DOI: 10.18481/2077-7566-2023-19-4-131-135

УДК: 616.31

# ВЛИЯНИЕ ИСКУССТВЕННОГО СТАРЕНИЯ НА ИЗМЕНЕНИЕ ШЕРОХОВАТОСТИ ГЛАЗУРОВАННОЙ И ПОЛИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ: ИССЛЕДОВАНИЕ IN VITRO

Морданов О. С., Хабадзе З. С., Морданова А. В., Меремкулов Р. А.

Российский университет дружбы народов, г. Москва, Россия

#### Аннотация

**Цель** — оценка характеристик глазурованной и полированной поверхности в процессе гидротермального старения с использованием различных типов диоксида циркония.

Материалы и методы. Для всех экспериментов использовались одинаковые стандартизированные образцы из разных типов диоксида циркония диаметром 10 мм и высотой 1 мм. Данные типы включали в себя Katana (Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Япония) HTML (контроль) UTML, STML и ZirCAD Prime (Ivoclar Vivadent). Для измерения шероховатости и для визуализации морфологии поверхности образцов применялся метод атомно-силовой микроскопии (ACM). В качестве атомно-силового микроскопа выступал прибор Bruker Innova. Получение изображений осуществлялось в полуконтактном режиме. Зондовый датчик — TESP-V2 с зондом треугольной формы и радиусом острия 7 нм. Область сканирования составляла 50 х 50 мкм. Частота 0.5 Нz. Исследование шероховатости сводилось к обработке данных АСМ изображения. Для этого в канале карты высот выполнялось три произвольных сечения и средствами ПО вычислялись необходимые параметры шероховатости Ra, Rz.

Результаты. Отмечается увеличение шероховатости в процессе искусственного старения контрольной группы глазурованной поверхности, группы Prime полированной поверхности, группы Prime глазурованной поверхности. Отмечается уменьшение шероховатости в процессе искусственного старения контрольной группы глазурованной поверхности, для групп STML и UTML — как глазурованной, так и полированной поверхности. В случае с образцами группы «полировка» можно наблюдать, что шероховатость формируется следами абразивного материала. Из результатов исследования шероховатости можно отметить, что для образцов группы «Глазурь» шероховатость формируется преимущественно следами кисти или иного инструмента, применяемого в процессе нанесения глазури.

**Вывод**. Искусственное старение в разной степени влияет на шероховатость глазурованной и полированной поверхности диоксида циркония с преобладанием кубической фазы в зависимости от количества содержания иттрия.

Ключевые слова: диоксид циркония, шероховатость, искусственное старение, атомно-силовая микроскопия, глазурь

# Авторы заявили об отсутствии конфликта интересов.

# Олег Сергеевич МОРДАНОВ ORCID ID 0000-0002-9878-7045

ассистент кафедры терапевтической стоматологии, Российский университет дружбы народов, г. Москва, Россия mordanov-os@rudn.ru

#### Зураб Суликоевич ХАБАДЗЕ ORCID ID 0000-0002-7257-5503

к.м.н., доцент кафедры терапевтической стоматологии, Российский университет дружбы народов, г. Москва, Россия Khabadze-zs@rudn.ru

# **Роман Абидимович МЕРЕМКУЛОВ** ORCID ID 0009-0007-3875-0623

аспирант кафедры терапевтической стоматологии, Российский университет дружбы народов, г. Москва, Россия Мететкиlov-RA@rudn.ru

# Анастасия Вячеславовна МОРДАНОВА ORCID ID 0009-0004-2375-2616

ассистент кафедры терапевтической стоматологии, Российский университет дружбы народов, г. Москва, Россия mordanova-av@rudn.ru

## Адрес для переписки: Олег Сергеевич МОРДАНОВ

115114, г. Москва, 3-й Павелецкий проезд, д. 3, оф. 16

+7 (912) 333 15 33

mordanov-os@rudn.ru

#### Образец цитирования:

Морданов О. С., Хабадзе З. С., Морданова А. В., Меремкулов Р. А.

ВЛИЯНИЕ ИСКУССТВЕННОГО СТАРЕНИЯ НА ИЗМЕНЕНИЕ ШЕРОХОВАТОСТИ ГЛАЗУРОВАННОЙ И ПОЛИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ: ИССЛЕДОВАНИЕ IN VITRO . Проблемы стоматологии. 2023; 4: 131-135.

© Морданов О. С. и др., 2023

DOI: 10.18481/2077-7566-2023-19-4-131-135

Поступила 15.12.2023. Принята к печати 11.01.2024

DOI: 10.18481/2077-7566-2023-19-4-131-135

# EFFECT OF ARTIFICIAL AGING ON THE CHANGE OF ROUGHNESS OF GLAZED AND POLISHED ZIRCONIUM DIOXIDE SURFACE: IN VITRO STUDY

# Mordanov O.S., Khabadze Z.S., Mordanova A.V., Meremkulov R.A.

Peoples' Friendship University of Russia, Moscow, Russia

## **Annotation**

Aim: to evaluate the characteristics of glazed and polished surface during hydrothermal aging using different types of zirconium dioxide.

Materials and Methods. The same standardized samples from different types of zirconium dioxide with a diameter of 10 mm and a height of 1 mm were used for all experiments. These types included Katana (Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan) HTML (control) UTML, STML, and ZirCAD Prime (Ivoclar Vivadent). Atomic force microscopy (AFM) was used to measure the roughness and to visualize the surface morphology of the samples. The Bruker Innova instrument was used as an atomic force microscope. Image acquisition was carried out in semi-contact mode. The probe sensor was TESP-V2 with a triangular-shaped probe and a tip radius of 7 nm. The scanning area was 50 x 50 μm. Frequency 0.5 Hz. The study of roughness was reduced to the processing of AFM image data. For this purpose, three arbitrary sections were made in the height map channel and the necessary roughness parameters Ra, Rz were calculated using software.

**Results**. There was an increase in roughness during artificial aging of the control group of glazed surface, Prime group of polished surface, and Prime group of glazed surface. There is a decrease of roughness in the process of artificial aging of the control group of glazed surface, for STML and UTML groups of both glazed and polished surface. In the case of samples of group «polishing» it is possible to observe that roughness is formed by traces of abrasive material. From the results of the study of roughness it can be noted that for the samples of the group «Glaze» roughness is formed mainly by traces of brush or other tools used in the process of glaze application

Conclusion. Artificial aging affects the roughness of the glazed and polished surface of zirconium dioxide with cubic phase predominance depending on the amount of yttrium content.

Keywords: zirconium dioxide, roughness, artificial aging, atomic force microscopy, glaze

#### The authors declare no conflict of interest.

#### Oleg S. MORDANOV ORCID ID 0000-0002-9878-7045

Assistant, Department of Therapeutic Dentistry, Peoples' Friendship University of Russia, Moscow, Russia mordanov-os@rudn.ru

### Zurab S. KHABADZE ORCID ID 0000-0002-7257-5503

PhD in Medical sciences, Associate Professor of the Department of Therapeutic Dentistry,

Medical Institute, Peoples' Friendship University of Russia, Moscow, Russia

Khabadze-zs@rudn.ru

## Anastasia V. MORDANOVA ORCID ID 0009-0004-2375-2616

Assistant, Department of Therapeutic Dentistry, Peoples' Friendship University of Russia, Moscow, Russia mordanova-av@rudn.ru

# Roman A. MEREMKULOV ORCID ID 0009-0007-3875-0623

Postgraduate Student of the Department of Therapeutic Dentistry, Peoples' Friendship University of Russia, Moscow, Russia Meremkulov-RA@rudn.ru

# Correspondence address: Oleg S. MORDANOV

115114, Moscow, 3rd Paveletsky str 3, office 16

+7 (912) 333 15 33

mordanov-os@rudn.ru

#### For citation:

Mordanov O.S., Khabadze Z.S., Mordanova A.V., Meremkulov R.A.

 $EFFECT\ OF\ ARTIFICIAL\ AGING\ ON\ THE\ CHANGE\ OF\ ROUGHNESS\ OF\ GLAZED\ AND\ POLISHED\ ZIRCONIUM$ 

DIOXIDE SURFACE: IN VITRO STUDY. Actual problems in dentistry. 2023; 4: 131-135. (In Russ.)

© Mordanov O.S. et al., 2023

DOI: 10.18481/2077-7566-2023-19-4-131-135

Received 15.12.2023. Accepted 11.01.2024

#### Введение

Диоксид циркония (ZrO2) широко используется в стоматологии, благодаря своим механическим свойствам [1]. Первые поколения диоксида циркония отличались высокой прочностью, однако не обладали эстетическими характеристиками [2]. С разработкой новых поколений диоксида циркония, отличающихся улучшенной прозрачностью, стало возможным использовать этот материал в монолитной форме, что исключило необходимость нанесения керамики [3].

Несмотря на улучшенные эстетические характеристики диоксида циркония, он не всегда может соответствовать высоким эстетическим требованиям пациентов без дополнительной обработки [4, 5]. Данная обработка включает в себя нанесение слоя глазури или полировку поверхности. В некоторых исследованиях сообщалось о преимуществах полированной поверхности диоксида циркония над глазурованной [6], однако в этих исследованиях нет единых данных относительно шероховатости поверхности, которая может варьироваться в зависимости от типа используемого способа [6–10].

Всестороннее определение характеристик помогает врачам сбалансировать эстетику и долговечность реставраций из диоксида циркония, включая качество поверхности. Профилометрия — важный метод количественной оценки неровностей поверхности, который предполагает использование щупов или бесконтактных датчиков для прослеживания поверхности. Она позволяет получить ценные данные о топографии поверхности, помогая охарактеризовать такие характеристики шероховатости, как Ra, Rz, Rq и Rmax. Выбор этого метода зависит от типа поверхности и желаемого разрешения, обеспечивая точные и воспроизводимые результаты для анализа и сравнения [11, 12].

В ряде исследований изучались изменения характеристик поверхности, оптических и механических свойств диоксида циркония с преобладанием кубической фазы после процесса старения [13], однако в данных исследованиях обычно описываются лишь ограниченные типы и свойства материалов и краткосрочное старение. Исследования, касающиеся влияния процесса гидротермального старения на различные долгосрочные свойства многослойной полупрозрачной монолитной циркониевой керамики, отсутствуют. Поэтому целью данного исследования in vitro являлась оценка характеристик глазурованной и полированной поверхности в процессе гидротермального старения с использованием различных типов диоксида циркония.

#### Материалы и методы

Для всех экспериментов использовались одинаковые стандартизированные образцы (диски) из разных типов диоксида циркония диаметром 10 мм и высотой 1 мм. Для создания STL-файла модели использовалось бесплатное открытое программное обеспечение Tinkercad (Autocad). В программном обеспечении создавался 3D-дизайн модели. Выбиралась базовая форма модели и параметры: длина, ширина, высота, радиус. Далее добавлялись «держатели модели» для удобства отделения отфрезерованной модели от блока из диоксида циркония до синтеризации. Экспорт модели производился в виде STL-файла, после чего проводилась загрузка модели в CAD/CAM программу в зуботехнической лаборатории (Exocad). Модели фрезеровались и синтезировались в соответствие со стандартным (обычным спеканием). Обработка поверхности проводилась в соответствии с протоколом (полировка или глазурование).

Искусственное старение (низкотемпературная деградация) проводилось с использованием следующего режима автоклавирования: 134 градуса Цельсия, 2 атмосферы, 5 часов.

Каждая группа включала в себя по 6 образцов. Контрольная группа включала в себя образцы, изготовленные из традиционного диоксида циркония, стабилизированного 3 мол. % иттрия (3Y-TZP) Katana HTML (High Translucent Multi Layered zirconia, Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Япония). Эти диски имеют высокую механическую прочность, что делает их идеальным выбором для протяженных мостовидных протезов. HTML имеет в большей степени тетрагональную фазу. Исследуемые группы включали в себя образцы из диоксида циркония с преобладанием кубической фазы. ZirCAD Prime (Ivoclar Vivadent) — многофазный многослойный материал, состоит из эмалевого слоя 5Y-TZP (приблизительно 19%), переходного слоя (25%) и дентинного слоя 3Y-TZP (56%); Katana (Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Япония) UTML и Katana STML — содержащие в себе кубическую фазу более 50 и более 25% соответственно.

Для измерения шероховатости и для визуализации морфологии поверхности образцов применялся метод атомно-силовой микроскопии (АСМ). В качестве атомно-силового микроскопа выступал прибор Bruker Innova. Получение изображений осуществлялось в полуконтактном режиме. Зондовый датчик — TESP-V2 с зондом треугольной формы и радиусом острия 7 нм. Область сканирования составляла 50 х 50 мкм. Частота 0.5 Нг. Исследование шероховатости сводилось к обработке данных АСМизображения. Для этого в канале карты высот выполнялось три произвольных сечения и средствами ПО вычислялись необходимые параметры шероховатости Ra, Rz (Ra — среднее арифметическое отклонение профиля; Rz — высота неровностей профиля по десяти точкам; Rmax — наибольшая высота неровностей профиля; Rq — среднеквадратическая шероховатость).

Для анализа данных был использован язык статистического программирования R. Иллюстрации

были построены с помощью пака «ggplot2». Количественные переменные представлены с помощью минимума (min), максимума (max), медианы (M), первого (Q1) и третьего (Q3) квартилей, среднего значения (Mean) и стандартного отклонения (SD). Расчет 95% доверительных интервалов был проведен исходя из соответствия распределения данных нормальному распределению. Количественные данные представлены в виде Ra, нм.

## Результаты

Из результатов исследования шероховатости можно отметить, что для образцов группы «Глазурь» шероховатость формируется преимущественно следами кисти или иного инструмента, применяемого в процессе нанесения глазури. Также следует отметить, что и показатель Ra, и показатель Rz уменьшается для всех образцов данной группы после процесса искусственного старения (рис. 1, 2; табл.). Вероятно, это вызвано частичным размягчением покрытия и его деформацией во время нахождения в условиях высокой температуры.

В случае с образцами группы "полировка" можно наблюдать, что шероховатость формируется следами абразивного материала. Величина Ra для всех образцов данной группы не превышает 60 нм.

Таблица

Количественные данные представлены эксперимента, представленные в виде числовых значений (Ra, нм)

Table. Quantitative data presented from the experiment, presented as numerical values (Ra, nm)

Материал	Поверхность	Статус	Среднее значение	Среднее отклоние
UTML	Полированный	До	39,668	3,766
		После	29,628	1,808
	Глазурь	До	20,510	2,344
		После	10,086	1,270
STML	Полированный	До	51,820	4,394
		После	44,237	1,410
	Глазурь	До	23,230	2,544
		После	17,038	1,798
Prime	Полированный	До	39,481	1,743
		После	53,179	2,236
	Глазурь	До	20,909	1,389
		После	20,526	3,378
Контроль	Полированный	До	41,501	1,627
		После	35,384	5,926
	Глазурь	До	31,940	1,862
		После	43,632	4,276

При изучении результатов отмечается нижеописанная тенденция. Наблюдается увеличение шерохова-

тости в процессе искусственного старения контрольной группы глазурованной поверхности (статистически значимо), группы Prime полированной поверхности (статистически значимо), группы Prime глазурованной поверхности (статистически незначимо). Отмечается уменьшение шероховатости в процессе искусственного старения контрольной группы поли-

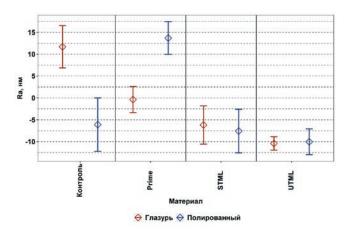


Рис. 1. Количественные данные представлены в виде среднего значения группы и 95% доверительного интервала для него. Отсутствие пересечения доверительных интервалов групп примерно указывает на наличие статистически значимых различий между этими группами. Количественные данные представлены в виде Ra, нм

Fig. 1. Quantitative data are presented as the group mean and 95% confidence interval for it. The absence of intersection of the confidence intervals of the groups approximately indicates the presence of statistically significant differences between these groups. Quantitative data are presented as Ra, nm

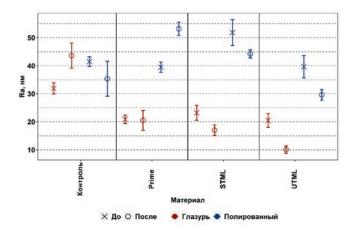


Рис. 2. Результаты расчета среднего значения разницы между измерениями для образцов после и до обработки. Для каждого рассчитанного среднего значения разницы представлен также и 95% доверительный интервал для него. Отсутствие пересечения доверительных интервалов групп указывает на наличие статистически значимых различий между этими группами. Количественные данные представлены в виде Ra, нм

Fig. 2. Results of calculating the mean difference between the measurements for the samples after and before treatment. For each calculated mean difference value, the 95% confidence interval for it is also presented. The absence of intersection of the confidence intervals of the groups indicates the presence of statistically significant differences between these groups. Quantitative data are presented as Ra, nm

рованной поверхности (статистически незначимо), для групп STML и UTML как глазурованной, так и полированной поверхности (статистически значимо).

По результатам исследования, изменение шероховатости не являлось статистически значимым только в группах диоксида циркония с кубической фазой более 25% (группы STML и UTML). В случаях с преобладанием кубической фазы (STML и UTML) отмечалось уменьшение шероховатости поверхностей, тогда как при исследовании циркония с преобладанием тетрагональной фазы (контрольная группа и многослойный многофазный диоксид циркония — группа Prime) отмечалось статистически значимое увеличение шероховатости.

## Обсуждение

В данном исследовании изучалось влияние ускоренного гидротермального старения материала in vitro с использованием автоклава при температуре 134 градуса Цельсия, 2 атмосферы, 5 часов.

Предполагается, что 1 час старения в таких условиях имеет такой же эффект, как 1 год в клинических условиях [15].

Эффект гидротермального старения обычно проявляется на поверхности диоксида циркония, поэтому рельеф и шероховатость поверхности диоксида циркония с различным количеством кубических кристаллов могут измениться после гидротермального старения.

Результаты показали, что гидротермальное старение повлияло на Ra в группах с диоксидом циркония, содержащих в себе тетрагональную фазу, из-за прогрессирующего спонтанного превращения метастабильной тетрагональной фазы в моноклинную в присутствии ротовой жидкости [13]. Это подтверждают результаты рентгеноструктурного анализа. Группы UTML и STML сохранили большое коли-

чество кубической структуры, наиболее стабильной кристаллической структуры. При комнатной температуре фазовое превращение не произойдет после ускоренного гидротермального старения.

Выбор параметра поверхности Ra, или средней арифметической шероховатости, оправдан в реставрационной стоматологии в связи с его широким признанием и значимостью для оценки шероховатости [11]. Хотя такие параметры, как Rz (максимальная высота профиля) или Rt (общее изменение высоты) имеют свои достоинства и применяются в конкретных условиях, в стоматологии предпочтение отдается Ra, поскольку он обеспечивает среднюю оценку неровностей поверхности и менее подвержен влиянию отдельных пиков или долин, что делает его комплексной оценкой шероховатости поверхности [11, 12]. Его относительно легко измерить и рассчитать, что делает его доступным для рутинных клинических оценок. Кроме того, исследования показали взаимосвязь между более высокими значениями Ra и увеличением ретенции зубного налета, нарушением целостности поверхности и ухудшением эстетики [14]. Уделяя первоочередное внимание снижению Ra, врачи могут стремиться к созданию реставраций с более гладкими поверхностями, повышая комфорт пациента и улучшая эстетические результаты.

#### Вывод

Искусственное старение в разной степени влияет на шероховатость глазурованной и полированной поверхности диоксида циркония с преобладанием кубической фазы в зависимости от количества содержания иттрия. В случае с преобладанием кубической фазы в процессе искусственного старения происходит уменьшение шероховатости как глазурованной, так и полированной поверхности, при этом глазурованная поверхность остается более гладкой.

# Литература/References

- 1. Denry I., Kelly J.R. State of the art of zirconia for dental applications // Dent Mater. 2008;24(3):299-307. doi: 10.1016/j.dental.2007.05.007.
- 2. Kongkiatkamon S., Rokaya D., Kengtanyakich S., Peampring C. Current classification of zirconia in dentistry: an updated review // PeerJ. 2023;11:e15669. doi: 10.7717/peerj.15669.
- Lima J.C., Tribst J.P., Anami L.C., de Melo R.M., Moura D.M., Souza R.O., Bottino M.A. Long-term fracture load of all-ceramic crowns: Effects of veneering ceramic thickness, application techniques, and cooling protocol // J Clin Exp Dent. 2020;12(11):e1078-e1085. doi: 10.4317/jced.57352.
- 4. Dal Piva A.M.O., Tribst J.P.M., Werner A., Anami L.C., Bottino M.A., Kleverlaan C.J. Three-body wear effect on different CAD/CAM ceramics staining durability // J Mech Behav Biomed Mater. 2020;103:103579. doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.103579.
- 5. Zhu Y., Liu K., Deng J., Ye J., Ai F., Ouyang H., Wu T., Jia J., Cheng X., Wang X. 3D printed zirconia ceramic hip joint with precise structure and broad-spectrum antibacterial properties // Int J Nanomedicine. 2019;14:5977-5987. doi: 10.2147/IJN.S202457.
- Moreira Bastos Campos T., Marques de Melo Marinho R., de Oliveira Pinto Ribeiro A., Larissa do Amaral Montanheiro T., Carolina da Silva A., Thim G.P. Microstructure and mechanical properties of fully sintered zirconia glazed with an experimental glass // J Mech Behav Biomed Mater. – 2021;113:104093. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.104093.
- Jitwirachot K., Rungsiyakull P., Holloway J.A., Jia-Mahasap W. Wear Behavior of Different Generations of Zirconia: Present Literature // Int J Dent. 2022;2022:9341616. doi: 10.1155/2022/9341616.
- Souza L.F.B., Soares P.M., Chiapinotto G.F., Ribeiro V.F., Daudt N.F., Valandro L.F., Pereira G.K.R. Effect of pigmentation techniques on the fatigue mechanical behavior of a translucent zirconia for monolithic restorations // J Mech Behav Biomed Mater. – 2022;134:105362. doi: 10.1016/j.jmbbm.2022.105362.
- 9. Hatanaka G.R., Polli G.S., Adabo G.L. The mechanical behavior of high-translucent monolithic zirconia after adjustment and finishing procedures and artificial aging // J Prosthet Dent. 2020;123(2):330-337. doi: 10.1016/j.prosdent.2018.12.013.
- Talekar A., Chaudhari G., Mallineni S.K., Kothare S., Patil A., Musale P., Chunawala Y., Choubey S. Ex Vivo Assessment of Natural Teeth Wear against Zirconia and Novel Glass-Fiber-Reinforced Composite Crowns in Primary Teeth by a Three-Dimensional Assessment Method // Int J Dent. – 2021;2021:9670982. doi: 10.1155/2021/9670982.
- 11. Almohefer S., Moazzez R., Bartlett D. Comparison of metrology created by profilometry and digital microscopy on polished dentine in an erosion/abrasion model // J Dent. 2021;114:103831. doi: 10.1016/j.jdent.2021.103831.
- 12. Peters R.D., Noble S.D. Characterization of leaf surface phenotypes based on light interaction // Plant Methods. 2023;19(1):26. doi: 10.1186/s13007-023-01004-2.
- 13. Hafezeqoran A., Sabanik P., Koodaryan R., Ghalili K.M. Effect of sintering speed, aging processes, and different surface treatments on the optical and surface properties of monolithic zirconia restorations // J Prosthet Dent. 2023;130(6):917-926. doi: 10.1016/j.prosdent.2021.12.005.
- Peampring C., Kengtanyakich S. Surface Roughness and Translucency of Various Translucent Zirconia Ceramics after Hydrothermal Aging // Eur J Dent. 2022;16(4):761-767. doi: 10.1055/s-0041-1736415.
- 15. Гветадзе Р.Ш., Дьяконенко Е.Е., Лебеденко И.Ю. Исследования старения, усталости и деградации с целью повышения надежности стоматологической цирконовой керамики. Обзор статей в мировых журналах. Стоматология. 2016;95(6):51-60. [R.Sh. Gvetadze, E.E. Dyakonenko, I.Yu. Lebedenko. Aging, fatigue and degradation studies to improve the reliability of dental zircon ceramics. Review of articles in world journals. Dentistry. 2016;95(6):51-60. [In Russ.]. DOI: 10.17116/stomat201695651-60