

С.А. Николаенко¹,
д.м.н., профессор, главный научный
сотрудник; директор

И.В. Ильенко²,
стоматолог-терапевт

А.И. Зубарев²,
к.м.н.

Л.А. Шапиро³,
доцент кафедры медицинской
и биологической физики

А. Мушвек⁴,
доктор (PhD), клиника стоматологии № 1

У. Лобауэр⁴,
доктор (PhD), профессор, клиника
стоматологии № 1

¹ НИИ медицинских проблем Севера
СО РАМН; профессорская стоматология
и научно-образовательный центр
«ЗубНик», Красноярск

² Профессорская стоматология и научно-
образовательный центр «ЗубНик»,
Красноярск

³ Красноярский государственный
медицинский университет
им. проф. В.Ф. Войно-Ясенецкого

⁴ Фридрих-Александр университет
Эрлангена-Нюрнберга, Германия

Исследование прочности стоматологической керамики при циклической усталостной нагрузке

Резюме. Исследовались механические свойства и механизмы разрушения фтор-апатитной облицовочной керамики IPS E.max Ceram (Ivoclar Vivadent, Schaar, Лихтенштейн). Сравнение прочности при изгибе под действием однократно приложенной нагрузки показало, что образцы, помещенные в силиконовое масло, проявляют более высокие результаты, чем образцы контрольных групп в воде без глянцевого обжига и с глянцевым обжигом. Сравнение модулей упругости между группами в воде и в силиконовом масле, напротив, не выявило различий. Последующий фрактографический анализ керамического материала показал прямую взаимозависимость между однородностью структуры и сопротивлением разрушению. Кроме этого, механизмы разрушения при усталостной нагрузке принципиально отличаются от механизмов разрушения при однократно приложенной нагрузке.

Ключевые слова: керамика, модуль упругости, усталость, напряжение изгиба, ступенчатый метод

Summary. The objective of this study was to test the new fluorapatite-containing veneering ceramics IPS E.max Ceram (Ivoclar Vivadent, Schaar, Liechtenstein) for its mechanical property and mechanisms are responsible for the failure of such materials. The comparison of the values of the initial flexural strength showed that the samples stored in silicone oil had a significantly higher initial flexural strength than the samples of the reference group stored in water without final firing and with final firing. On the other hand the comparison of the E-modules between the two groups of water and silicone oil showed no significant difference. The subsequent fractographic analysis of the sample material showed a direct correlation between structural homogeneity and break resistance. Moreover, the comparison of the samples of a fracture due to fatigue with those of an initial fracture showed significant morphological differences with regard to its fracture behavior.

Key words: ceramics, E-modules, fatigue, flexural strength, staircase approach

Сейчас все большее внимание уделяется эстетическим реставрациям в полости рта. Для реставрации дефектов зубов в распоряжении стоматологов имеются разнообразнейшие системы с различной механической прочностью, качеством и стоимостью. Палитра продуктов простирается от металлов до композитов и керамики, к которым в равной мере предъявляются такие функциональные требования, как стабильность и долгий срок службы. В более крупных конструкциях, таких как коронки или мосты, в течение десятилетий золотым стандартом считалась металлокерамика, потому что эти конструкции благодаря металлическому каркасу могли гарантировать необходимую прочность и стабильность для функциональной нагрузки [2]. С точки зрения высокой биосовместимости и хороших эстетических свойств в последние годы все большее значение приобретают терапевтические услуги с применением

цельной керамики [1]. Тем более что благодаря такому материалу, как диоксид циркония, удалось изготовить высокопрочную керамику, показания для применения которой распространились и на боковую группу зубов [9].

Несмотря на эти преимущества, облицовка стабильных полупрозрачных стоматологических конструкций, особенно при цельнокерамической реставрации, до сих пор остается недостаточно решенной проблемой из-за хрупкости и низкой прочности, которые считаются отличительными свойствами этого материала [6]. В клинических условиях наблюдаются низкая пластичность и сколы керамических участков, которые становятся наиболее частыми причинами повреждения реставрации [3]. Такие пластинчатые разрушения или откалывание керамики часто встречаются уже в течение первых трех лет функционирования конструкции и большей

частью происходят внутри облицовки [12]. Поэтому одной из актуальных рекомендаций для цельнокерамической реставрации является обеспечение идеального соответствия облицовочной керамики и каркаса при выборе облицовочного материала [7]. Своей системой E.max, выпущенной на рынок в 2005 г., фирма «Ivoclar Vivadent» пытается следовать идее керамической системы с согласованными частями, посредством которой можно облицовывать реставрации, изготовленные при помощи технологии прессования или CAD/CAM-технологии [10].

Целью представленной работы явилось исследование механических свойств и возможных механизмов разрушения облицовочной керамики нового типа IPS E.max Ceram.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Исследования проводили на 116 прямоугольных образцах облицовочной керамики IPS E.max Ceram (Ivoclar Vivadent, Schaar, Liechtenstein). Для достижения идентичного размера всех испытываемых образцов была сконструирована специальная пресс-форма, состоящая из трех разъемных частей, позволяющая изготавливать керамические пластинки с конечными размерами 21,0×3,0×27,0 мм (рис. 1, а). После этого пластинки переносили на подставку (рис. 1, б) и обжигали (рис. 1, в).

После шлифовки и полировки поверхности, изготовленные керамические пластинки подвергали микрогидроабразивной резке водяной струей высокого давления для получения прямоугольных палочек размером 25,0×2,0×2,0 мм с допуском 0,1 мм, согласно предписаниям ISO 4049 для пломбировочных материалов и материалов для фиксации [5]. На краях палочек шлифовальной бумагой снимали фаску под углом 45°. Это было необходимо, чтобы избежать максимальной нагрузки на остроконечных кромках. Очистку образцов проводили вручную спиртом и изопропанолом, а затем в ультразвуковой ванне. Определяли механические показатели, такие как статическая прочность, модуль Вейбулла, предел усталостной прочности при изгибе в четырех точках и модуль упругости при изгибе в трех точках. Все измерения были выполнены на универсальной испытательной машине ZW 2.5/TN1S (Германия; рис. 2).

Для исследования механических свойств керамики подготовили 6 групп образцов (табл. 1). Образцы II, III, V и VI групп помещали в пластиковые трубки с дистиллированной водой и выдерживали в термостате при температуре 37°C в горизонтальном положении в течение 14 дней.

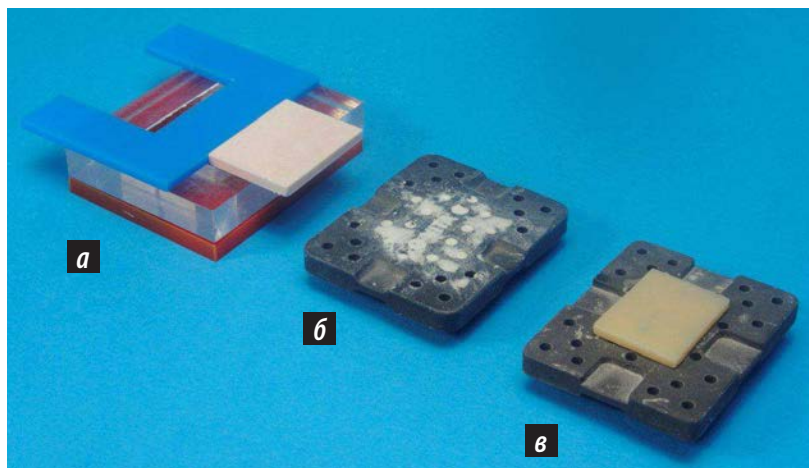


Рис. 1. Составная полая матрица для изготовления керамических пластинок (а), подставка для обжига (б), керамическая пластинка после обжига (в)



Рис. 2. Универсальная машина для испытания материалов ZW 2.5/TN1S. Увеличенное изображение показывает керамическую палочку между опорами и прижимными штампами для определения прочности при изгибе в 4 точках

Образцы I и IV группы в течение 3 часов обезвоживали в сушильном шкафу при температуре 140°C, а затем укладывали в разогретое до 37°C силиконовое масло. Затем их всех вместе хранили под силиконовым маслом в чашке Петри в течение 14 дней.

Образцы III группы служили в качестве контроля и перед помещением в дистиллированную воду подвергались повторному обжигу в керамической печи,

Таблица 1. Распределение 116 испытываемых образцов на группы в зависимости от способа разрушения

Группа	Количество образцов	Исследуемый параметр		
		Прочность при изгибе	Модуль упругости	Усталость
I	30	Силиконовое масло	—	—
II	30	Вода	—	—
III	16	Глянцевый обжиг	—	—
IV	5	—	Силиконовое масло, тоекратно	—
V	5	—	Вода, тоекратно	—
VI	30	—	—	Ступенчатый метод

так называемому гляцевому обжигу. Снятие фаски у образцов этой группы не проводили.

Качество поверхности исследуемых образцов проверяли световым микроскопом SV11 (Zeiss, Германия). Механизм разрушения керамического материала исследовали растровым электронным микроскопом Leitz ISI SR 50 (Akashi Seisakusho, Япония).

При анализе данных методами математической статистики проверку нормальности распределения количественных признаков осуществляли по критерию Колмогорова — Смирнова с поправкой Лилиефорца. Влияние способа выдержки образцов на статическую прочность при изгибе исследовали, применяя однофакторный дисперсионный анализ с последующими множественными сравнениями (критерий Ньюмена — Кейлса). Результаты измерения модуля упругости сравнивали при помощи критерия Стьюдента для независимых выборок. Различия принимались статистически значимыми при $p < 0,05$.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты исследования статической прочности на изгиб и модуля упругости образцов из облицовочной керамики E.max Ceram представлены в табл. 2. Полученные показатели прочности не достигают значения в 90 МПа, заявленного фирмой-производителем. Наиболее высокая прочность на изгиб отмечалась у образцов,

выдержанных в силиконовом масле, — 79,7 МПа. Прочность образцов керамики, выдержанных в дистиллированной воде, на 14% ниже и практически не отличается от показателей в группе с гляцевым обжигом.

Полученные значения модуля упругости свидетельствуют о высокой хрупкости материала. Не выявлено статистически значимых различий у показателей образцов керамики, выдержанных в воде и силиконовом масле.

Анализ прочности с помощью распределения Вейбулла позволяет оценить однородность керамического материала [13]. Прочность при изгибе уменьшается при увеличении количества дефектов структуры, имеющих в ее объемных или поверхностных элементах. Чем меньше разброс показателей прочности, тем больше модуль Вейбулла. Наибольшую однородность структуры выявили образцы керамики после гляцевого обжига.

Для моделирования жевательных нагрузок в полости рта образцы подвергали 10 000 синусоидальным циклам напряжения с частотой 0,5 Гц (один раз в 2 секунды). В противоположность предыдущим исследованиям, образцы во время испытания находились в теплой воде при температуре 37°C. Определение циклической усталости испытуемых палочек проводилось «ступенчатым» методом [4]. Предел усталостной прочности при испытании на изгиб (FFL) облицовочной керамики E.max Ceram не превышал 52% от показателя, полученного под действием однократно

приложенной нагрузки (рис. 3). Среднее значение FFL составило $35,80 \pm 2,65$ МПа.

Качество поверхности является решающим для прочности керамических конструкций. Микроскопическое исследование поверхности разрушенных образцов позволило выявить характерные аномалии микроструктуры керамического материала. На рис. 4 представлена поверхность излома керамики из группы образцов, выдержанных в силиконовом масле, с наиболее высокой (109,26 МПа) прочностью на изгиб. Отчетливо видимый дефект (рис. 4, б) может быть идентифицирован как источник разрушения. Одним из основных признаков подобных исходных точек излома является наличие так называемого зеркала излома в непосредственной близости от участка неоднородности, которое представляет собой гладкую зону вокруг исходной точки и ограничено микрочернистой шероховатостью в виде кромки [9]. За ней следует зона раздваивания трещины с радиальными ступенями,

Таблица 2. Механические свойства облицовочной керамики E.max Ceram при различных способах первичной обработки

Показатель	Первичная обработка		
	Силиконовое масло 1	Вода 2	Гляцевый обжиг 3
Прочность при изгибе, МПа	$79,70 \pm 13,08$ $p_{1-2}=0,001$	$68,8 \pm 10,3$ $p_{2-3}=0,8$	$67,9 \pm 7,81$ $p_{1-3}=0,002$
Модуль упругости, МПа	$68319,2 \pm 3041,5$ $p_{1-2}=0,56$	$66996,7 \pm 3832,1$	
Модуль Вейбулла, М [95% ДИ]*	7,02 [5,27–9,03]	7,69 [5,77–9,89]	9,39 [6,12–12,99]

* М — среднее арифметическое; ДИ — доверительный интервал.

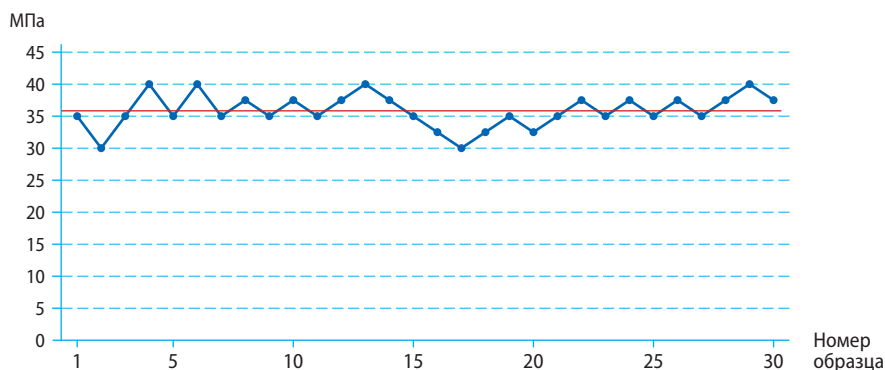


Рис. 3. Предел усталостной прочности облицовочной керамики E.max Ceram под действием циклической нагрузки (10 000 циклов)

которая раздвигает излом дальше (рис. 4, *a*). Зеркала излома всегда расположены на участке с наибольшим напряжением, так как начало трещины определяется только позицией максимального напряжения в образце. Изображение такой поверхности с типичными характеристиками спонтанного хрупкого излома под растровым электронным микроскопом является репрезентативным для механизма разрушения под действием однократно приложенной нагрузки и в других группах.

Присутствие подобных неоднородностей, пор или дефектов коррелирует с прочностью материала. На рис. 5 представлена поверхность излома образца из группы керамики с глянцевым обжигом, выдержавшего усилие только 54,69 МПа.

Отмечается типичный раковиннообразный взрыв, характерный для излома под действием однократной нагрузки (рис. 5, *e*). Кроме этого, имеются и другие структуры, которые могут быть связаны с низкой прочностью: область с большим количеством мелких неоднородностей — пористость (рис. 5, *b*). Вокруг пористости находится полая гладкая зона с дефектом (рис. 5, *d*). Кроме этого, видна пора — округлая структура с острым отростком, который идет от края в прилегающую периферическую зону (рис. 5, *c*). Подобные дефекты и являются источниками трещин.

Механизмы разрушения при усталостной нагрузке принципиально отличаются от механизмов разрушения при однократно приложенной нагрузке. Фрактографический анализ показывает совсем гладкую поверхность, характерную для усталостного излома (рис. 6, *a*). На краевом участке образца наблюдается множество округлых воздушных включений и соответствующее разрастание трещины (рис. 6, *b*).

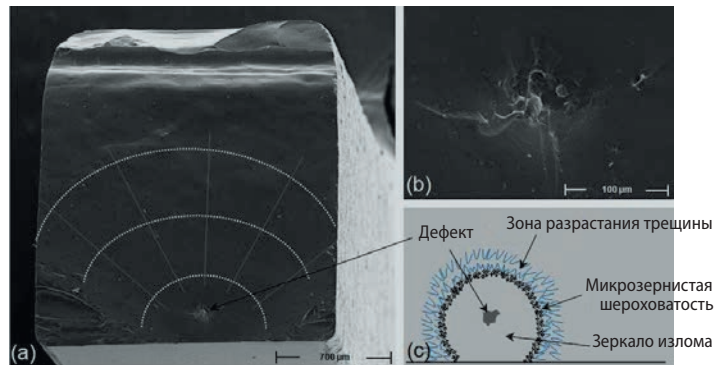


Рис. 4. Поверхность разрушенного образца из I группы (силиконовое масло) под растровым электронным микроскопом: (а) — обзорный снимок, черная стрелка указывает на дефектный участок, расположенный в центре, вокруг которого видны характерные зоны (белые пунктирные линии); (б) — увеличенное изображение дефекта; (с) — схематическое изображение характера разрушения с исходной точкой (дефект) и зеркальной зоной, расположенными по центру

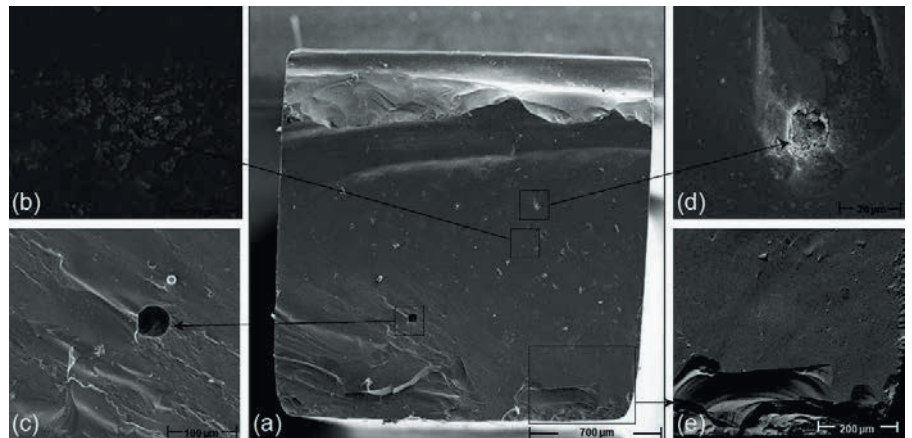


Рис. 5. Снимки поверхности разрушенного образца из III группы (глянцевый обжиг) при незначительной нагрузке излома под растровым электронным микроскопом: (а) — обзорный снимок, структурные области выделены черными прямоугольниками; (б) — область со множеством мелких воздушных включений; (с) — округлая неоднородность с острым отростком; (д) — дефект в керамической структуре; (е) — раковиннообразный взрыв в краевой зоне образца

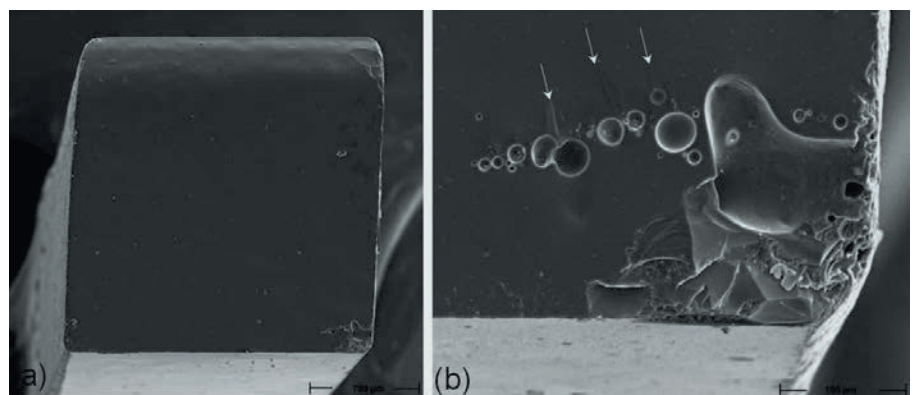


Рис. 6. Усталостный излом поверхности образца из III группы (глянцевый обжиг): (а) — обзорный снимок; (б) — увеличенное изображение краевого участка с воздушными включениями (белые стрелки)

ВЫВОДЫ

На основе анализа поверхности изломов можно сделать выводы о механизмах развития разрушения, что способствует оптимизации свойств материала, снижению потенциала скалывания керамики. Предварительное выдерживание

в силиконовом масле минимизирует воздействие влаги на прочность испытуемых образцов. В работе Tinschert J. и соавт. [11] показано, что прежде всего во влажной

среде повышается склонность к докритическому разрастанию трещины. Заключительный гляцевый обжиг обеспечивает однородную и гладкую поверхность облицовки. Однако статистически значимых различий в показателях прочности на изгиб с образцами, выдержанными в воде, выявлено не было.

Следует отметить, что для сравнения механических свойств облицовочной керамики с композитами, исследования, проведенные в рамках настоящей работы, проводились не в соответствии со стандартами для керамики, а в соответствии с действующим стандартом для стоматологических композитов ISO 4049.

Прочность при изгибе образцов керамики IPS E.max Ceram значительно ниже определяемых в идентичных условиях значений прочности стоматологических композитов, таких как Opallis или Flowline [8].

Ни в одной группе не была достигнута прочность при изгибе 100 МПа, соответствующая минимальным требованиям к композитам для реставрации окклюзионной поверхности зуба. Снижение прочности при разовой или усталостной нагрузке является ограничивающим фактором для долговременной стабильности функционирования конструкций в полости рта. Современные высококачественные композиты в этом отношении, по крайней мере, равноценны непрямым реставрациям, выполненным из керамического материала.

Поэтому показания к применению керамики из-за ее хрупкости, обусловленной свойствами материала, остаются ограниченными облицовкой механически стабильного каркаса. Возможной точкой приложения сил могло бы быть объединение положительных свойств композитов со свойствами керамики.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Дьяконенко Е.Е. Ортопедическое лечение безметалловой керамикой как альтернативный способ восстановления зубов. — *Новое в стоматологии*. — 2000; 1 (9): 3—14.
2. Anusavice K. Standardizing failure, success and survival decisions in clinical studies of ceramic and metal-ceramic fixed dental prostheses. — *Dent Mater*. — 2012; 28: 102—11.
3. Apel E., Deubener J., Bernard A., Holand M., Muller R., Kappert H., Rheinberger V., Holand W. Phenomena and mechanisms of crack propagation in glass-ceramics. — *J Mech Behav Biomed Mater*. — 2008; 1: 313—25.
4. Draughn R. Compressive fatigue limits of composite restorative materials. — *J Dent Res*. — 1979; 58: 1093—6.
5. EN ISO 4049. Dentistry-polymer-based filling, restorative and luting materials, 1st ed. — International Standard; 2000.
6. Kim B., Zhang Y., Pines M., Thompson V.P. Fracture of porcelain-veneered structures in fatigue. — *J Dent Res*. — 2007; 86: 142—6.
7. Lohbauer U. Zirkonoxid braucht Kenntnisse. — *Dtsch Zahnärztl*. — 2012; 121: 166—70.
8. Lohbauer U., Frankenberger R., Krämer N., Petschelt A. Strength and fatigue performance versus filler fraction of different types of direct dental restoratives. — *J Biomed Mater*. — 2006; 76: 114—20.
9. Øilo M., Gjerdet N.R. Qualitative and quantitative fracture analyses of high-strength ceramics. — *Eur J Oral Sci*. — 2009; 117: 187—93.
10. Stolz K., Kuhn T., Honnef B. CAD/CAM в восстановительной стоматологии. Полная санация цельнокерамическими реставрациями из оксида циркония. — *Новое в стоматологии*. — 2008; 2: 32—42.
11. Tinschert J., Natt G., Mohrbotter N., Spiekermann H., Schulze K.A. Lifetime of alumina and zirconia ceramics used for crown and bridge restorations. — *J Biomed Mat*. — 2007; 80: 317—21.
12. Vult von Steyern P., Carlson P., Nilner K. All-ceramic fixed partial dentures designed according to the DC-Zirkon technique. A 2-year clinical study. — *J Oral Rehabil*. — 2005; 32 (3): 180—7.
13. Weibull W. A statistical distribution function of wide applicability. — *J Appl Mech*. — 1951; 293—8.