АНАЛИЗ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ СТОМАТОЛОГИЧЕСКИХ КОНСТРУКЦИЙ ПОСЛЕ ПРОВЕДЕНИЯ ИСКУССТВЕННОГО СТАРЕНИЯ

ANALYSIS OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF THE MATERIALS FOR DENTAL STRUCTURES AFTER ARTIFICIAL AGEING

С.В.Апресян[1], д.м.н., проф., (ORCID: 0000-0002-3281-707X), М.А.Гаджиев[1], аспирант, (ORCID: 0000-0003-1878-503X), К.С.Кравчук[2], к.ф.-м.н., науч. сотр., (ORCID: 0000-0002-9956-9939), Е.В.Гладких[2], мл. науч. сотр., (ORCID: 0000-0001-8273-3934), Г.Х.Султанова[2], стажер-исследователь, (ORCID: 0000-0002-4770-5724), А.А.Русаков[2], мл. науч. сотр., (ORCID: 0000-0001-5702-1353), А.С.Усеинов[2], к.ф.-м.н., заместитель директора по научной работе ФГБНУ ТИСНУМ, (ORCID: 0000-0002-9937-0954) / useinov@mail.ru

S.V.Apresyan[1], Doct. of Sci. (Medicine), Professor, M.A.Gadzhiev[1], Postgraduate, K.S.Kravchuk[2], Researcher, Cand. of Sci. (Physics and Mathematics), E.V.Gladkikh[2], Junior Researcher, G.Kh.Sultanova[2], Researcher Trainee, A.A.Rusakov[2], Junior Researcher, A.S.Useinov[2], Deputy Director of TISNCM, Cand. of Sci. (Physics and Mathematics)

DOI: 10.22184/1993-8578.2021.14.5.260.269

Получено: 3.08.2021 г.

Ключевой особенностью данной работы является исследование поведения механических свойств материалов для стоматологических конструкций в результате воздействия процесса, имитирующего старение, происходящее с материалами в ходе длительной эксплуатации. В статье приводятся результаты для материалов, напечатанных на 3D-принтере, а также полученных фрезерованием из заготовок. Измерения твердости и модуля упругости проводились методом наноиндентирования, коэффициентов линейного износа и трения – методом истирания, а модуля упругости, прочности и деформации – методом трехточечного изгиба.

The study of the dental structures mechanical properties behaviour after simulated ageing processing at long-term use is the main feature of the presented paper. The paper contains the test results for 3D printed materials and for the other ones manufactured by milling of workpieces. The hardness and elastic modulus were measured by the nanoindentation method, the linear wear and friction coefficients were measured by the abrasion resistance method, and the elastic modulus, strength and deformation were determined by three-point bending method.

ВВЕДЕНИЕ

Данная работа является продолжением исследования, описанного в статье [1].

Проследить за поведением материала в ходе его длительной эксплуатации в естественных условиях бывает затруднительно из-за большого количества затрачиваемого времени. На помощь приходит процедура искусственно ускоренного старения [2]. Суть ее заключается в повышении температуры образца относительно эксплуатационной на значительную величину (в ходе процедуры ускоренного старения образцы помещаются

1 Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Российский университет дружбы народов", Россия, Москва / Federal State Autonomous Educational Institution of Higher Education "Peoples' Friendship University of Russia", Russia, Moscow.

2 Федеральное государственное бюджетное научное учреждение "Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов", Россия, Москва, Троицк / Federal State Budgetary Scientific Institution Technological Institute for Superhard and New Carbon Materials, Russia, Moscow, Troitsk.

в климатическую камеру). Внутри климатической камеры образцы находятся в емкостях с водой или иной жидкостью, которая дает возможность легко поддерживать равномерный нагрев изделий. Такой метод хорошо подходит для материалов, используемых в медицинских применениях, так как температура их реальной эксплуатации невелика и они часто находятся в жидкой среде.

Как и сам материал, так и способ его изготовления и дальнейшая обработка существенно влияют на свойства конечного изделия. Материал, из которого изготавливаются стоматологические конструкции, может быть получен различными способами, в том числе фрезерованием или при помощи аддитивных технологий [3]. Подтвердить тот факт, что образец обладает необходимыми техническими характеристиками, а также убедиться в долговечности изделия можно только путем экспериментальных исследований. Широко распространенным методом характеризации приповерхностных механических свойств является наноиндентирование [4]. Сочетание его с испытаниями на изгиб, дающими информацию об объемных прочностных характеристиках образца, а также испытанием на износ [5] позволяет получить обширную картину, в которой проявятся преимущества одного материала по сравнению с другим. Критериями выбора наилучшего материала для стоматологических применений являются высокие значения механических свойств, а также их сохранение после старения образцов.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В данной работе исследовались шесть групп образцов (табл.1).

Процедура искусственно ускоренного старения образцов проводилась при помощи

Таблица 1. Группы исследованных образцов
Table 1. Groups of studied samples

Обозначение группы образцов Designation of the sample group	Описание Description
Vipi_original	Vipi Block PMMA пр-во Бразилии – исходная поверхность после фрезерования Vipi Block PMMA, Brazil, initial surface after milling
Vipi_clinic	Vipi Block PMMA пр-во Бразилии – фрезерованная поверхность полирована в клинике Vipi Block PMMA, Brazil, milled surface polished in a hospital
Zirkon_original	Promium Flexible (Zirkonzahn) пр-во Италия – исходная поверхность после фрезерования Promium Flexible (Zirkonzahn), Italy, initial surface after milling
Zirkon_clinic	Promium Flexible (Zirkonzahn) пр-во Италия – фрезерованная поверхность полирована в клинике Promium Flexible (Zirkonzahn), Italy, milled surface polished in a hospital
Printer3D_original	Материал, полученный на 3D-принтере № 1 – исходная поверхность после печати Material produced by 3D printer No. 1 – initial surface after printing
Printer3D_clinic	Материал, полученный на 3D-принтере № 1 – поверхность полирована в клинике Material produced by 3D printer No. 1 – initial surface polished in a hospital

INTRODUCTION

This research is sequel of the study described in [1].

It is a hard task to check the material behaviour during its regular long-term operation due to the large amount of time wasted for that. In this case, the artificial ageing can be useful [2]. That means increasing of the sample temperature relative to the operating one for a significant value (samples are placed into a climate chamber for accelerated ageing). Inside the climate chamber, the samples are submerged in water or other liquid, which is able to provide uniform heating of the samples. Such method is perfect for the materials used in the medical applications, because their operating temperature is not high, and they are often placed in a liquid medium.

The material properties, the manufacturing method and further processing substantively affect the properties of the final product. The material used for manufacturing of the dental structures can be obtained by various ways, including by milling or by the additive technologies [3]. Only experimental studies can confirm a durability of the product and its necessary technical characteristics. The nanoindentation is a widely

Рис.1. Образцы, помещенные в климатическую камеру
Fig.1. Samples placed in a climatic chamber

климатической камеры КТХВ-300 ("НПФ Технология") [6] (рис.1). Каждая из групп образцов помещалась в отдельную емкость, заполненную дистиллированной водой. Температура в камере составляла +80 °С. Точность поддержания температуры в камере – 0,5 °С.

Данная температура была выбрана из следующих соображений. Согласно статье [7], посвященной ускоренному старению, применяемому к полимерам, используемым для медицинских целей, общий подход заключается в предположении, что скорость старения увеличивается на фактор f:

$$f = 2^{\Delta T/10}, \quad (1)$$

где $\Delta T = T - T_{ref}$, T_{ref} – эталонная температура, при которой должны определяться эффекты старения, T – повышенная температура, используемая для ускорения этих эффектов. Для материала, который будет имплантирован в человеческое тело, T_{ref} будет равна температуре тела (37 °С). После этого считается, что выдерживание материала в течение 1 мес. при 87 °С должно быть эквивалентным старению на 32 мес.

В нашем случае для имитации старения в течение одного года образцы выдерживались при температуре +80 °С в течение 8 суток и 2 ч.

Поскольку при повышенных температурах происходит более интенсивное испарение жидкости, в климатической камере поддерживалась влажность 80%. Но и в этом режиме потребовался ежесуточный долив дистиллированной воды в емкости с образцами.

Как до, так и после проведения процедуры ускоренного старения осуществлялись контроль шероховатости образцов и измерение механических свойств приповерхностных слоев образцов. Шероховатость определялась при помощи оптического профилометра Sensofar S Neox [8], инструментальные твердость и модуль упругости, а также коэффициенты трения и линейного износа – при помощи нанотвердомера "НаноСкан-4D" [9]. Для этих экспериментов было взято по три образца из групп, упомянутых в табл.1, при этом каждый из исследованных образцов подвергался испытаниям в трех областях: в центре и в 1 см от левого и правого краев.

spread method to characterize the near-surface mechanical properties [4]. A general view of the advantages of one material compared to another can be obtained in combination with the wear test [5] and bending test, which give information about bulk strength characteristics of a sample. The criteria of choosing the best material for the dental use are the high values of the mechanical properties and their preservation after ageing of samples.

RESEARCH METHODS AND MATERIALS

In this work, six groups of samples have been studied, see Table 1.

The procedure of accelerated artificial ageing of samples was performed using the KTHB-300 (NPF "Technology") climate chamber [6], see Fig.1. Each sample group was placed into a separate container) filled with distilled water. The temperature in the chamber was +80 °C. The accuracy of maintaining temperature was 0,5 °C.

This temperature was chosen due to following reasons. According to [7] dealing with the accelerated aging applied to the polymers used for medical purposes, the general approach is to assume that the rate of aging increases by factor f:

$$f = 2^{\Delta T/10}, \quad (1)$$

here $\Delta T = T - T_{ref}$, T_{ref} – reference temperature to detect the ageing effects, T – increased temperature to accelerate these effects. Temperature T_{ref} will be equal to body temperature (37 °C) of the material implanted into a human body. It is believed in this case, that maintenance of the material for 1 month at 87 °C should be equivalent to ageing by 32 months.

In this work, the samples were maintained at +80 °C for eight days and two hours to simulate the ageing of one year.

Таблица 2. Шероховатость поверхности образцов до и после процедуры ускоренного старения
Table 2. Roughness of the surface of the samples before and after the accelerated aging procedure

Группа образцов Sample group	До старения Before ageing		После старения After ageing	
	Ra, мкм Ra, µm	Rz, мкм Rz, µm	Ra, мкм Ra, µm	Rz, мкм Rz, µm
Vipi_original	0,18 ± 0,06	2,5 ± 1,8	0,24 ± 0,06	7,8 ± 2,6
Vipi_clinic	0,18 ± 0,05	2,0 ± 0,6	0,33 ± 0,14	10,6 ± 3,2
Zirkon_original	0,30 ± 0,26	3,1 ± 2,4	0,27 ± 0,10	5,4 ± 2,3
Zirkon_clinic	0,18 ± 0,13	2,0 ± 1,0	0,34 ± 0,20	11,4 ± 5,5
Printer3D_original	0,47 ± 0,10	3,3 ± 0,8	0,47 ± 0,10	8,2 ± 3,7
Printer3D_clinic	0,19 ± 0,09	1,7 ± 0,7	0,47 ± 0,15	12,0 ± 4,1

Твердость и модуль упругости определялись согласно методике Оливера и Фарра, прописанной в стандарте ГОСТ Р 8.748 (аналог ISO 14577) [10]. Индентирование проводилось с использованием стандартной пирамиды типа Берковича с двумя нагрузками – 1 и 10 мН.

В качестве контртела для измерения коэффициента трения и коэффициента линейного износа использовалась алмазная полусфера диаметром 130 мкм. Нормальная нагрузка при износе составила 250 мН, количество циклов в каждом испытании – 100. После проведения эксперимента, схема которого описана в [11], измеряется геометрия канавки истирания. Затем по ширине канавки делают вывод об износостойкости образца. Для измерения коэффициента трения, помимо алмазной полусферы диаметром 130 мкм, была использована твердосплавная сфера диаметром 1 мм, так как сфера большего диаметра позволяет определять данную характеристику при малых глубинах внедрения. Линейный износ и глубину канавок измерить не представляется возможным, так как не происходит видимого разрушения материала.

Since liquid evaporation is more intensive at higher temperatures, the humidity in a climatic chamber was maintained at 80%. However, even under these conditions, it was necessary to add distilled water into the containers with samples every day.

Control of the sample roughness and measurements of the subsurface layers mechanical properties of samples were carried out before and after the accelerated ageing. Roughness was determined by a Sensofar S Neox optical profilometer [8], the instrumental hardness and the elastic modulus, as well as the frictional coefficients and linear wear – with a help of a "NanoScan-4D" nanohardness meter [9]. Three samples from groups mentioned in Table 1 were taken to make the experiments, and every sample was tested in three points: in a center and at a distance of 1 cm from left and right sample edges.

The hardness and elastic modulus were determined according to the Oliver and Farra method, prescribed in GOST P 8.748 (which is the analogue of ISO 14577) [10]. Indentation was carried out with a standard Bercovich pyramid subjected to two loads, 1 and 10 mN.

A diamond semisphere dia. 130 µm was used as a counterface to measure the friction and linear wear coefficients. The standard load at wear was 250 mN, and every test consisted of one hundred cycles. The geometry of an abrasion groove is measured after an experiment which diagram is described in [11]. The conclusion about sample durability was made depending on the groove width. To measure the friction coefficient, the hardface sphere dia. 1 mm was used besides the diamond semisphere

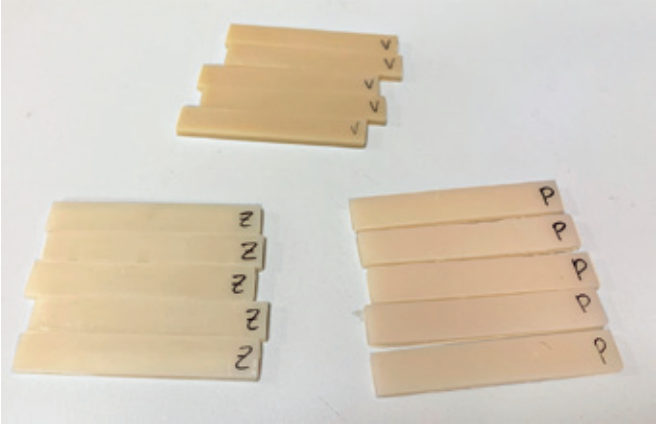

Рис.2. Образцы перед испытанием на изгиб
Fig.2. Samples before bending test

При помощи универсальной испытательной машины Instron 5982 были проведены испытания образцов на трехточечный изгиб в соответствии со стандартом ГОСТ 31572-2012 [12]. Испытания на изгиб проводились на образцах из групп: Vipi_original, Zirkon_original, Printer3D_original (не прошедших полировку). Было взято по пять образцов (рис.2) до и по пять образцов после старения.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис.3 показаны трехмерные топографические изображения рельефа поверхности для полированных образцов до прохождения процедуры старения и после нее.

В табл.2 приведены параметры шероховатости: Ra – среднеарифметическая шероховатость, Rz – шероховатость по 10 точкам (среднее расстояние между 5 самыми высокими и 5 самыми низкими точками на изображении рельефа поверхности) [13, 14]. Ra соответствует среднему отклонению поверхности от среднего уровня, Rz – максимальному перепаду поверхности на измеренной области. Приведенные в таблице ниже данные являются результатом усреднения девяти измерений (в трех областях на трех образцах). Как видно из приведенной таблицы, процесс старения привел к росту параметра Rz в два и более раз. Параметр средней шероховатости Ra остался практически неизменным для образцов, не подвергнутых полировке, а для образцов после полировки возрос на 40–50%.

На рис.4 приведены диаграммы твердости и модуля упругости образцов до процедуры старения (столбцы со сплошной заливкой) и после старения (столбцы с несплошной заливкой). Указанный на диаграммах разброс значений есть погрешность между измерениями в разных областях. После процедуры старения полированные и фрезерованные образцы Vipi, а также полированные напечатанные на 3D-принтере образцы не показали существенного изменения твердости и модуля упругости по сравнению с не проходившими процедуру старения. Твердость полированных и фрезерованных образцов Zirkonzahn выросла после процедуры

dia. 130 μm because the big diameter sphere allows of finding this characteristic at small indentation depths. The linear wear and groove depths cannot be measured, because there is no visible destruction of the material.

Three-point bending tests of the samples were performed using Instron 5982 universal testing machine in accordance with GOST 31572-2012 [12]. The bending tests were carried out for the samples groups Vipi_original, Zirkon_oiginal, Printer3D_original (not polished). Five samples before and 5 samples after ageing (see Fig.2) have been chosen.

RESULTS AND DISCUSSIONS

3D topographic images of the polished samples relief before and after ageing are shown in Fig.3.

Table 2 indicates the following parameters of roughness: Ra – averaging roughness, Rz – roughness obtained at 10 points (average distance between 5 higher and 5 lower points on the relief image) [13, 14]. Here, Ra is the average deviation of the surface from the average level, Rz – maximum height discontinuity of the studied area. The data indicated in Table 2 is the result of averaging of nine measurements (in three areas on three samples). As the table below indicates, the ageing process leads to increasing of Rz by two or more times (see Table 2). The average roughness Ra is practically constant for non-polished samples, and grows after polishing by 40–50%.

Figure 4 indicates the hardness diagrams and the elastic moduli of the samples before ageing (columns with solid fill) and after ageing (columns with not solid fill). Scattering of values shown in the diagrams means

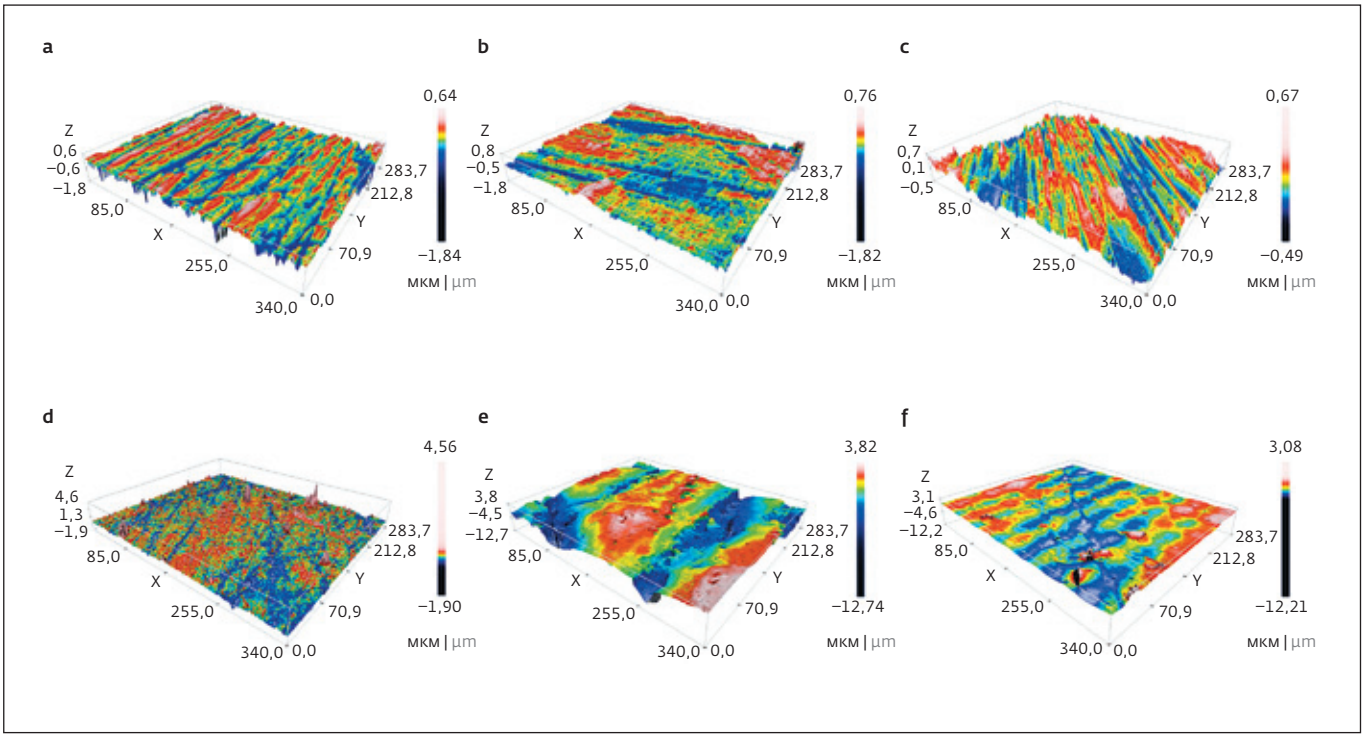

Рис.3. Поверхность полированных образцов до старения: a – Vipi; b – Zirkonzahn, полученного на 3D-принтере (c) и после старения: d – Vipi; e – Zirkonzahn, полученного на 3D-принтере (f)

Fig.3. Surface of polished samples before aging: a – Vipi; b – Zirkonzahn obtained on a 3D printer (c) and after aging: d – Vipi, e – Zirkonzahn obtained on a 3D printer (f)

старения более чем на 40%, а модуль упругости остался на прежнем уровне. Наибольший рост твердости (в четыре раза) и модуля упругости (в два раза) показали прошедшие процедуру старения полированные образцы, напечатанные на 3D-принтере.

Результаты испытания на истирание полусферой диаметром 130 мкм, также

the inaccuracy between measurements in different areas of the samples. After ageing, polished and milled Vipi samples, as well as polished and printed on 3D printer samples did not show a significant change in the hardness and elastic module in comparison with the not aged samples. The hardness of polished and milled Zirkonzahn samples grows after ageing more than 40%, and the elastic module was stable. The highest hardness growth (by 4 times) and elastic modulus (by 2 times) were observed with the polished samples printed on a 3D printer. The abrasion test results obtained by a semisphere dia. 130 µm, were also averaged for nine measurements as shown in Fig.5. As can be seen from the diagrams, the geometric parameters of the grooves and durability are still within the measurement accuracy.

The friction coefficient measured with a sphere dia. 1 mm by the abrasion method (see Fig.6) differs significantly (higher in 2–4.5 times) practically in all aged samples, except the milled Zirconzahn samples. The sphere of a smaller diameter is indented in a sample to a greater depth with the same load, hence, it penetrates the deeper sample layers. Comparison of the results indicated in Fig.5 and Fig.6 shows that ageing changes the surface layers structures more significantly than the deeper ones. Table 3 shows the three-point bending test results before and after ageing. Table 3 indicates that after ageing the elastic modulus, which characterizes the bulk properties of samples, significantly increases. The relative deformation value decreases two times for the Zirkon sample.

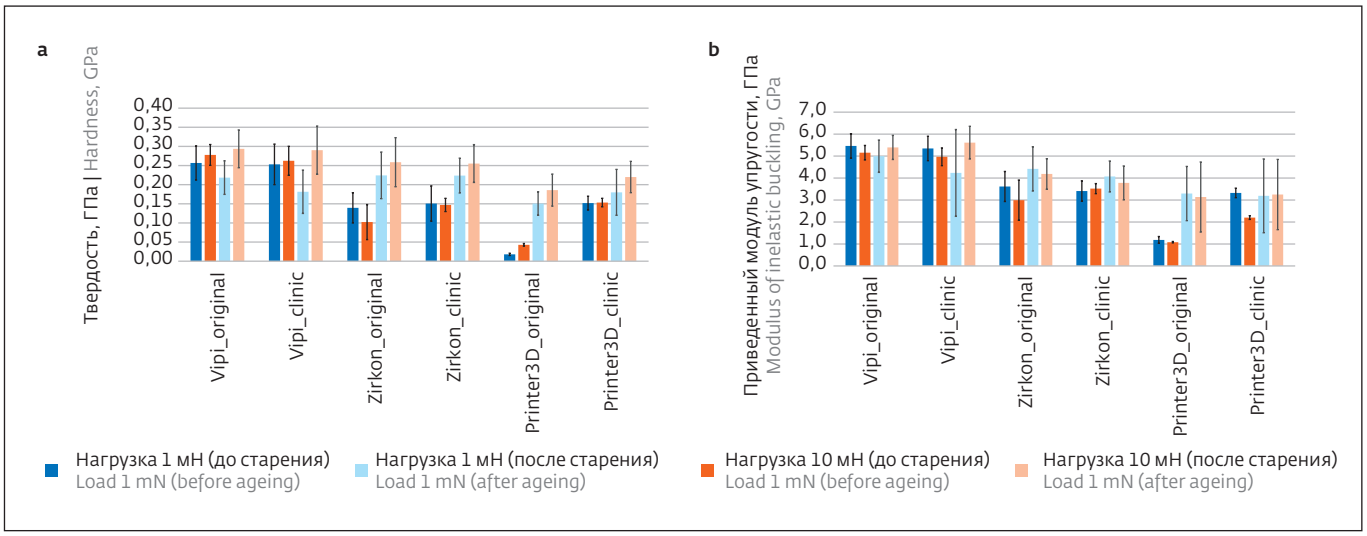

Рис.4. Значения твердости (a) и модуля упругости (b), измеренные при нагрузках 1 и 10 мН на исходных и прошедших процедуру старения образцах

Fig.4. The hardness (a) and elastic modulus (b) measured at loadings of 1 and 10 mN for the initial and passed ageing procedure samples

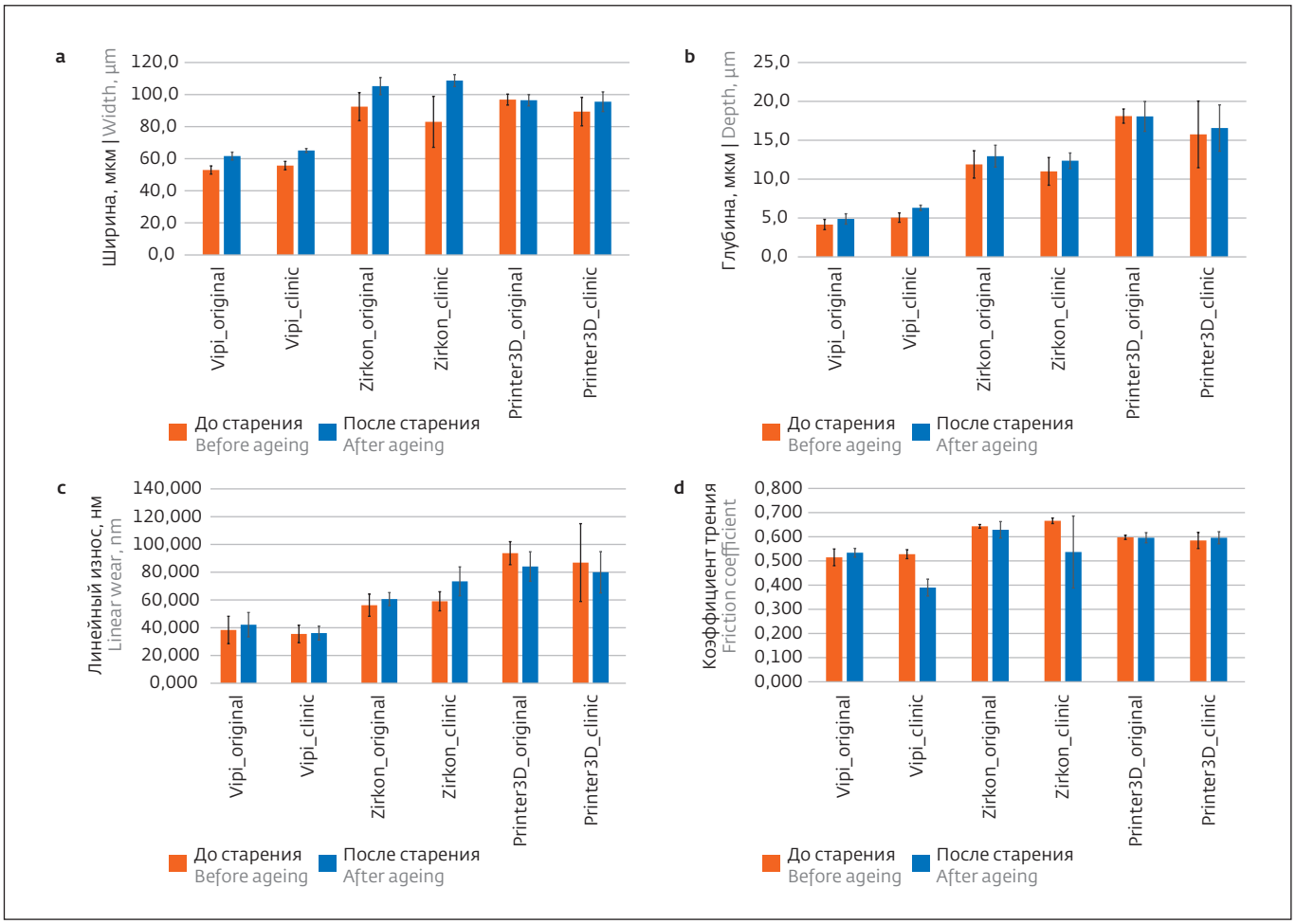

Рис.5. Результаты испытаний на истирание: a – ширина канавки; b – глубина канавки; c – линейный износ; d – коэффициент трения

Fig.5. Abrasion test results: a – groove width; b – groove depth; c – linear wear; d – friction coefficient

усредненные по девяти измерениям, показаны рис.5. Как видно из диаграмм, геометрические параметры канавок и износостойкость в пределах погрешности остались неизменными.

Измеренный в ходе истирания сферой диаметром 1 мм коэффициент трения (рис.6) существенно отличается в большую сторону (в 2–4,5 раза) практически для всех образцов, прошедших процедуру старения, кроме фрезерованных Zirconzahn. Сфера меньшего диаметра внедряется в образец на большую глубину при одинаковых силах прижима, а значит, захватывает более глубокие слои образца. Сравнение результатов, приведенных на рис.5 и 6, показывает, что старение привело к более существенному изменению структуры поверхностных, чем более глубоких слоев образцов.

В табл.3 показаны результаты испытания на трехточечный изгиб образцов до и после старения. Как видно из таблицы, после старения значительно увеличился модуль упругости, характеризующий объемные свойства образцов. Для образца Zirkonzahn вдвое снизилось значение относительной деформации.

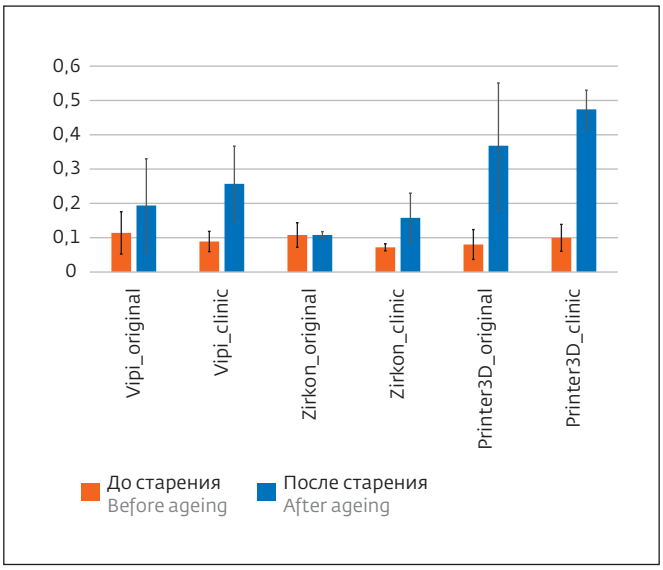

Рис.6. Коэффициент трения, измеренный при помощи истирания сферой диаметром 1 мм

Fig.6. Coefficient of friction measured after abrasion with a sphere dia. 1 mm

ВЫВОДЫ

Проведенный процесс ускоренного старения, моделировавший происходящие в ротовой полости человека с течением времени изменения в материалах для окклюзионных шин, выявил ряд отличий между материалами, полученными фрезерованием и при помощи аддитивных технологий.

Среди неполированных образцов наиболее высокой шероховатостью (как до, так и после прохождения старения) обладает материал, напечатанный на 3D-принтере, чем фрезерованные образцы Vipi и Zirkonzahn. Все полированные образцы после процедуры старения показали рост значений шероховатости в два и более раз.

Таблица 3. Результаты испытаний на трехточечный изгиб

Table 3. Results of three-point bending tests

	До старения Before ageing			После старения After ageing		
	ε, % ε, %	σ, МПа σ, MPa	E, МПа E, MPa	ε, % ε, %	σ, МПа σ, MPa	E, МПа E, MPa
Vipi	4,28 ± 0,25	101,6 ± 3,5	2860 ± 170	3,45 ± 0,48	74,9 ± 8,1	5220 ± 786
Zirkonzahn	20,6 ± 0,7	118,7 ± 2,8	2500 ± 80	10,83 ± 3,44	110,3 ± 2,4	8103 ± 1028
3D-принтер 3D printer	2,7 ± 0,6	45 ± 10	1590 ± 140	2,77 ± 0,65	57,5 ± 15,6	4225 ± 1701

Коэффициент трения, измеренный с использованием сферы диаметром 1 мм, имеет взаимосвязь с параметром шероховатости Rz для всех исследованных образцов: чем выше прирост шероховатости, тем сильнее увеличился коэффициент трения. Этот факт подтверждает существенное изменение рельефа поверхности в результате старения, наблюдаемое при помощи конфокальной оптической микроскопии.

При абразивном износе с использованием сферы диаметром 130 мкм ширина и глубина канавок, коэффициент трения и линейный износ не отличаются существенно у образцов, прошедших ускоренное старение, и исходных. Наименьшими значениями коэффициента линейного износа, глубинами и ширинами канавок обладают образцы Vipi, что говорит об их высокой износостойкости.

Твердость образцов Vipi имеет стабильно высокие значения до и после искусственного старения, что коррелирует с рекордным для исследованной группы образцов значением износостойкости. Наибольшее отличие в твердости измерено для исходного образца, полученного на 3D-принтере – наблюдавшееся до старения значение (0,05 ГПа) возросло в четыре раза. После прохождения образцами процедуры искусственного старения образцы Zirkonzahn показали незначительное увеличение твердости – на 25%. Модуль упругости образцов Vipi и полученных на 3D-принтере после старения практически не изменился. Можно отметить, что для образцов Zirkonzahn (как до, так и после обработки полировкой) модуль упругости показал снижение на 30%.

На трехточечный изгиб испытывались образцы, полировка которых не проводилась. До старения фрезерованные образцы Vipi и Zirkonzahn имели прочность и модуль упругости, более чем в 1,5 раза превышающие соответствующие значения для образцов, напечатанных на 3D-принтере. После старения модуль упругости образцов вырос в 2 раза для материала марки Vipi и в 3–4 раза – для образцов Zirkonzahn и полученных на 3D-принтере. Таким образом, твердость и модуль упругости, измеренные по методу наноиндентирования, коррелируют со значениями модуля упругости, полученными в испытаниях на изгиб.

Из полученных данных можно сделать вывод, что материалы, напечатанные на 3D-принтере, по сравнению с изготовленными традиционным методом, имеют меньшую прочность, что может быть связано с незавершившейся полимеризацией после печати. Процедура старения показывает, что термическая обработка образцов, полученных при помощи аддитивных технологий, способна привести к достижению ими необходимых механических свойств, регламентированных ГОСТ [12].

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена с помощью оборудования, входящего в ЦКП ТИСНУМ.

CONCLUSIONS

The accelerated ageing of the occlusive splint materials simulating the processes in a human cavitas oris in time has been done. Now it is clear that a number of differences between the milled materials and the materials produced with additive technologies exist.

As to non-polished samples, the highest roughness (before and after ageing) has a material printed on a 3D printer than the milled Vipi and Zirkonzahn samples. The roughness of all polished samples turned to be higher by two or more times after ageing.

The friction coefficient measured with the use of a sphere dia. 1 mm is associated with a roughness index Rz for all tested samples. The higher the roughness growth, the greater the friction coefficient was increasing. This fact confirms a significant change in the surface relief due to the ageing observed by confocal optical microscopy.

When using a sphere dia. 130 μm at abrasive wear, the width and depth of the grooves, friction coefficient, and linear wear do not differ from the initial samples and the samples after the accelerated ageing. The Vipi samples have a high durability because of the lower values of linear wear coefficient, and depths and widths of the grooves.

The Vipi samples hardness has a stable high value before and after artificial ageing, that correlates well with the top value of durability for the tested samples groups. The greatest difference in hardness after ageing was measured for the initial sample printed on a 3D printer, while hardness before ageing (0.05 GPa) increased four times.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. **Гаджиев М.А.** et al. Сравнительные испытания объемных и поверхностных механических свойств материалов для стоматологических конструкций, полученных с помощью аддитивных технологий. НАНОИНДУСТРИЯ. 2021. Т. 14. № 3–4. С. 22–30.
2. ASTM F1980 A. Standard Guide for Accelerated Aging of Sterile Barrier Systems for Medical Devices // ASTM International, West Conshohoken, PA, USA. 2016. V. 07, No. November. P. 2016.
3. **Salmi M.** et al. A digital process for additive manufacturing of occlusal splints: a clinical pilot study. J. R. Soc. INTERFACE. 6–9 CARLTON HOUSE TERRACE, LONDON SW1Y 5AG, ENGLAND: ROYAL SOC. 2013. V. 10. No. 84.
4. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002) ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Ч. 1. Метод испытаний.
5. **Horng J.H.** et al. Determination of Mechanical and Friction Properties of Carbon Composites at Different Scale Levels // J. Frict. Wear. 2020. V. 41. No. 2. PP. 102–106.
6. **Кравчук К.С., Гладких Е.В., Морозов А.В.** Исследование нанодинамических механических свойств автомобильных протекторных резин в диапазоне температур от –60 до 60 °С с помощью нанотвердомера "Наноскан-4d". НАНОИНДУСТРИЯ. 2019. Т. 12. № 7–8. С. 444–449.
7. **Hukins D.W.L.W.L., Mahomed A., Kukureka S.N.N.** Accelerated aging for testing polymeric biomaterials and medical devices. Med. Eng. Phys. 2008. V. 30. No. 10. PP. 1270–1274.
8. **Pintó A.** et al. Non-contact measurement of aspherical and freeform optics with a new confocal tracking profiler. Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering. 2011. V. 8169.
9. **Torskaya E.V.** et al. Comparative study of tribological behavior of thin coatings based on metal oxides at various scale levels. J. Frict. Wear. 2015. V. 36. No. 6.
10. **Усеинов А.** et al. ISO – это просто! // НАНОИНДУСТРИЯ. 2015. Т. 7. С. 52–61.
11. **Useinov A.** et al. Friction of thin multi-component oxide films: experiments and modeling. World Tribology Congress, September 8–13. Torino, 2013.
12. ГОСТ 31572-2012 (ISO 1567:1999). Материалы полимерные для базисов зубных протезов. Технические требования. Методы испытаний.
13. ГОСТ 2789-73. Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики.
14. ГОСТ 25142-82. Шероховатость поверхности. Термины и определения.

Декларация о конфликте интересов. *Авторы заявляют об отсутствии конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в данной статье.*

The Zirkonzahn samples show a little hardness growth (by 25%) after the artificial ageing. The Vipi samples elastic modulus obtained on a 3D printer has not changed practically after ageing. Note, that the elastic modulus of the Zirkonzahn samples decreases by 30% both before and after polishing.

Three-point bending tests were performed on non-polished samples. Before ageing, the hardness and elastic modulus of the milled Vipi and Zirkonzahn samples were by 1.5 times greater than the corresponding values of the samples printed on a 3D printer. After ageing, the elastic modulus grows two times for the Vipi samples and 3–4 times for the Zirkonzahn and printed samples. Hence, the hardness and elastic modulus measured by an indentation method correlate with the elastic modulus value obtained in the bending tests.

Based on the obtained data. it can be concluded that the materials printed on a 3D printer, in comparison with those produced by the traditional methods, have smaller strength that can be explained by incomplte polymerization after printing.

The ageing procedure has shown, that thermal treatment of the samples produced by additive technologies can ensure achievement of the necessary mechanical properties, recommended by GOST [12].

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was performed with the use of the CCU TISNCM equipment.

Declaration of Competing Interest. *The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.*