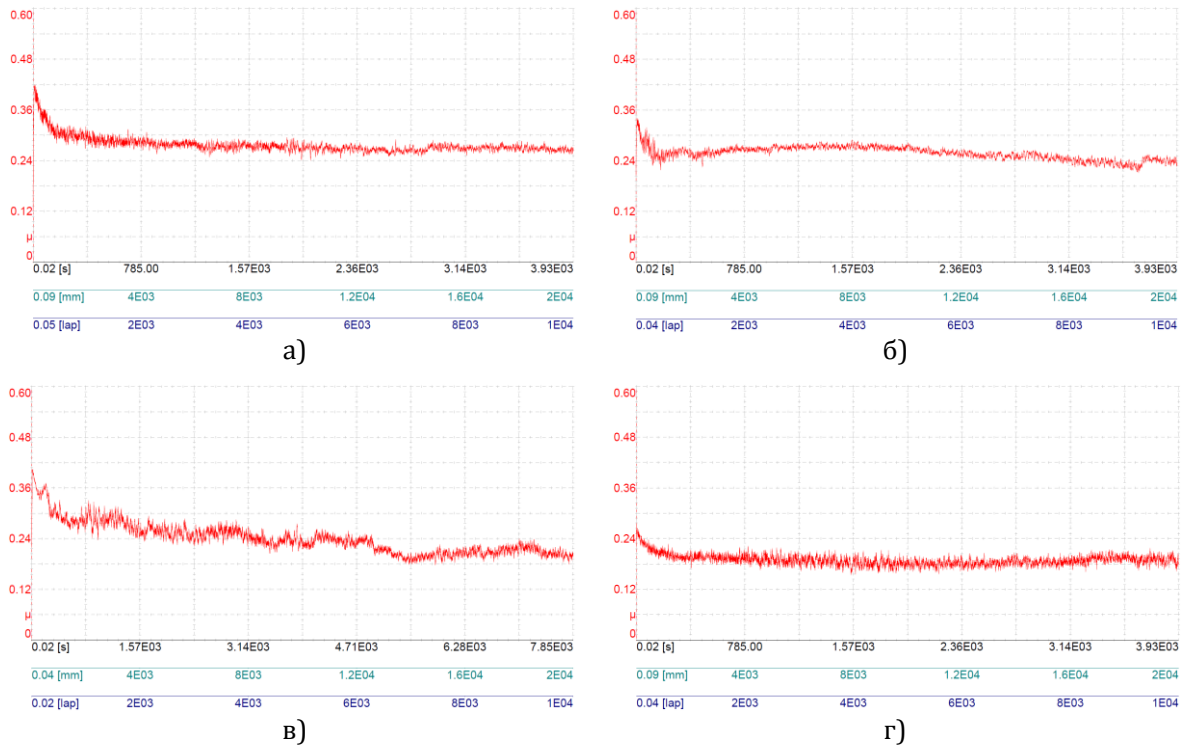
Коефицијенти трења комерцијалне фасетне керамике (*IPS e.max Ceram*) у контакту са Al_2O_3 куглицом при линерано наизменичном кретању и присуства вештачке пљувачке у зони контакта:



Слика 19 COF код полираног леуцита при клизању од 10.000 циклуса и $v=8$ mm/s:
 а) $F_n=250$ mN; б) $F_n=500$ mN; в) $F_n=750$ mN; и г) $F_n=1000$ mN

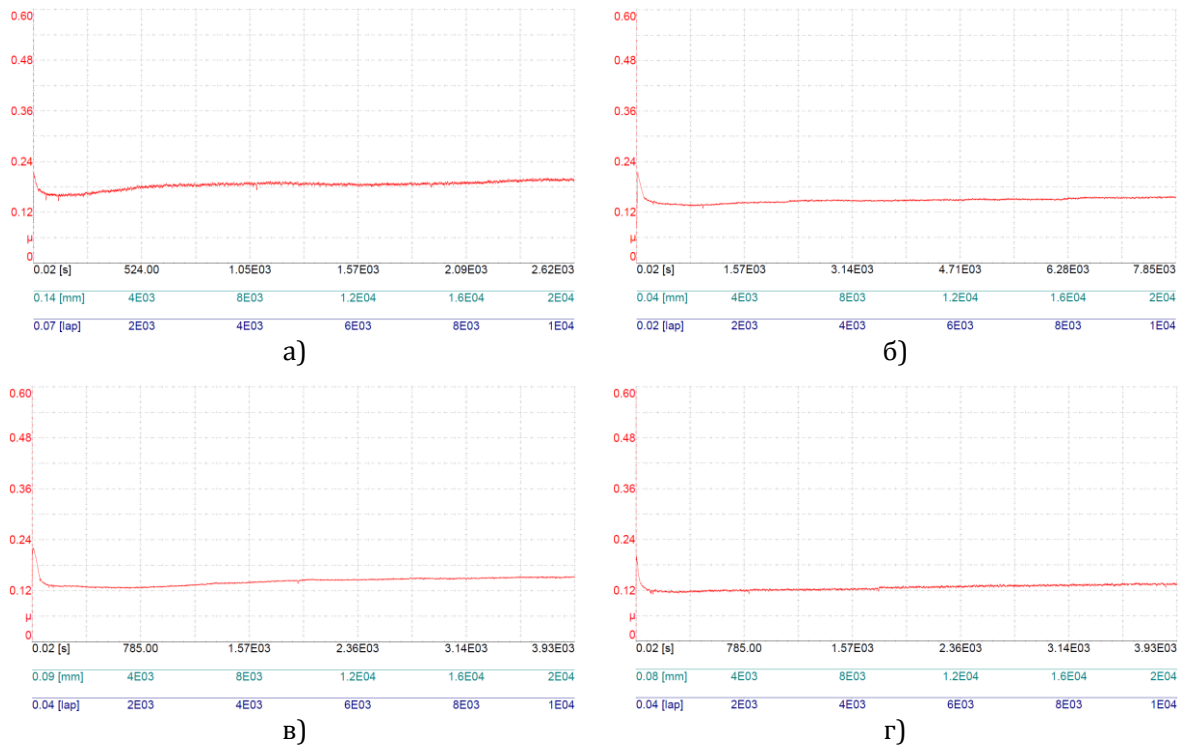


Слика 20 COF код глазираног леуцита при клизању од 10.000 циклуса и $v=8$ mm/s:
 а) $F_n=250$ mN; б) $F_n=500$ mN; в) $F_n=750$ mN; и г) $F_n=1000$ mN

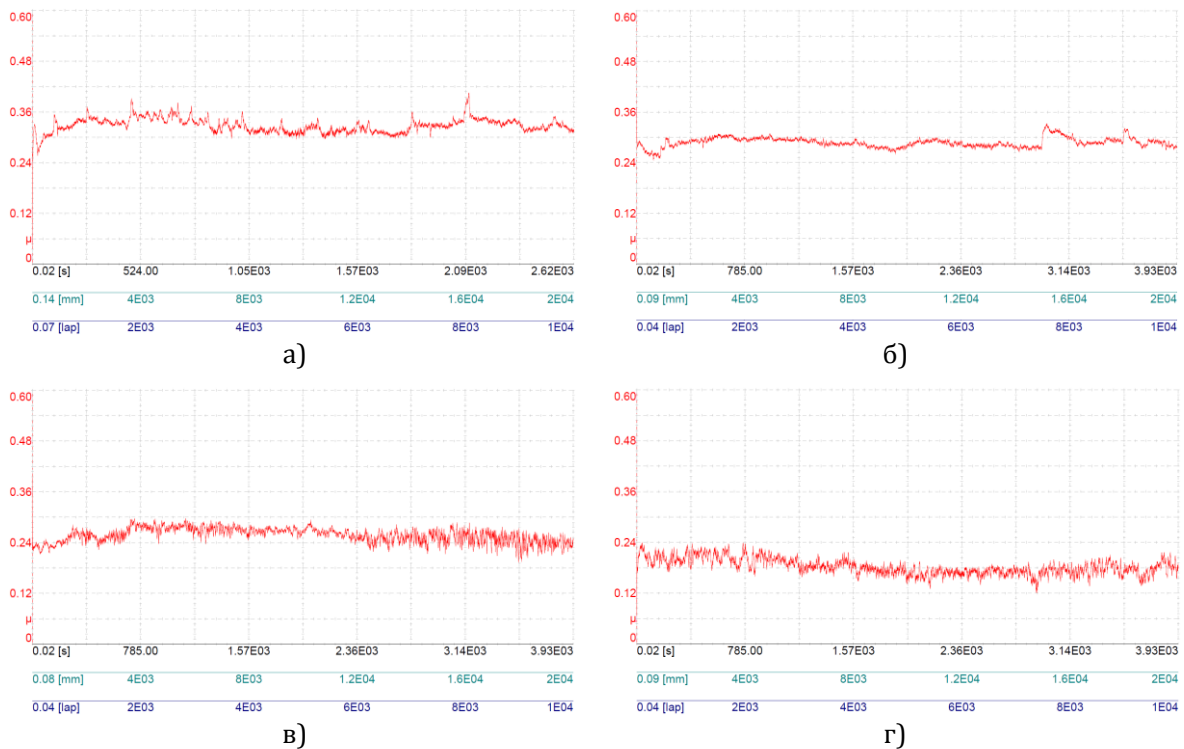


Слика 21 COF код брушеног леуцита при клизању од 10.000 циклуса и $v=8$ mm/s:
 а) $F_n=250$ mN; б) $F_n=500$ mN; в) $F_n=750$ mN; и г) $F_n=1000$ mN

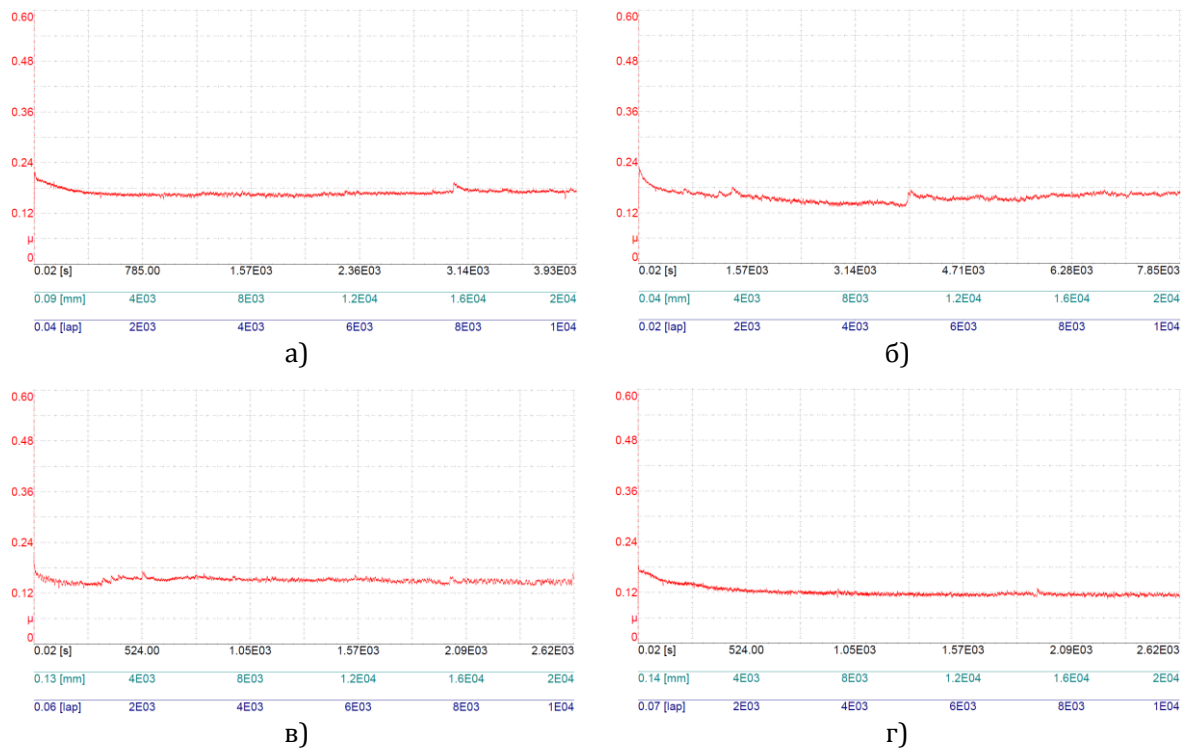
Коефицијенти трења комерцијалног цирконијума (*IPS e.max ZirCAD*) у контакту са Al_2O_3 куглицом при линерано наизменичном кретању и присуства вештачке плувачке у зони контакта:



Слика 22 COF код полираног цирконијума при клизању од 10.000 циклуса и $v=8$ mm/s: а) $F_n=250$ mN; б) $F_n=500$ mN; в) $F_n=750$ mN; и г) $F_n=1000$ mN



Слика 23 COF код глазираног цирконијума при клизању од 10.000 циклуса и $v=8$ mm/s: а) $F_n=250$ mN; б) $F_n=500$ mN; в) $F_n=750$ mN; и г) $F_n=1000$ mN



Слика 24 COF код брушеног цирконијума при клизању од 10.000 циклуса и $v=8 \text{ mm/s}$:
 а) $F_n=250 \text{ mN}$; б) $F_n=500 \text{ mN}$; в) $F_n=750 \text{ mN}$; и г) $F_n=1000 \text{ mN}$