

DOI: 10.18481/2077-7566-21-17-4-140-144
УДК 616.314.77

ВЛИЯНИЕ СКОРОСТНОГО ОБЖИГА КЕРАМИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ ZICERAM T ОТЕЧЕСТВЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА НА ПОКАЗАТЕЛИ ПРОЧНОСТИ И ЦВЕТА

Сахабиева Д. А.¹, Деев М. С.¹, Дьяконенко Е. Е.², Поюровская И. Я.², Русанов Ф. С.², Лебеденко И. Ю.^{1,2}

¹ Российский университет дружбы народов, г. Москва, Россия

² Центральный научно-исследовательский институт стоматологии и челюстно-лицевой хирургии, г. Москва, Россия

Аннотация

Зубные протезы из диоксида циркония постепенно становятся массовым видом зубного протезирования. Налажен выпуск заготовок диоксида циркония для стоматологии и в нашей стране. В последние годы широко изучается возможность ускоренного обжига зубных протезов из диоксида циркония, позволяющего в четыре-пять раз сократить процесс изготовления конструкций. Совершенствуются составы керамики на основе диоксида циркония, печи для ускоренного обжига, оптимизируются режимы спекания. В настоящей работе проведены исследования влияния скоростных режимов обжига на ключевые свойства, такие как прочностные характеристики при трехточечном изгибе и параметры цвета при десяти различных скоростях нагрева, конечной температуре и времени выдержки режимах ускоренной термообработки керамического материала. По результатам испытаний на прочность при изгибе образцы, полученные при общем времени скоростного обжига от 20 до 60 минут, имеют близкие значения, более 300 Мпа. В соответствии со стандартом ISO 6872, такая прочность при изгибе достаточна для изготовления одиночных коронок как в передней, так и в боковой группе зубов. Исследование на лабораторном спектрофотометре Спектрон М, в системе CIELab показало разнонаправленное изменение цветовых характеристик при различных скоростях нагрева и температуре обжига. С достаточной степенью достоверности установлено повышение светлоты образцов керамики на основе диоксида циркония из отечественных заготовок «Ziceram T» Санкт-Петербургской фирмы «Циркон Керамика». Сокращенное время обжига приводит к повышению светлоты образцов, что связано со снижением их прозрачности.

Ключевые слова: полупрозрачный диоксид циркония, экспресс-обжиг, прочность на изгиб, цветовые характеристики, режимы спекания, методика *chairside*

Авторы заявили об отсутствии конфликта интересов.

Джамиля Айдаровна САХАБИЕВА ORCID ID 0000-0003-1885-4269

Ассистент кафедры ортопедической стоматологии, Российский университет дружбы народов, г. Москва, Россия
djamilundel@ya.ru

Михаил Сергеевич ДЕЕВ ORCID ID 0000-0002-1851-2982

К. м. н., доцент, профессор кафедры ортопедической стоматологии, Российский университет дружбы народов, г. Москва, Россия
deevms@mail.ru

Елена Евгеньевна ДЬЯКОНЕНКО ORCID ID 0000-0002-8318-9966

Ведущий инженер лаборатории материаловедения, Центральный научно-исследовательский институт стоматологии и челюстно-лицевой хирургии, г. Москва, Россия
dikonen@mail.ru

Ирина Яковлевна ПОЮРОВСКАЯ ORCID ID 0000-0001-7108-3753

Ведущий инженер лаборатории материаловедения, Центральный научно-исследовательский институт стоматологии и челюстно-лицевой хирургии, г. Москва, Россия
iproirov@yandex.ru

Федор Сергеевич РУСАНОВ ORCID ID 0000-0001-5280-0294

К. м. н., старший научный сотрудник лаборатории материаловедения, Центральный научно-исследовательский институт стоматологии и челюстно-лицевой хирургии, г. Москва, Россия
diadya-fedor@yandex.ru

Игорь Юльевич ЛЕБЕДЕНКО ORCID ID 0000-0002-4050-484X

Д. м. н., заведующий лабораторией материаловедения, Центральный научно-исследовательский институт стоматологии и челюстно-лицевой хирургии; заведующий кафедрой ортопедической стоматологии, Российский университет дружбы народов, г. Москва, Россия
lebedenkoi@mail.ru

Ответственный за переписку: Джамиля Айдаровна САХАБИЕВА

109240, Москва, Котельническая набережная, 1/15, корпус ВК, кв. 156
+7 (916) 6445337
djamilundel@ya.ru

Образец цитирования:

Сахабиева Д. А., Деев М. С.1, Дьяконенко Е. Е., Поюровская И. Я., Русанов Ф. С., Лебеденко И. Ю. ВЛИЯНИЕ СКОРОСТНОГО ОБЖИГА КЕРАМИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ ZICERAM T ОТЕЧЕСТВЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА НА ПОКАЗАТЕЛИ ПРОЧНОСТИ И ЦВЕТА. Проблемы стоматологии. 2021; 4: 140-144.

© Сахабиева Д. А. и др., 2021

DOI: 10.18481/2077-7566-21-17-4-140-144

Поступила 21.12.2021. Принята к печати 08.01.2022

DOI: 10.18481/2077-7566-21-17-4-140-144

EFFECT OF HIGH-SPEED SINTERING OF RUSSIAN PRODUCED ZICERAM T ZIRCONIA-BASED CERAMIC MATERIAL ON STRENGTH AND COLOR

Sakhbieva D.A.¹, Deev M.S.¹, Dyakonenko E.E.², Poyurovskaya I.Ya.², Rusanov F.S.², Lebedenko I.Yu.^{1,2}

¹ Peoples' Friendship University of Russia, Moscow, Russia

² Central Research Institute of Dentistry and Maxillofacial Surgery, Moscow, Russia

Annotation

Zirconia dentures are gradually becoming a widespread type of dental prosthetics. The production of zirconia blanks for dentistry has been launched in our country. In recent years, the possibility of high-speed sintering of zirconia dentures has been well studied, which makes it possible to reduce the manufacturing process of dental restorations by four to five times. Zirconia ceramics compositions and high-speed sintering furnaces are being improved, sintering protocols are being optimized. In this paper, we reported about the influence of high-speed firing protocols on important material's characteristic, such as three-point bend flexural strength and color parameters at ten different heating modes, differing by heating rates, final temperature and holding time during high-speed heat treatment of ceramic material. According to the results of bending strength tests, samples obtained with a total time of high-speed firing from 20 to 60 minutes have similar values, more than 300 MPa. In accordance with the ISO 6872 standard, such flexural strength is sufficient for fabrication of single crowns in both the anterior and posterior groups of teeth. A study on the laboratory spectrophotometer (Spectron M) in the CIELab system, showed a multidirectional change in color characteristics at different heating rates and sintering temperatures. An increase in the value of zirconia samples from domestic blanks «Ziceram T» produced by St. Petersburg firm «Zircon Ceramics» was established with a sufficient confidence grade. The shortened firing time leads to an increase in the value of the samples, which associate with a lower translucency.

Keywords: translucent zirconia, express sintering, bending strength, color characteristics, sintering modes, chairside technique

The authors declare no conflict of interest.

Djamilia A. SAKHABIEVA 0000-0003-1885-4269

Assistant of the Department of Prosthetic Dentistry, Peoples' Friendship University of Russia, Moscow, Russia
djamilundel@ya.ru

Michael S. DEEV ORCID ID 0000-0002-1851-2982

PhD in Medical sciences, Associate Professor, Professor of the Department of Prosthetic Dentistry, Peoples' Friendship University of Russia, Moscow, Russia
deevms@mail.ru

Elena E. DYAKONENKO ORCID ID 0000-0002-8318-9966

Lead Engineer, Materials Science Laboratory, Central Research Institute of Dentistry and Maxillofacial Surgery, Moscow, Russia
dikonen@mail.ru

Irina Ya. POYUROVSKAYA ORCID ID 0000-0001-7108-3753

Lead Engineer, Materials Science Laboratory, Central Research Institute of Dentistry and Maxillofacial Surgery, Moscow, Russia
ipourov@yandex.ru

Fedor S. RUSANOV ORCID ID 0000-0001-5280-0294

PhD in Medical sciences, Senior Research Assistant, Materials Science Laboratory, Central Research Institute of Dentistry and Maxillofacial Surgery, Moscow, Russia
diadya-fedor@yandex.ru

Igor Yu. LEBEDENKO ORCID ID 0000-0002-4050-484X

Grand PhD in Medical sciences, Professor, Head of the Materials Science Laboratory, Central Research Institute of Dentistry and Maxillofacial Surgery; Head of the Department of Prosthetic Dentistry, Peoples' Friendship University of Russia, Moscow, Russia
lebedenkoi@mail.ru

Correspondence address: Djamilia A. SAKHABIEVA

109240, Moscow, Kotelnicheskaya nab. 1/15, building BK, 156
+7 (916) 6445337
djamilundel@ya.ru

For citation:

Sakhbieva D.A., Deev M.S., Dyakonenko E.E., Poyurovskaya I.Ya., Rusanov F.S., Lebedenko I.Yu. EFFECT OF HIGH-SPEED SINTERING OF RUSSIAN PRODUCED ZICERAM T ZIRCONIA-BASED CERAMIC MATERIAL ON STRENGTH AND COLOR. Actual problems in dentistry. 2021; 4: 140-144. (In Russ.)
© Sakhbieva D.A. et al., 2021
DOI: 10.18481/2077-7566-21-17-4-140-144

Received 21.12.2021. Accepted 08.01.2022

Для изготовления керамических коронок из диоксида циркония в стоматологической практике стали активно применяться CAD-CAM-технологии. В последнее время все большее внимание привлекает изготовление зубных протезов из керамических и некерамических материалов непосредственно в клинике на приеме пациента (у кресла пациента). С помощью новых технологий процесс изготовления реставрации (коронки, вкладки и т. п.) был существенно сокращен и занимал по времени не более 20 мин, что позволяло окончательно изготовить и зафиксировать реставрацию за одно посещение. Хотя керамика на основе диоксида циркония также могла применяться по технологии CAD/CAM на приеме пациента, фрезерование полностью спеченной керамики вызывало серьезные затруднения из-за ее высокой твердости, требовало значительного времени и вызывало износ режущего инструмента. По этой причине керамические материалы из диоксида циркония обычно фрезеруют из предварительно не до конца спеченных пористых заготовок-блоков с помощью так называемого «мягкого» фрезерования. Отфрезерованные реставрации требуют дополнительного спекания для достижения ими окончательной плотности при обжиге в течение 6–8 часов, включая нагревание, охлаждение и время выдержки. Такой процесс обычно проводят в ночное время.

Относительно недавно в практике ортопедической стоматологии были предложены новые печи для обжига керамики и разработаны современные технологии, которые существенно сократили время спекания цирконовой керамики (от 6 часов до 17 минут), позволяя изготавливать протезы за одно посещение, методикой *chairside*. В отличие от традиционных печей для спекания, в которых нагревание обеспечивается электрическими элементами сопротивления, в печах скоростного спекания процесс нагревания обеспечивается энергией электромагнитной индукции. Возможно также применение микроволновой энергии, которая обеспечивает более однородное нагревание и позволяет увеличить скорость спекания керамических материалов. Такие печи скоростного спекания (например, *SpeedFire*, *Dentsply Sirona*) стали доступны для практического применения 2 года назад и за короткое время получили большую популярность у стоматологов [1, 2].

Продолжаются исследования влияния скоростных режимов обжига на ключевые свойства диоксидциркониевой керамики. Установлено, что параметры режимов спекания оказывают влияние на кристаллическую структуру керамического материала. Было показано, что время обжига влияет на рост зерна, так при увеличении размеров зерен керамика на основе диоксида циркония становится менее стабильной и более подверженной самопроизвольным фазовым

переходам структуры «тетрагональная — моноклинная», что, в свою очередь, влияет на механическую прочность.

В сравнительных исследованиях было установлено существенное влияние обжига в традиционной или скоростной печи на оптические свойства керамики, так при повышении температуры спекания с одновременным уменьшением времени обжига был получен керамический материал с меньшим размером зерна и более высокой степенью прозрачности.

Цель: в связи со значительным интересом клинической практики к скоростной технологии получения реставраций из керамики на основе диоксида циркония, в настоящей работе поставлена цель оценить возможность новой технологии скоростного спекания для отечественного материала *Ziceram T* (Циркон-Керамика, Санкт-Петербург).

Материалы и методы

Сравнительные испытания проводили на образцах в виде призм размером 28x3,5x5 мм, полученных методом CAD/CAM фрезерования в зуботехнической лаборатории Дентсервис (Санкт-Петербург) из заготовок *Ziceram T*, цвет A2. В зависимости от общего времени обжига образцы были распределены на 11 групп (таблица 1).

Таблица 1

Основные характеристики обжига при спекании образцов керамики *Ziceram T*
Table 1. Main characteristics of sintering of «Ziceram T» ceramic specimens

№ группы	Печь для обжига		Общее время обжига, мин
	Наименование печи	Фирма, страна	
1	CS 4	Ivoclar Vivadent, Лихтенштейн	27
2	CS 4	Ivoclar Vivadent, Лихтенштейн	48
3	Doutron SF-700	Addin, Корея	20
4	Zyrcomat 6000 MS	VITA Zahnfabrik, Германия	55
5	S 2	Eurofire, Корея	30
6	CS6	Ivoclar Vivadent, Лихтенштейн	55
7	CS6	Ivoclar Vivadent, Лихтенштейн	69
8	CS6	Ivoclar Vivadent, Лихтенштейн	22
9	CS6	Ivoclar Vivadent, Лихтенштейн	29
10	Speedfire	Dentsply Sirona, США	47
11	Zirconofen	Zirkonzahn, Италия	500

Изучение механических и оптических свойств образцов *Ziceram T* на основе диоксида циркония

проводили в лаборатории материаловедения ФГБУ НМИЦ «ЦНИИСиЧЛХ» МЗ РФ.

Механические свойства спеченных образцов определяли по показателю прочности при трехточечном изгибе на испытательной машине Zwick Roell Z010 при скорости движения траверсы 1 мм/мин в соответствии с международным стандартом ISO/FDIS 6872, п.7.3.1 /3/.

Характеристики цвета образцов определяли на цветоанализаторе Спектрон-М в системе CIE L*a*b* на черном фоне с помощью допустимых норм цветового различия и характеристик цветовых оттенков по показателям соответствия и воспроизводимости цвета в соответствии с ГОСТ Р 58165-2018 (ISO/TR 28642:2016) /4/.

Результаты

I. Результаты испытаний прочности при изгибе образцов Ziceram T, спеченных при различном времени обжига, представлены в таблице 2.

Как видно из представленных в таблице 2 результатов испытаний на прочность при изгибе, образцы, полученные при общем времени скоростного обжига от 20 до 30 минут (№№ 1, 3, 5, 9), имеют близкие по значению показатели прочности (Стьюдент-тест, $p_{\text{сред}} = 0,4$), несмотря на различия в параметрах режима обжига (тип печи, максимальная температура обжига, скорости нагревания и охлаждения). Увеличение времени обжига свыше 60 мин повышает прочность при изгибе спеченных образцов и достигает в среднем значения прочности при изгибе образцов, спеченных в течение 8 часов ($p = 0,94$).

II. Результаты оценки цвета образцов Ziceram T, цвет А2, с помощью допустимых уровней или норм цветового различия и характеристик цветовых оттенков по показателям соответствия и воспроизводимости цвета [4].

Цветовое различие на черном фоне спеченных образцов, отличающихся общим временем обжига (№ групп по таблице 1), определяли по значению $\Delta E_{a^*b^*}$.

Спектры образцов на черном фоне представлены на рис. 1.

Как следует из результатов измерений цвета образцов Ziceram T, А2 на черном фоне (рис. 2), наименьшее цветовое различие в сравнении с контрольным образцом установлено для режима 5. Невысокие значения $\Delta E_{a^*b^*}$ установлены для образцов, полученных при времени обжига от 47 до 69 минут

(№№ 5, 7, 10). Следует отметить, что снижение времени обжига образцов приводит к повышению показателя светлоты от $L^* = 67$ для образца № 11 традиционного длительного времени обжига до $L^* = 81$ для образца при времени обжига 20 минут.

Заключение

Результаты оценки механических свойств образцов керамики на основе диоксида циркония позволяют заключить, что технология скоростного спекания материала Ziceram T (Циркон-Керамика,

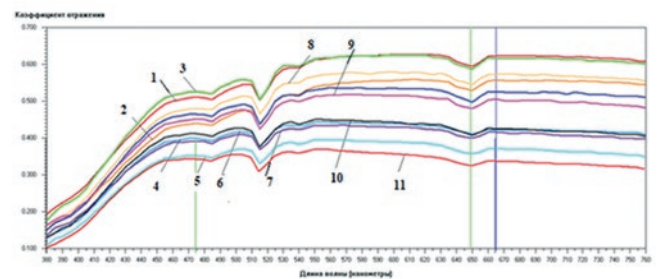


Рис. 1. Спектры образцов Ziceram T A2 (номера спектров в соответствии с таблицей 1, № 11, с общим временем обжига 500 минут)

Fig. 1. Specimens spectra Ziceram T A2 (spectra numbers in accordance with Table 1, No. 11, with a total firing time of 500 minutes)

№	реж.	[A. B. L.]	ΔE
1	реж. 1/27 мин	[A. B. L.] = (-0.387, 14.396, 80.910)	15.92
2	реж. 2/48 мин	[A. B. L.] = (-0.108, 15.263, 76.829)	13.08
3	реж. 3/20 мин	[A. B. L.] = (-1.011, 13.495, 81.144)	15.65
4	реж. 4/55 мин	[A. B. L.] = (-2.281, 9.759, 71.208)	5.04
5	реж. 5/30 мин	[A. B. L.] = (-2.145, 9.241, 67.790)	2.40
6	реж. 6/55 мин	[A. B. L.] = (-1.584, 11.958, 76.594)	10.85
7	реж. 7/69 мин	[A. B. L.] = (-2.072, 9.278, 70.610)	4.30
8	реж. 8/22 мин	[A. B. L.] = (-1.020, 13.849, 78.574)	13.54
9	реж. 9/29 мин	[A. B. L.] = (-1.630, 11.442, 75.551)	9.69
10	реж. 10/47 мин	[A. B. L.] = (-2.367, 8.964, 71.638)	5.05
11	реж. 11/500 мин	[A. B. L.] = (-2.707, 7.056, 66.978)	0.00

Рис. 2. Характеристики цвета образцов Ziceram T A2, спеченных при различном общем времени обжига и показатель $\Delta E_{a^*b^*}$, определяющий значение различия в цвете каждого образца в сравнении с образцом Ziceram T A2 (№ 11), полученным при времени обжига 500 минут

Fig. 2. Characteristics of Ziceram T A2 samples sintered at different total firing times and the $\Delta E_{a^*b^*}$, which determines the value of the difference in color of each sample in comparison with the Ziceram T A2 sample (No. 11), obtained at a firing time of 500 minutes

Таблица 2

Прочность при изгибе в зависимости от времени обжига образцов Ziceram T (номера групп в соответствии с таблицей 1)

Table 2. Flexural strength versus sintering time of «Ziceram T» specimens

№ группы	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Общее время обжига, мин	27	48	20	55	30	55	69	22	29	47	500
Прочность при изгибе, σ , МПа	605 ±87	578 ±107	560 ±56	546 ±71	590 ±53	641 ±42	710 ±76	657 ±38	630 ±81	569 ±44	705 ±111

Санкт-Петербург) с общим временем обжига менее 30 мин. дает прочность при изгибе образцов более 300 МПа, соответствующую требованиям ISO/FDIS 6872 «Dentistry — Ceramic materials» для одиночных керамических зубных протезов.

На показатели цвета образцов Zisceram T A2 оказывает влияние общее время обжига при окончательном спекании. Сокращенное время обжига приводит к повышению светлоты образцов, что связано со снижением их прозрачности.

Литература/References

1. Cokic S., Vleugels J., Van Meerbeek B., Camargo B., Willems E., Li M., Zhang F. Mechanical properties, aging stability and translucency of speed-sintered zirconia for chairside restorations // *Dental Materials Journal*. — 2020;36:959–972. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.04.026>
2. Kaizer M.R., Gierthmuehlen P.C., Dos Santos M.B., Cava S.S., Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: optical, mechanical, and wear characteristics // *Ceram Int*. — 2017;43:999–1005. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.05.141>
3. ISO/FDIS 6872 Dentistry — Ceramic materials. <https://www.iso.org/standard/59936.html>
4. ГОСТ Р 58165–2018 (ISO/TR 28642:2016) Стоматология. Руководство по измерениям цвета. [GOST R 58165–2018 (ISO/TR 28642:2016) Dentistry. Color Measurement Guide. (In Russ.)]. <https://docs.cntd.ru/document/1200159806>
5. Luz J., Kaizer M., Ramos N., Thompson V., Anami L., Saavedra G., Zhang Y. Novel speed sintered zirconia by microwave technology // *Dent Mater*. — 2021;37(5):875–878. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2021.02.026>
6. Kaizer M.R., Gierthmuehlen P.C., Dos Santos M.B., Cava S.S., Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics // *Ceram Int*. — 2017;43(14):10999–11005. doi:10.1016/j.ceramint.2017.05.141
7. Лебеденко И.Ю., Дьяконенко Е.Е., Сахабиева Д.А., Ллака Э. Прозрачная керамика на основе диоксида циркония для изготовления монолитных зубных протезов. Обзор публикаций в международных журналах. Часть 1. Стоматология. 2020;99;5:111–115. [I. Yu. Lebedenko, E. E. Dyakonenko, D. A. Sakhabieva, E. Llaka. Transparent ceramics based on zirconium dioxide for the manufacture of monolithic dentures. Review of publications in international journals. Part 1. Dentistry. 2020;99;5:111–115. (In Russ.)]. <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=44027968>