

4. ГОСТ Р ИСО 10993.12–99. «Изделия медицинские. Оценка биологического действия медицинских изделий. Ч. 12. Подготовка проб и стандартные образцы». М.;
5. ГОСТ Р 52770–2007. «Изделия медицинские. Требования безопасности. Методы санитарно-химических и токсикологических испытаний». М.;
6. Предельно допустимые количества химических веществ, выделяющихся из материалов, контактирующих с пищевыми продуктами. Гигиенические нормативы. ГН 2.3.3.972–00. МЗ РФ. М.; 2000: 16–25.
7. ГОСТ Р 50855–96. Контейнеры для крови и ее компонентов. Требования химической и биологической безопасности и методы испытаний. М.; 1996.
8. МУК 4.1.763-4.1.779–99. Определение химических соединений в биологических средах. М.: МЗ России; 2000: 68–76.

Поступила 05.08.14

REFERENCES

1. Patent application RF No. 2013127770 dated June 19, 2013. (in Russian)
2. Voronov I.A., Mitrofanov E.A., Kalinin A.L., Semakin S. B., Didenko L.V. Development of new coating of silicon carbide to protect the dentures from biodegradation. *Rossiyskiy stomatologicheskii zhurnal*. 2014; 1: 4–9. (in Russian)
3. Lanina S.Ya. *Methodological and Methodical Issues of Hygiene and Toxicology of Polymeric Materials and Medical Products: Scientific Review*. [Metodologicheskie i metodicheskie voprosy gigieny i toksikologii polimernykh materialov i izdeliy meditsinskogo naznacheniya: Nauchnyy obzor]. Moscow; 1982: 61–86. (in Russian)
4. GOST R ISO 10993.12–99. *Medical Products. Evaluation of Biological Action Medical Products. Part 12. Preparation of Samples and Standard Samples*. [Izdeliya meditsinskikh izdeliy. Ch.12. Prigotovlenie prob i standartnye obraztsy]. (in Russian)
5. GOST R 52770–2007. *Medical Products. Requirements Safetis. Methods of Sanitary-chemical and Toxicological Testing*. [Izdeliya meditsinskikh izdeliy. Trebovaniya bezopasnosti. Metody sanitarno-khimicheskikh i toksikologicheskikh ispytaniy]. (in Russian)
6. *The Maximum Allowable Quantities of Chemical Substances Emitting from Materials in Contact with Food. Hygienic Standards. GN 2.3.3.972–00. MZ RF*. [Predel'no dopustimye kolichestva khimicheskikh veshchestv, vydelyayushchikhsya iz materialov, kontaktiruyushchikh s pishchevymi produktami. Gigienicheskie normativy. GN 2.3.3.972–00. MZ RF]. Moscow; 2000: 16–25. (in Russian)
7. GOST R 50855–96. *Containers for Blood and Blood Components. Requirements of Chemical and Biological Safety and Test Methods*. [Konteynery dlya krovi i ee komponentov. Trebovaniya khimicheskoy i biologicheskoy bezopasnosti i metody ispytaniy]. Moscow; 1996. (in Russian)
8. MUK 4.1.763-4.1.779–99. *The Determination of Chemical Compounds in Biological-policy Environments*. [Opredelenie khimicheskikh soedineniy v biologicheskikh sredakh]. Moscow: MZ Rossii. 2000: 68–76. (in Russian)

Received 05.08.14

© ВОРОНОВ И.А., 2014

УДК 615.46.03:616.314-089.28].07

Воронов И.А.

Трибологические испытания образцов стоматологических материалов с защитным покрытием из карбида кремния, получившим название «ПАНЦИРЬ»

Кафедра комплексного зубопротезирования ГБОУ Московский государственный медико-стоматологический университет им. А.И. Евдокимова, 127206, г. Москва

Трибологические испытания образцов в условиях Испытательной лаборатории функциональных поверхностей (ИЛФП), покрытых и не покрытых защитным покрытием «Панцирь» из карбида кремния, проводили методом измерительного скольжения на автоматизированной машине трения (трибометре) TRIBOMETER фирмы CSM Instruments. Результаты трибологических испытаний были обработаны с помощью компьютерной программы Instrum X (CSM Instruments, Швейцария). Профилометрию бороздок износа на отдельных образцах с покрытием и без него с целью определения площади сечения бороздок для последующего расчета приведенного износа образцов проводили на оптическом профилометре WYKO NT1100 фирмы Veeco (США). Среди изученных следует выделить образцы без покрытия (Квадротти) и с покрытием (Пластмасса (Фторакс)), которые при указанных условиях испытаний проявили весьма низкий ($< 0,1$) коэффициент трения (к.т.) при незначительной его амплитуде. Это свидетельствует об установившемся к.т., который почти не менялся в течение всего эксперимента (15 000 циклов равно году использования протеза пациентом).

Для лучшего образца (Пластмасса (Фторакс)) был рассчитан приведенный износ, который составил $9 \cdot 10^{-6}$ мм³/(Н·м). Такой же образец без покрытия показал износ более чем вдвое выше ((1,4–0,9)/0,9).

Ключевые слова: карбид кремния; защитное покрытие; трение; трибологические испытания.

Для цитирования: *Российский стоматологический журнал*. 2014; 18(6): 8–11.

Voronov I.A.

TRIBOLOGICAL TESTS OF SAMPLES OF DENTAL MATERIALS WITH A PROTECTIVE COATING OF SILICON CARBIDE CALLED «PANTSUR»

Department of complex prosthetic dentistry GBOU Moscow state medical dental University. A.I. Evdokimov, 127206, Moscow

Для корреспонденции: Воронов Игорь Анатольевич, e-mail: voronov77@mail.ru

For correspondence: Voronov Igor Anatolievich, e-mail: voronov77@mail.ru

Tribology tests of standards in the conditions of the Proof-of-concept laboratory of functional surfaces covered and uncovered by sheeting «Armour» from the carbide of silicon was conducted by the method of the measuring skidding on the automated machine of friction (tribometer) of TRIBOMETER of firm CSM Instruments. The results of tribology tests treated by means of the computer program Instrum X (CSM Instruments, Switzerland). Profilometric research of furrows of wear on separate standards with coverage and without him with the purpose of determination of area of section of furrows for a subsequent calculation the brought wear over of standards conducted on the optical profilometer of WYKO NT1100 firm Veeco (THE USA), Among studied it is necessary to distinguish a standard without coverage (Kvadrotti) and with coverage (Plastic (Ftoraks)), that at the indicated terms of tests showed very subzero (less than 0,1) constant of friction at his insignificant amplitude. It testifies to set constant of friction that did not almost change during all experiment (15 000 cycles equal to the year of the use of prosthetic appliance a patient For the best standard (Plastic (Ftoraks)), the brought wear over; that made $9 \cdot 10^{-6}$ мм³/(Н·м). The same standard without coverage showed a wear more than twice higher ((1,4-0,9)/0,9), was expected.

К е y w o r d s : silicon carbide; protective coating; friction; tribology tests.

Citation: Rossiyskiy stomatologicheskii zhurnal. 2014; 18(6): 8–11. (in Russian)

Введение

Для защиты зубных протезов от биодеструкции и изоляции базиса протезов от бактерий разработаны новое напыление «Панцирь» (заявка на патент № 2013127770 от 19 июня 2013 г.) из карбида кремния и способ нанесения его на пластмассы. Покрытие наносится на пластмассы методом ионноплазменного напыления и обладает высокими техническими параметрами и хорошей адгезией к ряду материалов.

Цель исследования – трибологические испытания образцов стоматологических материалов, покрытых и не покрытых защитным покрытием «Панцирь» из карбида кремния, методом измерительного скольжения (трибоиспытания) для определения его износостойкости.

Материал и методы

В Испытательную лабораторию функциональных поверхностей (ИЛФП) НИТУ МИСиС поступило 12 типов образцов (по 3 образца каждого типа), описание которых представлено в табл. 1.

Трибологические испытания образцов в условиях ИЛФП проводили методом измерительного скольжения на автоматизированной машине трения (трибометре) TRIBOMETER (рис. 1, а) фирмы CSM Instruments (Швейцария), № 44739-10 в Государственном реестре средств измерений (ГРСИ), с возвратно-поступательным движением по схеме стержневая пластина (рис. 1, б) в соответствии с «Методикой выполнения измерений коэффициента трения *f* и износа *I* на трибометре Tribometer фирмы CSM (Швейцария). МВИ КТИ/10» (ФР.1.28.2010.07504) при следующих условиях: длина дорожки – 4 мм, прикладываемая нагрузка – 2 Н, максимальная скорость – 5 см/с, контртело – шарик диаметром 3 мм, материал контртела – SiC, пробег – 100 м (12 500 об.), среда – вода водопроводная.

Метод основан [1] на измерении тензодатчиком силы трения, возникающей при взаимном перемещении прижатых друг к другу с заданным усилием испытываемых поверхностей (плоский образец – сферическое контртело) на воздухе или в жидкости. При испытании образец совершает движение, а сферическое контртело (шарик) фиксируют неподвижно в стержневом держателе из нержавеющей стали, который передает ему заданную нагрузку и связан с датчиком силы трения. Такая схема испытания основана на модели Герца, предложенной им для учета взаимной упругой деформации двух твердых шаров при их сжатии, которая в случае взаимодействия двух сфер конечного и бесконечного радиуса описывает механический контакт полусфера–плоскость.

Обычно при таких испытаниях образец имеет форму диска или пластины, а контртело изготавливают из сертифицированного материала в виде шарика. Этот подход удобен для испытания образцов плоских функциональных поверхностей в паре с шариком известного диаметра из известного материала. Сертифицированный шарик может быть использован многократно, достаточно лишь повернуть его, чтобы

получить идеальную полусферу известного радиуса. Для обеспечения одинаковых условий эксперимента достаточно установить новый плоский образец и повернуть шарик, смещая изношенное место из контактного положения.

Данные испытания соответствуют международным стандартам (ASTM G99-05(2010) [2], ASTM G133-05(2010) [3], DIN50324 [4]) и могут быть использованы для оценки износостойкости образца и контртела. Непосредственно в процессе испытаний определяют коэффициент трения трущейся пары, который равен отношению измеренной силы трения к усилию прижима. Износостойкость оценивают по результатам наблюдений за бороздкой износа (на образце) и пятном износа (на контртеле-шарике).

Количественно потерю объема при изнашивании определяют по следующим формулам:

$$\Delta V_{\text{обр}} = S \cdot L,$$

где *L* – длина бороздки, *S* – площадь сечения бороздки износа;

$$\Delta V_{\text{шар}} = \pi \cdot h^2(r - 1/3h),$$

где *h* = $r - (r^2 - [d/2]^2)^{1/2}$, *d* – диаметр пятна износа, *r* – радиус шарика, *h* – высота стесанного сегмента.

Измерение диаметра пятна износа (на шариках) и ширины бороздок износа (на образцах) проводят при наблюдении в оптический микроскоп. Площадь вертикального сечения *S* бороздки износа измеряют с помощью профилометра.

Приведенный износ *I* (величина, обратная износостойкости) рассчитывают, используя нормировку потери объема при испытании ΔV на величины пробега *N* (в м) и приложенной нагрузки *P* (в Н): $I = \Delta V / (N \cdot P)$. Износ образца и контртела, нормированный по пути пробега и нагрузке, позволяет сравнивать трибологические испытания, проведенные при разных условиях.

Таким образом, комплексное трибологическое исследование включает запись значений коэффициента трения при

Таблица 1. Образцы, поступившие в ИЛФП для испытания

Нейлон	NUC
Нейлон с покрытием на основе SiC	NC
Квадротти	KUC
Квадротти с покрытием на основе SiC	KC
Силикон (Molloplast-B)	SUC
Силикон (Molloplast-B) с покрытием на основе SiC	SC
Полиуретан	PUC
Полиуретан с покрытием на основе SiC	PC
Пластмасса (Фторакс)	PLUC
Пластмасса (Фторакс) с покрытием на основе SiC	PLC
Acry-Free	AUC
Acry-Free с покрытием на основе SiC	AC

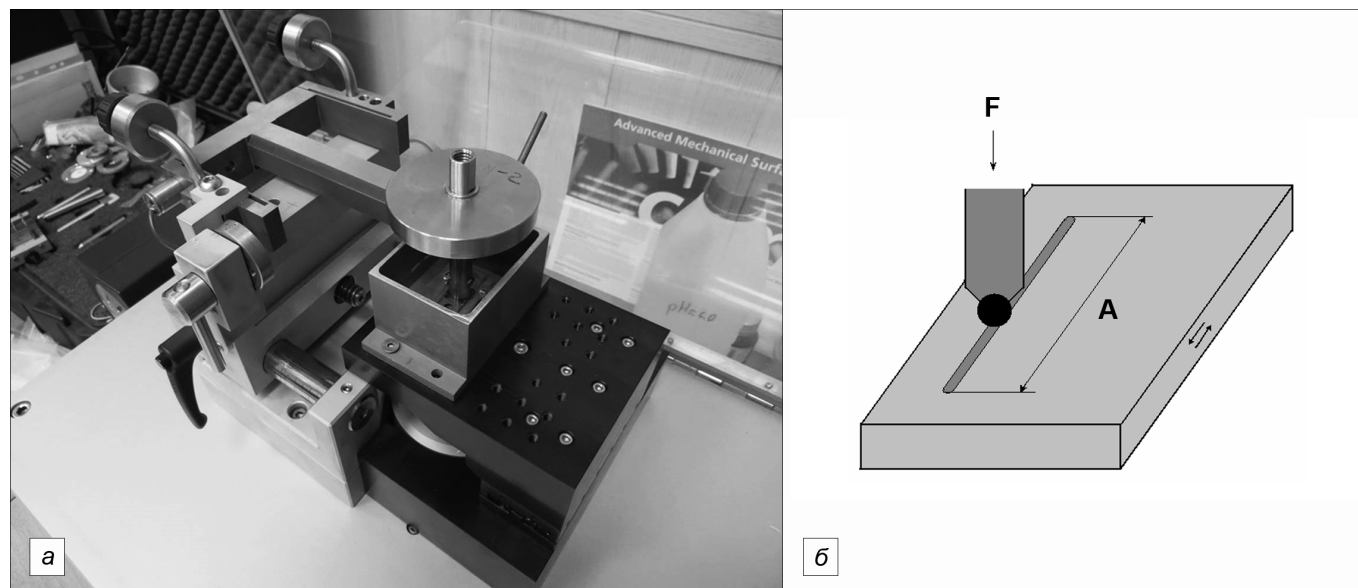


Рис. 1. Автоматизированная машина трения (трибометр) TRIBOMETER.

a – общий вид; *б* – схема испытания стержень–пластина при возвратно-поступательном движении. (*F* – нормальная нагрузка, *A* – длина дорожки).

Таблица 2. Усредненные значения коэффициента трения исследованных образцов

Образец		Износ образца, $10^{-5} \cdot \text{мм}^3/(\text{Н} \cdot \text{м})$	Коэффициент трения (к. т.)		
			максимальный	средний	конечный
NUC	NUC2	–	0,19	0,13	0,13
	NUC4	–	0,15	0,09	0,09
	NUC5	–	0,14	0,07	0,06
NC	NC1	–	0,16	0,09	0,08
	NC2	–	0,20	0,08	0,06
AUC	AUC1	–	0,19	0,14	0,16
	AUC2	–	0,18	0,13	0,15
AC	AC1	–	0,20	0,12	0,20
	AC2	–	0,19	0,08	0,10
	AC3	–	0,23	0,16	0,23
KUC	KUC1	–	0,14	0,09	0,10
	KUC2	–	0,12	0,08	0,08
KC	KC1	–	0,21	0,12	0,14
	KC2	–	0,13	0,08	0,11
	KC3	–	0,19	0,09	0,12
PUC	PUC1	–	0,23	0,16	0,19
	PUC2	–	0,22	0,12	0,18
	PUC3	–	0,23	0,14	0,19
PC	PC1	–	0,13	0,08	0,10
	PC2	–	0,16	0,11	0,12
	PC3	–	0,14	0,11	0,14
PLUC	PLUC1	–	0,16	0,11	0,12
	PLUC2	1,4	0,16	0,11	0,13
PLC	PLC1	–	0,14	0,08	0,09
	PLC2	0,9	0,12	0,08	0,09
SUC	SUC1	–	0,48	0,36	0,38
	SUC2	–	0,37	0,28	0,27
	SUC3	–	0,37	0,28	0,28
SC	SC1	–	0,38	0,30	0,28
	SC2	–	0,37	0,27	0,29
	SC3	–	0,24	0,21	0,24

испытанию по схеме неподвижный стержень – вращаемый диск, а также фрактографическое исследование, в том числе измерение площади сечения бороздки износа и пятна износа, по результатам которого проводят расчет износа образца и контртела.

Результаты и обсуждение

Результаты трибологических испытаний были обработаны с помощью компьютерной программы Instrum X (рис. 2) («CSM Instruments», Швейцария). Усредненные значения коэффициента трения исследованных образцов приведены в табл. 2.

Экспериментальные зависимости коэффициента трения исследованных образцов от пробега, микроснимки пятна износа на контртеле и бороздок износа на образцах по результатам трибологических испытаний, полученные при помощи видеомикроскопа в составе адгезиметра Revetest фирмы «CSM Instruments» (Швейцария) (рис. 3).

Профилометрию бороздок износа на отдельных образцах с покрытием и без него с целью определения площади сечения бороздок для последующего расчета приведенного износа образцов проводили на оптическом профилометре WYKO NT1100 (рис. 4) фирмы «Veeco» (США), № 42997-09 в ГРСИ.

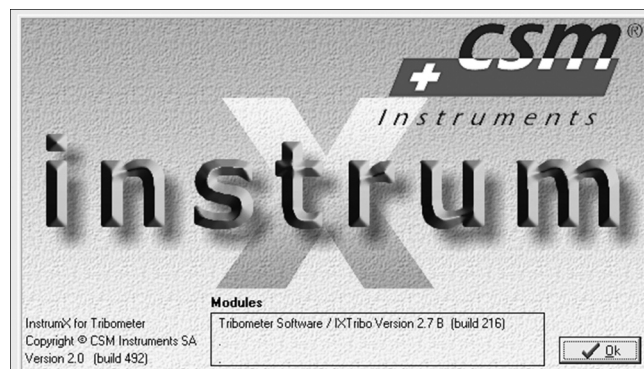


Рис. 2. Окно программного обеспечения.

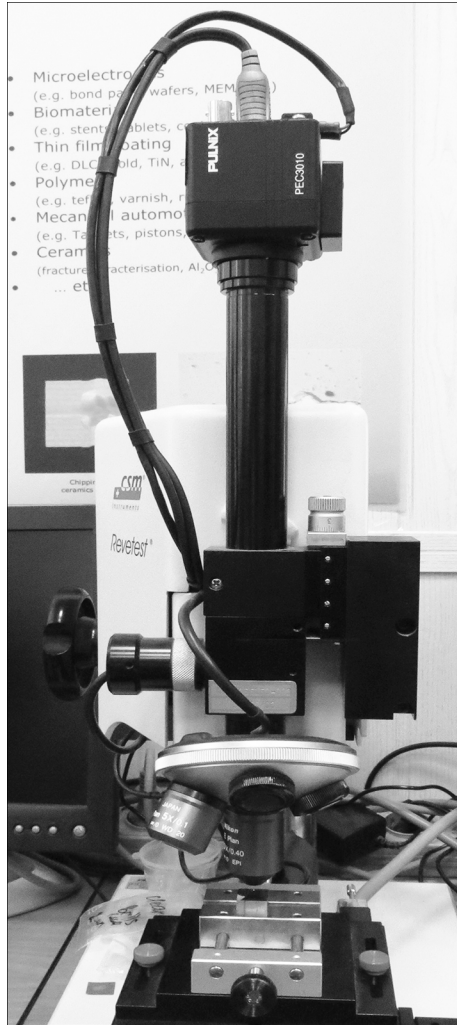


Рис. 3. Оптический микроскоп в составе адгезиметра Revetest.

Заключение

Более стабильные свойства при трибологических испытаниях проявили образцы без покрытия AUC, KUC, PLUC, а также с покрытием NC и PLC. В ходе двух испытаний они показали близкие значения к.т., поэтому были испытаны только 2 раза. Остальные образцы были испытаны последовательно трижды. Разброс данных для одного и того же образца связан с его неоднородным строением и попаданием дорожки износа на поверхностные дефекты, что было изучено при наблюдении за дорожкой износа в оптическом микроскопе при ув. 200 и 800. С учетом этих наблюдений в табл. 2 жирным шрифтом выделены типичные значимые значения.

Среди изученных следует выделить образцы без покрытия KUC2 (Квадротти) и с покрытием PLC2 (пластмасса (Фторакс)), которые при указанных условиях испытаний имели весьма низкий ($< 0,1$) к.т. при незначительной его амплитуде. Это свидетельствует об установившемся к.т., который почти не менялся в течение всего эксперимента (15 000 циклов равно году использования протеза пациентом). Для остальных образцов к.т. $> 0,1$, что ограничивает их успешное трибологическое применение.

Для лучшего образца PLC2 (пластмасса (Фторакс)) был рассчитан приведенный износ, который составил $9 \cdot 10^{-6}$ мм³/(Н·м). Такой же образец без покрытия показал износ

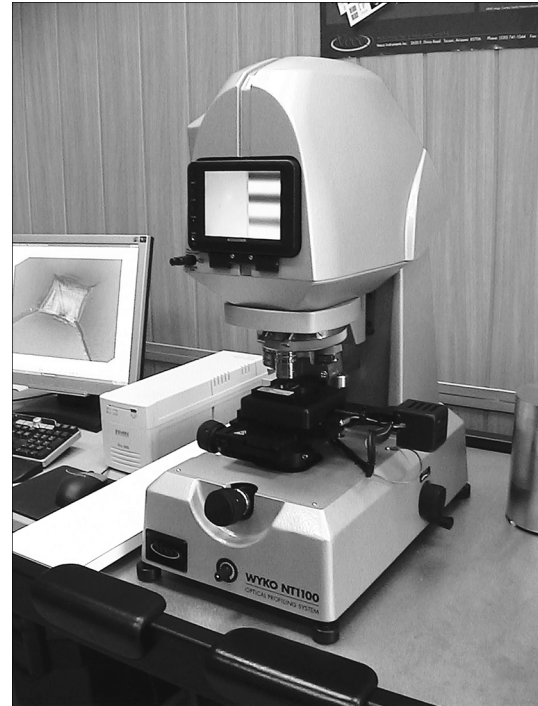


Рис. 4. Оптический профилометр WYKO NT1100.

более чем вдвое выше (1,4–0,9)/0,9). Следует отметить, что высокая исходная шероховатость поверхности и отклонения от плоскостности типична для всех образцов, за исключением PLC и PLUC, что не позволило оценить для них износ.

Благодарность

Огромное спасибо Михаилу Ивановичу Петржик (МИ-СиС) за помощь в проведении исследований, а также Е.А. Митрофанову, С.Б. Семакину (НИИВТ им. С.А. Векшинского) и А.Л. Калинину – разработчикам покрытия.

ЛИТЕРАТУРА

1. Петржик М.И., Левашов Е.А. Современные методы изучения функциональных поверхностей перспективных материалов в условиях механического контакта. *Кристаллография*. 52(6): 1002–10.
2. *ASTM G99-05(2010) Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus.*
3. *ASTM G133-05(2010) Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear.*
4. *DIN50324 Measuring Friction and Wear: Model Experiments on Sliding Friction in Solids (Ball on Disc System).*

Поступила 05.08.14

REFERENCES

1. Petrzhik M.I., Levashov E.A. Modern methods of studying the functional surfaces of advanced materials in terms of mechanical contact. *Kristallografiya*. 52(6): 1002–10. (in Russian)
2. *ASTM G99-05(2010) Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus.*
3. *ASTM G133-05(2010) Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear.*
4. *DIN50324 Measuring Friction and Wear: Model Experiments on Sliding Friction in Solids (Ball on Disc System).*

Received 05.08.14