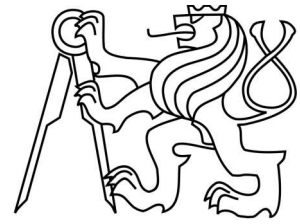


ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
Fakulta stavební
Katedra mechaniky



Mikromechanické hodnocení dentinu a skloviny
s ohledem na mechanické vlastnosti umělých materiálů
užívaných ve stomatochirurgii

Diplomová práce

Autor: Bc. Petra Hájková

Vedoucí práce: Ing. Aleš Jíra, Ph.D.

Studijní program: Stavební inženýrství

Studijní obor: Konstrukce a dopravní stavby

Praha, 2018



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: <u>Hájková</u>	Jméno: <u>Petra</u>	Osobní číslo: <u>395795</u>
Zadávací katedra: <u>Katedra mechaniky</u>		
Studijní program: <u>Stavební inženýrství</u>		
Studijní obor: <u>Konstrukce a dopravní stavby</u>		

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce: Mikromechanické hodnocení dentinu a skloviny s ohledem na mechanické vlastnosti umělých materiálů užívaných ve stomatologii.

Název diplomové práce anglicky: Micromechanical evaluation of dentin and enamel with regard to mechanical properties of dental materials.

Pokyny pro vypracování:
Popis anatomie, histologie a základních materiálových parametrů částí lidského zubu. Popis metody nanoindentace. Provedení mikromechanické analýzy dentinu a skloviny pomocí nanoindentace se zaměřením na hodnoty modulu pružnosti, tvrdosti a parametrů lomové houževnatosti. Statistické vyhodnocení provedených měření a zhodnocení vlastností zubu s ohledem na vlastnosti umělých materiálů užívaných ve stomatologii, především zubních výplní.

Seznam doporučené literatury:
Odborné články a publikace dostupné v databázích WoS a SCOPUS

Jméno vedoucího diplomové práce: Ing. Aleš Jíra, Ph.D.

Datum zadání diplomové práce: 10.10.2017 Termín odevzdání diplomové práce: 7.1.2018
Údaj uveďte v souladu s datem v časovém plánu příslušného ak. roku

Podpis vedoucího práce _____ Podpis vedoucího katedry _____

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Beru na vědomí, že jsem povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je nutné uvést v diplomové práci a při citování postupovat v souladu s metodickou příručkou ČVUT „Jak psát vysokoškolské závěrečné práce“ a metodickým pokynem ČVUT „O dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací“.

10.10.2017 Datum převzetí zadání _____ Podpis studenta(ky) _____

Ráda bych poděkovala vedoucímu mé diplomové práce Ing. Aleši Jírovi, Ph.D. za cenné rady, věcné připomínky a vstřícnost při konzultacích.

Tato práce vznikla za podpory projektů Technologické agentury ČR (TA03010886) a Studentské grantové soutěže ČVUT v Praze (SGS17/168/OHK1/3T/11).

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracovala samostatně, pouze za odborného vedení Ing. Aleše Jíry, Ph.D.

Dále prohlašuji, že veškeré podklady, ze kterých jsem čerpala, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

V Praze dne 7. ledna 2018

Petra Hájková

Název práce: Mikromechanické hodnocení dentinu a skloviny s ohledem na mechanické vlastnosti umělých materiálů užívaných ve stomatologii

Autor: Bc. Petra Hájková

Katedra (ústav): Katedra mechaniky

Vedoucí diplomové práce: Ing. Aleš Jíra, Ph.D.

E-mail vedoucího: jira@fsv.cvut.cz

Abstrakt Práce je zaměřena na mikromechanickou analýzu dentinu a skloviny, zejména oblasti, které dosud nebyly dostatečně popsány. Analýza je prováděna metodou nanoindentace, která umožňuje podrobné zkoumání mikrostruktury zubních tkání. Cílem analýzy je determinace mechanických vlastností – tvrdosti, redukovaného modulu pružnosti a lomové houževnatosti, které mohou napomoci při výběru vhodného typu zubní výplně či vývoji nového materiálu.

Během mikromechanické analýzy dentinu je navíc posuzováno, zda v intertubulárním dentinu dochází ke změně vlastností se vzdáleností od okraje tubulu. Analýza skloviny se zabývá především možností využití metody založené na disipaci energie pro determinaci lomové houževnatosti. V závěru je provedena mikromechanická analýza tří typů zubních výplní, která slouží jako příklad praktického využití dosažených výsledků.

Klíčová slova: sklovina, dentin, nanoindentace, mikromechanické vlastnosti, lomová houževnatost, zubní výplně

Title: Micromechanical evaluation of dentin and enamel with regard to mechanical properties of dental materials

Author: Bc. Petra Hájková

Department: Department of mechanics

Supervisor: Ing. Aleš Jíra, Ph.D.

Supervisor's e-mail address: jira@fsv.cvut.cz

Abstract The thesis aims to characterize the micromechanical behavior of dentin and enamel, mainly in areas which have not been documented in detail so far. The analysis was performed using the nanoindentation method which enables for in-depth description of dental materials microstructures. The thesis deals with the determination of mechanical properties – hardness, reduced modulus and fracture toughness. These properties can serve as criteria for determining the optimal type of dental filling or as a baseline for the development of a new material.

The presence of changes of the values of mechanical properties of intertubular dentin in relation to the distance from dentin tubules is observed when analysing the micromechanical properties of dentin. The analysis of enamel deals with the possibility of using a method based on the dissipation of energy for determining the fracture toughness of enamel. The thesis includes micromechanical analysis of three different dental fillings, which serves as an example of possible application of the results obtained from the analysis of dentin and enamel.

Keywords: enamel, dentin, nanoindentation, micromechanical properties, fracture toughness, dental fillings

OBSAH

1 Úvod	6
2 Anatomie a histologie zubu	7
2.1 Sklovina	8
2.1.1 Chemické složení a fyzikální vlastnosti	8
2.1.2 Struktura	9
2.1.3 Povrch	10
2.2 Dentin	11
2.2.1 Chemické složení a fyzikální vlastnosti	11
2.2.2 Struktura	11
2.2.3 Klasifikace	12
2.3 Zubní dřev	15
2.4 Zubní cement	15
3 Nanoindentace	16
3.1 Základní princip metody	16
3.2 Metodika determinace materiálových charakteristik	18
3.2.1 Funkce kontaktní plochy	20
3.3 Indentační hroty	22
3.4 Indentační přístroj CSM	26
4 Lomová houževnatost	29
4.1 Úvod do lomové mechaniky	30
4.1.1 Model energetické bilance	30
4.1.2 Model intenzity napětí	33
4.2 Determinace lomové houževnatosti metodou indentace	36
4.2.1 Vickersův indentační test lomové houževnatosti (VIF)	37
4.2.2 Indentační test lomové houževnatosti s hrotem „roh krychle“ (CCIF)	42
4.2.3 Metoda založená na disipaci energie	43

5 Mikromechanická analýza dentinu a skloviny	48
5.1 Mikromechanická analýza dentinu	49
5.1.1 Přehled dosaženého poznání	49
5.1.2 Příprava vzorků	52
5.1.3 Metodologie nanoindentace	53
5.1.4 Vyhodnocení výsledků	55
5.2 Mikromechanická analýza skloviny	62
5.2.1 Přehled dosaženého poznání	62
5.2.2 Příprava vzorků	64
5.2.3 Metodologie nanoindentace	66
5.2.4 Vyhodnocení výsledků	69
6 Mikromechanická analýza zubních výplní	77
6.1 Popis výplní	78
6.1.1 Příprava vzorků	82
6.1.2 Metodologie nanoindentace	82
6.1.3 Vyhodnocení výsledků	83
7 Závěr	86
Literatura	99

ÚVOD

Zuby jsou důležitou částí lidského těla. Hlavní funkcí zubů je rozmělnění potravy umožňující její polknutí a snadnější trávení. Méně očividnou, ale rozhodně neméně významnou funkci mají při mluvě, respektive správné artikulaci. V současnosti hrají zuby stále významnější roli i v sociální sféře. Podle zdravotního stavu chrupu jsou lidé často hodnoceni a zařazováni do různých sociálních skupin. Vždyť špatný chrup bývá často jeden z prvních příznaků, že o sebe daný člověk nedbá a jeho životní styl není v pořádku.

Se zvyšujícím se věkem bohužel dochází i přes správnou ústní hygienu k tvorbě zubních kazů a jiných defektů. Zubní kazy poškozují sklovinu a dentin, které zub tvoří. Pro zabránění šíření kazu je nutno poškozenou část tkáně odstranit a nahradit zubní výplní. Výplně musí být vyrobeny z vhodného materiálu splňujícího množství požadavků. Materiál výplně musí být biokompatibilní, dostatečně tvrdý, aby odolával napětím vyvolaným při žvýkání, vhodně zbarvený atd. V ideálním případě by se jeho mechanické a fyzikální vlastnosti měly shodovat s vlastnostmi nahrazovaných tkání. K vývoji takového materiálu je bezpodmínečně nutná podrobná znalost mikrostruktury, fyzikálních a mechanických vlastností zubních tkání.

Tato práce je zaměřena na mikromechanickou analýzu dentinu a skloviny, přičemž více pozornosti je věnováno oblastem, které dosud nejsou v literatuře důkladně popsány. Analýza je prováděna metodou nanoindentace, která umožňuje aplikaci na vzorky malých rozměrů a podrobné zkoumání materiálů. Analýza dentinu má za cíl determinovat tvrdost a redukovaný modul pružnosti intertubulárního dentinu a zjistit, zda dochází ke změně vlastností se vzdáleností od okraje tubulu. Analýza skloviny je orientována především na determinaci lomové houževnatosti metodou založenou na disipaci energie, která je alternativou k Vickersově indentačnímu testu lomové houževnatosti, který bývá pro jeho nespolehlivost kritizován. V závěru práce je provedena mikromechanická analýza tří typů výplní a je zhodnoceno, zda a na kolik se jejich mechanické vlastnosti shodují s vlastnostmi dentinu a skloviny. Pro úplnost práce jsou počáteční kapitoly věnovány teoretickým poznatkům z oblasti anatomie a histologie zubu, nanoindentace a lomové mechaniky.

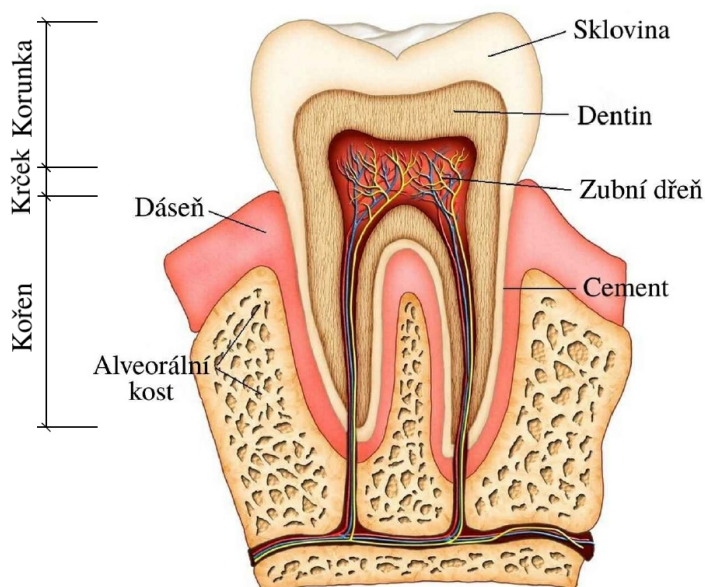
ANATOMIE A HISTOLOGIE ZUBU

Zuby se nachází v ústní dutině většiny obratlovců. Chrup dospělého člověka se skládá celkem z 32 zubů, jež jsou tvarově diferencovány (řezáky, špičáky, třenové zuby a stoličky) [1]. Hlavní funkcí zubů je přijímání a rozmělnování potravy, jsou ale důležité i pro správnou artikulaci. V současnosti hrají roli i při sociální interakci.

Lidský zub je rozdělen na tři základní části – korunku, krček a kořen (Obrázek 2.1). Korunka, respektive klinická korunka, je část zubu pozorovatelná v dutině ústní po jeho prořezání. Označení anatomická korunka se používá pro horní část zubu až po cemento-sklovinnou hranici [1]. Obvykle je po ukončení prořezávání zubu klinická korunka o 1–2 mm kratší než korunka anatomická, která je z části kryta dásněmi [2]. Mezi korunkou a kořenem se nachází užší část zubu – krček. Kořen zubu je uložen v zubním lůžku dásňového výběžku horní a dolní čelisti. Počet kořenů se u jednotlivých skupin zubů liší. V lidském chrupu se vyskytují jednokořennové, dvoukořennové a tříkořennové zubní skupiny. Kořen zubu je ukončen kořenovým hrotem. [1]

Hmotu zubu tvoří čtyři různé tkáně – sklovina, dentin, zubní cement a zubní dřev. Sklovina, dentin a zubní cement jsou označovány jako tkáně tvrdé, neboť se z velké části skládají z minerálních složek. Zubní dřev je tkání pojivovou [1–3]. Obvykle je v ústní dutině z těchto tkání viditelná pouze sklovina. Pokud je zub vytržen, na kořeni lze pozorovat zubní cement. Tyto dvě tkáně chrání dentin, který se nachází pod nimi a tvoří většinu zubu. V centrální části korunky zubu se nachází dřevná dutina vyplněná zubní dřeví, která vyplňuje rovněž kořenový kanálek. Upevnění kořene v zubním lůžku zajišťuje periodoncium, které je složeno z dásně periodontálních vazů, alveolární kosti a cementu [1]. Obrázek 2.1 znázorňuje podrobnou morfologii zubu.

V této kapitole jsou popsány jednotlivé tkáně z hlediska jejich umístění, funkce a základních vlastností. Více pozornosti je věnováno popisu skloviny a dentinu, neboť právě těmto tvrdým tkáním se práce především věnuje. Podrobnější popis dentinu a skloviny je zaměřen na jejich chemické a fyzikální vlastnosti, strukturu, genezi aj. Mechanické vlastnosti jsou popsány v kapitole 5.



Obrázek 2.1: Morfologie zubu [www.jouefct.com].

2.1 Sklovina

Sklovina se nachází na povrchu korunky zubu (Obrázek 2.1), musí tedy odolávat největším napětím, která jsou v zubu během žvýkání vyvolávána. S tím souvisí její mechanické vlastnosti. Sklovina je nejtvrďší tkáň, která se v lidském těle nachází. Bohužel s tvrdostí rovněž souvisí malá odolnost proti vzniku a šíření trhlin – křehkost, jejíž důsledky mohou zhoršovat celkový stavu zubu, a to především, pokud se pod sklovinou nachází zubní kaz. Sklovina ovlivňuje celkový vzhled lidského chrupu, a to jak tvarem, tak především zabarvením. [2–4]

2.1.1 Chemické složení a fyzikální vlastnosti

Sklovina se skládá z 96 % z anorganických látek, především hydroxyapatitu. Ten se nachází rovněž v kostech, dentinu a cementu. Zbývající 4 % tvoří voda a organické látky. Organickou složkou jsou lipidy a protein enamelin, který je obdobný proteinu keratinu, který se nachází v kůži [4]. Přesné složení je ovlivněno stravou, věkem a dalšími faktory. Chemické prvky, které sklovinu tvoří, jsou vápník, fosfor, uhličitany, hořčík, fluor a sodík. Voda přítomná ve sklovině je buď vázána v krystalech jako hydratační obal nebo je volná [2]. Se složením úzce souvisí i hustota skloviny, která je $2,97 \text{ g/cm}^3$ [5].

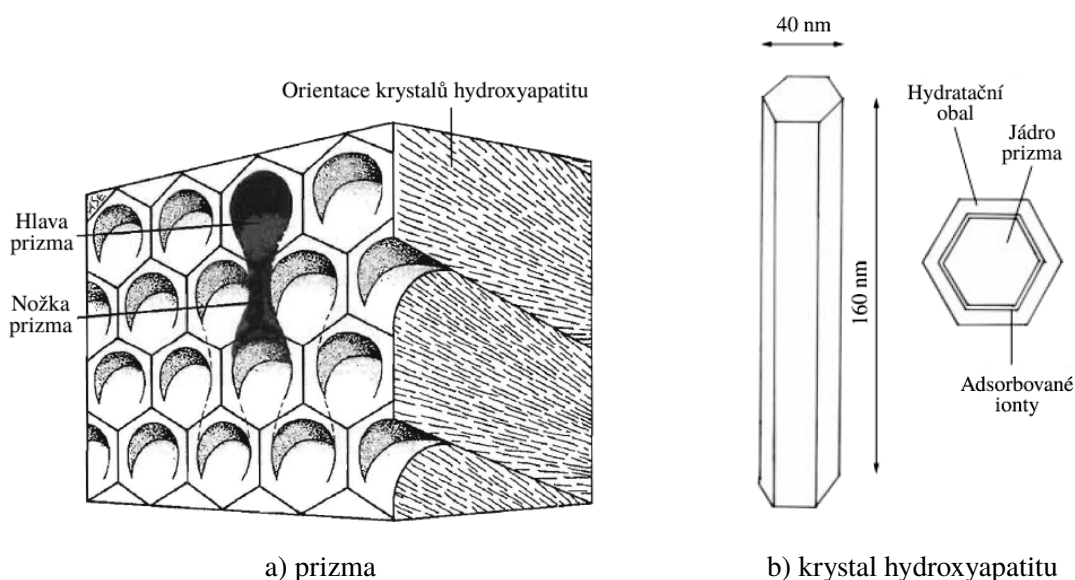
Zabarvení zubů je žlutohnědé až zašedlé. Žlutou barvu způsobuje zabarvení dentinu, který se nachází pod translucenční sklovinou. Průsvitnost skloviny je důsledkem vysoké kalcifikace a závisí na její tloušťce. Tloušťka skloviny je proměnná, přičemž maximální tloušťka $\sim 2,5 \text{ mm}$ se nachází na okluzních ploškách premolárů a molárů a řezacích hra-

nách řezáků a špičáků. Naopak nejtenčí je sklovina v oblasti krčku. Tloušťka skloviny se liší u jednotlivých skupin zubů, ale rovněž člověk od člověka. [2, 4]

2.1.2 Struktura

Sklovina se skládá ze sklovinných prizmat, která ve svazcích prochází od dentino–sklovinné hranice až k vnějšímu povrchu zubu. Jako ložisko k vývoji jednotlivých prizmat slouží čtyři buňky – ameloblasty. Buňky ovlivňují tvar prizmat, který se nejčastěji podobá „klíčové dírce“ (Obrázek 2.2a). Tvar „klíčové dírky“ se skládá z oválné hlavy a protáhlé části, tzv. nožky či ocasu. Nejširší částí prizma je hlava široká $\sim 5 \mu\text{m}$, užší část je široká $\sim 1 \mu\text{m}$. Výška prizma, zahrnující hlavu i nožku, je $\sim 9 \mu\text{m}$ [4]. Konvexní plocha jednoho prizma zapadá do konkávní plochy sousedního, což zapříčiňuje pevnost skloviny. Dalšími typy prizmat jsou podkovovitý a cylindrický. Tvar cylindrický se nachází především v blízkosti dentino-sklovinné hranice a v blízkosti povrchu skloviny. [2]

Prizmata se skládají z hustě uspořádaných krystalů hydroxyapatitu. Krystaly jsou tvaru šestibokého hranolu šířky $\sim 40\text{--}70 \text{ nm}$ a délky $\sim 160 \text{ nm}$ (Obrázek 2.2b). Podélná osa krystalů je orientována paralelně s podélnou osou prizmat. Na okraji prizma jsou krystaly orientovány více šikmo [2]. V prostoru mezi prizmaty se nachází interprizmatická substance. Ta se liší od prizmat právě orientací krystalů hydroxyapatitu, které jsou zde uloženy kolmo k podélné ose prizmat. Toto uspořádání krystalů, kdy se vzájemně překrývají a zapadají do sebe, vede k pevnému spojení prizmat a zvýšení mechanické odolnosti skloviny. [2, 4]



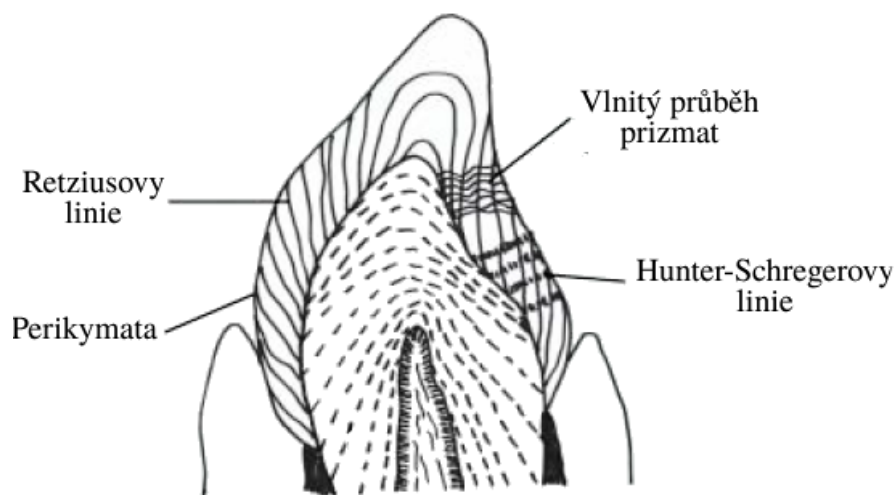
Obrázek 2.2: Prizma tvaru „klíčové dírky“, pro které slouží jako ložisko k vývoji čtyři buňky – ameloblasty. Prizmata se skládají z hustě uspořádaných krystalů hydroxyapatitu.

Svazky prizmat nesměřují od dentino–sklovinné hranice k vnějšímu povrchu zubu přímo. Ačkoliv v blízkosti okrajů skloviny mají svazky rovný radiální průběh, ve střední vrstvě se různě ohýbají, vlní či spirálovitě stáčí okolo sebe. Mohou se také rozdělovat a zase spojovat. Nepřímý průběh prizmat způsobuje tzv. Hunter–Schregerovy proužky, tmavé a světlé proužky, které jsou pozorovatelné při promítání světla na výbrus (Obrázek 2.3) [2, 4]. Na povrchu čerstvě prořezaných zubů se pak nachází 20–70 µm tenká vrstva skloviny bez prizmat, tzv. aprizmatická sklovina.

Tvorba skloviny neprobíhá plynule, ale střídají se období aktivity a klidu. V počátečním stádiu vývoje jsou prizmata umístěna volněji, později hustěji. V důsledku tohoto nárazového vývoje vytváří prizma inkrementální linie, tzv. Retziusovy proužky (Obrázek 2.3), které jsou kolmé k Hunter–Schregerovým proužkům [2, 4]. Jednou z výrazných inkrementálních linií je neonatální linie, která rozděluje sklovinu dočasných zubů a prvních stálých stoliček na prenatalně a postprenatálně vytvořenou. Prenatální sklovina obsahuje méně defektů než sklovina postprenatální. [4]

2.1.3 Povrch

Povrch skloviny je hladký nebo s jemnými rýhami. Jemné rýhy (perikymata) se objevují tam, kde Retziusovy proužky dosahují až k vnějšímu povrchu skloviny (Obrázek 2.3). Tyto rýhy se žvýkáním postupně ohlazují [2, 4]. Dalším prvkem povrchu skloviny je Nasmythova membrána, 20–40 µm tenká nemineralizovaná organická blanka. U stálého chrupu je po prořezání rychle abradována a zůstává pouze v oblasti krčku, kde zlepšuje celistvost povrchu a spojení s dásní. [4]



Obrázek 2.3: Zobrazení Hunter-Schregerových linií, Retziusových linií a perikymat na podélném řezu zubu [2].

2.2 Dentin

Dentin tvoří hlavní část zubu (Obrázek 2.1). V oblasti korunky je chráněn vrstvou skloviny a v oblasti kořene zubním cementem. Dentin tudíž není přímo vystavován působícím silám při žvýkání, ani prostředí v ústní dutině. Složení dentinu zapřičiňuje, že je měkčí než sklovina, ale zároveň mírně tvrdší než kost nebo zubní cement. Dentin díky své pružnosti umožňuje odolávat napětím při žvýkání bez tvorby trhlin v křehké sklovině, pro kterou tvoří pružný podklad. Na rozdíl od skloviny se tvoří celý život. [2, 4]

2.2.1 Chemické složení a fyzikální vlastnosti

Dentin se skládá ze 70 % z anorganických hydroxyapatitových krystalů, 20 % tvoří organická kolagenní vlákna s malým množstvím proteinů a zbývajících 10 % tvoří voda [2, 4]. Hustota dentinu je $2,14 \text{ g/cm}^3$, takže je nižší než hustota skloviny [5].

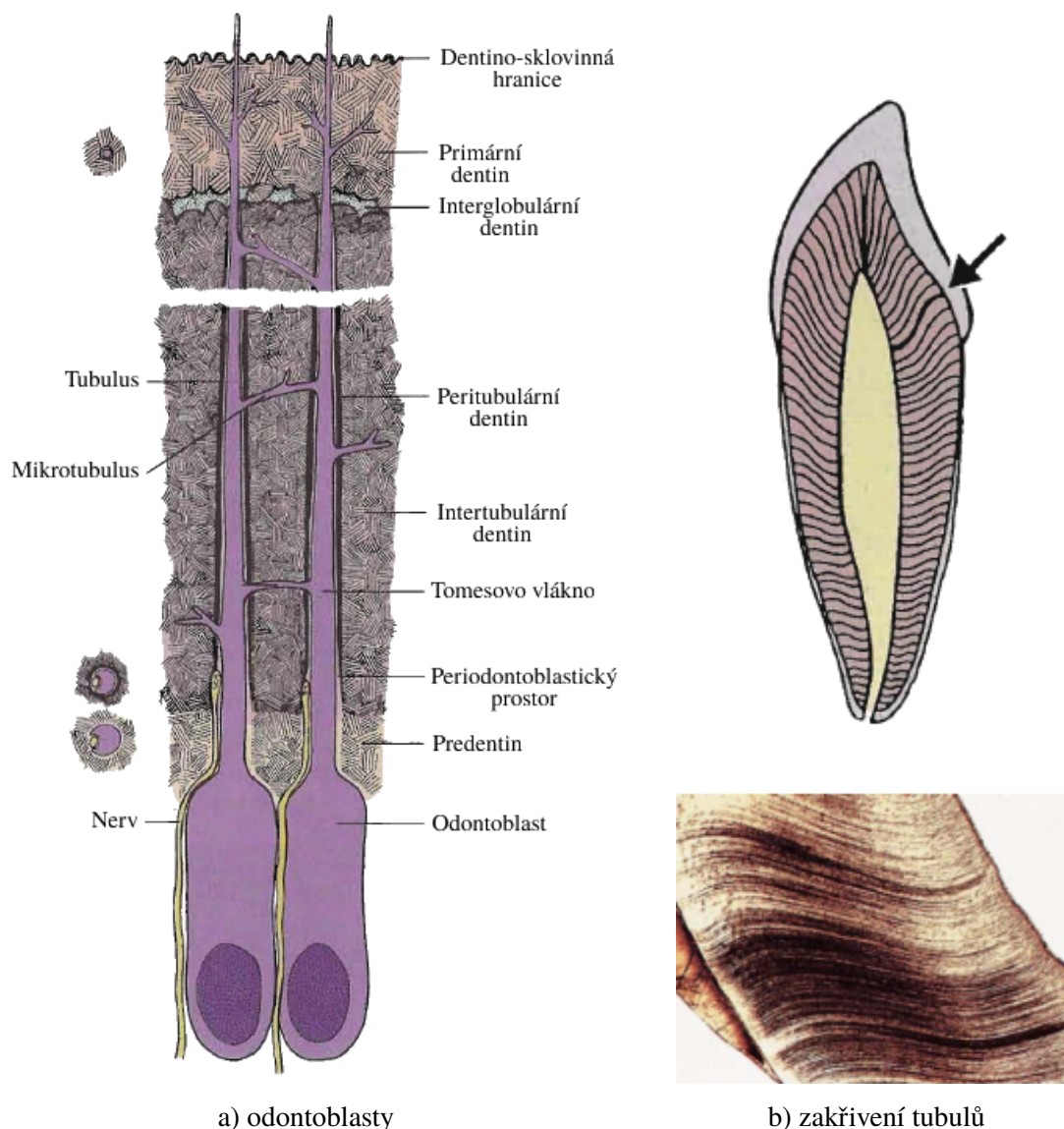
Dentin má žlutou barvu, která se může promítat skrz translucenční sklovinu a ovlivňovat tak celkový vzhled chrupu. V porovnání se sklovinou je měkčí, pružnější a více radiolucenční. Pružnost je způsobena z velké části přítomností tubulů, které jdou od dentino–sklovinné hranice až k dřevné dutině. [2, 4]

2.2.2 Struktura

Dentin se skládá z buněk, konkrétně odontoblastů, a mezibuněčné hmoty, která je jejich produktem [3, 4]. Mezibuněčná hmota je tvořena kolagenem (kolagen typu I) a jinými proteiny (fosfoproteiny, proteoglykany, Gla–proteiny), které se vyskytují pouze v nepatrném množství. Kolagenní vlákna tvoří matrici pro mineralizaci dentinu během vývoje zubu a jeho životnosti. [2]

Dlouhé výběžky odontoblastů, tzv. Tomesova vlákna, probíhají v zubních kanálcích – tubulech (Obrázek 2.4a) a protínají dentin od dřevné dutiny až k dentino–sklovinné hranici. V blízkosti těla buněk mají tubuly průměr 3–4 μm a směrem k dentino–sklovinné hranici se ztenčují až na 1 μm [4]. Průběh stejně jako u prizmat není přímý, ale kanálky se různě ohýbají a stáčí. Lze rozlišit dva typy prohnutí, tj. primární (hrubé) a sekundární (jemnější). Primární esovitě zakřivení se skládá ze dvou oblouků, z nichž jeden je konvexitou obrácen ke kořeni a druhý ke korunce (Obrázek 2.4b). Prímější průběh mají kanálky v oblasti kořene a pod okluzními plochami zubů. V blízkosti hranice dentino–sklovina/cement se kanálky rozvětvují. [2]

Poměr počtu tubulů v blízkosti dentino–sklovinné hranice ku počtu tubulů v blízkosti dřevné dutiny je 4:1. Běžně se počet tubulů v blízkosti dřevné dutiny pohybuje mezi 30 000–50 000 tubuly/ mm^2 . Více tubulů je v korunce oproti kořenu. Vodorovné větve tubulů se nazývají mikrotubuly a mají průměr $\sim 1 \mu\text{m}$. Některé mikrotubuly spojují dva tubuly, jiné končí v intertubulárním dentinu. Prostor mezi stěnou tubulu a Tomesovým vláknem (periodontoblastický prostor) je vyplněn tekutinou s organickou složkou. [4]



Obrázek 2.4: Výběžky odontoblastů, tzv. Tomesova vlákna, probíhající v tubulech od dřeňové dutiny k dentino-sklovinné hranici. Tubuly neprobíhají přímo, nýbrž jsou zakřivené. Primární esovitě zakřivení se skládá ze dvou oblouků – konvexního a konkávního [4].

2.2.3 Klasifikace

Klasifikace různých typů dentinu, které se liší svým původem, obdobím vývoje, strukturou, chemickým složením, fyziologií, odolností a dalšími parametry, je značně obtížná. I v odborné literatuře dochází k zaměňování terminologie. Kuttler objasňuje základní rozdělení dentinu na primární, sekundární a terciální [6].

Dentin se na primární, sekundární a terciální dělí dle období tvorby během vývoje a životnosti zubu, ačkoliv se liší i svou strukturou, chemickým složením, fyzikálními a mechanickými vlastnostmi aj. Primární dentin je tvořen nejdříve, ještě před dokončením vý-

voje kořene zubu. Sekundární dentin se vytváří až po jeho dokončení a tvorba probíhá celý život. Terciální dentin vzniká pouze jako reakce na oslabení, abrazi a rozšiřující se kazy [2, 4, 6]. Speciální označení nově vzniklého nemineralizovaného dentinu, který se nachází na hranici dentinu a zubní dřevě, je predentin [2, 4].

Jiné dělení dentinu dle polohy vůči tubulům je na intertubulární a peritubulární (intratubulární) dentin. Peritubulární dentin tvoří prstenec okolo tubulů a je více mineralizovaný než intertubulární dentin. Intertubulární dentin se nachází mezi tubuly a tvoří převážnou část korunky a kořene zubu [2, 4]. Mikromechanická analýza intertubulárního dentinu je jedním z hlavních cílů této práce a její výsledky jsou uvedeny v kapitole 5.1.

Primární dentin

Primární dentin, který se tvoří ještě před dokončením vývoje kořene, se skládá z tzv. plášťového dentinu a cirkumpulparního dentinu. Plášťový dentin se vytváří nejdříve. Tvoří se od dentino-sklovinné hranice směrem k zubní dřevě a vytváří vrstvu tloušťky ~ 150 μm . Cirkumpulparní dentin přiléhá k plášťovému dentinu a tvoří většinu primárního dentinu. Tloušťka cirkumpulparního dentinu se pohybuje mezi 6–8 mm v korunce zubu, v oblasti kořene se tloušťka mírně snižuje. Rozdíl mezi plášťovým a cirkumpulparním dentinem nespočívá pouze v poloze a období tvorby, ale liší se i svou strukturou. Plášťový dentin je oproti cirkumpulparnímu tvořen většími kolagenními vlákny, je méně mineralizovaný a obsahuje méně defektů. [4]

Mineralizace primárního dentinu neprobíhá plynule, ale v periodických intervalech, proto v něm vznikají růstové (inkrementální) linie, které vytváří obdobný optický efekt jako Retziusovy proužky ve sklovině. Tyto linie se nazývají Ebnerovy linie a jsou vzájemně vzdáleny ~ 4–8 μm [2]. Stejně jako u skloviny je výraznou linií neonatální linie, která odděluje prenatalní a postprenatální dentin. Mezi plášťovým a cirkumpulparním dentinem se navíc nachází oblast nemineralizovaného nebo částečně mineralizovaného interglobulárního (globulárního) dentinu. Obvykle se nachází pouze v korunce zubu, ale může zasahovat i do kořene. [4]

Sekundární dentin

Sekundární dentin se začíná tvořit po dokončení vývoje kořene zubu a jeho prořezání, tudíž při vlastní biologické funkci zubu [2, 4, 6]. Od tohoto období působí na zub mírně agresivní prostředí (teplotní změny, chemické látky aj.) a zub je zatěžován [6]. Tvorba sekundárního dentinu probíhá celý život. Struktura je obdobná primárnímu dentinu, ale sekundární dentin se tvoří pomaleji a růstové (inkrementální) linie jsou od sebe méně vzdáleny (1–1,5 μm) [4]. Sekundární dentin se také neukládá rovnoměrně, např. u stoliček se více ukládá na stropě a dně dřevěné dutiny, čímž ji chrání během namáhání. Díky tomu dochází během života ke zmenšování dřevěné dutiny a asymetrii jejího tvaru. [2, 4].

Terciální dentin

Terciální dentin se tvoří jako reakce na oslabení, abrazi, kazy či jiné procedury, které stimulují pulpu [2, 4, 6]. Pulpa začne vytvářet nové buňky podobné odontoblastům, jež produkují kolagen a specifické dentinové proteiny, tudíž vytváří nové části mineralizované tkáně [2]. Terciální dentin se tvoří rychle a pouze na stimulovaných místech. Rychlá tvorba může mít za následek nepravidelnost dentinu, nižší hustotu tubulů a jejich zakřivení [4]. Pokud se terciální dentin podobá více kosti než dentinu, říká se mu osteodentin. Dle toho, zda je u poškozených odontoblastů obnovena jejich funkce či jsou nahrazeny novými buňkami, se používá označení reakční, respektive reparativní dentin [2].

Predentin

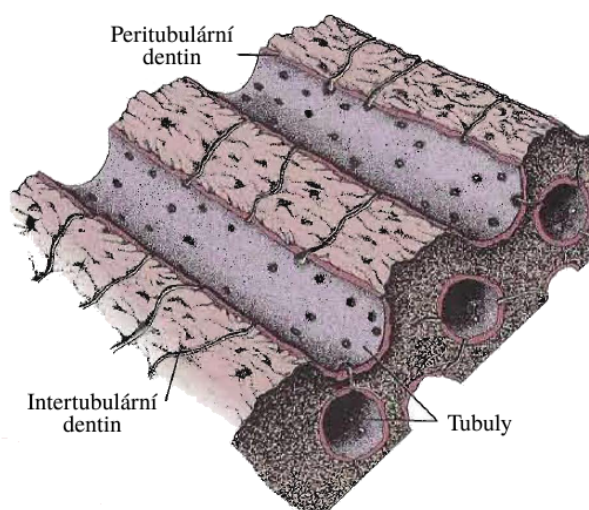
Predentin je důkazem, že tvorba dentinu probíhá ve dvou fázích. Nejdříve se vytváří organická matrice z kolagenních vláken a poté následuje mineralizace. Po mineralizaci se z predentinu stává dentin a celý děj se opakuje. Během tvorby primárního dentinu se každý den vytvoří vrstva predentinu tloušťky ~ 4 μm. Během tvorby sekundárního dentinu se produkce predentinu snižuje na 1–1,5 μm [4]. Přechodná zóna mezi predentinem a mineralizovaným dentinem je nazývána interdentin. Právě v této zóně dochází k postupné mineralizaci.

Peritubulární (intratubulární) dentin

Peritubulární (intratubulární) dentin tvoří hypermineralizovaný prstenec okolo tubulů (Obrázek 2.5) [4]. Jeho funkce ani původ není dosud úplně jasný [7]. Peritubulární dentin je tvořen zejména krystaly hydroxyapatitu, což má za následek vyšší tvrdost oproti intertubulárnímu dentinu [2]. Nachází se v korunce i kořeni zubu, výjimkou je dentin blízko dřevové dutiny a interglobulární dentin. V blízkosti dentino-sklovinné hranice a cementu mohou být tubuly úplně vyplněny peritubulárním dentinem. Pro oblast hypermineralizovaného dentinu, který zcela zneprůchodňuje tubuly, se užívá označení sklerotický dentin. Sklerotický dentin obdobně jako terciální dentin má za účel chránit dřevovou dutinu. Jeho množství narůstá s věkem. [2, 4]

Intertubulární dentin

Intertubulární dentin se nachází mezi tubuly, respektive vně peritubulárního dentinu (Obrázek 2.5) [2, 4]. Oproti peritubulárnímu dentinu je intertubulární dentin měkčí, neboť je složen z menšího množství krystalů hydroxyapatitu a naopak více nemineralizovaných kolagenních vláken [2]. Rozdíl v minerálním obsahu je udáván až 40%. Krystaly hydroxyapatitu jsou uspořádány do vrstev, které jsou kolmé či téměř kolmé k orientaci tubulů. Mineralizovaná kolagenní vlákna jsou v těchto vrstvách uspořádána tangenciálně k jejich hranici [7].



Obrázek 2.5: Tubuly obklopené peritubulárním dentinem. Intertubulární dentin se nachází mezi tubuly [4].

2.3 Zubní dřeň

Zubní dřeň (pulpa) se nachází v centrální části zuby (Obrázek 2.1). Vyplňuje dřeňovou dutinu korunky zuby i kořenový kanálek zuby [2–4]. Zubní dřeň je obklopena dentinem s výjimkou kořenového hrotu, kudy do dřeně vstupují krevní cévy a nervová vlákna [2]. Zubní dřeň je řídká vazivová tkáň s funkcí formativní, nutritivní, senzoricou a obranou. Formativní funkcí je tvorba buněk – odontoblastů, které produkují dentin (Kapitola 2.2.2). Nutritivní funkcí je vyživování buněk dřeně a odontoblastů. Senzorickou funkci, neboli vnímání bolesti, které je reakcí na horko, chlad aj., zprostředkovávají nervová zakončení, která se ve dřeni nachází. Obrannou funkcí je tvorba terciálního dentinu jako reakce na poranění (Kapitola 2.2.3). [3]

2.4 Zubní cement

Zubní cement je tkáň, která chrání dentin v oblasti krčku a kořene zuby a uzavírá otevřené tubuly (Obrázek 2.1). Oproti sklovině, která dentin chrání v oblasti korunky, má cement nižší tvrdost a tvoří se celý život. U většiny jedinců dochází k částečnému překrytí skloviny cementem nebo jejich přímému navázání. Objevují se však i případy, kdy mezi cementem a sklovinou je nepokrytá část dentinu. Cement je součástí závěsného aparátu zuby tvořeného periodontálními vazy a alveolární kostí. Periodontální vazy přiléhají vnější částí k cementu a společně zajišťují pružné kotvení zuby v zubním lůžku. Cement má matný povrch a jeho zbarvení je světle žluté. Tloušťka cementu je proměnná, nejsilnější vrstva je na kořenovém apexu ~ 50–200 μm a nejtenčí vrstva je v oblasti krčku ~ 10–15 μm . [2, 4]

NANOINDENTACE

Nanoindentace představuje moderní způsob měření mechanických vlastností materiálů. Kromě této funkce umožňuje rovněž testování chování materiálů (zpevňování, dotvarování, reziduální napětí). Výhodou metody nanoindentace je možnost aplikace na vzorky malých rozměrů a možnost podrobného zkoumání materiálu v mikro/nanoměřítku. Základními materiálovými charakteristikami, které jsou během indentace zjišťovány, jsou tvrdost (H) a modul pružnosti (E). Ty jsou přímo určovány na základě aplikovaného zatížení a měřené hloubky indentačního vpichu. [8–10]

Metoda nanoindentace prošla během vývoje řadou změn, které přispěly ke zvýšení přesnosti a rozšíření oblasti aplikace. Zlepšení bylo dosaženo nejen díky modernějšímu vybavení, ale také zkušenostem získaným během experimentů. Metoda nicméně stále nabízí spoustu témat k řešení, jako je například vliv podkladu při měření mechanických vlastností tenkých filmů či chování materiálů v závislosti na čase. [10]

V této kapitole jsou kromě základního principu metody nanoindentace popsány metodika determinace materiálových charakteristik, běžně užívané indentační hroty a indentační přístroj CSM. Obsah jednotlivých částí je zaměřen především na metodiku a technologické vybavení, které bylo využito při mikromechanické analýze dentinu, skloviny a zubních výplní (Kapitola 5 a 6).

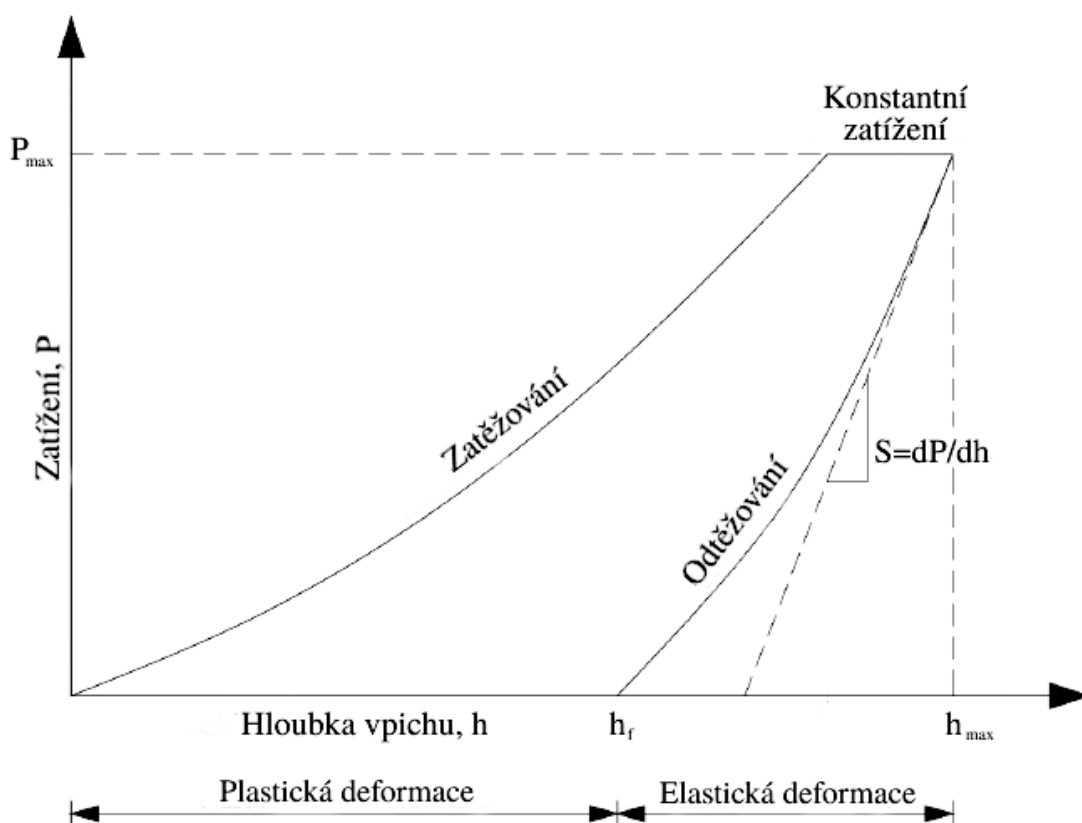
3.1 Základní princip metody

Princip nanoindentace spočívá v zatlačování indentačního hrotu do povrchu testovaného materiálů. Během indentačního cyklu, který se skládá ze zatížení na různě definované maximum a úplného odtížení, je kontinuálně zaznamenáváno aplikované zatížení a měřena hloubka indentačního vpichu. Indentační křivka (Obr. 3.1) je zobrazením záznamu indentačního cyklu. [8–10]

Indentační křivka (P-h křivka) zobrazuje závislost hloubky indentačního vpichu (h) na aplikovaném zatížení (P). Křivka se skládá ze zatěžovací a odtěžovací větve, případně

může být mezi zatížením a odtížením po určitou dobu držena konstantní hodnota maximálního zatížení (P_{\max}). Během zatěžování dochází jak k elastické, tak plastické deformaci. Během odtěžování se uvažuje pouze elastická složka deformace, proto metoda nemůže být aplikována na materiály s vratnou plastickou deformací [9, 10]. Indentační křivka má odlišný tvar pro různé materiály, ale liší se i při užití různých typů indentačních hrotů (Kapitola 3.3). Křivka může signalizovat i jiné chování materiálu, jako například zpevňování, dotvarování či tvorbu a šíření trhlin. [8]

Hlavními parametry, které je možné z indentační křivky určit, jsou maximální zatížení (P_{\max}), maximální hloubka indentace (h_{\max}) a kontaktní tuhost (S). Kontaktní tuhost ($S=dP/dh$) závisí na sklonu tečny horní části odtěžovací větve, proto je rovněž nazývána tuhostí při počátečním odlehčení. Dalším parametrem je konečná hloubka indentace (h_f), neboli hloubka indentačního vpichu (indentu), která zůstává v materiálu po jeho úplném odtížení. Na základě těchto parametrů jsou odvozovány materiálové charakteristiky, nejčastěji tvrdost (H) a modul pružnosti (E). Metodika determinace materiálových charakteristik je podrobněji popsána v následující kapitole. [10]



Obrázek 3.1: Indentační křivka zobrazující závislost hloubky indentačního vpichu (h) na aplikovaném zatížení (P) v průběhu celého indentačního cyklu.

3.2 Metodika determinace materiálových charakteristik

V této práci je pro determinaci materiálových charakteristik využívána metodika dle W. C. Olivera a G. M. Pharra, která byla poprvé představena v roce 1992 [11]. Autoři navázali na metodiku popsanou M. F. Doernerem a W. D. Nixem [12]. Během 90. let a začátku nového tisíciletí pracovali Oliver a Pharr na větší přesnosti metodiky a lepším porozumění. V 2003 vydali aktualizovanou metodiku, která přináší řadu zlepšení. Příkladem může být přesnější odvození kontaktní plochy či odlišný způsob určení vlivu poddajnosti indentačního hrotu. Dále aktualizovaná metodika osvětluje fyzikální původ některých kalibračních konstant, které se při determinaci materiálových charakteristik objevují. Neméně důležitým poznatkem je, že ačkoliv metoda byla odvozena pro indentační hrot Berkovich (Kapitola 3.3), je mnohem obecnější a lze ji aplikovat na různé osově symetrické indentační hroty, včetně kulového. [10]

Metodika vychází z procesu odtěžování. Na rozdíl od metodiky Doernera a Nixe, Oliver a Pharr zohledňují v metodice nelineární průběh odtěžovací křivky. Ačkoliv se při odtěžování uvažuje pouze elastická složka deformace, dochází během něho nejen ke změně hloubky indentačního vpichu, ale také ke změně tvaru vpichu. Na obrázku 3.2 lze vidět, že tvar indentačního vpichu po odtížení neodpovídá přesně tvaru indentačního hrotu, ale že u povrchu materiálu vykazuje mírné konvexní zakřivení. Zakřivení způsobuje změnu kontaktní plochy, která má za následek nelineární průběh odtěžovací křivky. Průběh odtěžovací křivky odpovídá vztahu:

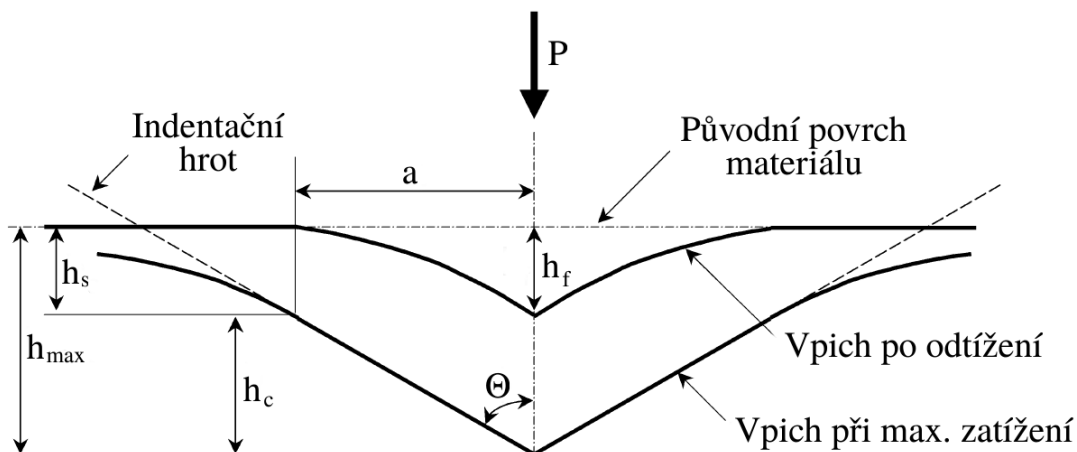
$$P = \alpha(h - h_f)^m \quad (3.1)$$

kde α a m jsou kalibrační konstanty. Pro hodnoty exponentu m platí $1, 2 \leq m \leq 6$. Dle experimentů bylo zjištěno, že pro Berkovichův indentační hrot vzorec 3.1 nejlépe vystihuje skutečnou odtěžovací křivku, pokud $m = 1, 5$, což je hodnota pro rotační paraboloid. [10]

Po odtížení zůstává v materiálu podrobovaném zkoušce plastická deformace. Obrázek 3.2 znázorňuje příčný řez indentačním vpichem při maximálním zatížení a po úplném odtížení. Značení parametrů je stejné jako na obrázku 3.1. Maximální hloubka indentace je označena h_{max} , konečná hloubka indentace h_f . Z obrázku 3.2 je patrné, že pro maximální hloubku indentace platí:

$$h_{max} = h_c + h_s \quad (3.2)$$

kde h_c je svislá vzdálenost přímého kontaktu indentačního hrotu a povrchu materiálu, nazývaná kontaktní hloubka. Zbývající svislá vzdálenost, kde dochází ke konvexnímu zakřivení povrchu materiálu směrem od indentačního hrotu, je označena h_s . Poloměr kruhu na přímém kontaktu indentačního hrotu s povrchem materiálu je označen a [10, 11]. Θ je polovina vrcholového úhlu indentačního hrotu. Velikost Θ ovlivňuje hloubku indentace, neboť při stejném zatížení se hrot s menším vrcholovým úhlem zaboří do vzorku více než hrot méně ostrý. Typy indentačních hrotů a jejich parametry jsou popsány v kapitole 3.3.



Obrázek 3.2: Příčný řez indentačním vpichem při maximálním zatížení a po úplném odtížení. Lze pozorovat konvexní zakřivení indentačního vpichu v blízkosti původního povrchu materiálu. [10]

Při předpokladu, že v materiálu nedochází k pile-up efektu, při němž se materiál hromadí okolo indentačního hrotu, je hloubka h_s odvozena na základě maximálního zatížení (P_{max}) a kontaktní tuhosti (S):

$$h_s = \epsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (3.3)$$

kde ϵ je konstanta závislá na typu, respektive geometrii indentačního hrotu. Dle provedených experimentů se chování indentačního hrotu Berkovich nejvíce podobá chování rotačního paraboloidu, pro který $\epsilon = 0,75$, což je standardní hodnota užívaná pro analýzu. [10, 11]

Vzhledem k tomu, že indentační vpich je při nanoindentaci příliš malý, aby bylo možné měřit kontaktní plochu běžnými optickými metodami, je tato plocha nepřímo určena ze známé geometrie indentačního hrotu a kontaktní hloubky. Tento způsob umožňuje určit kontaktní plochu při maximálním aplikovaném zatížení, která je pro determinaci materiálových charakteristik zásadní [8]. Velikost kontaktní plochy je popsána funkcí kontaktní hloubky:

$$A = F(h_c) \quad (3.4)$$

Přesnost odvození této funkce je důležitá pro následnou determinaci tvrdosti (H) a modulu pružnosti (E), neboť do výpočtu obou těchto charakteristik kontaktní plocha vstupuje. Správná kalibrace funkce umožňuje eliminovat některé nežádoucí faktory, jako jsou odchylky od ideálního tvaru indentačního hrotu [10, 11]. Odvození funkce kontaktní plochy je podrobněji popsáno v kapitole 3.2.1.

Se známou velikostí kontaktní plochy (A) je možné determinovat materiálové charakteristiky. Tvrdost (H), neboli odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa, je definována jako průměrné napětí materiálu způsobené zatížením:

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (3.5)$$

Takto určená hodnota tvrdosti se může lišit od hodnot zjištěných konvenčními metodami, při nichž se kontaktní plocha určuje přímo dle reziduálního napětí. K výrazným odlišnostem dochází, pokud je elastická složka deformace výrazná. V tomto případě je kontaktní plocha určená konvenčními metodami menší než při maximálním zatížení. K tomu dochází především u materiálu s velmi malým poměrem E/H . [10, 11]

Determinace modulu pružnosti (E), v této metodice konkrétně redukovaného modulu pružnosti (E_r), vychází ze vztahu kontaktní tuhosti (S) a kontaktní plochy. Po úpravě rovnice 3.6, lze redukovaný modul pružnosti určit dle vztahu 3.7:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (3.6)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (3.7)$$

Redukovaný modul pružnosti (E_r) zohledňuje skutečnost, že hloubka indentačního vpichu je dána nejenom deformací vzorku, ale také deformací indentačního hrotu. Redukovaný modul pružnosti lze proto definovat rovněž v závislosti na modulech pružnosti a Poissonových konstantách (ν) materiálu vzorku a indentačního hrotu:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (3.8)$$

kde E a ν jsou vztaženy k materiálu vzorku a E_i a ν_i k materiálu indentačního hrotu. [10, 11]

3.2.1 Funkce kontaktní plochy

Ačkoliv se odvození funkce kontaktní plochy může zdát jednoduchou záležitostí, do výpočtu vstupují další faktory, které kontaktní plochu ovlivňují. Jeden z faktorů, který je potřeba do výpočtu zahrnout, jsou odchylky od ideálního tvaru indentačního hrotu. Odchylky mají větší význam, pokud jsou v blízkosti konce indentačního hrotu, kde může docházet k jeho zaoblení v důsledku obrušování. Dále je třeba určit poddajnost zatěžovacího aparátu, neboť měřená hloubka indentačního vpichu je dána součtem deformace materiálu vzorku a zatěžovacího aparátu. Přesnost odvozené kontaktní plochy zásadně ovlivňuje determinaci tvrdosti (H) i redukovaného modulu pružnosti (E_r). Kalibrace výpočtu kontaktní plochy je obecně založena na vztahu:

$$C = C_f + C_s \quad (3.9)$$

kde C je celková měřená poddajnost, C_f je poddajnost zatěžovacího aparátu a C_s je poddajnost materiálu vzorku. [11]

Poddajnost materiálu vzorku (C_s) lze vyjádřit z rovnice 3.6, neboť poddajnost je převrácenou hodnotou tuhosti (S). Kombinací s rovnicí 3.9 je možné celkovou měřenou poddajnost vyjádřit jako:

$$C = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_r} \frac{1}{\sqrt{A}} \quad (3.10)$$

Poddajnost zatěžovacího aparátu (C_f) je určena s větší jistotou, pokud je poddajnost materiálu vzorku (C_s) nízká. Ke snižování poddajnosti materiálu dochází při zvětšování hloubky indentačního vpichu. Poddajnost zatěžovacího aparátu vykazuje opačný trend a při zvětšující se hloubce se zvyšuje. Velké indentační vpichy navíc nejsou tolik ovlivněny odchylkami od tvaru ideálního indentačního hrotu a nerovnostmi povrchu, tudíž může být jejich kontaktní plocha modelována právě plochou ideálního indentačního hrotu. Pro kontaktní plochu ideálního Berkovichova indentačního hrotu platí:

$$A(h_c) = 24,5h_c^2 \quad (3.11)$$

Rovnice 3.10 a 3.11 slouží pro počáteční odhad tuhosti zatěžovacího aparátu (C_f) a redukovaného modulu pružnosti (E_r). K tomu je zapotřebí změřených hodnot kontaktní tuhosti (S) a kontaktní hloubky (h_c) dvou relativně velkých indentačních vpichů. Velké indenty se lépe provádí v materiálu s nízkou tvrdostí. [11]

Znalost hodnot tuhosti zatěžovacího aparátu a redukovaného modulu pružnosti umožňuje určení kontaktní plochy dalších indentů s různou kontaktní hloubkou. Využívá se rovnice 3.10, z níž lze vyjádřit kontaktní plochu jako:

$$A = \frac{\pi}{4} \frac{1}{E_r^2} \frac{1}{(C - C_f)^2} \quad (3.12)$$

Výsledky jsou dále použity pro odvození funkce kontaktní plochy v závislosti na kontaktní hloubce ($F(h_c)$):

$$A(h_c) = 24,5h_c^2 + C_1h_c^1 + C_2h_c^{1/2} + C_3h_c^{1/4} + \dots + C_8h_c^{1/128} \quad (3.13)$$

kde C_1 až C_8 jsou konstanty [11]. První člen funkce popisuje kontaktní plochu ideálního Berkovichova indentačního hrotu nebo kuželovitého hrotu. Indentační hrot tvaru rotačního paraboloidu či koule popisuje druhý člen funkce. První dva členy společně popisují indentační hrot tvaru rotačního hyperboloidu. Ostatní členy vyjadřují geometrické odchylky způsobené otupením hrotu. [10]

Protože počáteční odhad tuhosti zatěžovacího aparátu (C_f) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) ovlivňuje odvození funkce kontaktní plochy, je pro zpřesnění využit iterační proces. Na základě kontaktních ploch určených dle funkce 3.13 a změřené kontaktní tuhosti (C) dvou indentačních vpichů je z rovnice 3.10 určen nový odhad tuhosti zatěžovacího aparátu a redukovaného modulu pružnosti. Nový odhad se využije pro určení přesnější funkce kontaktní plochy. Celý proces se opakuje, až je dosaženo konvergence. [11]

V aktualizované metodice sami autoři shledali tento způsob odvození funkce kontaktní plochy jako kostrbatý a ne vždy aplikovatelný [10]. Využili proto nových poznatků a technologií pro jeho optimalizaci. Zásadním zlepšením je určení poddajnosti zatěžovacího aparátu (C_f) nezávisle na kontaktní ploše určené dle rovnice 3.11. Využívá se poznatku Joslina a Olivera, že poměr P/S^2 je nezávislý na indentační hloubce a kontaktní ploše. Poměr P/S^2 nabízí možnost určení tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) rovněž

bez ohledu na kontaktní plochu a indentační hloubku:

$$\frac{P}{S^2} = \frac{\pi}{(2\beta)^2} \frac{H}{E_r^2} \quad (3.14)$$

β je opravný faktor, který v aktualizované metodice vstupuje i do rovnice 3.6 a nejčastěji se uvažuje $\beta = 1,05$. Vztahu 3.14 lze efektivně využít k determinaci materiálových charakteristik při nerovném povrchu vzorku nebo pokud dochází k pile-up efektu. Je zřejmé, že k determinaci je potřeba znát jednu z materiálových charakteristik. [10]

Poddajnost zatěžovacího aparátu (C_f) je s využitím vztahu 3.14 určena tak, že je měněna její hodnota, dokud není nalezena taková, při které je poměr P/S^2 konstantní. Další postup je obdobný původní metodice. Protože je poddajnost zatěžovacího aparátu určena přímo a nejedná se pouze o její odhad, je možné iterační proces vynechat. [10]

3.3 Indentační hroty

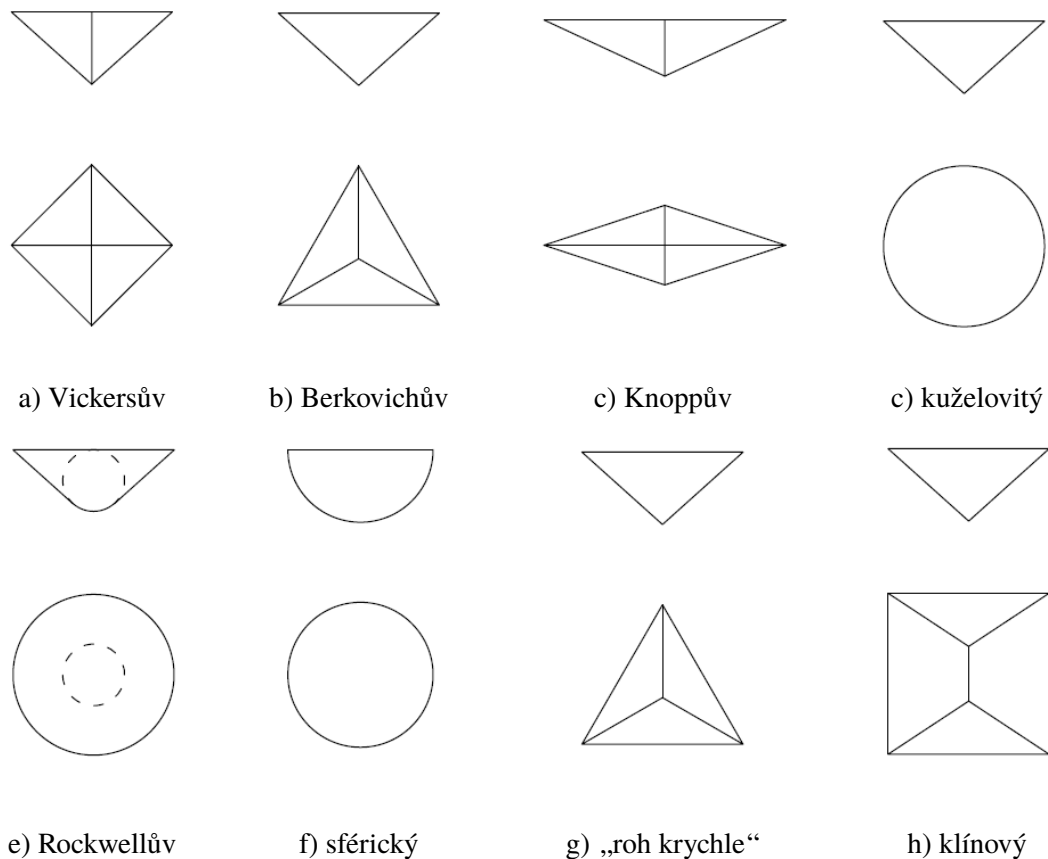
Indentační hrot je klíčovým prvkem technologického vybavení pro nanoindentaci. Výběr vhodného typu indentačního hrotu je předpokladem pro dosažení exaktních výsledků experimentu. Nevhodný výběr může zapříčinit neúspěšnost experimentu. Příkladem může být test lomové houževnatosti, kdy v důsledku výběru tupého hrotu nemusí v testovaném materiálu trhliny vůbec vzniknout. [9]

Indentační hroty je možno rozdělit do dvou skupin – hroty ostré a hroty tupé (oblé). Obě skupiny mají své výhody i nevýhody a jsou vhodné pro jiné použití. Ostré hroty vytváří ve vzorku dobře definované plastické deformace, proto jsou vhodné pro determinaci tvrdosti (H) a modulu pružnosti (E). Vzhledem k téměř okamžité indukci plastické deformace jsou také často užívány pro testování tenkých filmů, neboť při aplikaci malých zatížení je možné zamezit ovlivnění výsledků substrátem. Výhodou tupých hrotů je zřetelnější přechod mezi elastickou a plastickou deformací, proto se využívají pro určení meze pružnosti materiálů [13]. Zařazení jednotlivých typů indentačních hrotů do těchto dvou skupin je nejednoznačné. Často závisí na názoru autora a testovaném materiálu, neboť odezva různých materiálů na stejný typ indentačního hrotu může být značně odlišná. [9]

Typů indentačních hrotů je nespočet, proto jsou zmíněny pouze ty, jejichž užití je při nanoindentaci nejběžnější. Větší pozornost je věnována Berkovichově indentačnímu hrotu a hrotu „roh krychle“, neboť jsou v této práci využity pro mikromechanickou analýzu dentinu, skloviny a zubních výplní (Kapitola 5 a 6). Nejběžnější typy indentačních hrotů jsou:

- Vickersův
- Berkovichův
- Knoopův
- kuželovitý
- Rockwellův
- sférický
- „roh krychle“
- klínový

Na obrázku 3.3 je znázorněn jejich půdorys a pohled. Jednotlivé typy hrotů se liší tvarem (jehlan, kužel, koule aj.) a vrcholovým úhlem. Odlišnosti v geometrii vstupují do výpočtu mechanických vlastností v podobě rozdílné funkce kontaktní plochy, ale i ve formě kalibračních konstant (ϵ) a opravných faktorů (β) [9, 13]. Parametry nejběžnějších typů hrotů jsou souhrnně uvedeny v tabulce 3.1. Pokud hodnota některého parametru není uvedena, je to zpravidla způsobeno variabilitou geometrie daného indentačního hrotu.



Obrázek 3.3: Typy indentačních hrotů. Půdorysy a pohledy jsou z důvodu jednoduchosti mírně zkreslené. Ve skutečnosti pohled na Berkovichův hrot a hrot tvaru „rohu krychle“ není zcela stejný.

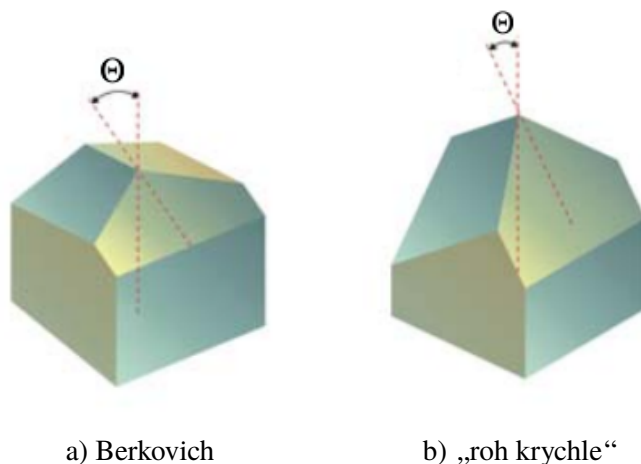
Nejběžnějším materiálem pro výrobu indentačních hrotů je diamant. Diamant je anizotropní materiál, což je způsobeno jeho přírodní krystalickou strukturou. Při výrobě tak mohou být vlastnosti indentačních hrotů ovlivňovány právě různou orientací krystalické mřížky vůči podélné ose hrotu. Hodnota modulu pružnosti diamantu se udává v rozmezí 800–1200 GPa. Při nanoindentaci se běžně užívá hodnota modulu pružnosti ~ 1000 GPa a Poissonova konstanta 0,07 [9]. Výhodou diamantu oproti ostatním materiálům je nejenom vyšší tvrdost, ale také tepelná vodivost a inertnost vůči chemickým látkám. Dalšími materiály, které jsou pro výrobu indentačních hrotů využívány, jsou safír, křemen, křemík, wolfram, ocel, jiné tvrdé kovy a keramika. [14]

Berkovichův indentační hrot

Berkovichův indentační hrot má tvar trojbokého jehlanu (Obrázek 3.4a). Výhodou indentačního hrotu Berkovich oproti pyramidálnímu Vickersovu hrotu je jeho jednodušší výroba, neboť tři strany se snadněji střetnou v jediném bodě (vrcholu hrotu) než strany čtyři. Původní verze hrotu měla polovinu vrcholového úhlu (Θ) rovnu $65,03^\circ$. Dnes se při nanoindentaci běžně používá modifikovaná verze, která má $\Theta = 65,27^\circ$. Původní geometrie hrotu byla navržena tak, aby měla stejný povrch s Vickersovým hrotem. Modifikace oproti tomu definuje pro oba typy hrotů stejnou kontaktní plochu $A=24,5h_c^2$. Díky své geometrii je indentační hrot Berkovich vhodný pro měření vlastností nejrůznějších materiálů, tenkých filmů, polymerů, dále pro vrypové zkoušky a testy opotřebení. [9, 14]

Indentační hrot „roh krychle“

Indentační hrot „roh krychle“, jak už název napovídá, má tvar trojbokého jehlanu, jehož strany jsou navzájem kolmé (Obrázek 3.4b). Oproti Berkovichově hrotu se liší vrcholovým úhlem. Polovina vrcholového úhlu (Θ) hrotu „roh krychle“ je $35,3^\circ$, čemuž odpovídá kontaktní plocha $A=2,6h_c^2$. Menší vrcholový úhel způsobuje při stejném zatížení větší zažboření indentačního hrotu do vzorku, proto se tento hrot hodí pro determinaci lomové houževnatosti, neboť snadněji způsobuje vznik trhlin. Další využití je stejné jako pro Berkovichův indentační hrot.



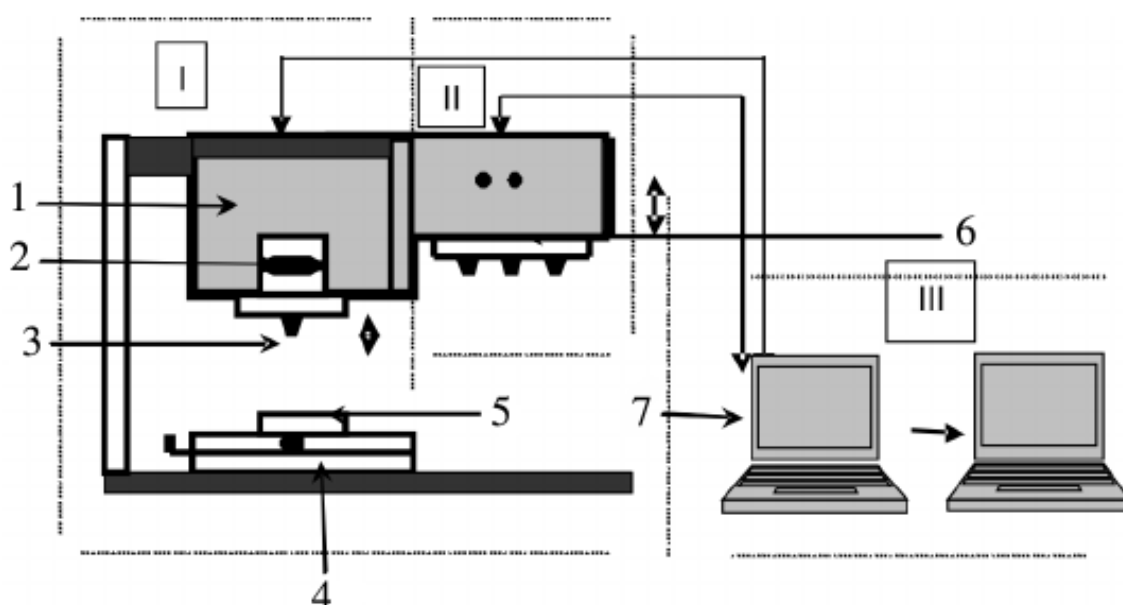
Obrázek 3.4: Indentační hroty Berkovich a „roh krychle“. Oba hroty mají tvar trojbokého jehlanu, ale liší se vrcholovým úhlem [14].

Tabulka 3.1: Parametry nejběžnějších typů indentačních hrotů [13].

Typ hrotu	Kontaktní plocha	Polovina vrcholového úhlu Θ	Koeficient α	Opravný faktor β
Vickersův	$A = 4h_c^2 \tan^2 \Theta$	68°	0,75	1,012
Berkovichův	$A = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 \Theta$	$65,27^\circ$	0,75	1,034
Knoopův	$A = 2h_c^2 \tan \Theta_1 \tan \Theta_2$	$\Theta_1 = 86,25^\circ$ $\Theta_2 = 65^\circ$	0,75	1,012
kuželovitý	$A = \pi h_p^2 \tan^2 \alpha$	$10^\circ \leq \Theta \leq 70^\circ$	0,72	1
Rockwellův kulový	závisí na poloměru kulové části $A \approx \pi 2R h_c$	60° N/A	– 0,75	– 1
„roh krychle“	$A = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 \Theta$	$35,26^\circ$	0,75	1,034
klínový	závisí na konkrétní geometrii	$15^\circ \leq \Theta \leq 45^\circ$	–	–

3.4 Indentační přístroj CSM

Indentační přístroj CSM Instruments Nano Hardness Tester (CSM Instruments SA, Švýcarsko) byl v této práci využit pro měření mikromechanických vlastností dentinu, skloviny a zubních výplní (Kapitola 5 a 6). Přístroj se skládá ze tří základních částí (Obrázek 3.5 a 3.6). Část I slouží k vlastní indentaci a skládá se z držáku vzorku (5), který je umístěn na pohyblivé plošině (4), držáku indentačního hrotu (3), který je připojen k zatěžovacímu rámu (1), a akustické sondy (2). Část II umožňuje observaci vzorku a provedených indentačních vpichů díky optickému mikroskopu s objektivy různých zvětšení (6). Obraz z mikroskopu je následně zobrazován na displeji počítače (7), jenž je prvkem části III, která slouží pro ovládání indentačního přístroje a výpočet dat pomocí specializovaného softwaru [15]. Hardwarové prvky pro ovládání indentačního přístroje jsou součástí kontroleru. Části I a II jsou umístěny ve speciální klimatické komoře, která minimalizuje vliv akustického hluku, pohybu vzduchu a teplotních změn v laboratoři. [9]

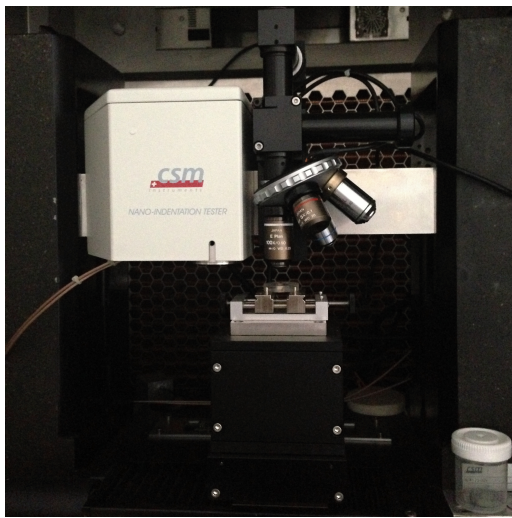


Obrázek 3.5: Schéma indentačního přístroje a jeho rozdělení do tří základních částí. Část I se skládá z rozvodů a systému transformace signálu (1), akustické sondy (2), držáku indentačního hrotu (3), pohyblivé plošiny (4) a držáku vzorku (5). Část II představuje optický systém objektivů (6) a část III řídicí počítač (7) s kontrolerem [15].

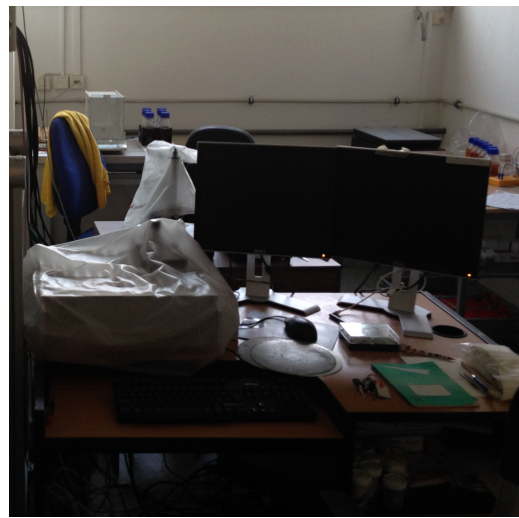
Hlavní částí přístroje je zatěžovací rám (1) s držákem indentačního hrotu (3). Rám musí být dostatečně těžký, aby fungoval jako dynamický tlumič a eliminoval mechanické vibrace, které by mohly ovlivňovat měření [9]. Zatížení je aplikováno elektromagnetickým regulátorem. Nezbytným vybavením je rovněž transduktor pro měření hloubky indentačního vpichu pomocí změn kapacitního odporu [13]. Rozsah aplikovaného zatížení je pro užitý

přístroj CSM Instruments Nano Hardness Tester 0,1–500 mN s rozlišením 0,04 μm . Rychlost zatěžování a odtěžování je omezena maximální rychlostí 10 N/min. Maximální možná hloubka indentačního vpichu je 200 μm s rozlišením 0,04 nm [16].

Vzorek je uchycen v držáku (3), který zabraňuje nechtěnému posunu vzorku při měření. Držák vzorku je umístěn na pohyblivé plošině (4), která umožňuje pohybovat vzorkem ve všech třech směrech, čímž je dosaženo požadované lokalizace indentačních vpichů ve vzorku. Zároveň plošina slouží i k přemisťování vzorku pod mikroskop. Minimální krok plošiny ve vodorovném směru je 0,25 μm . Maximální rozsah je 120×20 mm. Součástí přístroje je dále optický mikroskop s digitální kamerou sloužící pro observaci vzorku a provedených indentačních vpichů. Mikroskop je vybaven čtyřmi objektivy s celkovým zvětšením 50×, 250×, 500× a 1000×.



a) část I a II



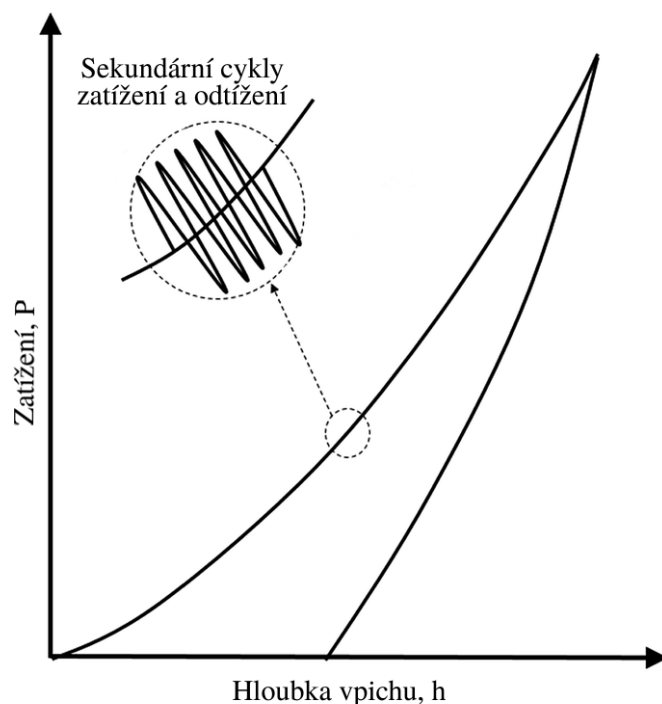
b) část III

Obrázek 3.6: Užitý indentační přístroj CSM Instrument Nano Hardness Tester. a) držák indentačního hrotu, držák vzorku, pohyblivá plošina a optický mikroskop se čtyřmi objektivy, b) řídicí počítač s kontrolerem (vlevo).

Indentační přístroj CSM umožňuje měřit mechanické vlastnosti materiálů dvěma způsoby. Prvním způsobem je klasická indentace, kdy je vzorek plynule zatěžován na různě definované maximum a poté zcela odtížen. Druhým způsobem je technika tzv. kontinuálního měření kontaktní tuhosti, odkud také pochází název přístroje CSM (Continuous stiffness measurement). Při něm je vzorek zatěžován či odtěžován dynamicky oscilující silou, která způsobuje sekundární malé cykly zatížení a odtížení (Obrázek 3.7). Zatímco první klasický způsob umožňuje měřit kontaktní tuhost (S), jež je nezbytná pro determinaci materiálových charakteristik, pouze v jediném bodě indentační křivky (Kapitola 3.1), při užití techniky CSM je kontaktní tuhost měřena při každém sekundárním cyklu. Proces tudíž umožňuje stanovit závislost měřených charakteristik na kontaktní hloubce (h_c). [10, 17]

Technika kontinuálního měření tuhosti přispěla k urychlení a zlepšení kalibrace funkce kontaktní plochy (Kapitola 3.2.1). Také umožnila přesnější identifikaci počátečního kon-

taktu indentačního hrotu s materiálem vzorku [10]. Někteří autoři však upozorňují, že technika kontinuálního měření může přinášet i určitá úskalí, především při analýze materiálů s vysokým poměrem E/H a při aplikaci velmi malých zatížení, kterým odpovídá kontaktní hloubka do 20 nm [17, 18]. Vzhledem k tomu, že během mikromechanické analýzy dentinu, skloviny ani zubních výplní nebylo nutné stanovovat závislost mikromechanických vlastností na kontaktní hloubce, byl zvolen klasický způsob měření. Tím také bylo vyloučeno ovlivnění výsledků dynamicky oscilující zatěžovací silou.



Obrázek 3.7: Indentační křivka získaná technikou CSM. Jsou znázorněny sekundární cykly zatížení a odtížení způsobené dynamicky oscilující zatěžovací silou [18].

LOMOVÁ HOUŽEVNATOST

Lomová houževnatost je důležitou charakteristikou křehkých materiálů, kterými je například keramika, sklo či zubní sklovina. Vyjadřuje schopnost materiálu odolávat šíření trhlin přítomných v materiálu při určitém napětí [19]. O závažnosti důsledků neznalosti či nesprávné determinace křehkých vlastností materiálů svědčí množství kolapsů konstrukcí, které byly způsobeny právě křehkým lomem [20]. K porušení materiálu křehkým lomem navíc dochází bez předchozího varování, proto následky mohou být katastrofální.

Podstatou křehkého porušení je, že trhlina přítomná v materiálu mění rozložení napětí. Zvyšující se napětí způsobuje šíření trhliny. Při dosažení kritické délky trhliny dochází k jejímu šíření beze změny napětí a trhlina se rychle propaguje skrz celou konstrukci. K porušení tedy může docházet i v případě, že maximální napětí určené na základě pružné či plastické analýzy je menší než pevnost materiálu [20]. Podrobněji je mechanismus šíření trhliny popsán v kapitole 4.1.

Existuje velké množství různých metod pro testování lomové houževnatosti materiálů. Metody mohou být analytické, numerické či experimentální. Mezi numerické metody patří metoda konečných či hraničních prvků. Experimentální metody zahrnují fotoelasticimetrii, tenzometrii a nepřímé metody, jako je zkouška tříbodovým ohybem, čtyřbodovým ohybem, excentrickým tahem či indentace [21]. Každá z metod má svá specifika a volba metody závisí na testovaném materiálu, dostupnosti materiálu a měřících zařízeních, zvolené podrobnosti testování, financích aj.

V této kapitole je nejdříve popsán stručný úvod do lomové mechaniky, neboť bez znalosti základního mechanismu šíření trhliny a rozložení napětí v materiálu s trhlínami je pochopení problematiky determinace lomové houževnatosti nemožné či nesnadně dosažitelné. Kapitola je zaměřena především na způsoby určení lomové houževnatosti metodou indentace, neboť ta byla v praktické části práce použita pro determinaci lomové houževnatosti skloviny (Kapitola 5.2).

4.1 Úvod do lomové mechaniky

Lomová mechanika je široký obor, kterým se ve svých knihách [22, 23] či jiných publikacích [20, 24] zabývá řada autorů. Jedním z možných důvodů velkého zájmu o lomovou mechaniku může být fakt, že se jedná o poměrně nový obor, který stále ještě skýtá řadu nejasností k řešení. Aby měl úvod do lomové mechaniky v této práci přiměřený rozsah, je zaměřen na objasnění pouze fundamentálních principů v lineárně elastické lomové mechanice (LELM). Popis elasticko-plastické lomové mechaniky (EPLM) je zcela vynechán, neboť determinace lomové houževnatosti metodou indentace vychází z LELM. Sklovina, kterou se práce zabývá, je navíc velmi křehký materiál, pro nějž platí zákonitosti LELM. Práce se při základním popisu rovněž nezabývá dalšími faktory, které ovlivňují určení lomové houževnatosti, jako je velikost vzorku či teplota, přestože si autorka práce uvědomuje jejich důležitost.

4.1.1 Model energetické bilance

Studie, která je považována za první významný přínos při řešení křehkého chování materiálu, byla představena A. A. Griffithem v roce 1920. Tato studie navazovala na práci Ch. E. Inglise, který v roce 1913 publikoval způsob výpočtu koncentrace napětí okolo eliptického otvoru [20–22]. Nutno poznamenat, že obě studie předpokládají pružné chování materiálu. Jedná se tedy o počátek lineárně elastické lomové mechaniky (LELM). Do oblasti plastického chování materiálu byla teorie LELM rozšířena až později.

Průběh koncentrace napětí okolo eliptického otvoru daných rozměrů (Obr. 4.1a) dle Inglise odpovídá:

$$\sigma_y(a, 0) = \sigma \left(1 + \frac{2a}{b} \right) \quad (4.1)$$

kde σ je celkové napětí v materiálu, a a b jsou rozměry eliptického otvoru, respektive délky jeho poloos. Ze vzorce 4.1 vyplývá, že v případě absolutně ostré trhliny ($b = 0$) se napětí na čele trhliny limitně blíží nekonečnu (4.1b). Toto není fyzikálně možné, neboť reálné materiál svojí poddajností vždy trhlinu otupí. Ze vzorce rovněž vyplývá, že by materiál v případě absolutně ostré trhliny neměl žádnou odolnost vůči jejímu šíření a k porušení by docházelo i v případě velmi malých aplikovaných zatížení. [20, 22]

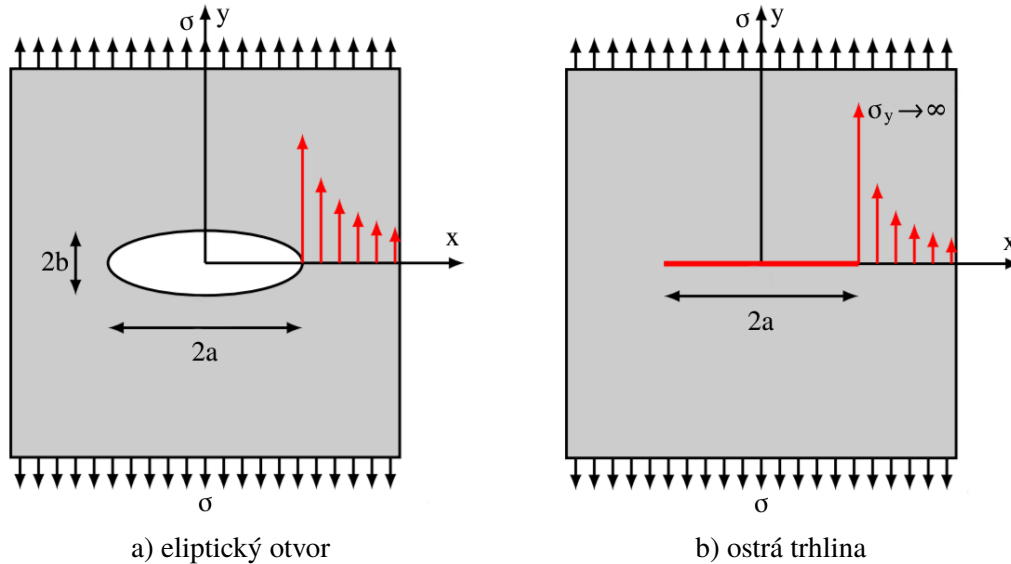
Griffith se kvůli tomuto nesouladu teorie a praxe zaměřil na energetickou bilanci, nikoliv přímo na koncentraci napětí okolo trhliny. Definoval deformační energii vztahenou k jednotkovému objemu jako [20, 22]:

$$U^* = \frac{1}{V} \int f dx = \int \frac{f}{A} \frac{dx}{L} = \int \sigma d\epsilon \quad (4.2)$$

Jelikož Griffith uvažoval lineárně pružné chování materiálu, při němž platí Hookův zákon ($\sigma = E\epsilon$), lze vzorec 4.2 přepsat do podoby:

$$U^* = \frac{E\epsilon^2}{2} = \frac{\sigma^2}{2E} \quad (4.3)$$

kde E je modul pružnosti, ϵ je přetvoření a σ je celkové napětí v materiálu. Vzhledem k lineárně pružnému chování materiálu je v tomto případě deformační energie (U^*) nazývána energií elastickou.



Obrázek 4.1: Koncentrace napětí okolo eliptického otvoru definovaná dle Ch. E. Inglise. V případě absolutně ostré trhliny se napětí na hranici otvoru blíží nekonečnu [mech.fsv.cvut.cz].

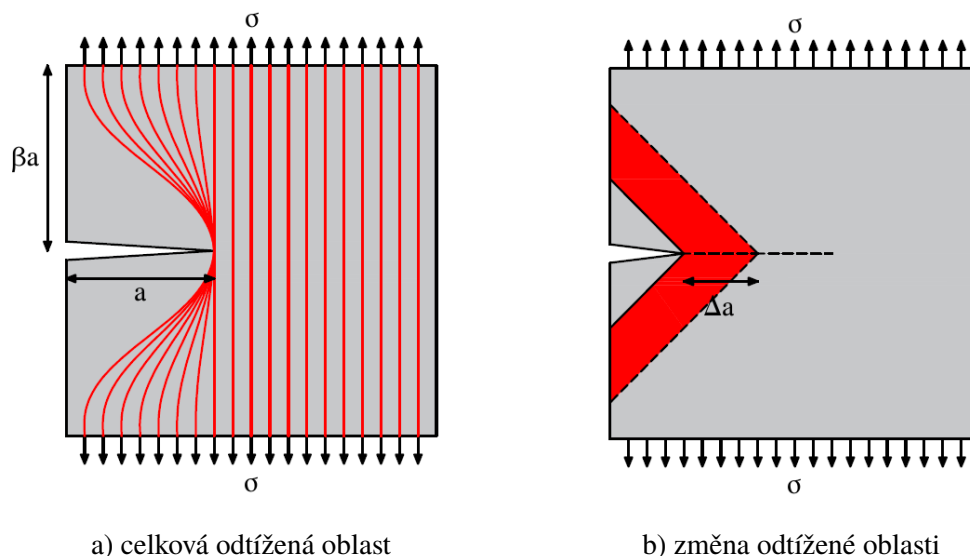
Objasnění, proč může docházet k šíření trhliny i beze změny napětí, respektive dalšího zatěžování, usnadní Obr. 4.2. Pokud je v materiálu přítomna trhlina, oblast okolo ní je odtížena a uvolněnou elastickou energii přebírá zbývající oblast bez trhliny (Obrázek 4.2a). Velikost uvolněné energie Griffith stanovil z velikosti odtížené plochy, která má tvar dvou trojúhelníků o odvěsnách a a βa . Parametr $\beta a = \pi$ byl stanoven s využitím Inglisova řešení pro rovinnou napjatost [20]. S využitím vzorce 4.3 a známé velikosti odtížené plochy lze stanovit celkovou uvolněnou energii (U) pro jednotkový objem:

$$U = \frac{\sigma^2}{2E} \pi a^2 \quad (4.4)$$

Jak bylo zmíněno, uvolněnou elastickou energii (U) přebírá zbývající oblast bez trhliny. Pokud neporušená oblast není schopna veškerou uvolněnou energii absorbovat, je zapotřebí, aby přebývajících energie byla spotřebována jiným způsobem. Nadbytečná energie je proto využita k přerušení vazeb atomů v materiálu, čímž dochází k šíření trhliny. Spotřebovaná energie je nazývána energií povrchovou (S), neboť slouží k vytváření nových povrchů. Celková povrchová energie je [20, 22]:

$$S = 2\gamma a \quad (4.5)$$

kde γ je povrchová energie na jednotkovou plochu.



Obrázek 4.2: Zobrazení oblasti, která je odtížena v důsledku přítomnosti trhliny. b) znázornění kvadratické závislosti změny odtížené plochy na Δa .

Zda dojde k neřízenému šíření trhliny a následnému porušení křehkým lomem závisí na celkové energetické bilanci, respektive zda uvolněná energie (U) při prodloužení trhliny o Δa (Obr. 4.2b) převládá nad povrchovou energií (S) potřebnou k tomuto prodloužení. Kritickou délkou trhliny a_c , při jejímž dosažení dochází ke křehkému lomu, lze určit na základě vztahu [20]:

$$\frac{\partial(S - U)}{\partial a} = 2\gamma - \frac{\sigma^2}{E}\pi a = 0 \quad (4.6)$$

$$a_c = \frac{2\gamma E}{\sigma^2 \pi} \quad (4.7)$$

Obdobně je možno z rovnice 4.6 stanovit kritické napětí σ_f pro danou délku trhliny a , při jehož překročení dochází ke křehkému lomu:

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi a}} \quad (4.8)$$

Tento výpočet kritické délky trhliny (a_c) a kritického napětí (σ_f) lze bohužel uplatnit pouze pro materiály, u kterých nedochází k plastické deformaci. Griffithovy výpočty se shodovaly s jeho experimenty, neboť tyto experimenty byly prováděny výhradně na sklu, což je velmi křehký materiál. Pokud je teorie uplatněna například při testování kovů, experimentálně zjištěné pevnosti jsou vyšší než dle Griffithovy teorie [22].

V polovině 20. století Irwin a Orowan, zabývající se kovy, rozšířili Griffithovu teorii i pro materiály podléhající plastické deformaci. Na rozdíl od Griffitha tito autoři předpokládali, že ke spotřebě energie nedochází pouze přerušením vazeb v materiálu, ale rovněž díky plastické deformaci v blízkosti čela trhliny. Irwin na základě těchto předpokladů

v roce 1956 zavedl novou veličinu G . Veličina G , která je označována jako hnací síla trhliny, představuje energii (sílu) potřebnou k inkrementálnímu přírůstku trhliny [20–22]:

$$G = \frac{\partial U}{\partial A} = \frac{\partial U}{2\partial a} = \frac{\sigma^2}{E} \pi a \quad (4.9)$$

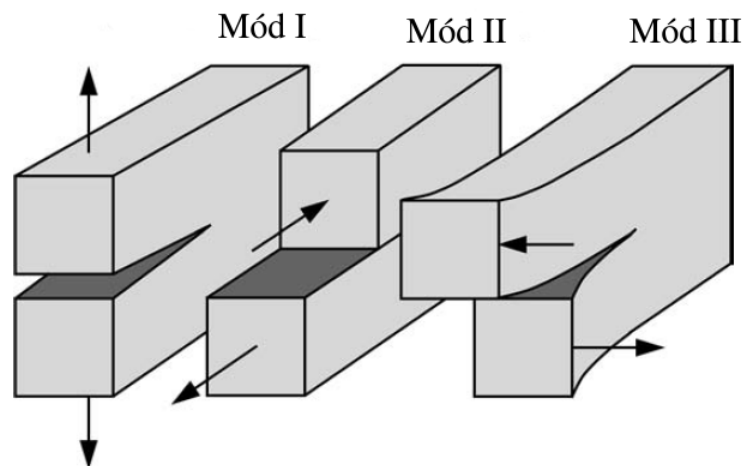
Obdobně Griffithovu vzorec 4.8 lze stanovit kritické napětí, při němž dochází k nestabilnímu šíření trhliny:

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{EG_c}{\pi a}} \quad (4.10)$$

kde G_c je kritická hnací síla trhliny, pro niž se užívá označení houževnatost materiálu. V současné době je veličina G nahrazována veličinou K [21]. Modifikovanou Griffithovu teorii lze užít pouze v případě, že plastická zóna v blízkosti čela trhliny je relativně malá. Přesto bylo toto rozšíření LELM předzvěstí nového oboru elasto-plastické lomové mechaniky (EPLM).

4.1.2 Model intenzity napětí

V současnosti je v LELM více využíván model intenzity napětí, neboť je oproti modelu energetické bilance lépe využitelný v praxi. Model intenzity napětí, obdobně Inglisově práci, vyjadřuje napjatost v okolí trhliny. Zavádí tři způsoby zatěžování, související s různými typy poškození křehkým lomem, označované jako módy I, II a III (Obr. 4.3). Mód I představuje zatížení, při němž je těleso poškozeno tahem – trhlina je rozevírána. Módy II a III představují zatěžování, při němž je těleso poškozeno smykem. V módu II dochází ke smýkání ve směru podélné osy trhliny, v módu III dochází ke střihu. Může docházet i k poškození kombinací dvou či tří módů. [20–22]



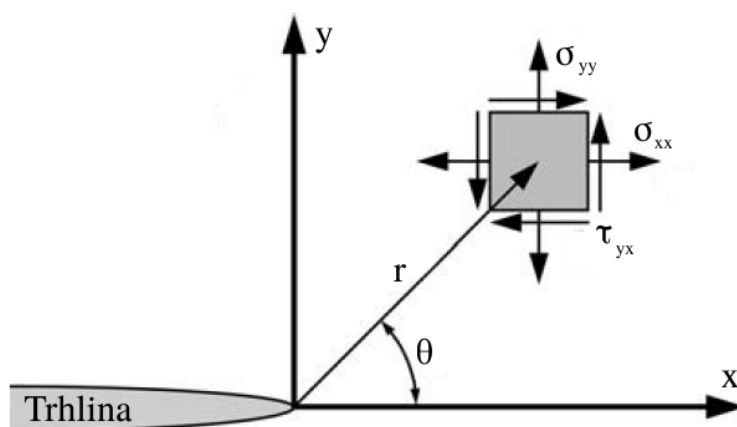
Obrázek 4.3: Tři způsoby zatěžování, související s různými typy poškození. Múd I představuje tahové poškození, módy II a III poškození smykové [22].

Westergaard, Irwin, Sneddon a Williams v polovině 20. století publikovali způsob výpočtu napjatosti způsobené vnějšími silami v okolí přesně definované trhliny. Výpočet

dle LELM platí pouze pro izotropní lineárně elastické materiály. V případě, že polární souřadnicový systém má počátek v čele trhliny (Obr. 4.4), je pole napětí v rovině s trhlinou definováno vztahem [22]:

$$\sigma_{ij} = \left(\frac{k}{\sqrt{r}} \right) f_{ij}(\theta) + \sum_{m=0}^{\infty} A_m r^{m/2} g_{ij}^m(\theta) \quad (4.11)$$

kde σ_{ij} jsou složky pole napětí, θ a r jsou polární souřadnice, k je konstanta a $f_{ij}(\theta)$, $g_{ij}^m(\theta)$ jsou bezrozměrné veličiny závislé na polární souřadnici θ . V blízkosti čela trhliny dominuje první člen, který v případě, že $r \rightarrow 0$, se limitně blíží nekonečnu. Ostatní členy vyjadřující geometrii tělesa zůstávají konečné. Toto mimo jiné znamená, že napětí v blízkosti čela trhliny je nezávislé na geometrii tělesa.



Obrázek 4.4: Zobrazení pole napětí v okolí trhliny. σ_{xx} , σ_{yy} a τ_{yx} jsou složky pole napětí, θ a r jsou polární souřadnice.

Obvykle se místo konstanty k užívá faktor intenzity napětí K , jehož index I, II nebo III označuje způsob zatěžování dle příslušných módů [20, 22]. Vztah mezi k a K je:

$$K = k\sqrt{2\pi} \quad (4.12)$$

Pole napětí v blízkosti trhliny ($r \leq 0.1a$) lze na základě rovnic 4.11 a 4.12 přepsat do podoby:

$$\begin{aligned} \lim_{r \rightarrow 0} \sigma_{ij}^{(I)} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{(I)}(\theta) \\ \lim_{r \rightarrow 0} \sigma_{ij}^{(II)} &= \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{(II)}(\theta) \\ \lim_{r \rightarrow 0} \sigma_{ij}^{(III)} &= \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{(III)}(\theta) \end{aligned} \quad (4.13)$$

Jak bylo zmíněno, může dojít i ke kombinaci módů, potom je celkové napětí součtem napětí jednotlivých módů:

$$\sigma_{ij}^{(tot)} = \sigma_{ij}^{(I)} + \sigma_{ij}^{(II)} + \sigma_{ij}^{(III)} \quad (4.14)$$

Dále je uveden konkrétní příklad výpočtu pole napětí v blízkosti trhliny ($r \leq 0.1a$) pro nejběžněji užívaný mód poškození – mód I [22]:

$$\begin{aligned} \sigma_{xx} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \\ \sigma_{yy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \\ \sigma_{zz} &= \begin{cases} 0 & \text{pro rovinnou napjatost} \\ \nu(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) & \text{pro rovinnou deformaci} \end{cases} \quad (4.15) \\ \tau_{xy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) \\ \tau_{xz} &= \tau_{yz} = 0 \end{aligned}$$

kde ν je Poissonův součinitel. V případě, že $\theta = 0$, jsou smyková napětí nulová a velikost normálových napětí σ_{xx} a σ_{yy} dle vzorce 4.15 odpovídá:

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \quad (4.16)$$

Nutno znovu zdůraznit, že vztahy 4.13-4.16 platí pouze v blízkosti čela trhliny, kde dominuje první singulární člen rovnice 4.11 závislý na $1/\sqrt{r}$. Dále od trhliny se projevují ostatní členy a napětí se postupně blíží napětí v materiálu bez trhliny.

Jelikož při znalosti velikosti veličiny K lze v blízkosti trhliny bez dalších parametrů určit napjatost a přetvoření jako funkci polárních souřadnic r a θ , stala se veličina K , respektive její kritická hodnota K_c , hlavní veličinou charakterizující lomovou houževnatost materiálů. Pro praktické využití bylo však nutno stanovit závislost veličiny K na aplikovaném zatížení (σ), délce trhliny (a) a geometrii tělesa. Pro jednodušší případy je závislost odvozena, složitější případy vyžadují numerické a experimentální řešení. V tabulce 4.1 jsou uvedeny hodnoty faktoru intenzity napětí K_I (mód I) pro nejběžnější případy. [20]

Kritické napětí, které může být aplikováno na těleso s trhlinou dané délky, aniž by došlo k jeho porušení křehkým lomem, je pro mód I obecně určeno vztahem:

$$\sigma_f = \frac{K_{Ic}}{\alpha\sqrt{\pi a}} \quad (4.17)$$

kde α je geometrický parametr, a je délka trhliny a K_{Ic} je kritická hodnota faktoru intenzity napětí – lomová houževnatost materiálu. Ve shodě s tabulkou 4.1 je parametr α například pro vnitřní trhlinu v rovině roven 1.

Tabulka 4.1: Velikost veličiny K_I v závislosti na aplikovaném zatížení (σ) a délce trhliny (a). Stanoveno pro základní případy, ostatní případy mohou být určeny numerickými a experimentálními metodami.

	Faktor intenzity napětí K_I
Vnitřní trhlina délky $2a$ v nekonečné rovině	$\sigma\sqrt{\pi a}$
Okrajová trhlina délky a v polokonečné rovině	$1.12\sigma\sqrt{\pi a}$
Vnitřní oválná trhlina (zakřivení a) v nekonečné rovině	$2\sigma\sqrt{\frac{a}{\pi}}$
Vnitřní trhlina délky $2a$ v rovině šířky W	$\sigma\sqrt{W \tan\left(\frac{\pi a}{W}\right)}$
Dvě symetrické okrajové trhliny délky a v rovině šířky W	$\sigma\sqrt{W \left[\tan\left(\frac{\pi a}{W}\right) + 0.1 \sin\left(\frac{2\pi a}{W}\right) \right]}$

Vztah mezi kritickou hnací silou trhliny G_c a faktorem intenzity napětí K_{Ic} při rovinné napjatosti lze stanovit dle rovnic 4.10 a 4.17:

$$K_{Ic}^2 = EG_c \quad (4.18)$$

Pro rovinnou deformaci je vztah navíc závislý i na Poissonově součiniteli materiálu [20]:

$$K_{Ic}^2 = EG_c(1 - \nu^2) \quad (4.19)$$

Pro křehké materiály však rozdíl není nijak významný. Například pro velmi křehký materiál, jímž je sklo ($\nu = 0,24$), je rozdíl mezi K_{Ic} při rovinné napjatosti a rovinné deformaci pouze 6 %.

4.2 Determinace lomové houževnatosti metodou indentace

Metoda indentace, oproti standardním metodám pro determinaci lomové houževnatosti materiálů, nabízí řadu výhod. Mezi hlavní příčiny úspěchu metody indentace patří malé množství materiálu potřebného pro test, rychlá příprava vzorku, dostupné vybavení, poměrně rychlé vyhodnocení a malé finanční náklady [25, 26]. Indentace je také jedinou dostupnou metodou umožňující zkoumat křehké chování materiálů v mikro/nanoměřítku [27].

Mohlo by se zdát, že indentace je ideálním způsobem pro determinaci lomové houževnatosti materiálů. Bohužel množství výhod je vykoupeno ještě větším množstvím nesrovnaností a nepřesností. Tyto nevýhody jsou rozebrány postupně při popisu celého procesu determinace lomové houževnatosti.

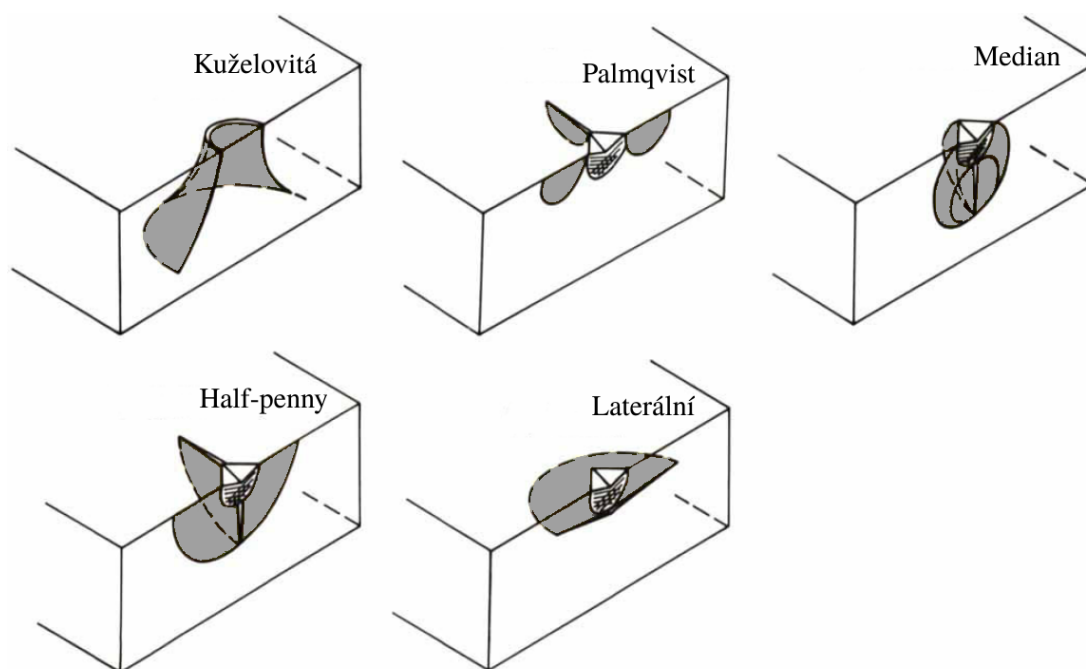
Způsobů, jak determinovat lomovou houževnatost dle trhlin vzniklých při indentaci, je více. Nejčastěji využívanou metodou je Vickersův indentační test lomové houževnatosti (Vickers indentation fracture test – VIF). Popisu VIF je věnována velká pozornost, neboť je původním testem využívající indentaci pro determinaci lomové houževnatosti. Mezi další typy testů patří například CCIF (Cube corner indentation fracture test), VCOD (Vickers crack opening displacement) či IFF (Interface indentation fracture test) [27]. Alternativním způsobem je metoda založená na disipaci energie. Aby kapitola měla přiměřenou délku, kromě VIF je popsán pouze test CCIF a metoda založená na disipaci energie. CCIF byl vybrán, neboť je modifikací VIF a společně jsou tyto dva testy téměř jedinými, které jsou využívány pro determinaci lomové houževnatosti skloviny. Metoda založená na disipaci energie byla zvolena, neboť v praktické části práce (Kapitola 5.2) je ověřována její vhodnost pro determinaci lomové houževnatosti skloviny namísto VIF či CCIF.

4.2.1 Vickersův indentační test lomové houževnatosti (VIF)

Myšlenkou určení lomové houževnatosti materiálů dle trhlin vytvořených během indentace se poprvé zabýval S. Palmqvist v polovině minulého století. Palmqvist studoval křehké chování cermetu při indentaci s ostrými indentačními hroty (Vickersův, Knoopův). Později definoval práci potřebnou k vytvoření radiálních trhlin dané délky na základě zatížení aplikovaného Vickersovým indentačním hrotem. Již v této době bylo shledáno, že výsledky mohou být výrazně ovlivněny vnějšími faktory, například úpravou vzorku, respektive způsobem broušení jeho povrchu. [25]

V 70. letech na Palmqvista navázali další autoři (Lawn, Swain, Fuller, Wilshaw, Evans, Charles aj.), kteří stanovili různé vzorce pro výpočet faktoru intenzity napětí K_C v závislosti na aplikovaném zatížení, délce trhlin, tvrdosti a dalších parametrech, které se u jednotlivých autorů liší. Zatímco někteří autoři předpokládali vznik radiálních trhlin typu half-penny (radial-median), jiní počítali se vznikem trhlin typu Palmqvist [25]. Tyto a další typy trhlin, které během indentace mohou vzniknout, jsou zobrazeny na obrázku 4.5.

Mezi nejznámější studie, zabývající se touto problematikou, nepochybně patří studie A. G. Evanse a E. A. Charlese [29] z roku 1976. Tito autoři metodu VIF představili oficiálně jako alternativní způsob determinace lomové houževnatosti keramiky. Evans a Charles stanovili obecný vzorec pro determinaci faktoru intenzity napětí (K_C) křehkých materiálů. Rovněž určili kalibrační křivku použitelnou pro většinu materiálů, jejichž křehké chování se projevuje trhlinami typu Palmqvist či half-penny [26]. Zdálo se, že VIF může být univerzální technikou pro zjišťování lomové houževnatosti materiálů. Přestože byl test původně vyvinut pro keramiku, díky svým výhodám začal být velmi rychle aplikován i na jiné materiály, například biomateriály a tvrdé tkáně [27].



Obrázek 4.5: Typy trhlin vznikající při indentaci. Trhliny typu Palmqvist a half-penny se na povrchu vzorku projevují jako radiální trhliny, které se propagují od rohů indentačního vpichu. Laterální trhliny a trhliny typu median se tvoří pod povrchem vzorku [28].

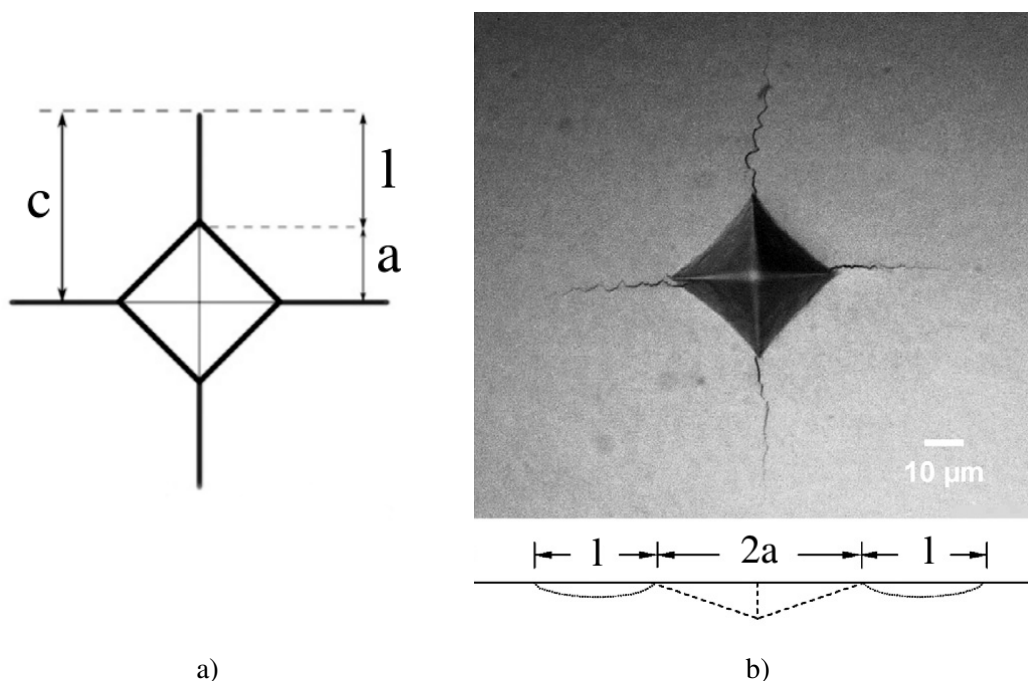
Od 80. let do současnosti se i další autoři (Marshall, Anstis, Chantikul, Niihara, Miyoshi, Lankford, aj.) snažili stanovit vzorec, který by vystihoval lomovou houževnatost jimi testovaných materiálů [25, 26]. Jeden z důvodů, proč nebylo možné stanovit jediný vzorec pro všechny materiály, spočívá v tom, že křehké chování různých materiálů je odlišné, tudíž jsou iniciovány jiné typy trhlin (Obrázek 4.5). Niihara nicméně zmiňuje, že typ trhlin lze rozlišit dle poměru délky trhlin a velikosti indentačního vpichu (c/a) [30]. Lze tedy usuzovat, že trhliny typu half-penny mohou vzniknout rozvinutím trhlin typu Palmqvist. Někteří se proto zabývali i kombinací těchto trhlin. Postupně tak bylo odvozeno více než 30 různých vzorců. Část z nich je uvedena v tabulce 4.2. Vzorce bohužel zřídka poskytnou stejné výsledky. Velké množství vzorců však není jediným znepokojujícím faktorem při užití VIF. Další jsou diskutovány postupně při popisu celého procesu determinace lomové houževnatosti.

Nejdříve je zapotřebí připravit vysoce vyleštěný vzorek materiálu. Již při úpravě povrchu vzorku, jak bylo zmíněno, může ale dojít k ovlivnění výsledků testu [25]. Vyleštěný vzorek bez trhlin je podroben indentaci na běžném indentoru s Vickersovým indentačním hrotem. Zde se objevuje první velký nesoulad obecné teorie lomové mechaniky a VIF, neboť obecná lomová mechanika předpokládá trhliny přítomné v materiálu již před aplikací zatížení. Lomová houževnatost pak vyjadřuje schopnost materiálu odolávat jejich šíření při určitém napětí [19].

Tabulka 4.2: Vzorce pro výpočet lomové houževnatosti křehkých materiálů dle VIF. Vzorce jsou rozděleny dle typu trhlin (Palmqvist, half-penny), jejichž vznik byl autory předpokládán. Označení parametrů ve vzorcích je upraveno oproti originální verzi, neboť rozdíly mezi vzorci jsou takto zřetelnější. [25, 31, 32]

Typ trhlin	Faktor intenzity napětí K_c	Autoři rok
Palmqvist	$0,035 \left(\frac{l}{a}\right)^{-1/2} \left(\frac{H}{E\Phi}\right)^{-2/5} \left(\frac{Ha^{1/2}}{\Phi}\right)$	Niihara a kol. 1982
	$0,048 \left(\frac{l}{a}\right)^{-1/2} \left(\frac{H}{E\Phi}\right)^{-2/5} \left(\frac{Ha^{1/2}}{\Phi}\right)$	Niihara 1983
	$0,015 \left(\frac{l}{a}\right)^{-1/2} \left(\frac{H}{E}\right)^{-2/3} \left(\frac{P_{max}}{c^{3/2}}\right)$	Laugier 1987
Half-penny	$0,0515 \frac{P_{max}}{c^{3/2}}$	Lawn, Fuller 1975
	$0,0752 \frac{P_{max}}{c^{3/2}}$	Evans, Charles 1976
	$0,014 \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \left(\frac{P_{max}}{c^{3/2}}\right)$	Lawn, Evans 1980
	$0,016 \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \left(\frac{P_{max}}{c^{3/2}}\right)$	Anstis a kol. 1981
	$0,129 \left(\frac{c}{a}\right)^{-3/2} \left(\frac{H}{E\Phi}\right)^{-2/5} \left(\frac{Ha^{1/2}}{\Phi}\right)$	Niihara a kol. 1982
	$0,0725 \frac{P_{max}}{c^{3/2}}$	Tanaka 1987
Kalibrační procedury	$\left(Ha^{1/2}\right) \left(\frac{E}{H}\right)^{2/5} 10^y$	Evans 1979
	$0,4636 \frac{P_{max}}{c^{3/2}} \left(\frac{E}{H}\right)^{2/5} 10^F$	Evans 1979
	$0,0089 \left(\frac{E}{H}\right)^{2/5} \left(\frac{P_{max}}{ac^{3/2}}\right)$	Niiharam a kol. 1982
	$0,142 \left(\frac{H}{E\Phi}\right)^{-2/5} \left(\frac{Ha^{1/2}}{\Phi}\right) \left(\frac{c}{a}\right)^{-3/2}$	Lankford 1982
	$0,0889 \left(\frac{HP_{max}}{\sum c_i}\right)^{1/2}$	Shetty a kol. 1985
	$0,018 \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \left(\frac{P_{max}}{c^{3/2}}\right)$	JIS 1990

Indentace probíhá stejným způsobem jako při měření tvrdosti (H) či modulu pružnosti (E), které bylo popsáno v kapitole 3.1. Vzorek je postupně zatěžován na maximální hodnotu zatížení, poté může být po určitou dobu drženo konstantní zatížení a následně je vzorek odtížen. Po odtížení zůstává v povrchu vzorku indentační vpich (plastická deformace). V případě křehkého materiálu a dostatečně velkého zatížení vznikají ve vzorku rovněž radiální trhliny propagující se od rohů indentačního vpichu (Obrázek 4.6). Zde dochází k dalšímu nesouladu teorie lomové mechaniky a VIF. Jestliže VIF vychází z teorie LELM, čemuž odpovídá určovaný parametr lomové houževnatosti K_{Ic} , pak by k plastické deformaci nemělo docházet nebo by měla být malého rozsahu. Navíc dle teorie LELM při dosažení kritického faktoru intenzity napětí (K_{Ic}) dochází k neřízenému šíření trhliny a porušení vzorku křehkým lomem. Při VIF dochází ke vzniku a šíření trhlin, nikoliv však k úplnému porušení vzorku [26].

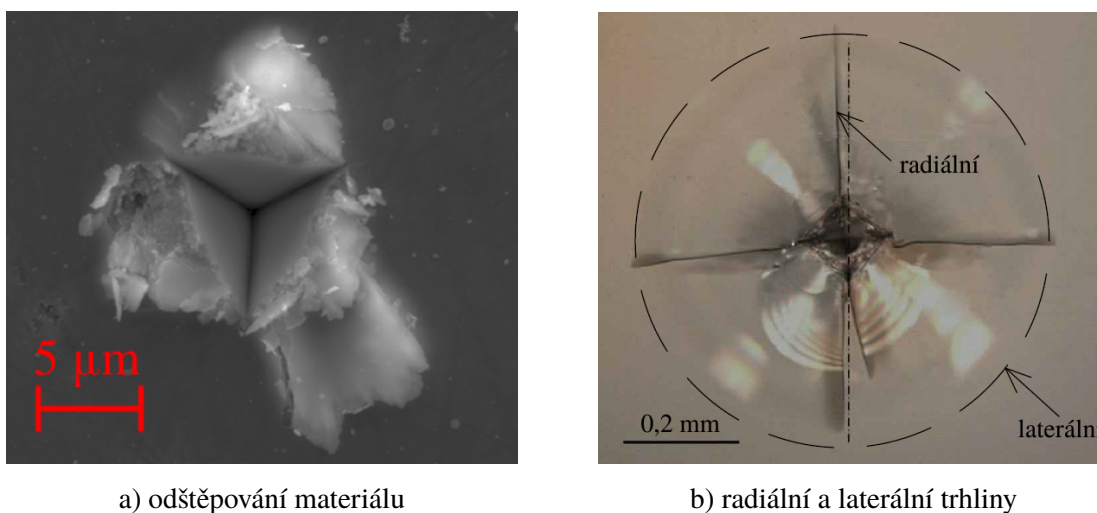


Obrázek 4.6: Radiální trhliny propagující se od rohů indentačního vpichu. a) parametry potřebné pro výpočet lomové houževnatosti [33], b) snímek reálného indentačního vpichu ve sklovině a příčný řez trhlínami typu Palmqvist [19].

Ze vzorců shrnutých v tabulce 4.2 vyplývá, že determinace lomové houževnatosti závisí na délce trhlin (l – vzdálenost konce trhliny od okraje indentačního vpichu, c – vzdálenost konce trhliny od středu indentačního vpichu), na velikosti indentačního vpichu (a), tvrdosti (H), modulu pružnosti (E), kalibračních konstantách a dalších parametrech, které se u jednotlivých autorů liší. Označení parametrů souvisejících s délkou trhlin je znázorněno na obrázku 4.6. Pro determinaci je tedy zásadní přesné určení délky trhlin a velikosti indentačního vpichu [26, 27]. Výsledné hodnoty ovlivňuje zvolená metoda měření, přesnost měřicí techniky i zkušenosti experimentátora. Měření velikosti indentačního vpichu

může znesnadnit odštěpování materiálu u povrchu vzorku (Obrázek 4.7a). [26]

Pro zvolení vhodného vzorce je podstatné, jaký typ trhlin vzniká. To je však nesnadné a bez dalšího technologického vybavení často i nemožné, neboť radiální trhliny propagující se od rohů indentačního vpichu vypadají na povrchu vzorku stejně pro typ Palmqvist i half-penny (Obrázek 4.5) [26, 27]. Problémem může být rovněž vznik trhlin pod vrcholem indentačního hrotu nebo jiné křehké chování, například vznik kuželovitých či laterálních trhlin (Obrázek 4.7b) skrytých pod povrchem vzorku. Také není zcela jasné, jestli trhliny vznikly během zatěžování či odtěžování. Trhliny se mohou objevit dokonce i po dokončení indentace, což způsobuje výpočet extrémně malých hodnot lomové houževnatosti [27]. Nicméně i za předpokladu, že je známo křehké chování materiálu, stále je možno uplatnit velkou škálu vzorců. Znepokojující je, že vzorce nejsou podloženy žádnou obecnou teorií a bezrozměrné kalibrační konstanty, které se v nich vyskytují, se zdají být „nafitované“ pro daný experiment [25–27].



Obrázek 4.7: Jiné projevy křehkého chování materiálu. a) odštěpování materiálu znesnadňující měření velikosti indentačního vpichu, b) laterální trhliny skryté pod povrchem vzorku [rsta.royalsocietypublishing.org].

Toto vše a další faktory, které jsou testovány v kapitole 5.1, mají za následek, že je VIF velmi často kritizován a všeobecně není uznáván jako plnohodnotná metoda pro zjišťování lomové houževnatosti materiálů. Standardní testy musí oproti VIF splňovat mnoho striktních požadavků. Hlavní rozdíly mezi standardními testy a VIF jsou [26]:

- Pro standardní testy je přesně daná geometrie vzorku a podmínky zatěžování. Díky tomu je možné s určitou jistotou stanovit napjatost během zatěžování. Pro VIF jsou využívány jakékoliv vzorky, které je možno vyleštit a podrobit indentaci.
- Standardní testy obsahují předpřipravenou, přesně definovanou trhlínu, kolem níž je známé rozložení napětí, které odpovídá teorii LELM či EPLM. Ve vzorku připraveném pro VIF žádné trhliny nejsou přítomny a vznikají až během testu jako důsledek

zatěžování. Standardní testy tudíž oproti VIF splňují základní předpoklad lomové mechaniky, že v materiálu je přítomna trhлина.

- Během zatěžování dochází při standardním testu k šíření jediné, předem připravené trhliny. Zatížení působící na vzorek je zvyšováno až do chvíle, kdy trhлина dosáhne své kritické délky a začne se neřízeně šířit skrz celý vzorek. Průběh šíření trhliny při standardním testu odpovídá průběhu popsanému v kapitole 4.1, při němž je dosaženo křehkého lomu. Při VIF se oproti tomu šíří více trhlín, jejichž geometrie je pro různé materiály odlišná. Trhliny vznikají pod a okolo indentačního hrotu. Na povrchu vzorku se trhliny mohou projevit přímo (odštěpování, delaminace) či propagací původně podpovrchových trhlín. Trhliny nezpůsobují úplné porušení vzorku, přestože katastrofální porušení je podstatou určovaného parametru lomové houževnatosti K_c a obecně křehkého lomu.

S ohledem na rozdíly, není asi překvapením, že standardní testy a VIF poskytují pro ten-
týž materiál odlišné výsledky. Autoři udávají, že hodnoty lomové houževnatosti zjištěné
metodou VIF se odchyľují od skutečné hodnoty $\pm 50\%$ s 95% pravděpodobností [27]. To
znamená, že hodnoty získané pro materiál se stejnou lomovou houževnatostí se mohou lišit
až trojnásobně. Oproti tomu výsledky standardních testů se běžně odchyľují od skutečné
hodnoty pouze $\pm 5\%$ s 95% pravděpodobností [26].

Závěrem autoři, kteří publikovali recenze VIF, konstatují, že test poskytuje nejisté vý-
sledky [25, 26, 32]. Quinn ve své práci konkrétně píše [26]: „Je doporučováno, aby VIF
nadále nebylo užíváno pro žádné keramické materiály. Není to spolehlivá metoda pro ur-
čování lomové houževnatosti. VIF by neměl být aplikován nebo akceptován jako základní
metoda určování lomové houževnatosti pro keramiku, ani žádný jiný materiál.“ Takovéto
konstatování je jednoduché, nicméně aplikace VIF je v některých případech jedinou mož-
ností pro determinaci, ať už přibližných hodnot, lomové houževnatosti. Příkladem jsou ma-
teriály, jejichž množství je natolik malé, že standardní testy nemohou být aplikovány. V pří-
padě, že bude objevena spolehlivější metoda, kterou je možno aplikovat, bude možné užití
VIF eliminovat. Je také dobré zmínit, že VIF může najít uplatnění při porovnávání lomové
houževnatosti materiálů, jejichž křehké chování se projevuje obdobně [27]. Místo úplného
zatrácování VIF by spíše měly být hledány způsoby, jak VIF optimalizovat, aby poskytoval
lepší výsledky.

4.2.2 Indentační test lomové houževnatosti s hrotem „roh krychle“ (CCIF)

Indentační test lomové houževnatosti s hrotem „roh krychle“ (Cube corner indentation
fracture test – CCIF) je modifikací VIF. Rozdíl spočívá v užití indentačního hrotu „roh
krychle“ namísto Vickersova hrotu. Indentační hrot „roh krychle“ byl popsán v kapi-
tole 3.3. Bylo zmíněno, že tento hrot je díky své ostrosti vhodný pro měření lomové hou-

ževnatosti materiálů. Oproti Vickersově indentačnímu hrotu má hrot „roh krychle“ téměř poloviční vrcholový úhel (Θ), tudíž snadněji proniká do vzorku a způsobuje vznik trhlin již při malých zatíženích v řádech mN. Následkem toho je možné určit lomovou houževnatost materiálů na mikro/nanoúrovni. CCIF je často využíván pro měření lomové houževnatosti tvrdých tkání, jako je kost, sklovina či dentin. [27]

Postup determinace lomové houževnatosti je stejný jako u VIF. Výhody a nevýhody jsou rovněž obdobné. Menší množství vzorců publikovaných pro CCIF není způsobeno větší spolehlivostí, ale menším množstvím experimentů, při kterých byl test využíván. Menší udávané odchylky od skutečných hodnot ($\pm 40\%$) jsou pravděpodobně způsobeny rovněž touto skutečností [27].

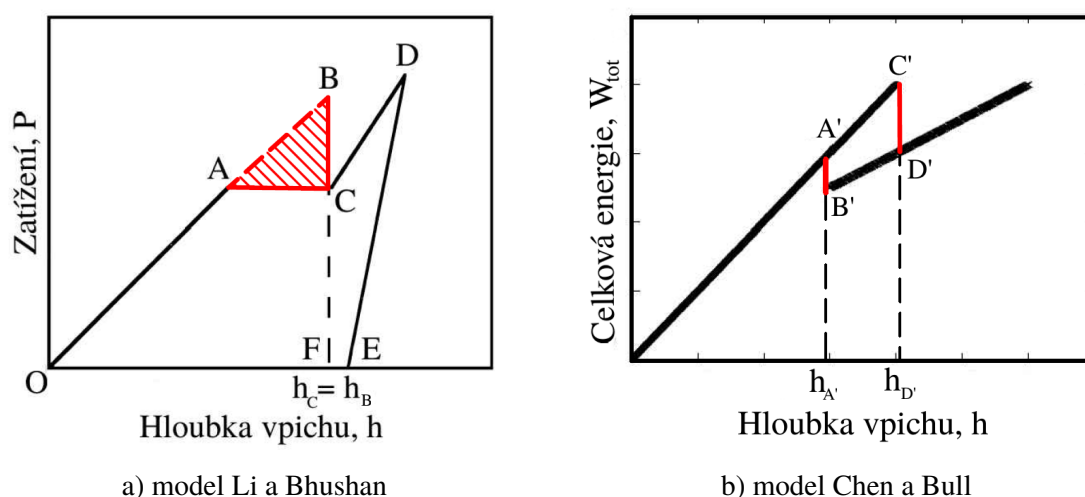
4.2.3 Metoda založená na disipaci energie

Metoda založená na disipaci energie je alternativní způsob determinace lomové houževnatosti materiálů využívající indentaci. Přestože se na první pohled může zdát, že je tato metoda oproti VIF či CCIF náročnější, může eliminovat některé negativní aspekty těchto testů. Další výhodou je možnost využití v případě, kdy při indentaci nevznikají radiální trhliny propagující se od rohů indentačního vpichu (Palmqvist, half-penny), ale křehké chování se projevuje jiným způsobem. Metoda je často využívána pro determinaci lomové houževnatosti tenkých filmů (< 500 nm), jejichž malá tloušťka způsobuje, že při větším zatížení je křehké chování ovlivněno podkladem [34–36]. Užití metody založené na disipaci energie se nicméně rozšířilo i do oblasti běžných materiálů, jako je cement [37].

Metoda, jak už název napovídá, využívá k determinaci lomové houževnatosti energii uvolněnou (disipovanou) během vzniku a šíření trhlin. Metodu založenou na disipaci energie poprvé představili X. Li a B. Bhushan, kteří pozorovali „poškození“ (pop-in efekt) indentačních křivek při vzniku trhlin [34]. Jejich model pro určení energie uvolněné při vzniku trhlin je zobrazen na obrázku 4.8a. Známost skutečností je, že celková energie potřebná k provedení indentačního vpichu, neboli energie indentace, odpovídá ploše pod indentační křivkou, resp. její zatěžovací větví. V zobrazeném modelu je zatěžovací větev indentační křivky určena křivkou OACD, odtěžovací větev úsečkou DE. Při vzniku trhliny dochází k posunu indentační křivky o vzdálenost AC. Energie potřebná k dosažení indentační hloubky v bodě C (h_C) odpovídá ploše OACF. Pokud by však trhlina nevznikla, k dosažení stejné hloubky ($h_C = h_B$) by byla zapotřebí energie odpovídající ploše OBF. Bodu B bylo dosaženo extrapolací průběhu úsečky OA, neboť lze předpokládat, že bez vzniku trhliny by nedošlo ke změně jejího průběhu. Rozdílem energií OBF a OACF je určena energie ABC charakterizující energii uvolněnou při vzniku a šíření trhlin. Uvolněnou energii použili autoři k determinaci lomové houževnatosti dle vzorce odvozeného pro tenké filmy. Vzorec není třeba uvádět a dále rozebírat, neboť nemůže být použit pro jiné materiály než tenké filmy.

J. Chen a S. J. Bull následně tento model rozvinuli a zohlednili v něm další vlivy [35]. Například, že trhlina mění pole napětí okolo indentačního hrotu a elasticko-plastické cho-

vání materiálu, což má za následek ovlivnění energie spotřebované indentorem, který během vzniku a šíření trhliny stále pracuje. Rozvinutý model je zobrazen na obrázku 4.8b. Zatímco původní model zobrazoval běžnou indentační křivku, tudíž závislost hloubky vpichu na aplikovaném zatížení, rozvinutý model zobrazuje závislost celkové energie indentace na hloubce vpichu. Začátek vzniku trhliny odpovídá bodům A' a B', což je analogie k bodu A v původním modelu, konec odpovídá bodům C' a D', což je analogie k bodům B a C v původním modelu. Zatímco bodu A' odpovídá skutečná energie potřebná k dosažení indentační hloubky v tomto bodě ($h_{A'}$), bod B' je extrapolován z průběhu po vzniku trhliny. Úsečka A'B' tedy zobrazuje rozdíl v elasticko-plastickém chování před a po vzniku trhliny. Bodu D' dále odpovídá skutečná energie potřebná k dosažení indentační hloubky v tomto bodě ($h_{D'}$) při vzniku trhliny, zatímco bod C' je extrapolován z průběhu před jejím vznikem. Úsečka C'D' tedy zobrazuje celkovou uvolněnou energii při vzniku a šíření trhliny, což je analogie k ploše ABC v původním modelu. Energie, která odpovídá rozdílu úseček A'B' a C'D', je skutečná energie uvolněná při vzniku a šíření trhliny.

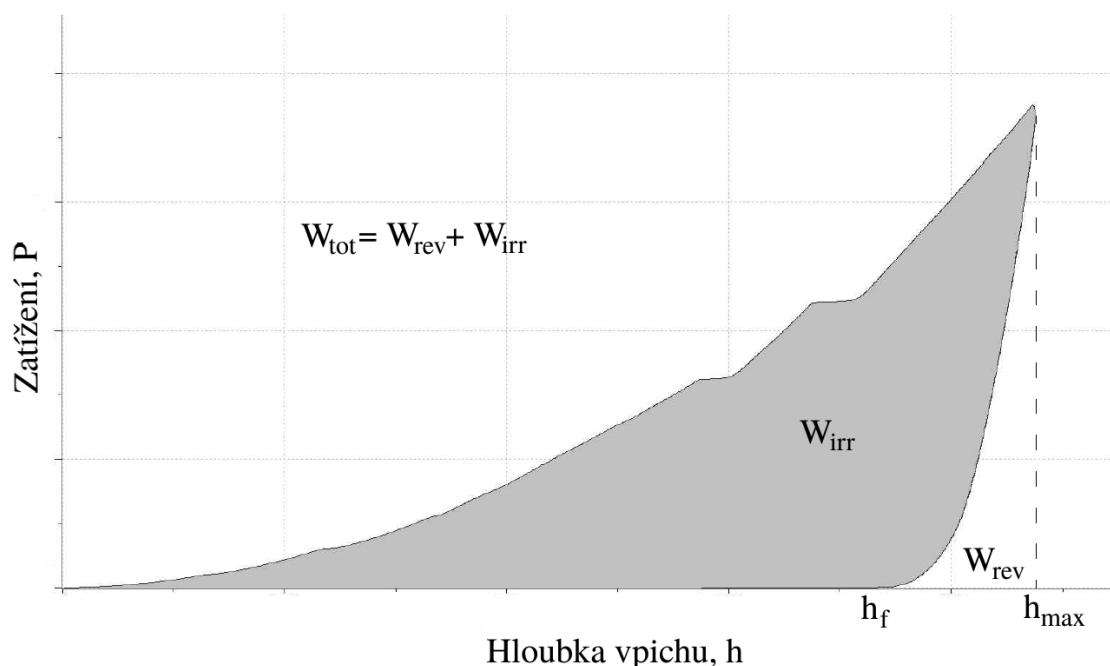


Obrázek 4.8: Model pro určení energie uvolněné při vzniku a šíření trhlin. a) původní model Li a Bhushana [34], b) rozvinutý model Chena a Bulla, který zohledňuje další vlivy [35].

Odlišně lze energii trhliny získat segregací z celkové energie indentace. Celková energie indentace (W_{tot}) je dána součtem energie vratné a nevratné [35]:

$$W_{tot} = W_{rev} + W_{irr} \quad (4.20)$$

kde W_{rev} je vratná energie a W_{irr} je energie nevratná. Na obrázku 4.9 je zobrazena typická indentační křivka vykazující vznik trhlin. Jak bylo zmíněno, celkovou energii lze určit jako plochu pod zatěžovací větví indentační křivky. Vratné energii odpovídá plocha pod odtěžovací větví křivky. Jelikož nevratná energie je rozdílem celkové a vratné energie, odpovídá jí plocha sevřená mezi zatěžovací a odtěžovací větví.



Obrázek 4.9: Typická indentační křivka zobrazující vratnou (W_{rev}) a nevratnou (W_{irr}) energii. Křivka vykazuje „poškození“ (pop-in efekt).

Vratná energie (W_{rev}) představuje energii elastické deformace. Nevratná energie (W_{irr}) je oproti tomu složena z více dílčích energií. Na základě diferenciací nevratné energie, lze rovnici 4.20 přepsat do podoby [35]:

$$W_{tot} = W_{el} + W_{pl} + U_{frac} + W_{ost} \quad (4.21)$$

kde W_{el} je energie elastické deformace, W_{pl} je energie plastické deformace, U_{frac} je energie uvolněná při vzniku a šíření trhlin a W_{ost} představuje ostatní energie, například energii dotvarování či energii spojenou se změnami teplot. Úpravou vzorce 4.21 lze získat energii trhlin (U_{frac}) jako:

$$U_{frac} = W_{tot} - W_{el} - W_{pl} - W_{ost} \quad (4.22)$$

přičemž W_{ost} lze za určitých předpokladů částečně či zcela eliminovat. Neznámou energii dotvarování lze například eliminovat držením konstantního zatížení, pro něž je disipovaná energie známa – součin maximálního zatížení (P_{max}) a změny hloubky indentačního vpichu během tohoto držení. energii spojenou se změnami teplot je zase možné omezit díky klimatizovaným laboratorům a klimatickým komorám, do kterých může být indentační přístroj instalován [38].

V případě, že je energie W_{ost} zanedbatelná nebo je určena, zůstává jedinou neznámou potřebnou k získání energie trhlin (U_{frac}) energie plastické deformace (W_{pl}). Celková energie (W_{tot}) a energie elastické deformace (W_{el}) jsou, jak je zobrazeno na obrázku 4.9, určeny integrací průběhu zatěžovací a odtěžovací větve křivky.

Energie plastické deformace může být určena jedním ze vztahů, které byly odvozeny autory během 80. a 90. let [39–41]. Autoři shledali, že existuje závislost poměru nevratné a celkové energie (W_{irr}/W_{tot}) na poměru maximální a konečné hloubky indentace (h_f/h_{max}). Nevratná energie v případě, že v materiálu nejsou přítomny trhliny, odpovídá hledané energii plastické deformace ($W_{irr}=W_p$).

B. R. Lawn a V. R. Howes v roce 1981 publikovali práci zabývající se velikostí elastické deformace v závislosti na materiálových charakteristikách [40]. Autoři testovali chování různých materiálů (keramiky a kovů), přičemž indentace byla přizpůsobena tak, aby nevznikaly žádné trhliny. V práci byla kromě jiného odvozena a experimentálně ověřena závislost poměru W_{pl}/W_{tot} na poměru h_f/h_{max} :

$$\frac{W_{pl}}{W_{tot}} = 1 - \frac{1 - 3 \left(\frac{h_f}{h_{max}}\right)^2 + 2 \left(\frac{h_f}{h_{max}}\right)^3}{1 - \left(\frac{h_f}{h_{max}}\right)^2} \quad (4.23)$$

Později na problematiku umožňující stanovit energii plastické deformace narazili J. Menčík a M. Swain [41]. Ti stejně jako Lawn a Howes testovali různé materiály (kovy a sklo), aby stanovili obecně platný vztah mezi W_{pl}/W_{tot} a h_f/h_{max} . Autoři odvodili lineární závislost poměru W_{pl}/W_{tot} na poměru h_f/h_{max} :

$$\frac{W_{pl}}{W_{tot}} = \frac{3}{m+1} \frac{h_f}{h_{max}} - \frac{2-m}{m+1} \quad (4.24)$$

kde m je kalibrační konstanta variující mezi 1,2–1,6 dle typu indentačního hrotu. Závislost byla odvozena za předpokladu nelineárního průběhu odtěžovací křivky dle rovnice 3.1.

Y.-T. Cheng, Z. Li a C.-M. Cheng pro stejný účel využili metodu konečných prvků [39]. Výpočet měl za cíl stanovení obecně platného vzorce pro různé materiály a indentační hroty s různým vrcholovým úhlem. Rozšířením svých dřívějších prací stanovili lineární závislost poměru W_{pl}/W_{tot} na poměru h_f/h_{max} jako:

$$\frac{W_{pl}}{W_{tot}} = (1 + \gamma) \frac{h_f}{h_{max}} - \gamma \quad (4.25)$$

kde $\gamma = 0,27$. Lineární závislost platí v případě, že $h_f/h_{max} > 0,4$ nebo $W_{pl}/W_{tot} > 0,2$. Rovnice 4.24 a 4.25 jsou identické pro $m = 1,362$. Ačkoliv někteří autoři zmiňují odchylky mezi experimentálně zjištěnými a numericky určenými hodnotami energie plastické deformace, odchylky jsou natolik malé (3–4 %), že výrazně neovlivňují determinaci lomové houževnatosti [35].

V případě, že je známa energie uvolněná při vzniku a šíření trhliny (U_{frac}), lze pro determinaci lomové houževnatosti využít obecně platný vzorec LELM (Vzorec 4.9). Ten říká, že hnací síla trhliny (G) odpovídá energii potřebné k inkrementálnímu přírůstku trhliny. Pro kritickou hodnotu hnací síly trhliny, neboli lomovou houževnatost, tedy platí, že je rovna podílu celkové energie trhliny ku ploše této trhliny:

$$G_c = \frac{\partial U}{\partial A} = \frac{U_{frac}}{A_{frac}} \quad (4.26)$$

Jelikož v současné době je místo veličiny G_c často užívána veličina K_c , je možno pro převod mezi veličinami využít následující vztah, který je úpravou vzorce 4.18:

$$K_c = \sqrt{EG_c} \quad (4.27)$$

Je vidět, že metoda založená na disipaci energie odbourává některé negativní aspekty kritizované při užití VIF. Velké množství vzorců, které je asi nejvíce diskutované, zde nahrazuje jediný vzorec, o jehož původu nemůže být pochyb. Vzorec také neobsahuje žádné bezrozměrné kalibrační konstanty, které jsou „nařívány“ pro daný experiment. Určité odchylky může při této metodě způsobit numerický výpočet energie trhliny, ale jak někteří autoři uvádějí, tyto odchylky jsou v řádech jednotek % a výrazně neovlivňují výsledky [35]. Naopak velkou neznámou může být v některých případech plocha trhliny. Ačkoliv při metodě založené na disipaci energie nemusí být vzniklé trhliny pouze typu Palmqvist či half-penny, je nutné co nejpřesněji znát jejich plochu. To může být značně obtížné a bez dalšího vybavení (SEM, FIB, CT apod.) často i nemožné, neboť stejně jako při VIF mohou vznikat trhliny i zcela skryté pod povrchem (laterální trhliny, trhliny pod vrcholem indentačního hrotu). Další problémy, především při odhadu plochy trhliny, jsou diskutovány v kapitole 5.2.

MIKROMECHANICKÁ ANALÝZA DENTINU A SKLOVINY

S rozvojem stomatologie začala být znalost mikromechanických vlastností dentinu a skloviny nezbytná. Porozumění rozložení napětí při žvýkání a procesům, které v zubu probíhají během jeho životnosti, napomáhá jak v preventivním, tak restorativním odvětví stomatologie. Příkladem možného využití známých mechanických vlastností dentinu a skloviny je návrh zubních výplní sloužících k ošetření zubního kazu. Materiál výplně může ovlivnit nejen rozložení napětí v zubu, ale zapříčinit i změnu mechanických vlastností dentinu a skloviny v jeho okolí. Proto je vhodné znát co nejpřesněji mechanické vlastnosti zubních tkání a materiál výplní těmito vlastnostem přizpůsobit. Znalost faktorů ovlivňujících změnu mechanických vlastností zase může usnadnit porozumění procesům, které souvisí s věkem, tvorbou trhlin aj.

Experimenty pro determinaci mechanických vlastností dentinu a skloviny nejčastěji využívají metodu indentace. Využití indentace, resp. mikro či nanoindentace, je podpořeno povahou dentinu a skloviny. Objem obou materiálů je poměrně malý a díky své složité struktuře jsou nehomogenní. Indentace umožňuje aplikaci na vzorky malých rozměrů a možnost podrobného zkoumání v mikro/nanoměřítku. Během indentace je zjišťována především tvrdost (H) a modul pružnosti (E), proto jsou tyto dvě veličiny nejčastěji udávanými materiálovými charakteristikami dentinu a skloviny. Vzhledem k tomu, že sklovina a v menší míře i dentin jsou poměrně křehké materiály, neméně důležitou charakteristikou je lomová houževnatost (K_c).

Tvrdost (H) vyjadřuje odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa, neboli schopnost odolávat elastické a plastické deformaci. Je rozlišována tvrdost statická a dynamická. Dentin a sklovina jsou obvykle charakterizovány na základě statické tvrdosti, konkrétně se pro popis využívá tvrdost podle Vickerse, Knoop a či mikrotvrdost [42]. Místo pojmu mikrotvrdost se obvykle užívá jen „tvrdost“, a tak je tomu i v této práci. Modul pružnosti (E) oproti tomu vyjadřuje odpor materiálu vůči deformaci. Pro dentin a sklovinu je nejčastěji udáván Youngův modul pružnosti nebo redukovaný modul pružnosti (E_r), který lépe

vystihuje skutečné vlastnosti materiálu. Lomová houževnatost (K_c), jak bylo popsáno v kapitole 4, vyjadřuje schopnost odolávat šíření trhlin přítomných v materiálu [19].

V této kapitole je popsána mikromechanická analýza dentinu a skloviny. Nejdříve je proveden souhrn dosaženého poznání v této oblasti, dále je popsána příprava vzorků, užitá metodologie nanoindentace, průběh analýzy a dosažené výsledky. Analýza dentinu byla zaměřena pouze na determinaci tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti, neboť dostupné technologické vybavení neumožnilo aplikaci dostatečně velkého zatížení pro tvorbu trhlin. Naopak analýza skloviny byla zaměřena právě na determinaci lomové houževnatosti. Tvrdost a redukovaný modul pružnosti byly určeny druhotně.

5.1 Mikromechanická analýza dentinu

Mikromechanická analýza dentinu byla zaměřena především na determinaci tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) intertubulárního dentinu (ITD). Vlastnosti peritubulárního dentinu (PTD) nemohly být vzhledem k dostupnému technologickému vybavení určeny, neboť indentační přístroj využívaný pro analýzu neumožňuje provedení dostatečně malých indentačních vpichů, které zasahují pouze do PTD. Při analýze PTD jsou obvykle prováděny vpichy s maximální hloubkou 50–70 nm, zatímco během této analýzy byla hloubka při nejnižším aplikovaném zatížení více jak 300 nm.

Analýza dentinu byla rozdělena do dvou fází. První fáze měla více cílů. Hlavním cílem bylo stanovení minimálního zatížení, jež poskytuje spolehlivé výsledky a může být aplikováno dostupným indentačním přístrojem. Toto zatížení bylo následně využito pro druhou fázi analýzy. Zároveň bylo ověřováno, zda byla vhodně zvolena vzájemná vzdálenost indentů a nedochází ke zkreslování výsledků v důsledku překrývání plastických oblastí. Bylo také možné zhodnotit, jestli jsou výsledné hodnoty mechanických vlastností ITD ovlivněny volbou maximálního zatížení a na kolik se odlišují od hodnot určených makroskopicky bez ohledu na polohu indentů.

Druhá fáze analýzy byla zaměřena na sledování změn mechanických vlastností ITD se vzdáleností od okraje tubulů. Zároveň byly na větším statistickém souboru ověřeny výsledné hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti determinované v první fázi. Průměrné hodnoty a zjištěné trendy byly porovnávány s dosud publikovanými výsledky ostatních autorů.

5.1.1 Přehled dosaženého poznání

Složitá kompozitní struktura dentinu (Kapitola 2.2) způsobuje jeho nehomogenitu. Zjištěné hodnoty mechanických vlastností závisí na zvolené metodě analýzy, měřítku podrobnosti testu, poloze testovaného dentinu vůči dentino-sklovinné hranici či vůči tubulům aj. Tomu odpovídá i velký rozsah publikovaných hodnot tvrdosti (H) a modulu pružnosti (E).

Běžné testy pro určování mechanických vlastností (tlakové, tahové, torzní a smykové

zkoušky) vyžadují větší plochu vzorku ($\geq 4 \text{ mm}^2$), což v případě dentinu omezuje jejich použití. K determinaci materiálových charakteristik proto v minulosti sloužily především třetí stoličky, tzv. zuby moudrosti, jejichž objem je největší [5]. Ani metoda indentace, která začala být pro determinaci tvrdosti (H) a modulu pružnosti (E) dentinu využívána, však neumožnila dostatečně podrobné zkoumání. Zjištěné hodnoty nevypovídaly nic o struktuře a mechanických vlastnostech jednotlivých částí dentinu [43]. Rozvoj mikro/nanoindentace umožnil podrobnější zkoumání mechanických vlastností dentinu a autoři se mohli začít zabývat nejrůznějšími faktory, které změnu vlastností zpříčiňují.

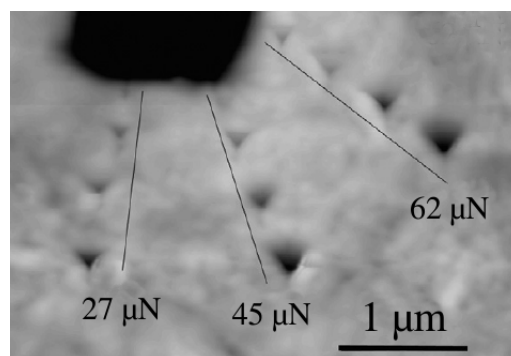
Ačkoliv základní rozdělení dentinu dle Kuttlera [6] je na primární, sekundární a terciální dentin, největší rozdíly mechanických vlastností jsou pozorovány mezi PTD a ITD. Rozdíly vyplývají především z chemického složení, neboť hypermineralizovaný PTD obsahuje více krystalů hydroxyapatitu a méně kolagenních vláken než ITD [2]. V závislosti na měřítku podrobnosti testu charakterizují zjištěné hodnoty buď přímo vlastnosti PTD a ITD, nebo jsou průměrem vlastností celého kompozitu složeného z PTD, ITD a tubulů.

V druhém případě jsou publikované hodnoty tvrdosti (H) dentinu nejčastěji v rozmezí 0,25–0,8 GPa [43]. Modul pružnosti (E) dentinu je udáván v rozmezí 10–20 GPa [5]. Objevují se však i vyšší hodnoty, Řehounek například uvádí tvrdost 1,03 GPa a modul pružnosti 30,24 GPa. [44]. Rozdíly obvykle souvisí s odlišnou polohou testovaného dentinu vůči dentino-sklovinné hranici. Pashley například uvádí pokles tvrdosti od dentino-sklovinné hranice k dřevné dutině [45]. Nicméně v tomto případě není úplně jasné, jestli pokles skutečně vystihuje změnu vlastností dentinu nebo je způsoben rozdílnou hustotou a průměrem tubulů v blízkosti dentino-sklovinné hranice a dřevné dutiny. Stejnou nejistotu zmiňuje i Jíra, který se ve své práci zabývá změnami modulu pružnosti dentinu od rozhraní dentin–cement k dřevné dutině [46]. Na rozdíl od Pashleyho neuvádí plynulý trend skrz celou tloušťku dentinu, ale pokles modulu pružnosti od centrální části dentinu (24 GPa) k rozhraní dentin–cement (17 GPa) a dřevné dutině (14 GPa). Ve shodě s Jírou i další autoři uvádí rostoucí trend modulu pružnosti od dentino-sklovinné hranice k centrální části dentinu [47, 48].

Objasnění, zda skutečně dochází ke změně mechanických vlastností dentinu, nebo je pozorovaný trend způsoben různou hustotou a průměrem tubulů, umožňuje Kinneyho studie [43]. Technologické vybavení (AFM, nanoindentor) užití při této studii umožnilo zatížení vzorku tak malou silou (268 μN), že bylo možné lokalizovat indentační vpich pouze do ITD či PTD a vyvarovat se tak hodnot ovlivněných přítomností tubulů. Kromě toho studie rovněž umožnila porovnání tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti ITD a PTD. Výsledky ukazují, že tvrdost a modul pružnosti ITD skutečně závisí na jeho poloze vůči dentino-sklovinné hranici a dřevné dutině. Tvrdost ITD v blízkosti dentino-sklovinné hranice (0,51 GPa) byla téměř čtyřnásobná v porovnání s tvrdostí v blízkosti dřevné dutiny (0,15 GPa). Změna modulu pružnosti nebyla tak markantní (21,1 a 17,7 GPa). PTD oproti tomu nevykazoval výrazné změny tvrdosti a modulu pružnosti v souvislosti s polohou. Průměrná tvrdost byla 2,45 GPa, modul pružnosti 29,8 GPa. Kinney shrnuje, že

ostatními autory uváděná korelace mezi změnou mechanických vlastností a hustotou tubulů je čistě náhodná.

Na Kinneyho navázali i další autoři, kteří testovali mechanické vlastnosti ITD a PTD separátně [49, 50]. Ziskind při testu aplikoval na vzorek zatížení pouze 200–300 μN , což mu umožnilo provést 2–4 indentační vpichy radiálně rozmístěné od okraje tubulu k rozhraní PTD-ITD (Obrázek 5.1) [49]. Bylo tedy možné pozorovat nejen absolutní rozdíl mezi mechanickými vlastnostmi PTD a ITD, ale také, zda nedochází ke změně vlastností v rámci samotného PTD. Výsledky potvrdily Ziskindovu domněnku, že mezi PTD a ITD není ostré rozhraní, ale k poklesu tvrdosti a modulu pružnosti dochází již v PTD. Změna vlastností se projevila i vizuálně na velikosti indentů (Obrázek 5.1). Vlastnosti ITD byly shledány se vzdáleností od rozhraní PTD-ITD jako konstantní. Průměrné hodnoty tvrdosti a modulu pružnosti ITD byly 0,6 GPa, resp. 17,4 GPa. Průměrné hodnoty PTD byly přibližně dvakrát větší, tj. 1,34 GPa pro tvrdost a 29,3 GPa pro modul pružnosti. Stejný trend byl shledán i dalšími autory, kteří své tvrzení podporují výpočtem dle metody konečných prvků a vylučují ovlivnění výsledků hraničním efektem [50].



Obrázek 5.1: Smínek z AFM zachycující změnu velikosti indentů se vzdáleností od okraje tubulu. Všechny indenty v jedné radiální linii byly provedeny stejnou zatěžovací silou, která je uvedena [49].

Ačkoliv se mechanické vlastnosti ITD ukázaly jako konstantní, situaci komplikuje anizotropie ITD. Ziskind ve stejné práci provádí indentaci ve dvou na sebe kolmých směrech a porovnání výsledné hodnoty tvrdosti a modulu pružnosti ITD [49]. Modul pružnosti získaný na základě indentace kolmo k tubulům, tj. osa indentačního vpichu kolmá k podélné ose tubulu, byl nižší (17,8 GPa) než modul pružnosti získaný indentací rovnoběžně s tubuly (21,6 GPa). Výsledné hodnoty tvrdosti anizotropii rovněž potvrzují.

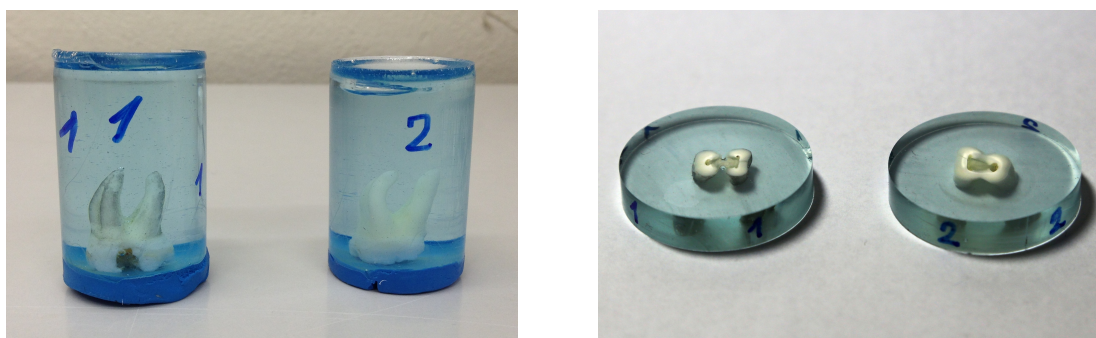
Mechanické vlastnosti dentinu mohou být dále ovlivněny nejrůznějšími faktory. Změny vlastností mohou souviset například s věkem či tvorbou zubních kazů [51]. Ovlivnění výsledků může být ale způsobeno i podmínkami experimentu. Guiodoni upozorňuje na výrazné ovlivnění výsledků skladováním vzorků [48]. Ve své práci srovnává výsledné mechanické vlastnosti dentinu a skloviny testované na suchém vzorku a vzorku uchovávaném v Hankově roztoku. Výsledky ukázaly, že modul pružnosti dehydratovaného dentinu

(22 GPa) je až dvojnásobně větší než vzorku hydratovaného (14 GPa). Tvrdost může být větší dokonce třikrát (0,9 a 0,3 GPa). Protože není možné popsat všechny ovlivňující faktory a jejich efekt na změnu mechanických vlastností, jsou zmíněny pouze studie zabývající se podobnou problematikou, jež byla řešena v této práci.

5.1.2 Příprava vzorků

Pro mikromechanickou analýzu dentinu byly použity dvě stoličky s absencí kazů či jiných defektů v kořenové části, které by mohly zapříčinit změnu mechanických vlastností dentinu z důvodu demineralizace a celkově ovlivnit výsledky měření. Suché stoličky zbavené hrubých nečistot byly vloženy do formy a zality epoxidovou pryskyřicí (Struers EpoFix). Pryskyřice byla připravena smícháním vlastní pryskyřice a tvrdidla v poměru doporučeném výrobcem.

Po vytvrdnutí (nejméně 24 hod.) byly vzorky vyjmuty z formy (Obrázek 5.2a) a nařezány pomocí vodou chlazené pily s diamantovým kotoučem (ATM Brillant 210, Rakousko). V každém ze vzorků byly v oblasti kořene zubu vedeny dva transverzální řezy, tj. řezy kolmo k podélné ose zubu. Vzdálenost řezů byla zvolena s ohledem na velikost kořene zubu a možnosti uchopení vzorků v leštičce. Takto byly připraveny celkem dva vzorky (každý z jedné stoličky) tloušťky ~ 10 mm (Obrázek 5.2b).



a) vzorky vyjmuté z formy

b) nařezané vzorky

Obrázek 5.2: Vzorky pro mikromechanickou analýzu. a) vzorky byly po vytvrdnutí vyjmuty z formy, b) nařezané a vyleštěné vzorky připravené pro měření.

Vzorky byly následně broušeny a leštěny na leštičce vzorků (Struers LaboPol-5, USA) s křemičito-karbidovými brusnými papíry různých hrubostí (600, 1200 a 2000). Pro dosažení zcela hladkého povrchu bez rýh byly vzorky vyleštěny na plátně s diamantovou pastou (Struers DP-Spray P, 0,25 μm). Broušení a leštění vzorků je nejdůležitější částí přípravy vzorku, neboť nerovnosti a rýhy přítomné v povrchu vzorku mohou způsobit znehodnocení celého měření.

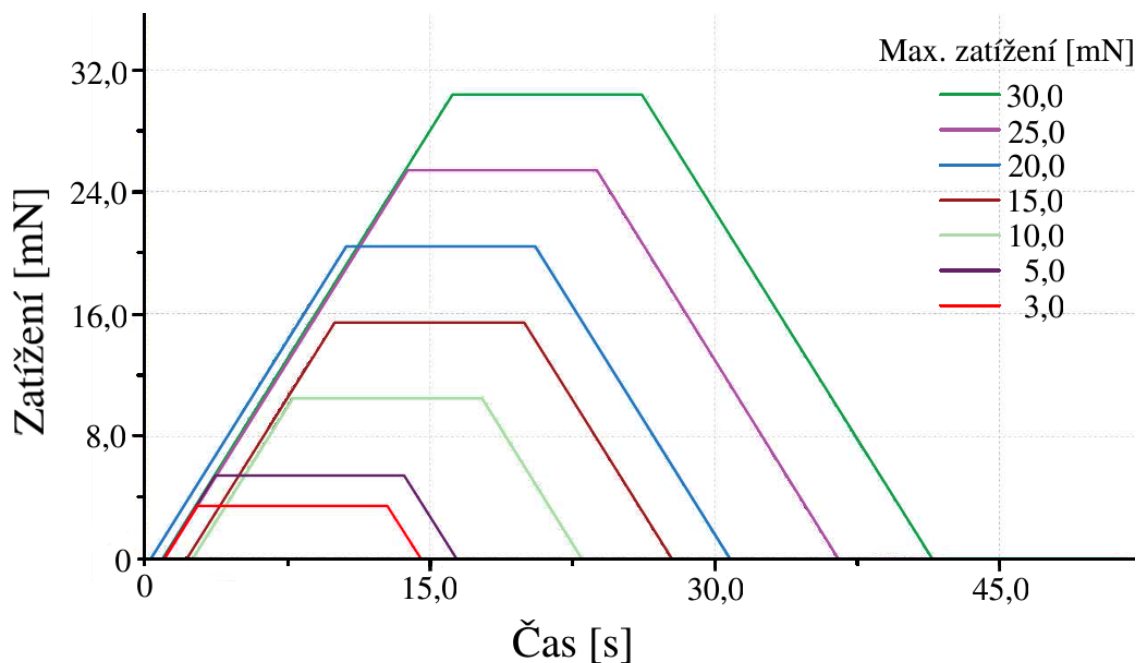
Vyleštěné vzorky byly nakonec na dobu jedné minuty vnořeny do vodní lázně (destilovaná voda s technickým lihem), kde byly vyčištěny. Pro čištění byla využita ultrazvuková čistička (Notus – Powersonic PS03000A, Slovensko).

5.1.3 Metodologie nanoindentace

Nanoindentace byla prováděna na indentačním přístroji CSM Instruments Nano Hardness Tester (CSM Instruments SA, Švýcarsko) s Berkovichovým indentačním hrotem. Přístroj a hrot jsou podrobněji popsány v kapitole 3.4 a 3.3. Přestože přístroj umožňuje zatěžování dynamicky oscilující silou, pro analýzu byl využit klasický způsob měření, kdy je vzorek zatěžován plynule. Indentace probíhala v režimu řízené síly, což znamená, že byla zvolena maximální hodnota zatížení, která byla při testu aplikována. Režim řízené hloubky, kdy je namísto maximální síly určena maximální hloubka indentace, nebyl využit. Konkrétní parametry indentačních cyklů byly voleny s ohledem na účel jednotlivých fází analýzy.

První fáze analýzy

První fáze analýzy, která sloužila pro stanovení minimálního aplikovatelného zatížení, byla prováděna na vzorku č. 1. Celkem bylo provedeno 7 matic po 25 indentech. Maximální zatížení pro každou matici bylo odlišné – 3, 5, 10, 15, 20, 25 a 30 mN. Indentační cykly pro jednotlivé matice jsou zobrazeny na obrázku 5.3. Nejdříve byl vzorek plynule zatěžován rychlostí 120 mN/min až do dosažení maximální hodnoty, poté bylo po 10 s drženo konstantní zatížení a nakonec byl vzorek stejnou rychlostí odtížen. Celková doba trvání jednoho indentačního cyklu byla dle maximálního zatížení 13–40 s. Konstantní zatížení bylo aplikováno pro eliminaci ovlivnění výsledků dotvarováním. Kontaktní hloubka indentačních vpichů se v závislosti na maximálním zatížení pohybovala mezi 332–1163 nm.



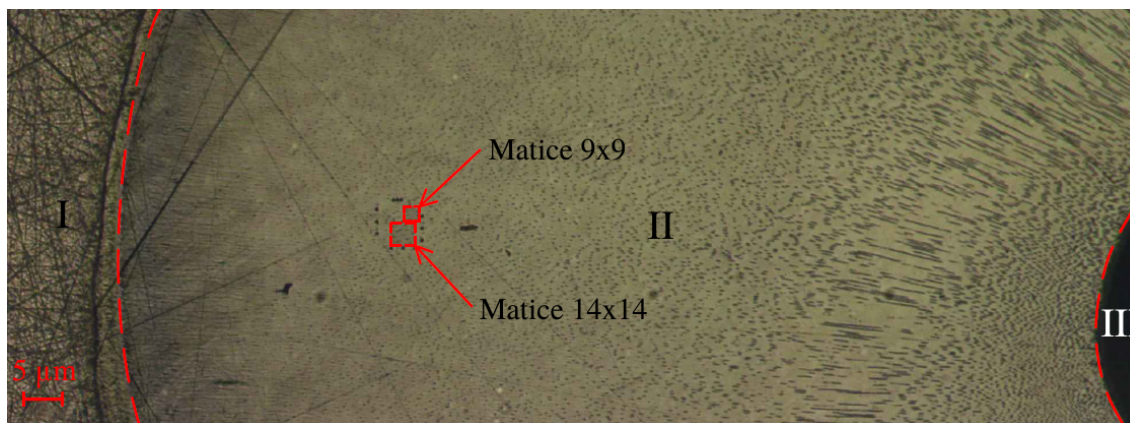
Obrázek 5.3: Graf zobrazující indentační cykly pro jednotlivé matice. Každý cyklus se skládá ze 3 částí: zatěžování, držení konstantního zatížení (10 s) a odtěžování. Maximální zatížení bylo pro každou matici odlišné.

Druhá fáze analýzy

Pro druhou fázi analýzy, která byla zaměřena na sledování změn mechanických vlastností ITD se vzdáleností od okraje tubulů, byl stejně jako pro první fázi využit vzorek č. 1. V tomto vzorku bylo provedeno celkem 9 matic indentačních vpichů. Nejdříve bylo provedeno 7 matic se 6–10 indenty v řadě, jež byly lokalizovány mezi dva sousední tubuly. Po vyhodnocení bylo rozhodnuto, že budou provedeny další dvě matice s větším počtem indentačních vpichů – 6×6 a 8×8, celkově tedy 100 indentů. Vzájemná vzdálenost indentů v horizontálním i vertikálním směru byla 4 μm.

Parametry indentačních cyklů byly pro všech 9 matic shodné. Dle výsledků první fáze analýzy bylo pro měření zvoleno maximální zatížení 3 mN. Indentační cyklus byl oproti první fázi pozměněn. Rychlost zatěžování a odtěžování byla snížena ze 120 mN/min na 18 mN/min tak, aby doba zatěžování a odtěžování odpovídala době držení konstantního zatížení, tj. 10 s. Celková doba trvání jednoho indentačního cyklu byla tedy 30 s. Kontaktní hloubka indentačních vpichů byla v rozmezí 255–483 nm.

Vzorek č. 2 byl využit pro ověření výsledných hodnot mechanických vlastností ze vzorku č. 1. Byly provedeny další dvě matice indentačních vpichů – 9×9 a 14×14, celkově 277 indentů. Matice byly lokalizovány přibližně do 1/3 vzdálenosti mezi dřevnou dutinou a rozhraním dentin–cement (Obrázek 5.4). Vzájemná vzdálenost indentů i celý indentační cyklus zůstal od předchozího měření nezměněn. Kontaktní hloubka indentačních vpichů byla v rozmezí 200–469 nm.



Obrázek 5.4: Lokalizace matic 9×9 a 14×14. Matice jsou umístěny v dentinu (II) přibližně v 1/3 vzdálenosti mezi dřevnou dutinou (III) a rozhraním dentin–cement (I).

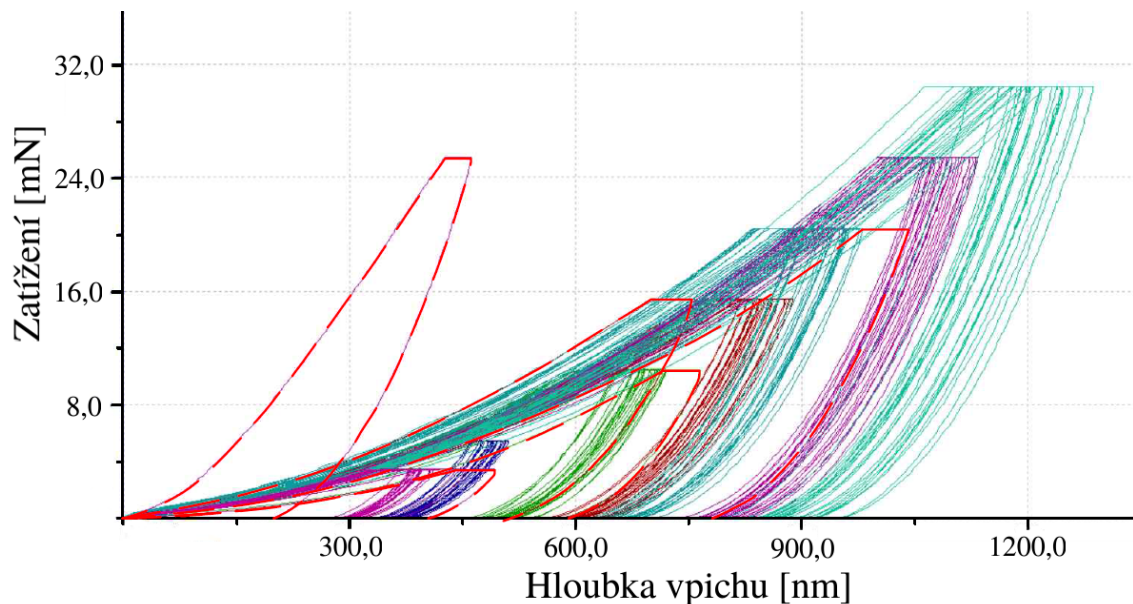
Pro determinaci materiálových charakteristik byla využita metodika Olivera a Pharra, která byla podrobněji popsána v kapitole 3.2. Tvrdost (H) byla determinována na základě maximálního aplikovaného zatížení (P_{\max}) a velikosti kontaktní plochy (A). Redukovaný modul pružnosti (E_r) vycházel z kontaktní tuhosti (S), závislé na sklonu odtěžovací větve indentační křivky, a rovněž velikosti kontaktní plochy.

5.1.4 Vyhodnocení výsledků

První fáze analýzy

V první fázi analýzy bylo hlavním cílem stanovení minimálního zatížení, jež poskytuje spolehlivé výsledky a může být aplikováno pro měření trendu vlastností v druhé fázi analýzy. Ačkoliv garantovaný rozsah aplikovaného zatížení je pro užitý indentační přístroj 0,1–500 mN, při aplikaci velmi malých zatížení může docházet ke zkreslování výsledků z důvodu nerovnosti povrchu. Někteří autoři uvádí, že efekt nerovnosti povrchu je překonán již při hloubce indentačního vpichu větší než 35 nm [49], což je i při aplikaci nejnižšího zatížení 3 mN splněno. Jelikož však příprava vzorku není identická a bylo použito jiné technologické vybavení, nemusí být tato hranice shodná. V první fázi bylo provedeno 7 matic po 25 indentech. Maximální zatížení bylo pro každou z matic odlišné – 3, 5, 10, 15, 20, 25 a 30 mN.

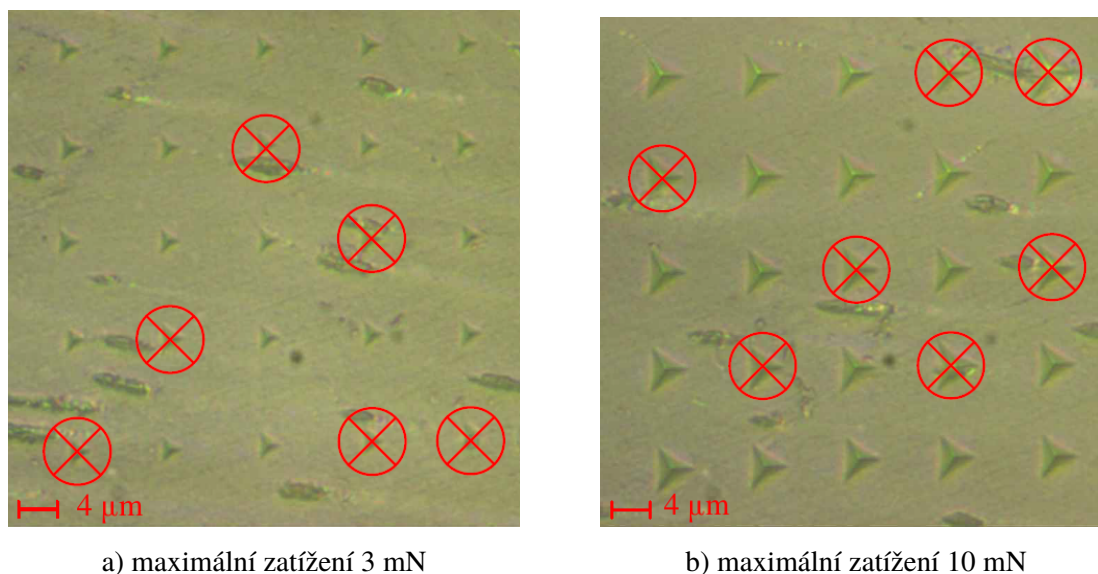
Pro posouzení možnosti využití daných zatížení byly nejdříve porovnávány indentační křivky. Bylo zkonstatováno, že indentační křivky všech matic mají obdobný charakter a k odlišnostem dochází pouze v ojedinělých případech (Obrázek 5.5). Výrazně odlišné křivky indikovaly například umístění indentačního vpichu v místě trhliny či jiné materiálové nehomogenity. Tyto indenty, resp. indentační křivky byly vyřazeny ze statistického souboru, neboť mechanické vlastnosti determinované na jejich základě nereprezentují skutečné vlastnosti dentinu.



Obrázek 5.5: Indentační křivky pro matice s maximálním zatížením 3–30 mN. Červeně vyznačené křivky jsou příkladem křivek vyřazených ze statistického souboru, neboť nereprezentují skutečné vlastnosti dentinu.

Dále bylo dle snímků z mikroskopu, který je součástí indentačního přístroje, určeno, které indenty jsou lokalizovány pouze v ITD a které částečně či zcela zasahují do PTD

a tubulů. Jelikož na snímcích nebyla patrná hranice PTD–ITD, byla uvažována přibližně ve vzdálenosti 1 μm od okraje tubulu, což odpovídá běžně udávané tloušťce prstence PTD [49]. Na obrázku 5.6 je uveden příklad vyhodnocení polohy indentů pro matice s maximálním zatížením 3 a 10 mN. Indenty, které jsou červeně přeškrtnuty, zasahují do PTD a tubulů, ostatní jsou lokalizovány pouze v ITD. Po vyhodnocení polohy indentů byla provedena statistická analýza. Výsledné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) ITD jsou uvedeny v tabulce 5.1.



Obrázek 5.6: Vyhodnocení polohy indentů pro matice s maximálním zatížením 3 a 10 mN. Indenty, které nejsou červeně přeškrtnuty, jsou lokalizovány pouze v ITD.

Z tabulky 5.1 vyplývá, že výsledné hodnoty tvrdosti ITD nejsou ovlivněny volbou maximálního zatížení. Všechna zatížení, včetně nejnižšího, poskytovala spolehlivé výsledky, které se výrazně neodlišovaly od ostatních. Proto mohlo být v druhé fázi analýzy využito nejnižší zatížení 3 mN. Průměrná hodnota tvrdosti determinovaná na základě indentů lokalizovaných v ITD byla 1068,23 MPa. Rovněž bylo shledáno, že průměrná hodnota tvrdosti determinovaná ze všech indentů bez ohledu na jejich polohu 1056,52 MPa se od této hodnoty výrazně neodlišuje. V tomto případě představoval rozdíl pouze 1%. Lze tedy usuzovat, že při větších statistických souborech jsou hodnoty tvrdosti determinované bez ohledu na polohu indentů téměř shodné s hodnotami ITD. Výsledné hodnoty redukovaného modulu pružnosti potvrzují tyto výsledky. Je však nutné podotknout, že v místě větší hustoty a průměru tubulů, jako například v blízkosti dřeňové dutiny, mohou být výsledné hodnoty vlastností přítomností tubulů ovlivněny více.

Dle snímků z mikroskopu bylo rovněž zhodnoceno, že vzájemná vzdálenost indentů může být menší, neboť za dostatečný prostor mezi indenty se považuje prostor odpovídající velikosti samotného indentačního vpichu. V druhé fázi analýzy byla proto použita vzdálenost 4 μm namísto dosavadních 10 μm .

Tabulka 5.1: Průměrné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) pro jednotlivé matice s maximálním zatížením 3 až 30 mN. Je uveden rozdíl průměrných hodnot mechanických vlastností mezi indenty, které jsou lokalizovány pouze v ITD, a všemi indenty bez rozlišení polohy.

Maximální zatížení [mN]		3	5	10	15	20	25	30	Průměr
H [MPa]									
Indenty pouze v ITD	Průměr	1048,63	1082,97	1070,36	1049,86	1147,17	1046,00	1030,77	1068,23
	Směr. odchylka	60,98	66,72	60,17	49,97	79,50	32,51	50,72	
Indenty zasahující do PTD a tubulů	Průměr	926,49	1078,04	1042,84	1024,84	1146,77	1019,41	984,31	1040,52
	Směr. odchylka	117,50	75,76	84,40	61,17	67,06	51,20	74,77	
Nerozlišeno	Průměr	1023,18	1081,59	1063,48	1044,51	1146,97	1035,36	1000,57	1056,52
	Směr. odchylka	91,00	69,40	68,11	53,53	73,54	43,04	70,89	
Rozdíl		25,45	1,38	6,88	5,35	0,20	10,64	30,20	11,71 (1,1 %)
E_r [GPa]									
Indenty pouze v ITD	Průměr	28,33	28,34	26,74	25,86	27,47	26,62	25,91	27,16
	Směr. odchylka	1,13	1,42	1,12	0,69	1,48	0,54	0,52	
Indenty zasahující do PTD a tubulů	Průměr	26,55	28,17	26,30	25,50	27,30	26,24	25,41	26,48
	Směr. odchylka	3,26	1,23	0,84	1,08	1,22	0,86	1,19	
Nerozlišeno	Průměr	27,96	28,29	26,63	25,78	27,38	26,47	25,58	26,87
	Směr. odchylka	1,93	1,37	1,07	0,80	1,36	0,71	1,04	
Rozdíl		0,37	0,05	0,11	0,07	0,08	0,15	0,33	0,29 (1,1 %)

Druhá fáze analýzy

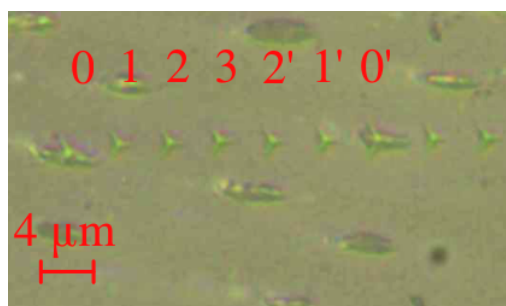
Cílem druhé fáze analýzy bylo zhodnotit, zda dochází ke změně mechanických vlastností ITD v závislosti na vzdálenosti od okraje tubuly. Prvotní myšlenkou bylo lokalizovat několik indentů v řadě mezi dva sousední tubuly. Takto bylo provedeno 7 matic se 6–10 indenty. Konkrétní počet indentů závisel na vzdálenosti tubulů. Bohužel lokalizace řady indentů mezi dva tubuly se ukázala jako problematická, neboť indentační přístroj nebyl schopen provést indenty přesně v horizontálním směru a docházelo k tomu, že indenty na konci řady tubul zcela minuly. Přesná lokalizace se povedla pouze ve dvou případech (Obrázek 5.7 a 5.8). Hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti pro tyto dva případy (Matice č. 4 a č. 7) jsou uvedeny v tabulce 5.2 a 5.3.

Matice č. 4		
Indentační vpich	H [MPa]	E_r [GPa]
0	1013,79	29,14
1	1228,28	28,77
2	1281,70	27,68
2'	1084,66	26,37
1'	1120,26	28,85
0'	1302,75	34,18



Tabulka 5.2 & Obrázek 5.7: Hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) determinované pro jednotlivé indenty matice č. 4.

Matice č. 7		
Indentační vpich	H [MPa]	E_r [GPa]
0	885,48	27,22
1	1107,25	25,47
2	1093,30	24,88
3	998,11	26,55
2'	1108,24	28,04
1'	1072,37	25,14
0'	1422,63	34,35

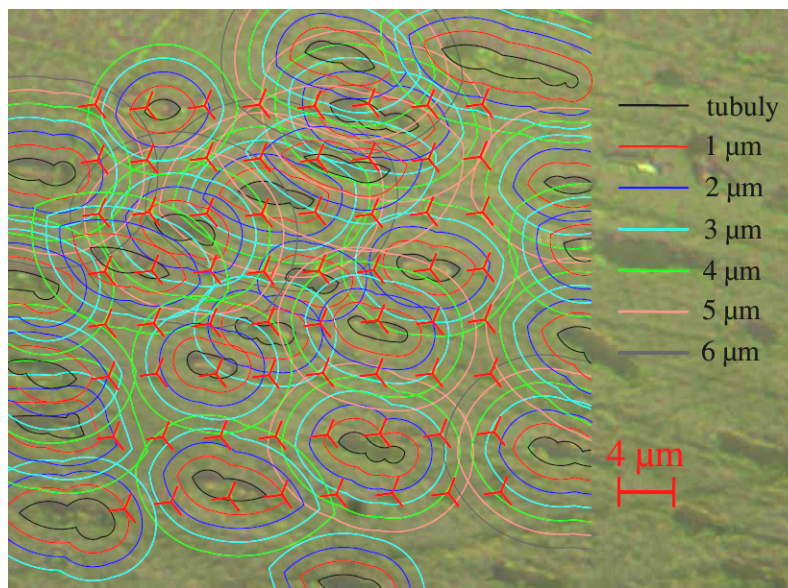


Tabulka 5.3 & Obrázek 5.8: Hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) determinované pro jednotlivé indenty matice č. 7.

Z výsledků (Tabulka 5.2 a 5.3) se zdá, že v ITD nedochází k rostoucímu, ani klesajícímu trendu mechanických vlastností se vzdáleností od okraje tubulů. Nicméně statistický sou-

bor byl velmi malý a jak je patrné z obrázku 5.8, výsledky mohly být ovlivněny i jinými tubuly, jež se nacházely v blízkosti indentů.

Z tohoto důvodu byly ve vzorku č. 1 provedeny další dvě matice s větším počtem indentačních vpichů – matice 6×6 a 8×8 . Celkem bylo provedeno 100 indentů. Postup vyhodnocení byl odlišný eliminující některé negativní aspekty předchozího měření. K vyhodnocení byly opět využity snímky z mikroskopu. V grafickém editoru bylo nejdříve identifikováno rozhraní (obrys) jednotlivých tubulů. Poté byla pomocí ekvidistanty velikosti $1 \mu\text{m}$ tato plocha rozdělena do oblastí s různou vzdáleností od okraje tubulu (Obrázek 5.9). Indenty byly následně rozříděny do 7 skupin dle toho, v jaké oblasti byl lokalizován jejich vrchol. Rozhodující byla samozřejmě oblast náležící k nejbližšímu tubulu. Nakonec byla provedena statistická analýza a vyhodnoceny průměrné hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti pro jednotlivé skupiny. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 5.4. Kromě průměrných hodnot vlastností je uveden rovněž medián a směrodatná odchylka, neboť poskytují lepší představu o celém statistickém souboru. Grafické zobrazení výsledků je na obrázku 5.10.



Obrázek 5.9: Příklad rozdělení plochy v místě matice 8×8 do oblastí s různou vzdáleností od okraje tubulu. Indenty byly rozříděny do skupin dle polohy jejich vrcholu, který je na obrázku červeně zvýrazněn.

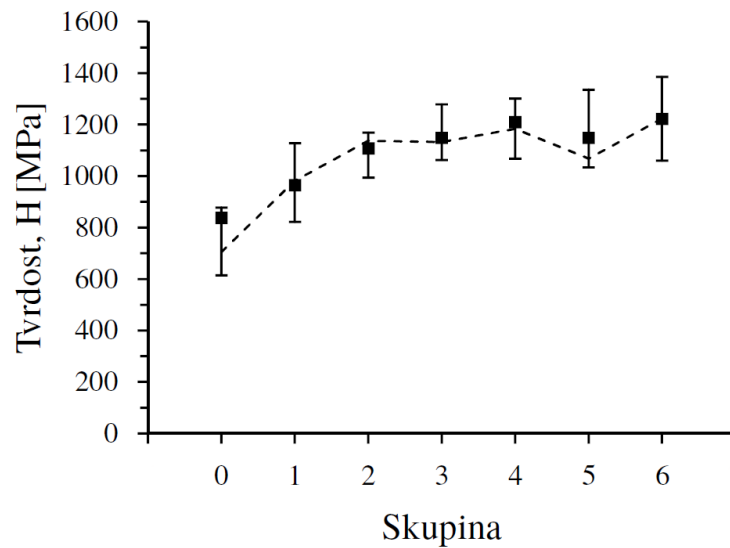
Ačkoliv se na první pohled zdá, že ITD vykazuje vzrůstající trend mechanických vlastností se vzdáleností od okraje tubulu, při podrobnější analýze je nutné toto tvrzení přehodnotit. Skupina 0 představuje indenty, jež jsou lokalizovány v místě tubulů, proto jsou hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti výrazně nižší. Skupina 1 rovněž nemůže být posuzována jako skupina reprezentující vlastnosti ITD, neboť indenty jsou lokalizovány v prstenci PTD. Přestože by dle předchozích studií měly být hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti PTD oproti ITD vyšší, v tomto případě je opačný jev

Tabulka 5.4: Průměrné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) pro jednotlivé skupiny indentů, které se liší vzdáleností od okraje tubulu. Medián a směrodatná odchylka poskytují lepší představu o celém statistickém souboru.

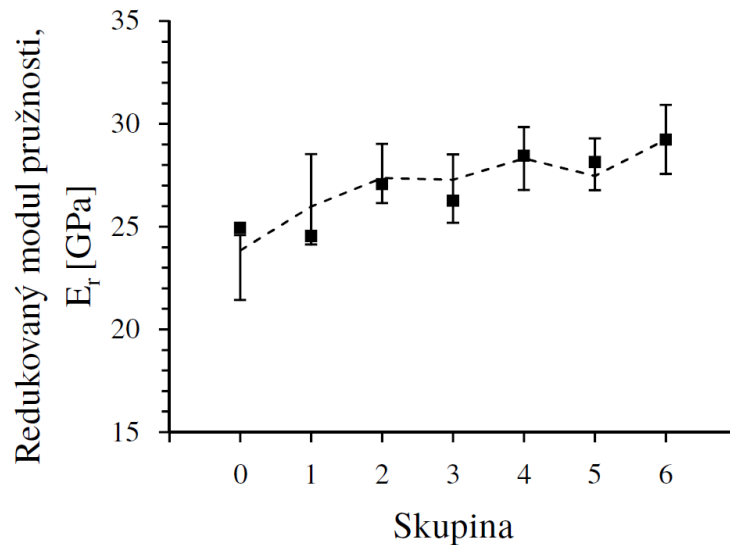
Skupina	0	1	2	3	4	5	6
Vzdálenost od okraje tubulu [μm]		0-1	1-2	2-3	3-4	4-5	5-6
	H [MPa]						
Průměr	837,77	965,49	1107,63	1148,82	1210,51	1149,29	1222,57
Medián	704,25	982,11	1136,80	1132,26	1182,99	1067,77	1222,57
Směr. odch.	339,22	200,56	131,40	125,08	164,45	141,24	162,75
	E_r [GPa]						
Průměr	24,94	24,55	27,07	26,26	28,45	28,14	29,24
Medián	23,84	25,98	27,37	27,29	28,32	27,47	29,24
Směr. odch.	5,49	6,24	2,38	6,27	2,48	2,15	1,68

zřejmě způsoben současným zásahem indentů do tubulů. Vzrůstající trend mechanických vlastností skupin 2–6 již není tak zřejmý. Nárůst průměrné hodnoty tvrdosti mezi skupinou 2 a 6 je necelých 10 %. Pokud se však vezme v úvahu malý počet indentů ve skupině 6 a velká směrodatná odchylka, je nutno zkonstatovat, že nárůst může být způsoben lokálními nehomogenitami. Vzrůstající trend by byl o to víc překvapivý vzhledem ke skutečnosti, že autoři uvádí klesající trend vlastností v PTD [49]. Dalo by se tedy očekávat, že klesající trend bude pokračovat i v ITD a hodnoty v blízkosti hranice PTD–ITD budou spíše vyšší. Skutečnost, že mechanické vlastnosti ITD nejsou ovlivněny vzdáleností od tubulů potvrzují i výsledky rozšířené analýzy, při níž byly ve vzorku č. 2 provedeny další dvě matice s celkově 277 indenty. Zjištěné ustálené hodnoty mechanických vlastností v ITD jsou ve shodě s výsledky Ziskindovy studie [49].

Pro ověření průměrných hodnot tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti ITD určených v první fázi analýzy bylo v druhé fázi nutné použít stejnou metodiku a určit průměrné hodnoty vlastností pouze ze skupin 2–6. Jak bylo zmíněno, skupiny 0 a 1 nemohly být do analýzy ITD zahrnuty, neboť namísto vlastností ITD poskytovaly spíše průměrné vlastnosti kompozitu složeného z PTD, ITD a tubulů. Průměrná tvrdost ITD ve vzorku č. 1 byla 1150,18 MPa, redukovaný modul pružnosti byl 26,52 GPa. Vzorek č. 2 vykazoval vlastnosti o něco vyšší, konkrétně 1204,52 MPa, resp. 29,90 GPa. Rozdíl mezi průměrnou hodnotou tvrdosti 1068,23 MPa, která byla determinována ve vzorku č. 1 v první fázi, a hodnotou 1150,18 MPa z druhé fáze může být způsoben odlišnou polohou matic indentů vůči dřevné dutině a rozhraní dentin–cement. Vyšší hodnoty vlastností ve vzorku č. 2 mohou být způsobeny rovněž touto skutečností, neboť matice se nacházely



a) tvrdost (H)

b) redukovaný modul pružnosti (E_r)

Obrázek 5.10: Grafické zobrazení výsledků tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r). Čárkovaná čára udává průběh mediánu.

poměrně blízko rozhraní dentin–cement (Obrázek 5.4), kde je tvrdost ITD vyšší. Nicméně všechny hodnoty tvrdosti i redukovaného modulu pružnosti byly téměř dvojnásobně vyšší, než udávají někteří autoři [43, 49]. Výsledky této analýzy byly naopak ve shodě se studiemi Řehounka a Cohena, kteří uvádí tvrdost ITD 1,03 a 1,2 GPa [44, 50]. Autorka této práce vyšší hodnoty vlastností připisuje způsobu skladování vzorku, neboť dehydrované vzorky, které byly pro analýzu využity, mohou dle Guidonihovo vykazovat 2–3× vyšší hodnoty. Jelikož je však dentin nehomogenní materiál se složitou strukturou, mohou být rozdíly zapříčiněny i jinými faktory.

5.2 Mikromechanická analýza skloviny

Mikromechanická analýza skloviny byla zaměřena především na determinaci lomové houževnatosti (K_C). Vzhledem k tomu, že lomová houževnatost skloviny nebyla dosud určována jinak než Vickersovým indentačním testem lomové houževnatosti (VIF), který skýtá řadu nesrovnalostí a všeobecně není považován za spolehlivý test, bylo snahou pro determinaci využít metodu založenou na disipaci energie. Tato metoda může v případě úspěchu eliminovat některé negativní aspekty VIF. Metoda navíc není omezena požadavkem vzniku trhlin typu Palmqvist či half-penny a pro determinaci lomové houževnatosti je možné využít jakýkoliv typ trhlin. Díky tomu je možné na vzorky aplikovat nižší zatížení a namísto indentace/mikroindentace využít nanoindentaci, která umožňuje podrobnější analýzu mikrostruktury.

Analýza skloviny byla, stejně jako analýza dentinu, rozdělena do dvou fází. První fáze byla zaměřena na faktory, jež ovlivňují determinaci lomové houževnatosti při užití VIF a které nebyly při popisu tohoto testu (Kapitola 4.2.1) rozebírány. Nejdříve byl určován vliv iniciace a šíření trhlin na výsledné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r), tudíž i následnou determinaci lomové houževnatosti (K_C). Dále bylo posuzováno, zda vyšší rychlost zatěžování/odtěžování podmiňuje snadnější tvorbu trhlin. Kromě toho bylo možné porovnat získané hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti s hodnotami, které byly dosud publikovány.

Cílem druhé fáze analýzy bylo zhodnocení možnosti využití nanoindentace a metody založené na disipaci energie pro determinaci lomové houževnatosti skloviny. Byly stanoveny další kroky, jež jsou nezbytné pro získání přesných hodnot. Přibližné hodnoty lomové houževnatosti, které byly při analýze získány, byly porovnány s dosud publikovanými výsledky ostatních autorů.

5.2.1 Přehled dosaženého poznání

Sklovina má, stejně jako dentin, složitou strukturu (Kapitola 2.1), s níž souvisí její nehomogenita a anizotropie. Hodnoty vlastností, které autoři udávají, závisí na zvolené metodě testování, měřítku podrobnosti testu, poloze testované skloviny vůči dentino-sklovinné hranici či směru měření vzhledem k orientaci sklovinných prizmat. Díky tomu se publikované hodnoty tvrdosti (H), modulu pružnosti (E) a lomové houževnatosti (K_C) mohou lišit až několikanásobně. Na rozdíl od dentinu však nejsou získané mechanické vlastnosti výrazně ovlivněny skutečností, zda je při testu využíván suchý či hydratovaný vzorek [42, 48].

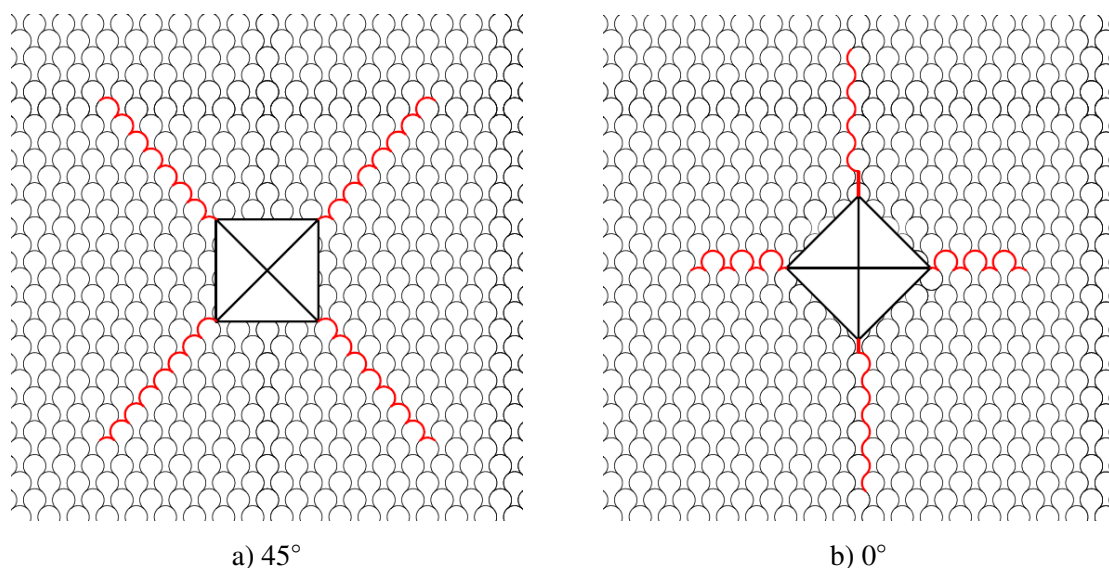
Metody využívané pro determinaci vlastností skloviny jsou shodné s metodami využívanými pro dentin. Protože je však množství skloviny dostupné pro test ještě menší než v případě dentinu, převažuje využití metody indentace, respektive mikro/nanoindentace pro podrobnější analýzu.

Tvrdość (H), modul pružnosti (E) i faktory zapříčiňující jejich změny byly v minulosti

poměrně podrobně popsány. Hodnoty vlastností reflektují chemické složení skloviny. Modul pružnosti hydroxyapatitu, který tvoří sklovinu z 96 % [4], je 114 GPa [5]. Sklovina má běžně udávaný modul pružnosti o něco nižší, 75–90 GPa [5]. Tvrdost skloviny je pak udávána v rozmezí 3–5 GPa [19]. Velké rozdíly vyplývají z obdobných skutečností, jež byly popsány u analýzy dentinu (Kapitola 5.1.1). Jednou z nich je, že vlastnosti závisí na poloze testované skloviny vůči dentino-sklovinné hranici. Autoři pozorovali klesající trend vlastností od vnějšího povrchu k dentino-sklovinné hranici [19, 42], stejně jako autoři zabývají se dentinem shledali klesající trend od dentino-sklovinné hranice k dřevné dutině [45]. Vlastnosti jsou dále významně ovlivněny anizotropií skloviny. Ve sklovině jsou rozdílné vlastnosti pozorovány vzhledem k orientaci sklovinných prizmat namísto tubulů, ke kterým byla anizotropie vázána v dentinu. Publikovaná data prokazují, že při indentaci, kdy je osa indentačního hrotu rovnoběžná s průběhem sklovinných prizmat, jsou determinované hodnoty tvrdosti a modulu pružnosti vyšší než při indentaci kolmo k prizmatům [42, 52]. Další faktory způsobující změnu tvrdosti a modulu pružnosti skloviny nejsou rozebírány, nicméně jsou shodné s faktory ovlivňujícími lomovou houževnatost, jejíž hodnoty a změny jsou dále popisovány.

Lomová houževnatost skloviny je méně prozkoumanou oblastí než tvrdost či modul pružnosti. Důvodem je především několikrát zmiňované malé množství skloviny, které neumožnilo využití běžných metod. Pro determinaci lomové houževnatosti skloviny je téměř výhradně využívána metoda indentace. Snad jediným autorem, který k popisu křehkého chování lidské skloviny využil tříbodový ohyb, byl v roce 1976 Rasmussen [53]. Rasmussen však nedeterminoval přímo lomovou houževnatost, ale energii potřebnou k vytvoření trhliny jednotkové délky. Shledal, že energie trhliny je až 10× větší v případě, že trhlina vzniká kolmo ke sklovinným prizmatům, než když vzniká rovnoběžně s nimi. To je pravděpodobně způsobeno skutečností, že v interprizmatické substanci jsou oproti prizmatu krystaly uloženy volněji, a proto je snadnější vytvořit trhlínu v ní než skrz jednotlivá prizmata. Obrázek 5.11 zobrazuje různý průběh trhlín rovnoběžně se sklovinnými prizmaty, jejichž vytvoření je energeticky méně náročné než vytvoření trhlín s průběhem kolmo k prizmatům.

Na Rasmussenovu prvotní studii křehkého chování skloviny později navázali ostatní autoři, kteří k determinaci lomové houževnatosti využili jednotně indentaci, konkrétně VIF. Mnozí z nich potvrzují anizotropii skloviny a skutečnost, že trhlíny vznikají snadněji rovnoběžně s prizmaty, resp. v interprizmatické substanci [52, 54–57]. Xu například udává průměrnou hodnotu lomové houževnatosti pro trhlíny kolmé k prizmatům $1,30 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, což je téměř trojnásobek hodnoty $0,52 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ pro trhlíny s nimi rovnoběžné [52]. Často se autoři také zabývají trendem lomové houževnatosti od dentino-sklovinné hranice k vnějšímu povrchu [19, 56]. Park prováděl test lomové houževnatosti ve třech úrovních skloviny (vnitřní, střední a vnější vrstva) u dvou věkových skupin [19]. Pozoroval, že změny jsou zřetelné pouze u vyšší věkové skupiny (≥ 50 let), kde dochází k poklesu lomové houževnatosti od dentino-sklovinné hranice ($0,88 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) k vnějšímu povrchu ($0,67 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$).



Obrázek 5.11: Průběh trhlin rovnoběžně se sklovinnými prizmaty. a) indentační vpich, jehož diagonála svírá s osou dentino-sklovinná hranice – vnější povrch úhel 45° , b) diagonála je rovnoběžná s osou dentino-sklovinná hranice – vnější povrch.

U dentino-sklovinné hranice vykazovaly obě věkové skupiny stejné hodnoty lomové houževnatosti. Park předpokládal, že větší křehkost u vyšší věkové skupiny je způsobena vyšším minerálním obsahem. To bylo později skutečně potvrzeno ve studii Zhenga, který ve vnější vrstvě skloviny analyzoval vyšší obsah vápníku a fosforu [56]. Díky indentaci ve směru kolmém a rovnoběžném se sklovinnými prizmaty mohl rovněž určit, že ke změnám obsahu minerálů dochází v interprizmatické substanci, nikoliv ve vlastních prizmatech.

Vyjma těchto nejčastěji zmiňovaných faktorů zapříčiňujících rozdíly v uváděných hodnotách lomové houževnatosti autoři detekovali i další okolnosti mající vliv na tyto rozdíly. Hassan ve své práci například porovnává lomovou houževnatost stoliček, řezáků a špičků [54]. Padmanabhan zase zmiňuje, že se zvyšující se zatížením dochází ke zpevnování materiálu [57]. Překvapivým zjištěním rovněž bylo, že lomová houževnatost skloviny primárního a trvalého chrupu je stejná [58]. Obecně lze shrnout, že hodnoty lomové houževnatosti (K_c) jsou udávány v rozmezí $0,5\text{--}1,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

5.2.2 Příprava vzorků

Pro mikromechanickou analýzu skloviny byly použity dvě stoličky bez viditelných defektů skloviny, které by mohly zapříčinit změnu mechanických vlastností. Suché stoličky zbavené hrubých nečistot byly vloženy do formy a zality metylmetakrylátovou pryskyřicí – technickým Dentacrylem (SpofaDental). Dentacryl byl připraven smícháním bezbarvého prášku a tekutiny v poměru doporučeném výrobcem (Obrázek 5.12a). Konečná hmota

Dentacrylu byla nažloutlá a zakalená, což ztěžovalo přesnou lokalizaci řezů. Proto bylo rozhodnuto, že při výrobě dalších vzorků nebude využívána.

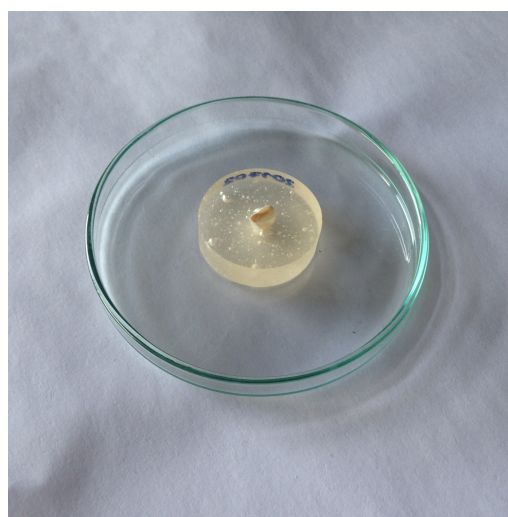
Po vytvrnutí (nejméně 24 hod.) byly vzorky vyjmuty z formy a nařezány pomocí vodou chlazené pily s diamantovým kotoučem (ATM Brillant 210, Rakousko). V každém ze vzorků byly provedeny dva transversální řezy, tj. řezy kolmo k podélné ose zubu. První řez byl veden nad korunkou zubu, druhý v jeho kořeni. Vzdálenost řezů byla volena s ohledem na možnosti uchopení vzorku do držáku pily a leštičky vzorků. Takto byly připraveny celkem dva vzorky (každý z jedné stoličky) tloušťky ~ 15 mm.

Vzorky byly ze strany přiléhající korunce broušeny hrubým křemičito-karbidovým brusným papírem (hrubost 320) až do dosažení požadované hloubky ve sklovině. Naneštětí při hrubém broušení došlo u jednoho ze vzorků k příliš rychlému zbroušení skloviny a vzorek musel být vyřazen. Zbývající vzorek byl dále broušen a leštěn jemnějšími brusnými papíry (hrubost 1000, 2500). Pro dosažení zcela hladkého povrchu bez rýh byl vzorek vyleštěn na plátně s diamantovou pastou (Struers DP-Spray P, 0,25 μm). Broušení a leštění vzorků je nejdůležitější částí přípravy vzorku, neboť nerovnosti a rýhy přítomné v povrchu vzorku mohou způsobit znehodnocení celého měření. Ovlivnění výsledků nerovným povrchem je o to snadnější, že je pro analýzu využívána nanoindentace, při které je hloubka indentačního vpichu měřena s přesností nm.

Vyleštěný vzorek byl nakonec na dobu jedné minuty vnořen do vodní lázně (destilovaná voda s technickým lihem), kde byl vyčištěn. Pro čištění byla využita ultrazvuková čistička (Notus – Powersonic PS03000A, Slovensko). Vyleštěný a vyčištěný vzorek připravený pro analýzu je vyobrazen na obrázku 5.12b.



a) materiál pro zalití



b) připravený vzorek

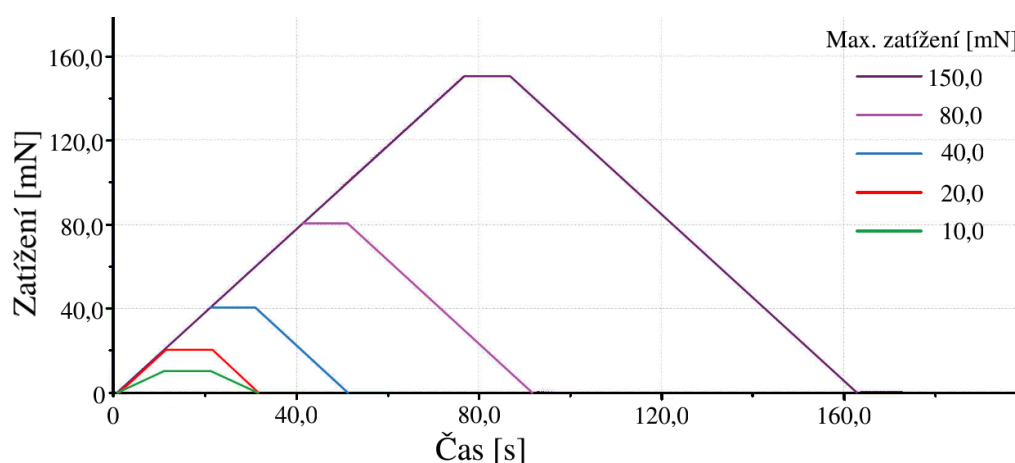
Obrázek 5.12: Příprava vzorků pro mikromechanickou analýzu. a) materiál pro přípravu vzorků, b) vyleštěný a vyčištěný vzorek připravený pro analýzu.

5.2.3 Metodologie nanoindentace

Nanoindentace byla prováděna na indentačním přístroji CSM Instruments Nano Hardness Tester (CSM Instruments SA, Švýcarsko) s indentačním hrotem „roh krychle“. Přístroj a hrot jsou podrobněji popsány v kapitole 3.4 a 3.3. Pro analýzu byl vybrán indentační hrot „roh krychle“, neboť má oproti Berkovichově hrotu menší vrcholový úhel, tudíž snadněji způsobuje vznik trhlin. Vzorek byl zatěžován plynule zvyšující se silou bez oscilace. Indentace probíhala, stejně jako při analýze dentinu, v režimu řízené síly, kdy je definována maximální hodnota zatížení, jež je při testu aplikována. Konkrétní parametry indentačních cyklů byly voleny s ohledem na účel jednotlivých fází analýzy.

První fáze analýzy

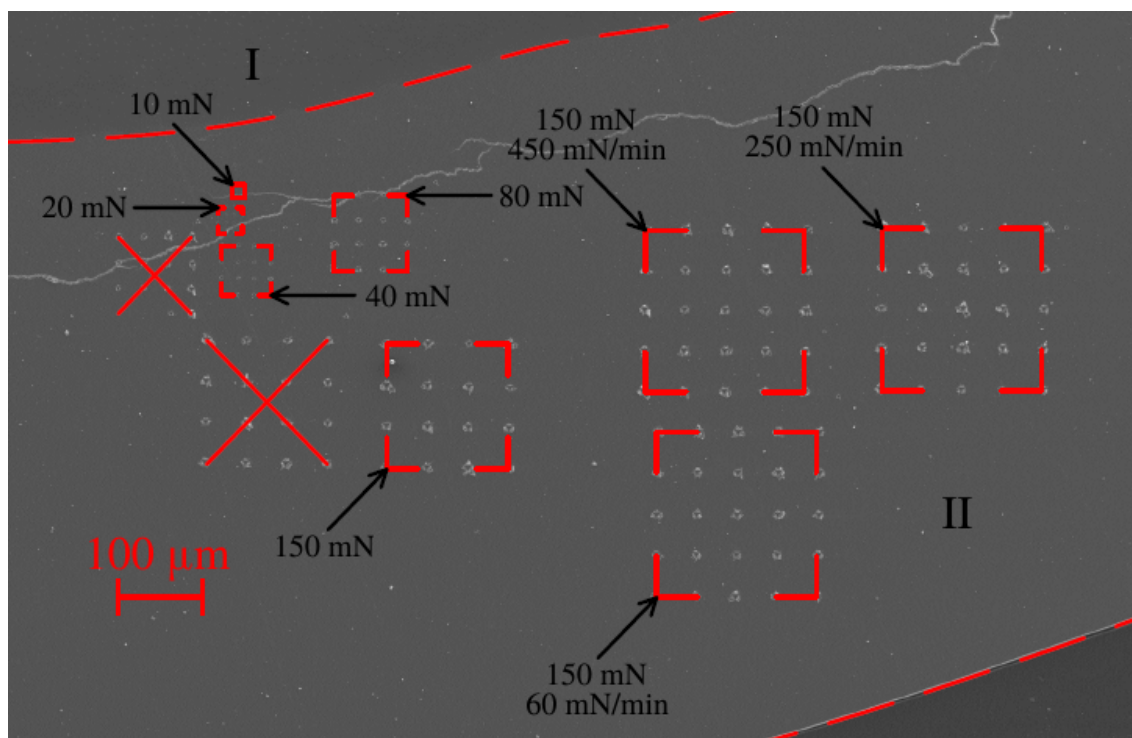
První fáze analýzy byla zaměřena na faktory ovlivňující determinaci lomové houževnatosti při užití VIF. Pro stanovení vlivu iniciace a šíření trhlin na výsledné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) bylo provedeno 5 matic po 16 indentech. Maximální zatížení pro každou matici bylo odlišné – 10, 20, 40, 80 a 150 mN. Indentační cykly pro jednotlivé matice jsou zobrazeny na obrázku 5.13. Nejdříve byl vzorek plynule zatěžován rychlostí 120 mN/min až do dosažení maximální hodnoty, poté bylo po 10 s drženo konstantní zatížení a nakonec byl vzorek stejnou rychlostí odtížen. Výjimkou byla matice s maximálním zatížením 10 mN, která byla zatěžována a odtěžována rychlostí 60 mN/min. Celková doba trvání jednoho indentačního cyklu byla dle maximálního zatížení 30–160 s. Kontaktní hloubka indentačních vpichů se v závislosti na maximálním zatížení pohybovala mezi 787–3759 nm.



Obrázek 5.13: Graf zobrazující indentační cykly pro jednotlivé matice. Každý cyklus se skládá ze 3 částí: zatěžování, držení konstantního zatížení (10 s) a odtěžování. Maximální zatížení bylo pro každou matici odlišné.

Matice byly lokalizovány ve vzájemné blízkosti, aby rozdíl ve vzdálenosti jednotlivých indentů od dentino-sklovinné hranice byl co nejmenší. Na obrázku 5.14 lze vidět,

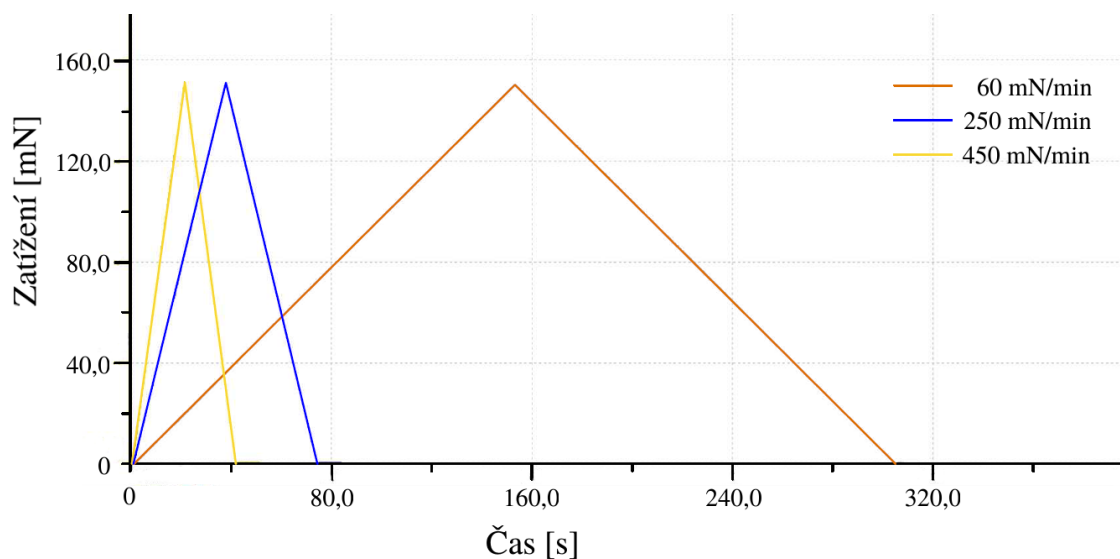
že matice s maximálním zatížením 10–80 mN byly lokalizovány ve vnitřní vrstvě skloviny, tj. do 1/3 vzdálenosti od dentino-sklovinné hranice k vnějšímu povrchu. Největší matice s maximálním zatížením 150 mN byla umístěna ve střední vrstvě skloviny. Vzájemná vzdálenost indentačních vpichů byla volena dle předpokládané velikosti kontaktní plochy tak, aby vzdálenost mezi indenty byla alespoň 2× větší než samotný vpich a nedocházelo ke zkreslování výsledků z důvodu překrývání plastických oblastí.



Obrázek 5.14: Poloha matic indentů vůči dentino-sklovinné hranici (I – dentin, II – sklovina). Červeně přeškrtnuté matice značí, že indentace neproběhla správně a data byla ztracena.

Pro posouzení vlivu rychlosti zatěžování/odtěžování na tvorbu a šíření trhlin byly provedeny 3 matice po 25 indentech. Maximální zatížení bylo pro všechny matice shodné, a to 150 mN. Zatížení bylo vybráno s ohledem na druhou fázi analýzy, v níž byla určována lomová houževnatost skloviny. Indentační cykly pro jednotlivé matice jsou zobrazeny na obrázku 5.15. Nejdříve byl vzorek plynule zatěžován danou rychlostí až do dosažení maximální hodnoty a poté stejnou rychlostí okamžitě odtížen. Fáze držení konstantního zatížení byla pro zjednodušení výpočtu energie trhliny vynechána. Rychlost zatěžování/odtěžování byla pro každou matici odlišná – 60, 250 a 450 mN/min. Celková doba trvání jednoho indentačního cyklu byla dle zvolené rychlosti 300, 72 či 40 s. Kontaktní hloubka indentačních vpichů byla v rozmezí 3260–3835 nm.

Matice byly lokalizovány ve vzájemné blízkosti, nicméně jejich velikost způsobila, že poloha jednotlivých indentů vůči dentino-sklovinné hranici byla výrazně odlišná (Obrázek 5.14). Vzájemná vzdálenost indentů v horizontálním i vertikálním směru byla 50 μm.



Obrázek 5.15: Graf zobrazující indentační cykly pro jednotlivé matice. Každý cyklus se skládá ze 2 částí: zatěžování a odtěžování. Konstantní zatížení bylo pro zjednodušení výpočtu energie trhliny vynecháno.

Pro determinaci materiálových charakteristik byla využita metodika Olivera a Pharra, která byla podrobněji popsána v kapitole 3.2. Tvrdost (H) byla determinována na základě maximálního aplikovaného zatížení (P_{\max}) a velikosti kontaktní plochy (A). Redukovaný modul pružnosti (E_r) vycházel z kontaktní tuhosti (S), závislé na sklonu odtěžovací větve indentační křivky, a rovněž velikosti kontaktní plochy. Míra tvorby trhlin byla posuzována na základě velikosti energie disipované při jejich vzniku. Energie trhliny (U_{frac}) byla determinována dle metody popsané v kapitole 4.2.3. Pro výpočet plastické energie (W_{pl}) byla využita metodika dle Lawna a Howse [40].

Druhá fáze analýzy

V druhé fázi analýzy, při níž byla určována lomová houževnatost skloviny, byly využity indenty provedené v první fázi. Navíc byla provedena jedna matice s 25 indenty v dentinu, která sloužila pro porovnání křehkých vlastností obou těchto tkání. Tato matice měla stejné parametry indentačních cyklů jako jedna z matic lokalizovaných ve sklovině, a to maximální zatížení 150 mN a rychlost zatěžování/odtěžování 450 mN/min. Kontaktní hloubka indentačních vpichů byla v rozmezí 5939–6561 nm, což je téměř 2× více než ve sklovině.

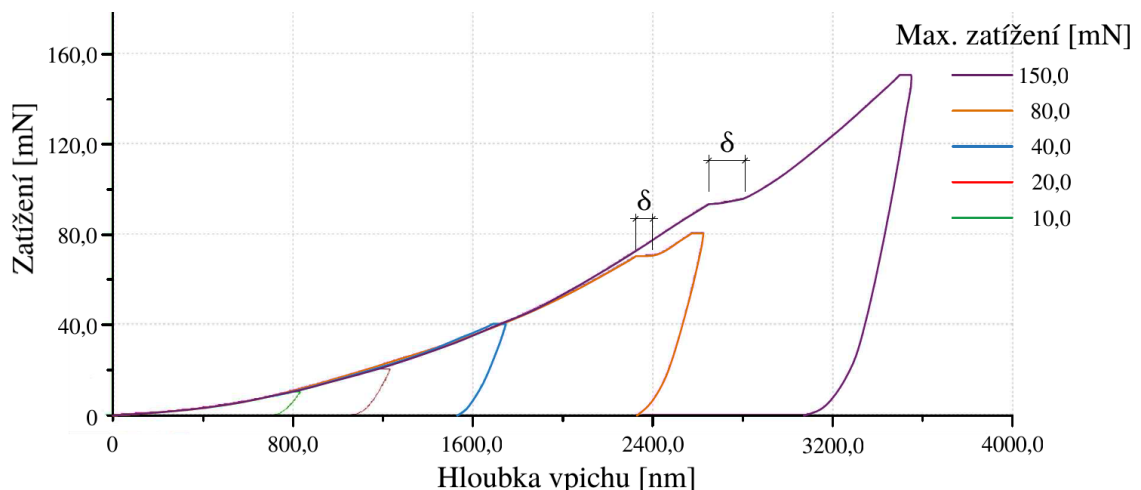
Lomová houževnatost byla determinována dle metody založené na disipaci energie, která byla popsána v kapitole 4.2.3. Pro determinaci bylo zapotřebí určit energii trhliny (U_{frac}) a plochu trhliny (A_{frac}), která této energii odpovídá. Pro výpočet plastické energie (W_{pl}) byla využita metodika jak dle Lawna a Howse [40], tak Chenga a Chenga [39].

5.2.4 Vyhodnocení výsledků

První fáze analýzy

První fáze analýzy byla zaměřena na faktory, jež ovlivňují determinaci tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r). Tyto mechanické vlastnosti vstupují do výpočtu lomové houževnatosti při užití VIF, tudíž ovlivňují i její výsledné hodnoty. Nejdříve byl určován vliv iniciace a šíření trhlin na změnu tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti. Bylo předpokládáno, že se zvyšujícím se zatížením, kdy v křehkých materiálech dochází k nárůstu počtu a velikosti trhlin, bude docházet k výrazným změnám mechanických vlastností. Důvod změny je objasněn později na konkrétním příkladu indentačních křivek. Pro tento účel bylo provedeno 5 matic po 16 indentech. Maximální zatížení pro každou matici bylo odlišné – 10, 20, 40, 80 a 150 mN.

Nejdříve byly ze statistického souboru vyřazeny indenty, které nerepresentují skutečné vlastnosti skloviny. Indenty byly vyřazeny na základě zřetelně odlišných indentačních křivek, které indikovaly například umístění indentačního vpichu v místě trhliny přítomné v materiálu již před aplikací zatížení či jiné materiálové nehomogenity. Z indentačních křivek (Obrázek 5.16) bylo patrné, že při aplikaci vyšších zatížení (80, 150 mN) vznikají trhliny. Ty se projevují náhlým zvětšením indentační hloubky (δ) bez zvýšení aplikovaného zatížení, tzv. pop-in efektem. Dle metodiky popsané v kapitole 3.2 vyplývá, že změna vypočtených hodnot mechanických vlastností je nevyhnutelná, neboť při náhlém zaboření indentačního hrotu hlouběji do vzorku se skokově zvýší kontaktní plocha (A), která je parametrem vstupujícím do výpočtu jak tvrdosti, tak redukovaného modulu pružnosti. Na základě vzorců 3.8 a 3.7 pro výpočet tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti



Obrázek 5.16: Indentační křivky pro jednotlivé matice. Při aplikaci vyšších zatížení (80, 150 mN) vznikaly trhliny, které se na indentačních křivkách projeví pop-in efektem (δ). Pro přehlednost je pro každou matici zobrazena pouze jediná indentační křivka vystihující danou skupinu.

bylo předpokládáno, že bude docházet ke snižování těchto hodnot, neboť kontaktní plocha ve vzorcích vystupuje ve jmenovateli.

Výsledky statistické analýzy jsou uvedeny v tabulce 5.5. Kromě průměrných hodnot tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti je uveden také poměr H/E_r , neboť ten nejčastěji vstupuje do vzorců pro výpočet lomové houževnatosti (Tabulka 4.2). Dále je udána průměrná hodnota energie trhliny (U_{frac}), která reprezentuje míru tvorby trhlin. Grafické zobrazení výsledků je na obrázku 5.17.

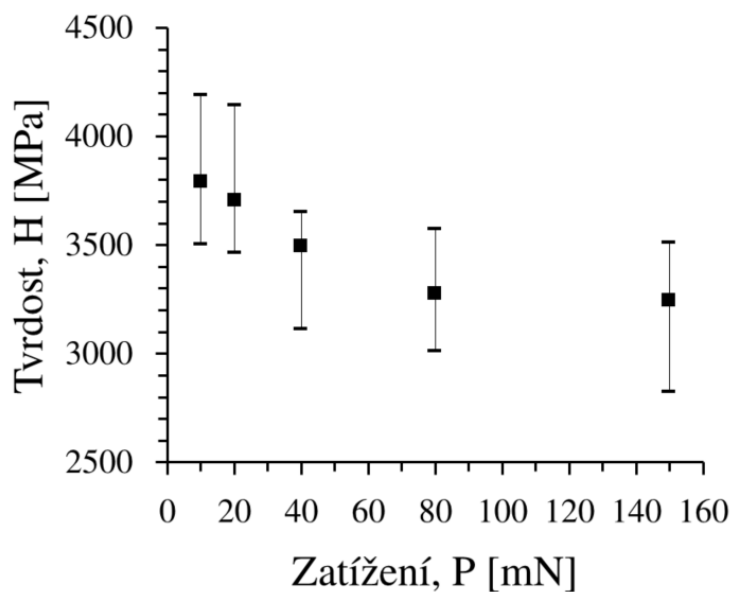
Tabulka 5.5: Průměrné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) pro jednotlivé matice s maximálním zatížením 10 až 150 mN. Energie trhliny (U_{frac}) reprezentuje míru tvorby trhlin.

Maximální zatížení [mN]	10	20	40	80	150
H [MPa]					
Průměr	3790,40	3707,57	3498,63	3275,21	3246,29
Směr. odchylka	177,77	185,03	149,21	157,14	197,18
E_r [GPa]					
Průměr	79,65	80,33	80,95	81,55	85,66
Směr. odchylka	2,33	2,68	2,45	2,63	2,60
U_{frac} [pJ]					
Průměr	102,61	294,20	1025,76	3557,68	10463,50
Směr. odchylka	9,88	51,76	92,65	439,31	1346,46
H/E_r [-]					
Průměr	0,048	0,046	0,043	0,040	0,038

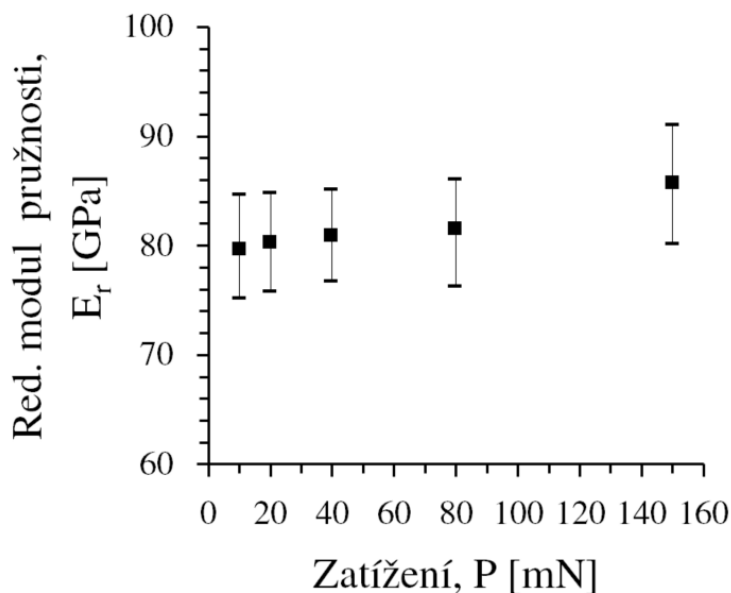
Z tabulky vyplývá, že se zvyšujícím se zatížením skutečně dochází ke změně výsledných hodnot mechanických vlastností. Díky výraznému nárůstu energie trhliny (U_{frac}) je potvrzen nárůst počtu a velikosti trhlin. Jak bylo předpokládáno, došlo k poklesu tvrdosti (H) z 3790,40 MPa při aplikaci nejnižšího zatížení (10 mN) na 3246,29 MPa při aplikaci nejvyššího zatížení (150 mN). To je pokles o více než 14 %. Naopak však došlo k nárůstu redukovaného modulu pružnosti (E_r) z 79,65 GPa při minimálním zatížení na 85,66 GPa při maximálním zatížení. Celkový nárůst je více než 7 %. Nárůst redukovaného modulu pružnosti musí tudíž dle vzorce 3.7 vycházet ze zvyšující se kontaktní tuhosti (S). Jelikož je kontaktní tuhost dána sklonem tečny v horní části odtěžovací větve indentační křivky, je možné tento nárůst pozorovat na tvaru indentačních křivek (Obrázek 5.16).

Míra následného ovlivnění lomové houževnatosti změnami mechanických vlastností při užití VIF závisí jednak na velikosti aplikovaného zatížení a také na konkrétním vzorci, v němž se poměr H/E_r může vyskytovat v různých mocninách ($1/2$, $2/5$, $-2/5$ aj.). Obvykle autoři pro determinaci lomové houževnatosti VIF využívají zatížení v rozmezí 1–10 N, je tedy jasné, že změny mechanických vlastností budou ještě výraznější, než byly při této

analýze. Zatímco někteří se ovlivnění výsledků vyhýbají prováděním samostatného testu (nanoindentace) pro determinaci tvrdosti a modulu pružnosti [19, 56], jiní využívají průměrných hodnot uváděných v literatuře [54, 55]. Vyskytují se však i autoři, kteří hodnoty tvrdosti a modulu pružnosti determinují přímo během testu lomové houževnatosti. Padmanabhan například uvádí, že se zvyšujícím se zatížením dochází u skloviny k jejímu zpevnování [57]. Otázkou však zůstává, nakolik jsou tyto výsledky ovlivněny právě změnou mechanických vlastností v důsledku iniciace a šíření trhlin.



a) tvrdost (H)

b) redukovaný modul pružnosti (E_r)

Obrázek 5.17: Grafické zobrazení změn tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) se zvyšujícím se aplikovaným zatížením.

Získané hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) odpovídají hodnotám, které uvádějí ostatní autoři [5, 19]. Dle výsledků analýzy lze říci, že skutečným hodnotám nejvíce odpovídají hodnoty determinované při aplikaci nejnižšího zatížení, tj. 3790,40 MPa pro tvrdost a 79,65 GPa pro redukovaný modul pružnosti. Při tomto zatížení indentační křivky nevykazovaly vznik trhlin a energie trhliny (U_{frac}) byla zanedbatelná. Je také možné, že tato energie byla disipována z jiného důvodu, např. v důsledku změn teplot nebo je výsledkem ne zcela přesného odvození plastické deformace (W_{pl}). Zda jsou hodnoty získané při aplikaci nejnižšího zatížení ovlivněny vznikem mikrotrhlin či nikoliv, je možné zjistit rozšířením analýzy, resp. aplikací zatížení, které je nižší než 10 mN. Autorka této práce předpokládá, že změny mechanických vlastností by byly velmi malé a co se týče determinace lomové houževnatosti zanedbatelné v kontrastu s ostatními nejistotami VIF.

Posouzení vlivu rychlosti zatěžování/odtěžování na tvorbu a šíření trhlin probíhalo obdobným způsobem. Ideou bylo, že by vyšší rychlost mohla indukovat větší tvorbu trhlin. Pro tento účel byly provedeny 3 matice po 25 indentech. Maximální zatížení bylo pro všechny matice stejné (150 mN), ale rychlost zatěžování/odtěžování byla odlišná – 60, 250 a 450 mN/min. Opět byly nejdříve vyřazeny indenty, jež nereprezentují skutečné vlastnosti skloviny. Poté byla provedena statistická analýza, jejíž výsledky jsou uvedeny v tabulce 5.6.

Tabulka 5.6: Průměrné hodnoty tvrdosti (H), redukovaného modulu pružnosti (E_r) a energie trhliny (U_{frac}) disipované během indentace pro jednotlivé matice s různou rychlostí zatěžování/odtěžování.

Rychlost zatěžování [mN/min]	60	250	450
H [MPa]			
Průměr	3286,60	3309,95	3201,79
Směr. odchylka	192,13	246,65	220,45
E_r [GPa]			
Průměr	85,33	86,16	82,22
Směr. odchylka	3,03	3,06	3,41
U_{frac} [pJ]			
Průměr	12338,65	12663,77	14153,64
Směr. odchylka	1891,88	2186,53	2787,15

Výsledky ukazují, že při zatěžování/odtěžování nejvyšší rychlostí (450 mN/min) bylo v důsledku vzniku a šíření trhlin uvolněno v průměru nejvíce energie (U_{frac}). Nárůst oproti nejnižší rychlosti (60 mN/min) je 14 %. Mezi nejnižší a střední rychlostí (250 mN/min) je však nárůst nepatrný. Pokud se vezme v úvahu směrodatná odchylka převyšující rozdíl mezi skupinami, je nutné poznamenat, že nárůst nemusí být nutně způsoben vyšší rychlostí, ale může být pouhou náhodou, kdy u jednotlivých indentů mohlo dojít, například

z důvodu lokálních nehomogenit, k výrazně vyšší indukci trhlin. Dalším faktorem, který mohl mít vliv, je poloha matice indentů vůči dentino-sklovinné hranici. Verifikace výsledků by byla možná rozšířením statistického souboru. Dále bylo shledáno, že změny mechanických vlastností nekorespondují s pozorovanými změnami v předchozí části testu. Zde, ačkoliv se zvýšila energie trhliny, došlo ke snížení průměrných hodnot jak tvrdosti, tak redukovaného modulu pružnosti.

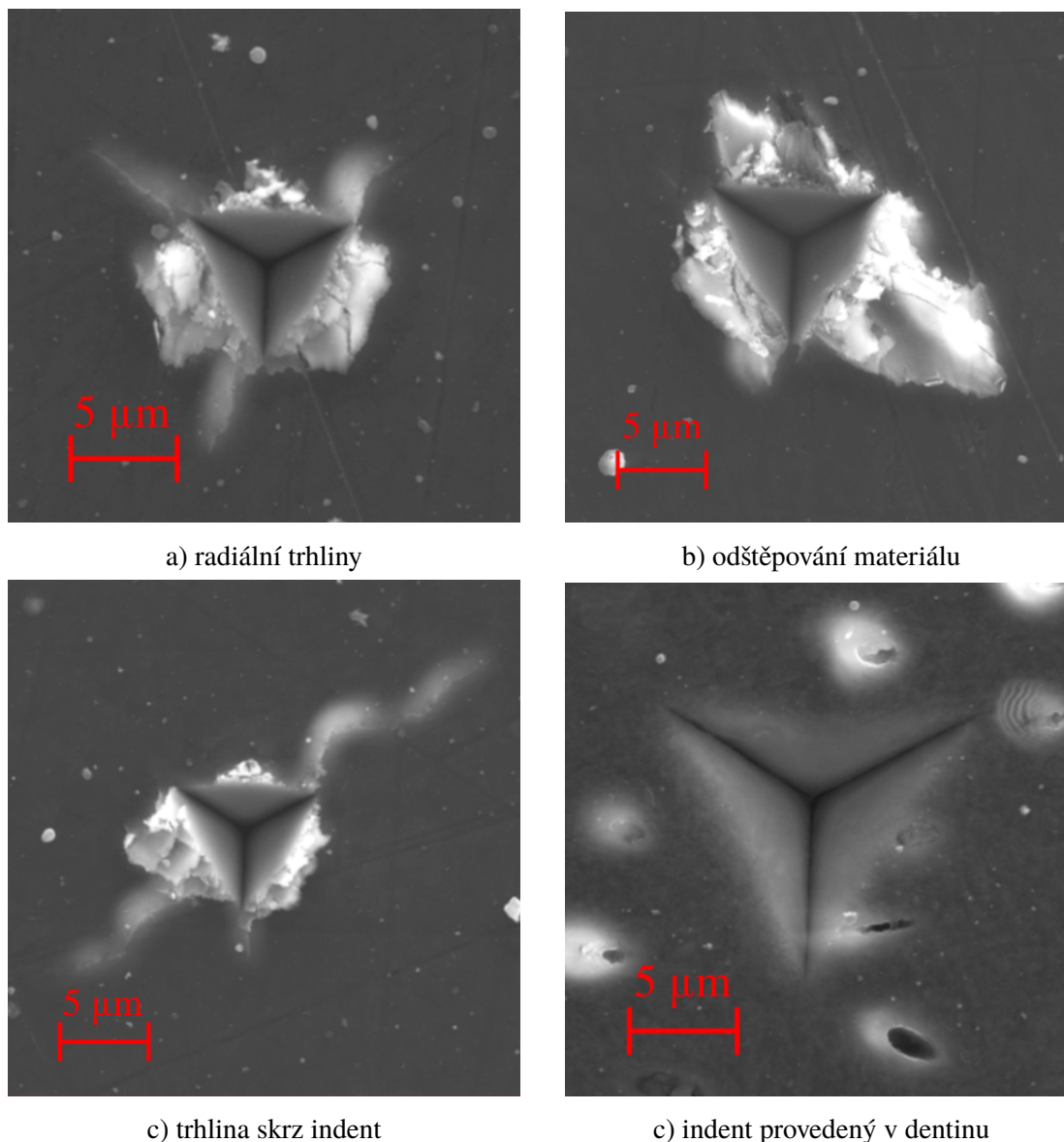
Druhá fáze analýzy

Cílem druhé fáze analýzy bylo zhodnocení možnosti využití nanoindentace a metody založené na disipaci energie pro determinaci lomové houževnatosti skloviny. Pro tento účel byly využity indenty z první fáze analýzy, u kterých se zřetelně projevilo křehké chování. Jak již bylo zmíněno, vznik trhlin byl patrný především při aplikaci vyšších zatížení (80, 150 mN). Pro porovnání křehkosti dentinu a skloviny byla provedena jedna matice indentů v dentinu. Jelikož pro determinaci lomové houževnatosti je důležitým parametrem plocha (délka) trhliny, byly snímky indentů zhotoveny pomocí elektronového mikroskopu (Tescan MIRA, Česká Republika), který vlastní Ústav teoretické a aplikované mechaniky AV ČR, v. v. i. Bylo rozhodnuto, že snímky z elektronového mikroskopu poskytují lepší podklad pro určení plochy trhliny než snímky z mikroskopu užitého indentačního přístroje.

Křehké chování skloviny při nanoindentaci bylo shledáno odlišným od chování při indentaci/mikroindentaci, kdy je vzorek zatěžován až 100× vyššími silami. Autoři zmiňují vznik trhlin typu Palmqvist či half-penny, jejichž rozvinutí je pro determinaci lomové houževnatosti VIF nezbytné. Při nanoindentaci radiální trhliny propagující se od rohů indentačního vpichu vznikaly zřídka (Obrázek 5.18a) a dominantní bylo spíše odštěpování materiálu u povrchu vzorku (Obrázek 5.18b). Vznikající radiální trhliny se často oproti očekávání nepropagovaly od všech rohů indentačního vpichu, ale jednalo se o jednu trhlínu jdoucí skrz indent (Obrázek 5.18c). V dentinu na rozdíl od skloviny nevznikaly žádné viditelné trhliny (Obrázek 5.18d), což potvrzuje fakt, že dentin je oproti sklovině méně křehký materiál. Lze konstatovat, že křehké chování skloviny při nanoindentaci bylo různorodé a těžko definovatelné.

Jelikož nevznikaly radiální trhliny (typ Palmqvist, half-penny), nebylo možné determinovat lomovou houževnatost pomocí VIF. Také z tohoto důvodu bylo rozhodnuto o využití alternativní metody založené na disipaci energie (Kapitola 4.2.3). Protože hlavním cílem bylo zhodnocení možnosti využití této metody, nikoliv determinace přesných hodnot, byla zavedena určitá zjednodušení umožňující dosažení alespoň přibližných výsledků v omezeném čase. Například bylo uvažováno, že ostatní energie (W_{ost}) jsou s výjimkou energie dotvarování zanedbatelné, resp. dostatečně eliminovány podmínkami testu.

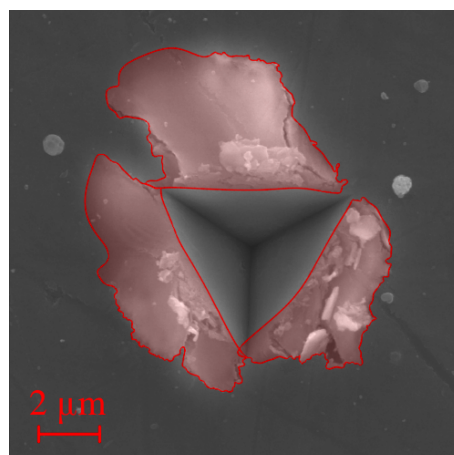
Postup determinace lomové houževnatosti byl následovný. Nejdříve byly vytipovány indenty, u kterých bylo možné odhadnout dle snímků z elektronového mikroskopu co nejpřesněji plochu trhliny. Jednalo se o indenty, kde dominantním projevem křehkého chování bylo odštěpování materiálu na povrchu vzorku a kde nebyly viditelné trhliny směřující



Obrázek 5.18: Snímky indentačních vpichů z elektronového mikroskopu. Křehké chování skloviny při nanoindentaci bylo shledáno jako různorodé. Oproti tomu v dentinu se křehké chování neprojevovalo vůbec.

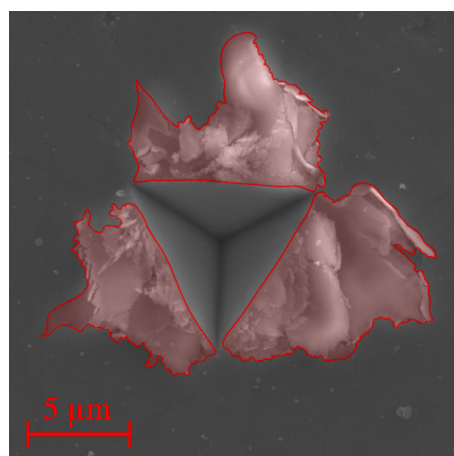
kolmo pod povrch, jejichž plochu nebylo možné bez snímků z nano CT určit. Pro tyto indenty byla v grafickém editoru změřena přibližná plocha trhliny (A_{frac}). Dále byla určena energie trhliny (U_{frac}) segregací z celkové energie (W_{tot}), pro což byla využita metodika determinace plastické energie (W_{pl}) jak dle Lawna a Howse [40], tak Chenga a Chenga [39]. Plastická energie dle Menčíka a Swaina nebyla určena, neboť zahrnuje kalibrační konstantu m , jež by do výpočtu vnášela další nejistoty. Vzorový příklad grafického určení plochy trhliny (Obrázek 5.19 a 5.20) a determinace lomové houževnatosti metodou založenou na disipaci energie je pro dva indenty uveden v tabulce 5.7 a 5.8. Výpočet byl celkově proveden pro 7 vytipovaných indentů.

Matice s max. zatížením 80 mN, indent č. 16		
h_{\max} [nm]	2728,08	
h_f [nm]	2419,25	
W_{tot} [pJ]	80859	
W_{el} [pJ]	8971	
W_{ost} [pJ]	4481	
A_{frac} [μm^2]	102,03	
	Lawn, Howes	Cheng, Cheng
W_{pl} [pJ]	63668	65398
U_{frac} [pJ]	3739	2010
G_c [J/m^2]	36,65	19,70
K_c [$\text{MPa}/\text{m}^{1/2}$]	1,71	1,25



Tabulka 5.7 & Obrázek 5.19: Vzor determinace lomové houževnatosti metodou založenou na disipaci energie pro indentační vpich, který byl součástí matice s maximálním zatížením 80 mN.

Matice s max. zatížením 150 mN, indent č. 1		
h_{\max} [nm]	3651,97	
h_f [nm]	3229,77	
W_{tot} [pJ]	198834	
W_{el} [pJ]	22461	
W_{ost} [pJ]	9787	
A_{frac} [μm^2]	129,97	
	Lawn, Howes	Cheng, Cheng
W_{pl} [pJ]	157589	161964
U_{frac} [pJ]	9787	5412
G_c [J/m^2]	75,30	41,64
K_c [$\text{MPa}/\text{m}^{1/2}$]	2,45	1,82



Tabulka 5.8 & Obrázek 5.20: Vzor determinace lomové houževnatosti metodou založenou na disipaci energie pro indentační vpich, který byl součástí matice s maximálním zatížením 150 mN.

Zatímco výsledek vzorového výpočtu (Tabulka 5.7) pro indent, který byl součástí matice s maximálním zatížením 80 mN, poskytoval lomovou houževnatost spadající do rozsahu hodnot udávaného ostatními autory, další indenty vykazovaly hodnoty vyšší (1,5–3,5 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$). Autorka je přisuzuje především zjednodušenému způsobu určení plochy trhliny, která je ve skutečnosti větší. Důvodem je, že odštěpující se „skořepina“ není zcela rovinná a zpravidla se zahlubuje směrem k indentačnímu vpichu. Dále byla plocha trhliny určována až po dokončení indentace, kdy byl indentační vpich (plastická deformace) větší

než v okamžiku, kdy trhlinka vznikla, což zapříčinilo další redukci její plochy. Navíc je možné, že některé trhlinky zůstaly zcela skryty pod povrchem. Velký dopad na výsledné hodnoty měl rovněž výběr vzorce pro výpočet energie plastické deformace. Rozdíl v energii plastické deformace určené dle metodologie Lawna a Howse a dle druhé zmiňované zapříčinil až třetinový rozdíl ve výsledných hodnotách lomové houževnatosti.

Metoda založená na disipaci energie byla v tomto stádiu shledána jako nepřesná. Pro dosažení přesnějších výsledků je nutné eliminovat zjednodušení, která byla při této analýze zavedena. Pro lepší odhad plochy trhliny by bylo vhodné získat snímky indentů z nano CT, z nichž bude možné určit, pod jakým úhlem (zahlubování směrem k indentačnímu vpichu) se „skořepiny“ zpravidla odštěpují. Díky tomuto snímku by bylo také ověřeno, že pod povrchem nejsou přítomné další trhlinky, jejichž plocha není uvažována. Dále by pro dosažení exaktních výsledků bylo možné ze vzhladu indentačních křivek určit, při jakém zatížení trhlinky vznikají a jak velký indentační vpich tomuto zatížení odpovídá. Bohužel však nelze s jistotou říci, která z trhlín k danému posunu křivky náleží, a jednalo by se pouze o odhad v závislosti na velikosti pop-in efektu (δ) a velikosti trhlín. Selekce nejvýstižnější metodiky pro výpočet energie plastické deformace by byla možná s pomocí statistické analýzy zahrnující větší počet indentů, které nevykazují vznik trhlín (velikost zatížení desetin až jednotky mN). Nicméně i přes všechna zjednodušení byla determinace lomové houževnatosti pracná, a to hlavně kvůli grafickému určování plochy trhliny. Otázkou navíc zůstává, zda se indenty, u nichž dochází pouze k odštěpování materiálu na povrchu vzorku, neprojeví tímto způsobem právě kvůli lokálním nehomogenitám, a tak výběrem indentačních vpichů nedochází k ovlivňování výsledných hodnot lomové houževnatosti.

Zajímavou variantou by mohlo být spojení VIF a metody založené na disipaci energie. Pokud by pro analýzu byla využita indentace/mikroindentace, kdy je charakteristický vznik radiálních trhlín (Palmqvist, half-penny), bylo by možné plochu trhliny určit numericky v závislosti na její délce. Nicméně i v tomto případě by bylo vhodné nejdříve získat snímky několika indentů z nano CT a ujistit se o vzniku daného typu trhlín. Další postup by odpovídal metodě založené na disipaci energie. Toto spojení by sice neumožnilo přesnější zkoumání mikrostruktury skloviny, ale alespoň by eliminovalo užití různých vzorců, které nejsou podloženy obecnou teorií LELM.

MIKROMECHANICKÁ ANALÝZA ZUBNÍCH VÝPLNÍ

Zubní výplně jsou nejběžnějšími umělými materiály užívanými ve stomatologii. Lze říci, že pouze v ojedinělých případech s nimi člověk během života nepřijde do styku. Zubní výplně slouží pro klinické ošetření a rekonstrukci poškozených zubů, čímž zajišťují obnovení jejich funkce [59]. Nejčastěji jsou zuby poškozeny zubním kazem, který může zasáhnout jak dentin, tak zubní sklovinu. Aby zubní výplně mohly úspěšně zastávat svoji funkci, musí splňovat množství předpokladů. Elementárním předpokladem je, že materiál výplně musí být biokompatibilní, musí odolávat napětím vyvolaným během žvýkání a jeho fyzikální a mechanické vlastnosti musí být obdobné vlastnostem poškozených zubních tkání [60]. V současnosti je stále důležitějším kritériem také vzhled výplně, který by měl být přizpůsoben vzhledu celého chrupu. Existuje však nepřeberné množství dalších požadavků, jako je odolnost vůči opotřebení, malé smršťování, snadná aplikace aj.

Je zřejmé, že ideální materiál splňující všechny požadavky neexistuje. Snahou při vývoji nových zubních výplní je jejich splnění v co největší možné míře. Tato snaha vedla v minulosti k vývoji různých typů zubních výplní. Materiály výplní jsou buď plastické nebo se jedná o inlaye/onlaye [61]. Plastické výplně se vkládají do dutiny vzniklé odstraněním zubního kazu (kavity) přímo a tuhnou až po aplikaci. Mezi plastické výplně se řadí amalgám, skloionomerní cement a kompozitní pryskyřice. Inlaye/onlaye se oproti tomu vyrábějí mimo ústní dutinu a do kavity se fixují následně speciálními cementy. V současnosti se jedná především o keramické inlaye.

Hlavním cílem této kapitoly je porovnání mechanických vlastností zubních výplní s vlastnostmi dentinu a skloviny, které byly determinovány v předešlé kapitole (Kapitola 5). Jelikož typů a modifikací zubních výplní je nepřeberné množství a podrobná analýza jejich mechanických vlastností by zabrala mnohem více času, než bylo pro tuto práci vyměřeno, byly analyzovány pouze tři základní typy výplní bez podrobnější specifikace. Aby kapitola byla úplná, je uveden rovněž stručný popis testovaných výplní, příprava vzorků a metodologie nanoindentace. Kapitola v první řadě slouží pro nastínění praktického využití výsledků analýzy mechanických vlastností dentinu a skloviny.

6.1 Popis výplní

Amalgám

Amalgám byl dosud nejčastěji využívaným materiálem pro zubní výplně. Udává se, že až 75 % všech výplní je z amalgámu [62]. Výhody, které podmiňují jeho častou aplikaci, jsou nízká cena a dlouhodobá spolehlivost. Vzhledem k nízké ceně jsou tyto výplně ve většině případů hrazeny pojišťovnou. Ačkoliv je amalgám využíván již více než 200 let, v současnosti je jeho užití omežováno, a to především kvůli estetickému hledisku (Obrázek 6.1a) a obavám, že rtuť, která tvoří jednu z jeho složek, může mít negativní vliv na zdraví. Další nevýhodou je, že amalgám nevytváří vazbu na okolní tkáň (sklovina, dentin), a tak může docházet k pronikání bakterií do vnitřní části zubu, což ústí v sekundární tvorbu zubního kazu a nutnost re aplikace. Chybějící vazba navíc dělá amalgám pouze výplňovým materiálem, který neobnovuje křehké vlastnosti zubu, jež byly ztraceny během přípravy kavity. [62, 63]

Amalgamová výplň vzniká smícháním prášku (alloye) se rtutí. Alloy se skládá ze slitiny stříbra (40–70 %), cínu (12–30 %) a mědi (12–24 %) [62, 63]. V závislosti na požadavku úpravy fyzikálních a mechanických vlastností může obsahovat další přísady, například zinek, palladium a indium [62]. Zinek například snižuje korozi materiálu, indium redukuje dotvarování a zvyšuje pevnost. Pro výrobu alloye jsou všechny složky společně roztaveny a odlity do formy. Po ztuhnutí se odlitky zpracovávají na piliny (pilinový amalgám). Jiným způsobem zpracování je rozptýlení taveniny v atmosféře z ochranných plynů. Důsledkem rychlého ochlazení rozptýlené taveniny jsou kulovité či kapkovité částičky (sférický amalgám). Některé alloye jsou kombinací produktů obou způsobů výroby (bend). Fyzikální vlastnosti, které výsledný produkt (amalgám) musí splnit, jsou pevnost v tlaku zkoušená na válcích minimálně 300 MPa, zkrácení zkušebního vzorku maximálně 3 % a dotvarování rovněž maximálně 3 %. [63]

Ke smíchání alloye a rtuti dochází v amalgamátoru těsně před vlastní aplikací. Pro dosažení požadovaných vlastností je nezbytně nutné dodržet poměr udávaný výrobcem. Po smísení obou složek vzniká plastická hmota tuhnoucí při pokojové teplotě, která je postupně nanášena pomocí amalgamové pistole do vysušené a vyčištěné kavity. Rozsah doby zpracovatelnosti je v závislosti na složení 3–10 minut. Téměř neměnné tvrdosti dosahuje amalgám přibližně po 10 hodinách. Během tvrdnutí dochází ke změnám objemu materiálu, při čemž za žádoucí se považuje expanze 20 $\mu\text{m}/\text{cm}$, která zajišťuje uzavěr kavity a nepřilíh velký tlak na její stěny. [63]

Jak bylo zmíněno, jedním z důvodů poklesu aplikace amalgánových výplní je obava z negativního vlivu na zdraví, přestože to dosud nebylo toxikologicky dokázáno [62, 63]. K alergickým reakcím navíc dochází pouze v ojedinělých případech. Přesto se amalgamové výplně nedoporučují používat u těhotných žen, dětí a pacientů s chorobami ledvin.

Skloionomerní cement

Oproti amalgánu, který je pro zubní výplně využíván již celá staletí, byl skloionomerní cement představen až v 70. letech 20. století [60]. Přestože mají výplně ze skloionomerního cementu spoustu výhod, jsou poměrně málo využívány. Hlavní výhodou a odlišností od amalgánu je, že materiál výplně vytváří silnou vazbu na dentin i sklovinu, která zajišťuje utěsnění rozhraní tkáň–výplň. Dalším zlepšením je světlé zbarvení výplně, které je přizpůsobeno vzhledu chrupu (Obrázek 6.1b), a schopnost cementu uvolňovat fluoridy, které mají pozitivní vliv na redukci sekundárních kazů. Možným důvodem nižšího využití je, že nejsou aplikovatelné na místa, která jsou vystavena velkému namáhání. [60, 63, 64]

Skloionomerní výplň vzniká smícháním prášku a tekutiny, které tuhnou acidobázickou reakcí. Prášek se skládá z křemene, oxidu hlinitého, fluoridu vápenatého, kryolitu, fluoridu sodného a fosforečnanu hlinitého. Roztavením všech složek při 1100–1500 °C vzniká vápenato-hlinito-křemičité sklo. Druhou složkou (tekutina) jsou polykarboxylové kyseliny, které mohou být po vysušení mrazem přidávány rovnou do prášku. V tomto případě představuje tekutinu potřebnou k dosažení finálního produktu destilovaná voda či kyselina vinná o nízké koncentraci. [63, 64]

Míchání složek je prováděno ručně po dobu přibližně 30 s. Vlastnosti jsou výrazně ovlivněny poměrem prášku a tekutiny, proto je bezpodmínečně nutné dodržovat pokyny výrobce. Před aplikací je pro dosažení požadované vazby tkáň–výplň nutno pečlivě opracovat a vysušit kavitu. Vlastní aplikace je prováděna pomocí hladídka či speciálního kapslového aplikátoru. Poté je zapotřebí cement chránit před vysycháním. K tomuto účelu jsou využívány laky, pečtidla či matrice. Definitivní tvrdosti dosahuje skloionomerní cement po 24 hodinách. Poté ho je možné v případě potřeby povrchově opracovat. [63]

Postupně byly vyvinuty modifikace konvenčního skloionomerního cementu. Cermetové cementy vznikly slinováním skla a stříbra, které pohlcuje pnutí, zvyšuje pevnost v ohybu a zlepšuje odolnost vůči otěru. Dalšími modifikacemi jsou „kondenzovatelné“ skloionomerní cementy s vysokou viskozitou a světlým tuhnoucí skloionomerní cementy. [63]



a) amalgámová výplň



b) skloionomerní výplň

Obrázek 6.1: Amalgámová a skloionomerní výplň. Zbarvení skloionomeru je lépe přizpůsobeno vzhledu chrupu [dentistryfortheentirefamily.com].

Kompozitní pryskyřice

Kompozitní pryskyřice je výplňový materiál, který stejně jako skloionomerní cement byl vyvinut jako reakce na zvyšující se estetické požadavky. Počátky jeho aplikace spadají rovněž do 2. poloviny 20. století [65]. Mezi výhody těchto výplní patří, kromě estetického hlediska, schopnost vazby na okolní tkáň, přestože oproti skloionomerním cementům je k navázání zapotřebí naleptání dentinu a skloviny. Pevnost kompozitní pryskyřice je v současnosti srovnatelná s pevností amalgámu. Negativním aspektem kompozitních výplní je jejich omezená trvanlivost z důvodu nadměrného otěru a smršťování výplně při polymeraci, které může vést k netěsnému rozhraní tkáň–výplň či iniciaci mikrotrhlin v samotné výplni a následné tvorbě sekundárního kazu. [63, 65, 66]

Kompozitní pryskyřice, jak už název napovídá, je materiál obsahující více složek, který tuhne chemickou reakcí či po dodání energie. Tři hlavní složky, které kompozitní pryskyřici tvoří, jsou organická matrix, disperzní fáze (plnivo) a spojovací fáze. Organická matrix je dále složena z monomerů, iniciátorů, stabilizátoru, pigmentů a dalších aditiv. Funkcí iniciátorů je dokonalé vytržení materiálu a barevná stálost, stabilizátory zabraňují předčasné polymeraci a pigmenty zprostředkovávají různé odstíny výplně. Disperzní fáze zlepšuje mechanické a fyzikální vlastnosti organické matrix, například pevnost v tlaku a tahu, modul pružnosti, odolnost vůči otěru aj. V současnosti se jako plnivo uplatňuje keramika a křemen. Ke spojení organické matrix a plniva slouží spojovací fáze. [63, 65]

Původní kompozitní pryskyřice prošly během let značným vývojem a dnes je k dispozici celá řada modifikací. Jejich klasifikace je založena na velikosti částic plniva rozptýlených v organické matrix. Konvenční kompozity jsou ze 70–80 % tvořeny makroskopickými částicemi anorganického plniva velikosti 0,1–10 μm . Právě kvůli velkým částicím jsou konvenční kompozity nelehké a málo rezistentní vůči otěru. Mikrofilní kompozity obsahují menší částice ($\leq 1 \mu\text{m}$), jejichž podíl na hmotnosti celého kompozitu je nižší (38–66 %). Ačkoli menší částice umožňují jeho leštění, čímž řeší problém zvýšeného otěru, negativním důsledkem je zhoršení fyzikálních vlastností. Menší obsah plniva navíc snižuje pevnost v ohybu, tvrdost a zvyšuje modul pružnosti. Snaha získat materiál, který eliminuje negativa obou kompozitů, vyústila ve vývoj kompozitů obsahujících kombinaci makroskopických a mikroskopických částic, tzv. hybridních kompozitů. [63, 65]

Stěny suché kavity musí být před aplikací výplňového materiálu naleptány kyselinou fosforečnou pro zajištění vazby tkáň–výplň. Po naleptání je na stěny nanesen vazebný systém. Aplikace vlastní výplně je z důvodu minimalizace smršťování prováděna po vrstvách pomocí cpátek (kuličkové, s rovným čelem) a hladítek [65]. Následný postup závisí na zvoleném typu kompozitní výplně. Světlem tuhnoucí kompozity jsou vytvrzovány pomocí polymerizačních lamp (UV, halogenové světlo), chemicky tuhnoucí kompozity jsou bez dalších úkonů vytvrzeny během 4–5 minut. Konečné opracování broušením je užito v případě, že to daný typ kompozitní výplně umožňuje. [63]

Mechanické vlastnosti vybraných výplní, které byly s výjimkou tvrdosti podle Vickerse určeny makroskopicky, jsou souhrnně uvedeny v tabulce 6.1.

Tabulka 6.1: Mechanické vlastnosti vybraných výplní. Vlastnosti byly s výjimkou tvrdosti podle Vickerse určeny makroskopicky.

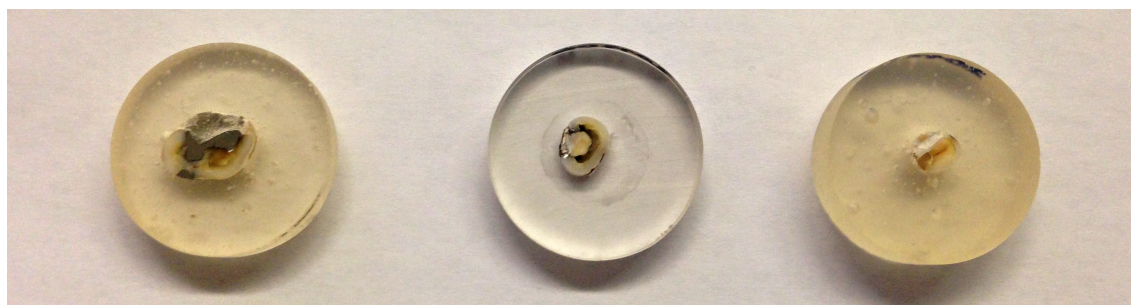
Typ výplně	Pevnost v tahu [MPa]	Pevnost v ohybu [MPa]	Odolnost v tlaku [MPa]	Tvrdost podle Vickerse [kg/mm ²]	Modul pružnosti [GPa]
Amalgám	45–55	110–150	350–520	120	45–55
Konvenční skloionomerní cement [67]	18–25	10–30	175–300	–	–
Světlem tuhnutí skloionomerní cement	20–400	30–60	100–200	35–45	5–20
Vysoce viskózní skloionomerní cement	12–15	30–35	140–220	60–90	12–20
Konvenční kompozit	50–65	–	250–300	–	8–15
Mikrofilní kompozit	35–45	40–90	350–500	50–60	3–7
Hybridní kompozit	35–60	100–145	280–480	70–130	10–25

6.1.1 Příprava vzorků

Pro mikromechanickou analýzu zubních výplní byly použity tři stoličky, které byly v korunkové části zasaženy zubním kazem, jenž byl ošetřen pomocí zubních výplní. Každá ze stoliček obsahovala jiný typ výplně – amalgám, skloionomerní cement a kompozitní pryskyřici. Dvě ze stoliček byly zality do metylmetakrylátové pryskyřice – technického Dentacrylu (SpofaDental). Poslední stolička byla zalita do pryskyřice epoxidové (Struers EpoFix). Methylmetakrylátová i epoxidová pryskyřice byly připraveny smícháním prášku (pryskyřice) a tekutiny (tvrdidla) v poměru doporučeném výrobcem.

Po vytvrdnutí (nejméně 24 hod.) byly vzorky vyjmuty z formy a nařezány pomocí vodou chlazené pily s diamantovým kotoučem (ATM Brillant 210, Rakousko). V každém ze vzorků byly provedeny dva transverzální řezy, tj. řezy kolmo k podélné ose zubu. První řez byl veden nad korunkou zubu, druhý v jeho kořeni. Vzdálenost řezů byla volena s ohledem na možnosti uchopení vzorku do držáku pily a leštičky vzorků. Takto byly připraveny celkem tři vzorky (každý z jedné stoličky) tloušťky ~ 15 mm.

Vzorky byly ze strany přiléhající korunce broušeny hrubým křemičito-karbidovým brusným papírem (hrubost 320) až do dosažení hloubky, jež poskytovala dostatečně velkou plochu výplně pro analýzu. Vzorky byly dále broušeny a leštěny jemnějšími brusnými papíry (hrubost 1000, 2500). Pro dosažení zcela hladkého povrchu bez rýh byly vzorky vyleštěny na plátně s diamantovou pastou (Struers DP-Spray P, 0,25 μm). Vyleštěné vzorky byly nakonec na dobu jedné minuty vnořeny do vodní lázně (destilovaná voda s technickým lihem), kde byly vyčištěny. Pro čištění byla využita ultrazvuková čistička (Notus – Power-sonic PS03000A, Slovensko).



Obrázek 6.2: Vzorky pro mikromechanickou analýzu zubních výplní. Celkem byly připraveny tři vzorky obsahující různé typy výplní – amalgám, skloionomerní cement a kompozitní pryskyřici (zleva).

6.1.2 Metodologie nanoindentace

Nanoindentace byla prováděna na indentačním přístroji CSM Instruments Nano Hardness Tester (CSM Instruments SA, Švýcarsko) s indentačním hrotem „roh krychle“. Přístroj a hrot jsou podrobněji popsány v kapitolách 3.4 a 3.3. Vzorek byl zatěžován plynule se zvy-

šující silou bez oscilace. Indentace probíhala, stejně jako při analýze dentinu a skloviny, v režimu řízené síly, kdy je definována maximální hodnota aplikovaného zatížení.

Pro analýzu mechanických vlastností zubních výplní byly v každém ze vzorků provedeny 2 matice po 25 indentech. Indentační cyklus i maximální aplikované zatížení bylo pro všechny matice stejné. Indentační cyklus sestával z plynulého zatěžování rychlostí 120 mN/min až do dosažení maximální hodnoty zatížení 20 mN. Poté bylo po 10 s drženo konstantní zatížení a nakonec byl vzorek stejnou rychlostí odtížen. Rychlost zatěžování a odtěžování byla zvolena tak, aby jednotlivé fáze indentačního cyklu měly stejnou délku. Celková doba trvání jednoho indentačního cyklu byla tedy 30 s. Konstantní zatížení bylo aplikováno pro eliminaci ovlivnění výsledků dotvarováním. Kontaktní hloubka indentačních vpichů se v závislosti na testované výplni pohybovala mezi 662–2934 nm.

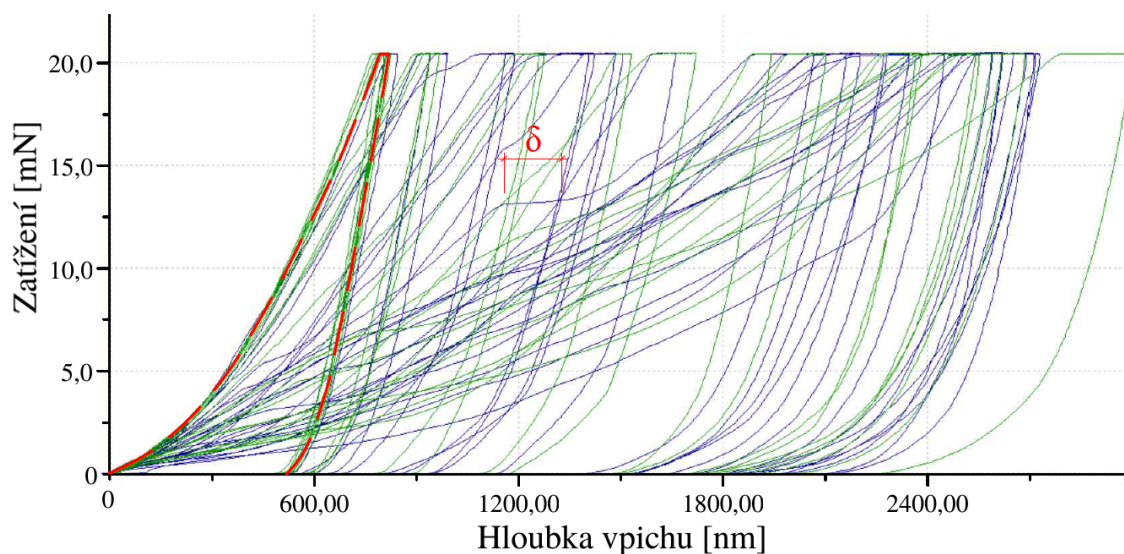
Vzhledem k tomu, že zubní výplně nejsou biologickým materiálem, jehož vlastnosti závisí na vzdálenosti od rozhraní s jiným materiálem (dentin, sklovina), není lokace matic indentů vůči tomuto rozhraní podstatná. Vlastnosti však mohou být ovlivněny nedostatečným promícháním jednotlivých složek tvořících výplň. Této skutečnosti se bohužel není možné bez podrobné analýzy různých částí výplně vyvarovat. Vzájemná vzdálenost indentačních vpichů v horizontálním i vertikálním směru byla 10 μm .

Pro determinaci materiálových charakteristik byla využita metodika Olivera a Pharra, která byla podrobněji popsána v kapitole 3.2. Tvrdost (H) byla determinována na základě maximálního aplikovaného zatížení (P_{max}) a velikosti kontaktní plochy (A). Redukovaný modul pružnosti (E_r) vycházel z kontaktní tuhosti (S), závislé na sklonu odtěžovací větve indentační křivky, a rovněž velikosti kontaktní plochy.

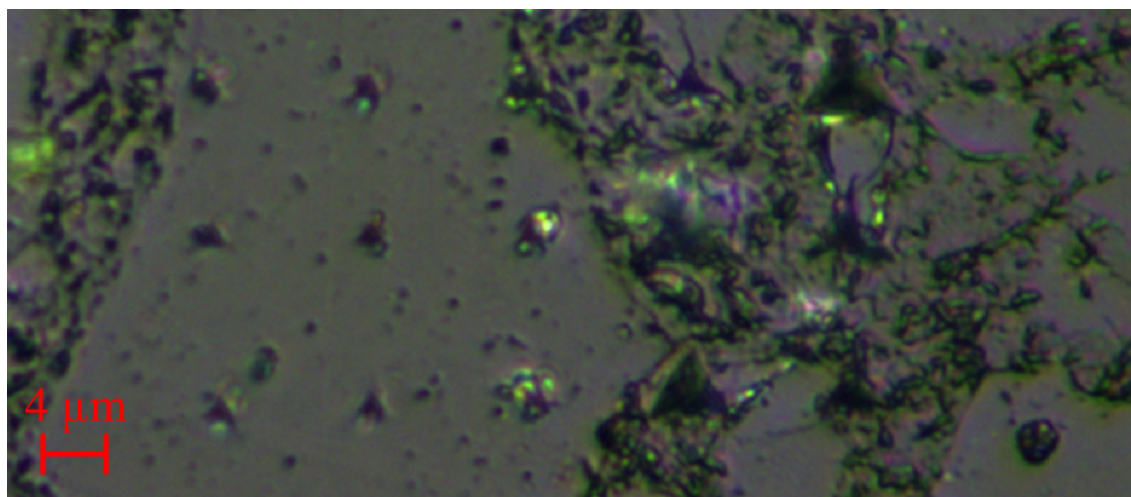
6.1.3 Vyhodnocení výsledků

Hlavním cílem mikromechanické analýzy zubních výplní byla determinace tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r), které sloužily pro zhodnocení shody s vlastnostmi dentinu a skloviny, jež byly determinovány v předchozí kapitole (Kapitola 5). Lomová houževnatost zubních výplní nebyla určována, neboť během mikromechanické analýzy dentinu a skloviny nebylo dosaženo spolehlivých výsledků, které by pro porovnání mohly být využity. Při analýze byly v každém typu výplně provedeny 2 matice po 25 indentech. Maximální zatížení (20 mN) a parametry indentačních cyklů byly pro všechny matice stejné.

Tvar indentačních křivek byl variabilní v závislosti na testované zubní výplni a v případě kompozitní pryskyřice i na lokaci jednotlivých indentačních vpichů. Zatímco všechny indentační křivky pro amalgám a skloionomerní cement byly obdobného charakteru, tvary indentačních křivek pro kompozitní pryskyřici byly značně různorodé. Pokud byly indenty lokalizovány v částicích plniva, jejichž materiál bývá zpravidla tvrdší než matrix, v níž jsou rozptýleny, indentační křivky byly strmější a maximální hloubka vpichu byla nižší (Obrázek 6.3). Rozdíl je patrný i na velikosti indentačních vpichů (Obrázek 6.4). Křivky, které náležely indentům lokalizovaným v matrix, navíc vykazovaly vznik trhlin (pop-in efekt). U amalgámu a skloionomerního cementu se křehké chování projevilo pouze ojediněle.



Obrázek 6.3: Indentační křivky pro kompozitní pryskyřici. Tvar křivky, která je červeně vyznačena, je typický pro indenty, jež byly lokalizovány v částicích plniva.



Obrázek 6.4: Část matice indentů v kompozitní pryskyřici. Velikost indentačních vpichů lokalizovaných v částicích plniva je menší než vpichů, které jsou v matrix.

Z důvodu ovlivnění výsledných hodnot mechanických vlastností vznikem trhlin byly ze statistického souboru amalgámu a skloionomerního cementu vyřazeny indenty, jejichž křivky vznik trhlin vykazovaly. Toto nemohlo být pro kompozitní pryskyřici provedeno, jelikož by musely být vyřazeny všechny indenty lokalizované v matrix a hodnoty mechanických vlastností by odpovídaly vlastnostem plniva, nikoliv celého kompozitu. Je tedy nutno uvažovat, že skutečná tvrdost (H) je vyšší než dosažená při této analýze.

Výsledky statistické analýzy pro všechny typy zubních výplní jsou uvedeny v tabulce 6.2. Dále jsou znovu uvedeny průměrné hodnoty vlastností dentinu a skloviny, neboť pro následné porovnání a určení nejlepší shody výplň–dentin/sklovina je vhodnější, aby byly souhrnně v jedné tabulce.

Tabulka 6.2: Průměrné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) pro různé typy výplní. Hodnoty vlastností dentinu a skloviny jsou znovu uvedeny pro snadnější porovnání s vlastnostmi testovaných výplní.

Materiál	Amalgám	Skloionomerní cement	Kompozitní pryskyřice	Dentin	Sklovina
H [MPa]					
Průměr	1766,91	1651,67	3764,18	1056,52	3790,40
Směr. odch.	700,53	631,16	3575,90	81,93	177,77
E_r [GPa]					
Průměr	92,79	33,44	33,24	26,87	79,65
Směr. odch.	8,23	6,53	19,70	1,59	2,33

Z výsledků vyplývá, že žádná z testovaných výplní není z hlediska mechanických vlastností ideální, neboť zjištěné vlastnosti nekorespondují s vlastnostmi dentinu ani skloviny. Problém vývoje materiálu s vhodně přizpůsobenými mechanickými vlastnostmi spočívá i v samotném rozdílu mezi vlastnostmi dentinu a skloviny, neboť ve většině případů výplň zasahuje do obou těchto tkání. Je proto nutné brát v úvahu, na jaké místo má být výplň aplikována. Pokud se zubní kaz, který má být ošetřen, nachází například na okluzních ploškách stoliček, které jsou během žvýkání nejvíce namáhány, prioritní je dosažení srovnatelné tvrdosti (H) výplně a skloviny. Pokud by tvrdost výplně byla nižší, zbývající část zdravé skloviny by přenášela poměrově větší část zatížení, díky čemuž by mohlo dojít k tvorbě trhlin a jejímu poškození. Naopak dentin tvoří pružný podklad pro sklovinu, tudíž hlavní vlastností, které musí být materiál výplně přizpůsoben, je modul pružnosti (E).

V tomto případě z testovaných výplní nejvíce vyhovuje kompozitní pryskyřice, která má průměrnou tvrdost (3764,18 MPa) téměř shodnou se sklovinou (3790,40 MPa) a zároveň redukovaný modul pružnosti (33,24 GPa) nejbližší hodnotě dentinu (26,87 GPa). Průměrné hodnoty tvrdosti amalgámu a skloionomerního cementu jsou nižší (1766,91, resp. 1651,67 MPa) odpovídající spíše tvrdosti dentinu (1056,52 MPa). Redukovaný modul pružnosti skloionomerního cementu (33,44 GPa) a kompozitní pryskyřice je téměř shodný. Naopak amalgám má redukovaný modul pružnosti téměř 3× vyšší (92,79 GPa), takže nejvíce odpovídá hodnotě determinované pro sklovinu (79,65 GPa).

Autorka této práce si uvědomuje, že výsledné hodnoty vlastností kompozitní pryskyřice jsou ovlivněny lokací jednotlivých indentačních vpichů a pro dosažení přesnějších hodnot je zapotřebí podrobnější analýza. Protože však kapitola slouží především pro nastínění praktického využití výsledků analýzy mikromechanických vlastností dentinu a skloviny, nikoliv striktní určení nejvhodnějšího typu výplně, považuje rozsah za dostačující. Hodnocení shody mechanických vlastností je navíc pouze jedním z kritérií při výběru patřičného typu výplně. Neméně důležitá je zdravotní nezávadnost, biochemická odolnost a v neposlední řadě ekonomická náročnost. Hodnocení těchto parametrů není součástí této práce.

ZÁVĚR

V této práci byla provedena mikromechanická analýza dentinu a skloviny s využitím metody nanoindentace. Pro nastínění využití dosažených výsledků byla stejným způsobem provedena i analýza zubních výplní. Byly determinovány hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti, které byly součástí zadání, ale bylo dosaženo i dalších výsledků. Ačkoliv některé zjištěné skutečnosti nebyly původním záměrem, ukázaly se jako zajímavé a užitečné.

Během mikromechanické analýzy dentinu bylo hlavním cílem zhodnocení, zda v ITD dochází ke změně mechanických vlastností se vzdáleností od okraje tubulu. Bylo zjištěno, že mechanické vlastnosti ITD nejsou touto skutečností ovlivněny, což je ve shodě s dosud publikovanými výsledky ostatních autorů. Rovněž byly determinovány průměrné hodnoty tvrdosti (1068,23 MPa) a redukovaného modulu pružnosti (27,16 GPa), jež byly mírně vyšší, než udává většina autorů. Zajímavým zjištěním bylo, že pokud je při analýze provedeno větší množství indentačních vpichů, jejichž lokace není rozlišována, tj. jsou umístěny různou měrou v ITD, PTD a tubulech, dosažené výsledky jsou téměř shodné s výsledky, které byly determinovány na základě indentů umístěných pouze v ITD.

Mikromechanická analýza skloviny byla zaměřena na determinaci lomové houževnatosti metodou založenou na disipaci energie. Myšlenkou bylo, že by tato metoda mohla nahradit test VIF, který byl dosud pro determinaci výlučně využíván. Důvody, proč VIF není považován za optimální test, byly shrnuty v teoretické části zabývající se lomovou mechanikou. Bohužel se ukázalo, že křehké chování skloviny při nanoindentaci je velmi různorodé a hodnoty lomové houževnatosti determinované touto metodou jsou pouze přibližné. Proto byla popsána další opatření vedoucí k zpřesnění výsledků, která se ale neobejdou bez dalšího technologického vybavení. Rovněž bylo navrženo nové řešení spojením metody založené na disipaci energie a VIF. Determinace plochy trhliny, která při nanoindentaci byla shledána jako nejobtížnější, by v navržené metodě byla určována na základě délky radiálních trhlin propagujících se od rohů indentačního vpichu, což je typické pro VIF. Další postup výpočtu by však zcela využíval metodu založenou na disipaci ener-

gie, tudíž by se bylo možné vyvarovat užití vzorců, které nejsou podloženy obecnou teorií lomové mechaniky. Toto spojení by sice neumožnilo podrobnější zkoumání křehkého chování skloviny, které mělo být jedním z pozitiv využití nanoindentace a metody založené na disipaci energie, mohlo by však poskytnout spolehlivější výsledky, které by díky jednotnému vzorci pro výpočet mohly lépe sloužit ke vzájemnému porovnání výsledků různých autorů. Kromě determinace lomové houževnatosti skloviny byly druhotně určeny hodnoty tvrdosti (3790,40 MPa) a redukovaného modulu pružnosti (79,65 GPa). Hodnoty vlastností byly shledány jako závislé na volbě maximálního zatížení, neboť při vyšším zatížení bylo iniciováno více trhlin, které jsou příčinou této změny. Naopak výsledky se zřetelně neměnily v závislosti na rychlosti zatěžování.

V závěru práce byla provedena mikromechanická analýza tří typů zubních vyplní. Dosažené hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti byly porovnávány s hodnotami determinovanými pro dentin a sklovinu. Bylo zkonstatováno, že v případě aplikace zubní výplně v exponované oblasti, například na okluzních ploškách stoliček, vyhovuje z hlediska mechanických vlastností nejvíce kompozitní pryskyřice. Nicméně výběr nejvhodnějšího typu výplně nelze provádět pouze na základě shody mechanických vlastností výplně a nahrazovaných zubních tkání, ale musí být výsledkem komplexní analýzy, která zahrnuje i fyzikální vlastnosti, zdravotní nezávadnost, ekonomickou náročnost aj.

Práce poskytuje náhled na rozsáhlou oblast problematiky analýzy mechanických vlastností biologických tkání, konkrétně dentinu a skloviny, a následné využití výsledků při výběru vhodného typu zubní výplně či vývoji nového materiálu. Práce může sloužit jako námet k další podrobnější analýze zaměřené na konkrétní oblast výzkumu. Zvláště vhodné by bylo rozpracování navrhované metody pro determinaci lomové houževnatosti.

SEZNAM OBRÁZKŮ

2.1	Morfologie zubu [www.jouefct.com].	8
2.2	Prizma tvaru „klíčové dírky“, pro které slouží jako ložisko k vývoji čtyři buňky – ameloblasty. Prizmata se skládají z hustě uspořádaných krystalů hydroxyapatitu.	9
2.3	Zobrazení Hunter-Schregerových linií, Retziusových linií a perikymat na podélném řezu zubu [2].	10
2.4	Výběžky odontoblastů, tzv. Tomesova vlákna, probíhající v tubulech od dřeňové dutiny k dentino-sklovinné hranici. Tubuly neprobíhají přímo, nýbrž jsou zakřivené. Primární esovitě zakřivení se skládá ze dvou oblouků – konvexního a konkávního [4].	12
2.5	Tubuly obklopené peritubulárním dentinem. Intertubulární dentin se nachází mezi tubuly [4].	15
3.1	Indentační křivka zobrazující závislost hloubky indentačního vpichu (h) na aplikovaném zatížení (P) v průběhu celého indentačního cyklu.	17
3.2	Příčný řez indentačním vpichem při maximálním zatížení a po úplném od-tížení. Lze pozorovat konvexní zakřivení indentačního vpichu v blízkosti původního povrchu materiálu. [10]	19
3.3	Typy indentačních hrotů. Půdorysy a pohledy jsou z důvodu jednoduchosti mírně zkreslené. Ve skutečnosti pohled na Berkovichův hrot a hrot tvaru „rohu krychle“ není zcela stejný.	23
3.4	Indentační hroty Berkovich a „roh krychle“. Oba hroty mají tvar trojbo-kého jehlanu, ale liší se vrcholovým úhlem [14].	24
3.5	Schéma indentačního přístroje a jeho rozdělení do tří základních částí. Část I se skládá z rozvodů a systému transformace signálu (1), akustické sondy (2), držáku indentačního hrotu (3), pohyblivé plošiny (4) a držáku vzorku (5). Část II představuje optický systém objektivů (6) a část III řídicí počítač (7) s kontrolerem [15].	26

3.6	Užitý indentační přístroj CSM Instrument Nano Hardness Tester. a) držák indentačního hrotu, držák vzorku, pohyblivá plošina a optický mikroskop se čtyřmi objektivy, b) řídicí počítač s kontrolerem (vlevo).	27
3.7	Indentační křivka získaná technickou CSM. Jsou znázorněny sekundární cykly zatížení a odtížení způsobené dynamicky oscilující zatěžovací silou [18].	28
4.1	Koncentrace napětí okolo eliptického otvoru definovaná dle Ch. E. Inglise. V případě absolutně ostré trhliny se napětí na hranici otvoru blíží nekonečnu [mech.fsv.cvut.cz].	31
4.2	Zobrazení oblasti, která je odtížena v důsledku přítomnosti trhliny. b) znázornění kvadratické závislosti změny odtížené plochy na Δa	32
4.3	Tři způsoby zatěžování, související s různými typy poškození. Mód I představuje tahové poškození, módy II a III poškození smykové [22].	33
4.4	Zobrazení pole napětí v okolí trhliny. σ_{xx} , σ_{yy} a τ_{yx} jsou složky pole napětí, θ a r jsou polární souřadnice.	34
4.5	Typy trhlin vznikající při indentaci. Trhliny typu Palmqvist a half-penny se na povrchu vzorku projevují jako radiální trhliny, které se propagují od rohů indentačního vpichu. Laterální trhliny a trhliny typu median se tvoří pod povrchem vzorku [28].	38
4.6	Radiální trhliny propagující se od rohů indentačního vpichu. a) parametry potřebné pro výpočet lomové houževnatosti [33], b) snímek reálného indentačního vpichu ve sklovině a příčný řez trhlinami typu Palmqvist [19].	40
4.7	Jiné projevy křehkého chování materiálu. a) odštěpování materiálu zneusnadňující měření velikosti indentačního vpichu, b) laterální trhliny skryté pod povrchem vzorku [rsta.royalsocietypublishing.org].	41
4.8	Model pro určení energie uvolněné při vzniku a šíření trhlin. a) původní model Li a Bhushana [34], b) rozvinutý model Chena a Bulla, který zohledňuje další vlivy [35].	44
4.9	Typická indentační křivka zobrazující vratnou (W_{rev}) a nevratnou (W_{irr}) energii. Křivka vykazuje „poškození“ (pop-in efekt).	45
5.1	Smínek z AFM zachycující změnu velikosti indentů se vzdáleností od okraje tubulu. Všechny indenty v jedné radiální linii byly provedeny stejnou zatěžovací silou, která je uvedena [49].	51
5.2	Vzorky pro mikromechanickou analýzu. a) vzorky byly po vytvrnutí vyjmuty z formy, b) nařezané a vyleštěné vzorky připravené pro měření. . .	52
5.3	Graf zobrazující indentační cykly pro jednotlivé matice. Každý cyklus se skládal ze 3 částí: zatěžování, držení konstantního zatížení (10 s) a odtěžování. Maximální zatížení bylo pro každou matici odlišné.	53

5.4	Lokalizace matic 9×9 a 14×14 . Matice jsou umístěny v dentinu (II) přibližně v $1/3$ vzdálenosti mezi dřeňovou dutinou (III) a rozhráním dentin–cement (I).	54
5.5	Indentační křivky pro matice s maximálním zatížením 3–30 mN. Červeně vyznačené křivky jsou příkladem křivek vyřazených ze statistického souboru, neboť nereprezentují skutečné vlastnosti dentinu.	55
5.6	Vyhodnocení polohy indentů pro matice s maximálním zatížením 3 a 10 mN. Indenty, které nejsou červeně přeškrtnuty, jsou lokalizovány pouze v ITD.	56
5.7	Hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) determinované pro jednotlivé indenty matice č. 4.	58
5.8	Hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) determinované pro jednotlivé indenty matice č. 7.	58
5.9	Příklad rozdělení plochy v místě matice 8×8 do oblastí s různou vzdáleností od okraje tubulu. Indenty byly rozříděny do skupin dle polohy jejich vrcholu, který je na obrázku červeně zvýrazněn.	59
5.10	Grafické zobrazení výsledků tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r). Čárkovaná čára udává průběh mediánu.	61
5.11	Průběh trhlin rovnoběžně se sklovinnými prizmaty. a) indentační vpich, jehož diagonála svírá s osou dentino-sklovinná hranice – vnější povrch úhel 45° , b) diagonála je rovnoběžná s osou dentino-sklovinná hranice – vnější povrch.	64
5.12	Příprava vzorků pro mikromechanickou analýzu. a) materiál pro přípravu vzorků, b) vyleštěný a vyčištěný vzorek připravený pro analýzu.	65
5.13	Graf zobrazující indentační cykly pro jednotlivé matice. Každý cyklus se skládal ze 3 částí: zatěžování, držení konstantního zatížení (10 s) a odtěžování. Maximální zatížení bylo pro každou matici odlišné.	66
5.14	Poloha matic indentů vůči dentino-sklovinné hranici (I – dentin, II – sklovina). Červeně přeškrtnuté matice značí, že indentace neproběhla správně a data byla ztracena.	67
5.15	Graf zobrazující indentační cykly pro jednotlivé matice. Každý cyklus se skládal ze 2 částí: zatěžování a odtěžování. Konstantní zatížení bylo pro zjednodušení výpočtu energie trhliny vynecháno.	68
5.16	Indentační křivky pro jednotlivé matice. Při aplikaci vyšších zatížení (80, 150 mN) vznikaly trhliny, které se na indentačních křivkách projevíly popín efektem (δ). Pro přehlednost je pro každou matici zobrazena pouze jediná indentační křivka vystihující danou skupinu.	69
5.17	Grafické zobrazení změn tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) se zvyšujícím se aplikovaným zatížením.	71

5.18	Snímky indentačních vpichů z elektronového mikroskopu. Křehké chování skloviny při nanoindentaci bylo shledáno jako různorodé. Oproti tomu v dentinu se křehké chování neprojevilo vůbec.	74
5.19	Vzor determinace lomové houževnatosti metodou založenou na disipaci energie pro indentační vpich, který byl součástí matice s maximálním zatížením 80 mN.	75
5.20	Vzor determinace lomové houževnatosti metodou založenou na disipaci energie pro indentační vpich, který byl součástí matice s maximálním zatížením 150 mN.	75
6.1	Amalgámová a skloionomerní výplň. Zbarvení skloionomeru je lépe přizpůsobeno vzhledu chrupu [dentistryfortheentirefamily.com].	79
6.2	Vzorky pro mikromechanickou analýzu zubních výplní. Celkem byly připraveny tři vzorky obsahující různé typy výplní – amalgám, skloionomerní cement a kompozitní pryskyřici (zleva).	82
6.3	Indentační křivky pro kompozitní pryskyřici. Tvar křivky, která je červeně vyznačena, je typický pro indenty, jež byly lokalizovány v částicích plniva.	84
6.4	Část matice indentů v kompozitní pryskyřici. Velikost indentačních vpichů lokalizovaných v částicích plniva je menší než vpichů, které jsou v matrix.	84

SEZNAM TABULEK

3.1	Parametry nejběžnějších typů indentačních hrotů [13].	25
4.1	Velikost veličiny K_I v závislosti na aplikovaném zatížení (σ) a délce trhliny (a). Stanoveno pro základní případy, ostatní případy mohou být určeny numerickými a experimentálními metodami.	36
4.2	Vzorce pro výpočet lomové houževnatosti křehkých materiálů dle VIF. Vzorce jsou rozděleny dle typu trhlín (Palmqvist, half-penny), jejichž vznik byl autory předpokládán. Označení parametrů ve vzorcích je upraveno oproti originální verzi, neboť rozdíly mezi vzorci jsou takto zřetelnější. [25, 31, 32]	39
5.1	Průměrné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) pro jednotlivé matice s maximálním zatížením 3 až 30 mN. Je uveden rozdíl průměrných hodnot mechanických vlastností mezi indenty, které jsou lokalizovány pouze v ITD, a všemi indenty bez rozlišení polohy.	57
5.2	Hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) určené pro jednotlivé indenty matice č. 4.	58
5.3	Hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) určené pro jednotlivé indenty matice č. 7.	58
5.4	Průměrné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) pro jednotlivé skupiny indentů, které se liší vzdáleností od okraje tubulu. Medián a směrodatná odchylka poskytují lepší představu o celém statistickém souboru.	60
5.5	Průměrné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) pro jednotlivé matice s maximálním zatížením 10 až 150 mN. Energie trhliny (U_{frac}) reprezentuje míru tvorby trhlín.	70
5.6	Průměrné hodnoty tvrdosti (H), redukovaného modulu pružnosti (E_r) a energie trhliny (U_{frac}) disipované během indentace pro jednotlivé matice s různou rychlostí zatěžování/odtěžování.	72

5.7	Vzor determinace lomové houževnatosti metodou založenou na disipaci energie pro indentační vpich, který byl součástí matice s maximálním zatížením 80 mN.	75
5.8	Vzor determinace lomové houževnatosti metodou založenou na disipaci energie pro indentační vpich, který byl součástí matice s maximálním zatížením 150 mN.	75
6.1	Mechanické vlastnosti vybraných výplní. Vlastnosti byly s výjimkou tvrdosti podle Vickerse určeny makroskopicky.	81
6.2	Průměrné hodnoty tvrdosti (H) a redukovaného modulu pružnosti (E_r) pro různé typy výplní. Hodnoty vlastností dentinu a skloviny jsou znovu uvedeny pro snadnější porovnání s vlastnostmi testovaných výplní.	85

LITERATURA

- [1] H. Hecová, K. Monhartová. Morfologie zubu a kreslení a modelování zubu, 2008, karolinum. Tech. rep., ISBN 978-80-246-1586-8.
- [2] L. Nedorost, V. Tomanová, L. Eberlová, et al. Atlas histologie tvrdých tkání. *Ústav histologie a embryologie Lékařská fakulta UK v Plzni* 2009.
- [3] R. C. Scheid. *Woelfel's dental anatomy*. Lippincott Williams & Wilkins, 2012.
- [4] D. J. Chiego. *Essentials of Oral Histology and Embryology-E-Book: A Clinical Approach*. Elsevier Health Sciences, 2014.
- [5] R. De Santis, L. Ambrosio, L. Nicolais. Mechanical properties of tooth structures. In *Integrated biomaterials science*, pp. 589–599. Springer, 2002.
- [6] Y. Kuttler. Classification of dentine into primary, secondary, and tertiary. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology* **12**(8):996–1001, 1959.
- [7] S. Weiner, A. Veis, E. Beniash, et al. Peritubular dentin formation: crystal organization and the macromolecular constituents in human teeth. *Journal of structural biology* **126**(1):27–41, 1999.
- [8] C. A. Schuh. Nanoindentation studies of materials. *Materials today* **9**(5):32–40, 2006.
- [9] A. C. Fischer-Cripps. Nanoindentation testing. In *Nanoindentation*, pp. 21–37. Springer, 2011.
- [10] W. C. Oliver, G. M. Pharr. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of materials research* **19**(1):3–20, 2004.
- [11] W. C. Oliver, G. M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of materials research* **7**(6):1564–1583, 1992.

-
- [12] M. F. Doerner, W. D. Nix. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *Journal of Materials research* **1**(4):601–609, 1986.
- [13] D. K. Kim. Nanoindentation: Basic principles[přednáška], 2007.
- [14] Micro Star Technologies. *Nano indenters*, [online] 2017. Dostupné z: <http://www.microstartech.com>.
- [15] A. Chorfa, M. Hamidouche, M. Madjoubi, F. Petit. Mechanical behaviour of glass during cyclic instrumented indentation. *Materials Science-Poland* **28**(1), 2010.
- [16] CSM Instruments SA. *CSM Indentation Testers*, [online]. Dostupné z: <https://www.csm-instruments.com>.
- [17] G. M. Pharr, J. H. Strader, W. Oliver. Critical issues in making small-depth mechanical property measurements by nanoindentation with continuous stiffness measurement. *Journal of Materials Research* **24**(3):653–666, 2009.
- [18] Y.-F. Jia, Y.-Y. Cui, F.-Z. Xuan, F. Yang. Comparison between single loading–unloading indentation and continuous stiffness indentation. *RSC Advances* **7**(57):35655–35665, 2017.
- [19] S. Park, J. Quinn, E. Romberg, D. Arola. On the brittleness of enamel and selected dental materials. *dental materials* **24**(11):1477–1485, 2008.
- [20] D. Roylance. Introduction to fracture mechanics. *Massachusetts Institute of Technology, Cambridge* pp. 1–2, 2001.
- [21] E. Rocha-Rangel. Fracture toughness determinations by means of indentation fracture. In *Nanocomposites with Unique Properties and Applications in Medicine and Industry*. InTech, 2011.
- [22] T. L. Anderson. *Fracture mechanics: fundamentals and applications*. CRC press, 2017.
- [23] J. F. Knott. *Fundamentals of fracture mechanics*. Gruppo Italiano Frattura, 1973.
- [24] C. H. Wang. *Introduction to fracture mechanics*. DSTO Aeronautical and Maritime Research Laboratory Melbourne, Australia, 1996.
- [25] C. B. Ponton, R. D. Rawlings. Vickers indentation fracture toughness test part 1 review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations. *Materials Science and Technology* **5**(9):865–872, 1989.
- [26] G. D. Quinn, R. C. Bradt. On the vickers indentation fracture toughness test. *Journal of the American Ceramic Society* **90**(3):673–680, 2007.

- [27] J. Kruzic, D. Kim, K. Koester, R. Ritchie. Indentation techniques for evaluating the fracture toughness of biomaterials and hard tissues. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* **2**(4):384–395, 2009.
- [28] R. F. Cook, G. M. Pharr. Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* **73**(4):787–817, 1990.
- [29] A. G. Evans, E. A. Charles. Fracture toughness determinations by indentation. *Journal of the American Ceramic Society* **59**(7-8):371–372, 1976.
- [30] K. Niihara, R. Morena, D. Hasselman. Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios. *Journal of Materials Science Letters* **1**(1):13–16, 1982.
- [31] F. Sergejev, M. Antonov. Comparative study on indentation fracture toughness measurements of cemented carbides. *Proc Estonian Acad Sci Eng* **12**(4):388–398, 2006.
- [32] Z. Li, A. Ghosh, A. S. Kobayashi, R. C. Bradt. Indentation fracture toughness of sintered silicon carbide in the Palmqvist crack regime. *Journal of the American Ceramic Society* **72**(6):904–911, 1989.
- [33] N. Cuadrado, J. Seuba, D. Casellas, et al. Geometry of nanoindentation cube-corner cracks observed by fib tomography: Implication for fracture resistance estimation. *Journal of the European Ceramic Society* **35**(10):2949–2955, 2015.
- [34] X. Li, B. Bhushan. Measurement of fracture toughness of ultra-thin amorphous carbon films. *Thin Solid Films* **315**(1):214–221, 1998.
- [35] J. Chen, S. Bull. Indentation fracture and toughness assessment for thin optical coatings on glass. *Journal of Physics D: Applied Physics* **40**(18):5401, 2007.
- [36] J. Malzbender, G. De With. Energy dissipation, fracture toughness and the indentation load–displacement curve of coated materials. *Surface and Coatings Technology* **135**(1):60–68, 2000.
- [37] J. Němeček, V. Hrbek, L. Polívka, A. Jäger. Combined investigation of low-scale fracture in hydrated cement assessed by nanoindentation and fib .
- [38] V. Hrbek. Energy balance approach for fracture toughness estimation of brittle solids on microscale, 2017. Unpublished thesis.
- [39] Y.-T. Cheng, Z. Li, C.-M. Cheng. Scaling relationships for indentation measurements. *Philosophical Magazine A* **82**(10):1821–1829, 2002.

-
- [40] B. R. Lawn, V. Howes. Elastic recovery at hardness indentations. *Journal of Materials Science* **16**(10):2745–2752, 1981.
- [41] J. Mencik, M. Swain. Micro-indentation tests with pointed indenters. In *Materials forum*, vol. 18, pp. 277–288. Institute of Metals and Materials Australasia, 1994.
- [42] Y.-R. Zhang, W. Du, X.-D. Zhou, H.-Y. Yu. Review of research on the mechanical properties of the human tooth. *International journal of oral science* **6**(2):61–69, 2014.
- [43] J. Kinney, M. Balooch, S. Marshall, et al. Hardness and young's modulus of human peritubular and intertubular dentine. *Archives of Oral Biology* **41**(1):9–13, 1996.
- [44] L. Řehounek, A. Jíra, F. Denk. Influence of dental caries for dental materials and their micromechanical properties. In *Applied Mechanics and Materials*, vol. 827, pp. 371–374. Trans Tech Publ, 2016.
- [45] D. Pashley, A. Okabe, P. Parham. The relationship between dentin microhardness and tubule density. *Dental Traumatology* **1**(5):176–179, 1985.
- [46] A. Jíra, J. Němeček. Nanoindentation of human tooth dentin. In *Key Engineering Materials*, vol. 606, pp. 133–136. Trans Tech Publ, 2014.
- [47] N. Meredith, M. Sherriff, D. Setchell, S. Swanson. Measurement of the microhardness and young's modulus of human enamel and dentine using an indentation technique. *Archives of Oral Biology* **41**(6):539–545, 1996.
- [48] G. Guidoni, J. Denkmayr, T. Schöberl, I. Jäger. Nanoindentation in teeth: influence of experimental conditions on local mechanical properties. *Philosophical Magazine* **86**(33-35):5705–5714, 2006.
- [49] D. Ziskind, M. Hasday, S. R. Cohen, H. D. Wagner. Young's modulus of peritubular and intertubular human dentin by nano-indentation tests. *Journal of Structural Biology* **174**(1):23–30, 2011.
- [50] S. R. Cohen, N. Apter, S. Jesse, et al. Afm investigation of mechanical properties of dentin. *Israel Journal of Chemistry* **48**(2):65–72, 2008.
- [51] L. Angker, N. Nijhof, M. V. Swain, N. M. Kilpatrick. Influence of hydration and mechanical characterization of carious primary dentine using an ultra-micro indentation system (umis). *European journal of oral sciences* **112**(3):231–236, 2004.
- [52] H. Xu, D. Smith, S. Jahanmir, et al. Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. *Journal of Dental Research* **77**(3):472–480, 1998.

- [53] S. T. Rasmussen, R. E. Patchin, D. B. Scott, A. H. Heuer. Fracture properties of human enamel and dentin. *Journal of Dental Research* **55**(1):154–164, 1976.
- [54] R. Hassan, A. Caputo, R. Bunshah. Fracture toughness of human enamel. *Journal of Dental Research* **60**(4):820–827, 1981.
- [55] S. White, W. Luo, M. Paine, et al. Biological organization of hydroxyapatite crystallites into a fibrous continuum toughens and controls anisotropy in human enamel. *Journal of dental research* **80**(1):321–326, 2001.
- [56] Q. Zheng, H. Xu, F. Song, et al. Spatial distribution of the human enamel fracture toughness with aging. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* **26**:148–154, 2013.
- [57] S. K. Padmanabhan, A. Balakrishnan, M.-C. Chu, et al. Micro-indentation fracture behavior of human enamel. *dental materials* **26**(1):100–104, 2010.
- [58] S. Hayashi-Sakai, J. Sakai, M. Sakamoto, H. Endo. Determination of fracture toughness of human permanent and primary enamel using an indentation microfracture method. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* **23**(9):2047–2054, 2012.
- [59] K. J. Chun, J. Y. Lee. Comparative study of mechanical properties of dental restorative materials and dental hard tissues in compressive loads. *Journal of dental biomechanics* **5**, 2014.
- [60] R. M. Vaderhobli. Advances in dental materials. *Dental clinics of North America* **55**(3):619–625, 2011.
- [61] zuby.cz. *Zubní výplně - základní informace*, [online] 2010. Dostupné z: <http://www.zuby.cz/vyplne-zubu/i-zubni-vyplne-zakladni-informace.html>.
- [62] R. Bharti, K. K. Wadhvani, A. P. Tikku, A. Chandra. Dental amalgam: An update. *Journal of conservative dentistry: JCD* **13**(4):204, 2010.
- [63] E. Hellwig, J. Klimek, T. Attin. *Záchovná stomatologie a parodontologie*. Grada Publishing, 2003.
- [64] J. Burgess, B. Norling, J. Summitt. Resin ionomer restorative materials: the new generation. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* **6**(5):207–215, 1994.
- [65] S. H. Wei, E. L. Tang. Composite resins: A review of the types, properties and restoration techniques. *Annals of Dentistry* **1**(1):28–33, 1994.
- [66] J. Lukes, J. Sepitka, R. Eichlerova. Dental restorative composites .

- [67] D. Xie, W. Brantley, B. Culbertson, G. Wang. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dental Materials* **16**(2):129–138, 2000.