

Mateusz WIRWICKI, Tomasz TOPOLIŃSKI

OCENA TRWAŁOŚCI I WYTRZYMAŁOŚCI POŁĄCZENIA ZĄB – DWUTLENEK CYRKONU

Streszczenie: Lekarz stomatolog podczas wykonywania zabiegów musi rozwiązywać problemy funkcjonalne i estetyczne. Pojawiają się również przeszkody związane z oceną wytrzymałości i trwałości połączeń klejonych w jamie ustnej pacjenta. W pracy opisana została technologia wykonania próbek z dwutlenku cyrkonu, metody badawcze oraz stanowisko do badań. Przedstawiono wyniki badań dla statycznego i zmęczeniowego trzypunktowego zginania. Przedmiotem przedstawionych badań jest określenie trwałości i wytrzymałości połączenia klejonego zęb – dwutlenek cyrkonu.

Słowa kluczowe: dwutlenek cyrkonu, badania wytrzymałościowe, połączenia klejowe

1. GENEZA

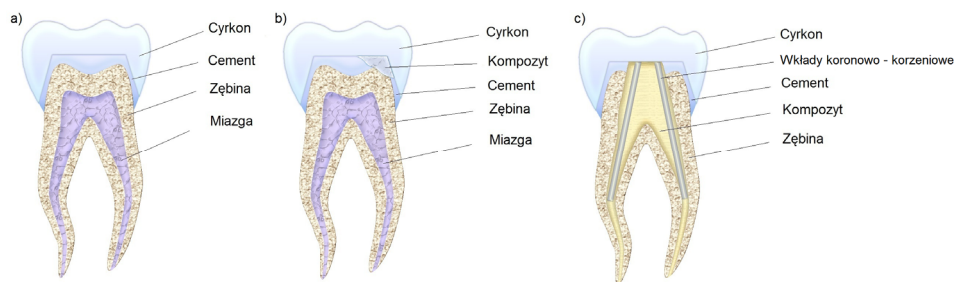
Dzięki najnowszym materiałom pacjent ma poczucie, że ząb wypełniany zachowuje się jak ząb naturalny. Istnieją możliwości odbudowy zęba na korzeniu, gdzie nie ma możliwości doklejenia korony. Pojawiła się również możliwość osadzenia implantu na kości żuchwowej. Każdy z zabiegów wyżej opisanych ma swoje problemy w zakresie odbudowy funkcjonalnej i estetycznej. Są również niejednoznaczności związane z oceną wytrzymałości i trwałości powyższych zabiegów, w tym także w odniesieniu do połączenia klejowego z koroną pełnoceramiczną. Problem ten dotyczy zatem również ukształtowania połączenia pomiędzy koroną a zębem przy braku kryteriów oceny cech konstrukcyjnych tego połączenia. Stąd zainteresowanie i aktualność tej problematyki.

Temat, jak i problem badawczy, został sformułowany przy udziale pracowników kliniki stomatologicznej DENmed z Torunia, która zajmuje się implantologią oraz wykorzystywaniem najnowocześniejszych rozwiązań dla stomatologii. Lekarze stomatolodzy mocują implanty, mosty oraz korony wykonane z jednego z materiałów, jakim jest dwutlenek cyrkonu. Materiał ten jest stosunkowo nowy na rynku – pierwsze mocowanie korony z dwutlenku cyrkonu przypada na lata 90. ubiegłego wieku. Wraz z lekarzami stomatologami z kliniki DENmed zauważono problem klejenia korony cyrkonowej do wcześniej przygotowanej podbudowy z zęba naturalnego.

Na rynku stomatologicznym można znaleźć różne rodzaje oraz różne generacje substancji klejowych tworzących połączenia między zębem a koroną cyrkonową. Wszystkie produkty, według producentów, wykazują wysoką wytrzymałość i trwałość uzyskiwanego połączenia. W rzeczywistości jednak, z uwagi na trudności w kształtowaniu geometrii połączenia, należy się spodziewać niższych własności mechanicznych niektórych z tych połączeń, a cena ich niekoniecznie odzwierciedla poziom tych własności. Wyniki przeprowadzonych badań mają ułatwić lekarzom stomatologom lepszy dobór materiałów – zestawu klej oraz korony zęba – dwutlenku cyrkonu. Mogą one także w znaczący sposób ograniczyć koszty przeprowadzonego zabiegu doklejania korony, a tym samym zwiększyć dostępność do nowych technologii w protetyce stomatologicznej. Wynikiem pracy będzie również, przy współpracy lekarzy stomatologów, opracowanie bardziej wydajnej technologii przygotowania powierzchni klejonych oraz bardziej świadomego prowadzenia procesu klejenia koron wykonanych z dwutlenku cyrkonu [7].

W pracach [2, 4, 6] przedstawiono badania wytrzymałości trypunktowego zginania ceramiki stomatologicznych. Analiza przeglądu literaturowego pozwala wnioskować, że badania ceramiki stomatologicznych prowadzone są w środowisku ciekłym i suchym. Bardzo duży wpływ na wytrzymałość ceramiki ma sposób obróbki próbek wykorzystywanych do badań monotonicznych i zmęczeniowych. W publikacjach przedstawiono badania kilku najczęściej wykorzystywanych ceramiki przez lekarzy stomatologów. Otrzymane wyniki badań poddane zostały analizie rozkładu Weibulla.

Dzięki współpracy z lekarzami stomatologami udało się wyróżnić trzy najbardziej prawdopodobne stany zębów w jamie ustnej, z jakimi lekarz stomatolog styka się podczas klejenia korony zębowej do podbudowy (rys 1.) – a) ząb z doklejoną koroną cyrkonową, b) ząb z wypełnieniem ubytków, c) ząb po leczeniu kanałowym.



Rys. 1. Schematyczne przedstawienie zęba w przekroju z: a) doklejoną koroną cyrkonową, b) z wypełnieniem ubytków, c) po leczeniu kanałowym

Fig. 1. Schematic shown of teeth: a) glued zirconium crown, b) filled voids, c) after root canal treatment

2. PODMIOT BADAŃ

Podmiotem badań jest trwałość i wytrzymałość połączenia klejonego między zębem naturalnym a koroną wykonaną z dwutlenku cyrkonu.

3. WSTĘPNE HIPOTEZY BADAWCZE

Elementami decydującymi o jakości zespolenia zęba z materiałami rekonstrukcyjnymi są: technologia połączenia klejowego, w tym własności i generacja kleju stomatologicznego, zestaw materiałów rekonstrukcyjnych i ukształtowanie połączenia.

Istnieje zespół cech konstrukcyjnych połączenia korona-zęb umożliwiający osiągnięcie wymaganej cechami użytkowymi wytrzymałości i trwałości tego połączenia w jamie ustnej.

4. CELE PRACY

Celem pracy jest opracowanie metodyki badań zmęczeniowych dla połączenia klejonego między zębem naturalnym, a koroną wykonaną z dwutlenku cyrkonu. Ponadto celami są:

- badanie dwutlenku cyrkonu firmy 3M ESPE o nazwie handlowej LAVA w postaci wykorzystywanej przez stomatologów,
- badanie zjawisk zachodzących w materiale podczas przenoszenia obciążeń roboczych, określenie charakterystyki zjawiska o nazwie „wzmocnieniem się materiału”,
- badania kleju firmy 3M ESPE o nazwie handlowej RelyX U200.

5. METODY BADAWCZE

Rozwiązanie wyżej wymienionego problemu badawczego wymaga realizacji badań eksperymentalnych, według zaproponowanej metodyki, w skład której wchodzi określenie:

- materiału próbki,
- wytrzymałości materiału,
- geometrii badanych próbek.

6. MATERIAŁ DO BADAŃ

Badanym materiałem jest Cyrkon Lava firmy 3M ESPE, z którego można wykonać:

- pojedyncze korony,
- 3 punktowe mosty,
- 4 punktowe mosty,
- łączniki implantów.

Zaletą tego materiału jest:

- wysoka wytrzymałość,
- doskonała i naturalna estetyka,
- biogodność,
- brak zawartości metali w swojej strukturze.

Poniżej przedstawiono tabelę, w której zostały umieszczone najczęściej wykorzystywane materiały ceramiczne w stomatologii. Warto zaznaczyć, że materiały znajdujące się w tabeli, poza dwutlenkiem cyrkonu, muszą być umieszczane – napawane na podbudowach metalowych, a dopiero tak przygotowane korony, mosty doklejane do podbudowy zęba naturalnego.

Tabela 1. Właściwości mechaniczne wybranych ceramiek dentystycznych w tym dwutlenku cyrkonu
Table 1. Mechanical properties of ceramic with zirconium dioxide

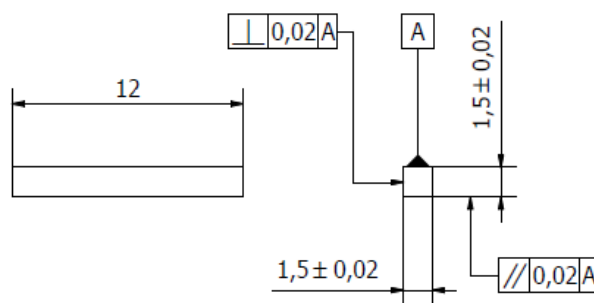
Ceramika	Wytrzymałość na zginanie [MPa]	Twardość Vickersa [GPa]	Gęstość [g·cm ⁻³]
Wzmocniona mika	71-107	3,72-4,46	2,56
Wzmocniona leucytem	109-154	6,57-6,67	2,50
Trójtlenek aluminium	601-687	15	2,47
Dwutlenek cyrkonu	840-1200	12,17-13,70	5,56-6,1

7. PRÓBKKI

Obróbka materiału, jakim jest dwutlenek cyrkonu jest bardzo złożona. W laboratoriach i centrach frezowania materiałów stomatologicznych znajdujących się przy większych placówkach i klinikach stomatologicznych odbywa się to etapami. Na samym początku od pacjenta pobiera się odcisk łuku zębowego górnego lub dolnego. Uzyskany odcisk za pomocą specjalnego skanera 3D skanuje się, następnie frezarka frezuje zeskanowany wcześniej odcisk. Sam proces frezowania odbywa się w bloczku cyrkonu, który jest wstępnie synteryzowany, czyli wstępnie utwardzony. Otrzymaną np. koronę należy utwardzić poprzez wypalenie jej w specjalnym piecu w temperaturze 1410°C przez 8 godzin. W tym momencie następuje skurcz technologiczny całej korony wynoszący około 20% objętości korony [8]. Materiał po wypaleniu jest śnieżno biały, ostatnim etapem jest dopasowanie kolorytu korony do kolorytu zębów naturalnych w jamie ustnej, czyli napawanie porcelany lub potocznie mówiąc nakładanie szkliva na sztuczną koronę.

Wykonanie próbek do badań było kluczowym elementem przeprowadzenia badań wytrzymałościowych dwutlenku cyrkonu. Dzięki współpracy z firmą Marrodent jednym z liderów zaopatrzenia na rynku stomatologicznym, udało się pozyskać materiał zwany Cyrkonem LAVA firmy 3M ESPE. Materiał był wstępnie synteryzowany – utwardzony w kształcie prostopadłościanu o wymiarach 18 mm × 26 mm × 60 mm. Została wypracowana technologia obróbki materiału, w której bloczek został docięty za pomocą piły tarczowej ISOMET 5000 na mniejsze plastry o grubości 1,8 mm. Tak przygotowane ele-

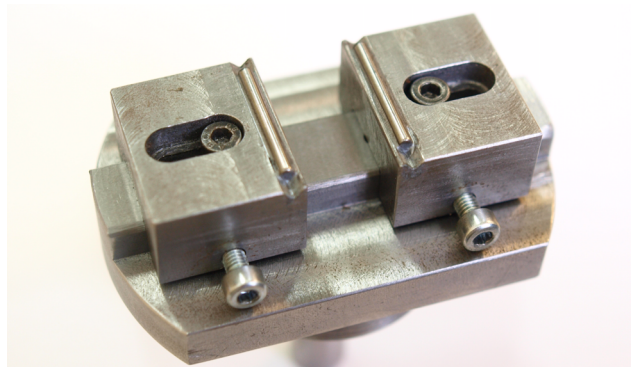
menty cięto dalej laserem Alfalas WS przy ustawieniach lasera niepozwalających przegrzać dwutlenku cyrkonu. Z takiego cięcia uzyskuje się około 8 próbek o wymiarach $1,8 \text{ mm} \times 1,8 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$. Próbki te zostają na końcu wypalone w certyfikowanym przez producenta laboratorium – dokonuje się w ten sposób pełna syntezyzacja. Po tym procesie uzyskuje się próbki do badań o wymiarach około $1,5 \text{ mm} \times 1,5 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ [10]. Geometrię, wymiary i ich odchylenia badanych próbek przedstawiono na rysunku 2.



Rys. 2. Geometria badanych próbek [10]
Fig. 2. Geometry of tested specimen

8. STANOWISKO BADAWCZE

Badania eksperymentalne przy obciążeniach monotonicznych, jak i zmęczeniowych przeprowadzono na serwohydraulicznej maszynie wytrzymałościowej INSTRON 8874 z wykorzystaniem siłomierza tensometrycznego o wartości maksymalnej 5 kN. Na potrzeby badań wykonano uchwyt do trzy- i czteropunktowego zginania, który przedstawiono na rysunku 3. Uchwyt pozwala badać próbki o długości w zakresie od 10 mm do 35 mm.



Rys. 3. Uchwyt do trzy- i czteropunktowego zginania
Fig. 3. Handle of three and four point bending

9. WYNIKI BADAŃ

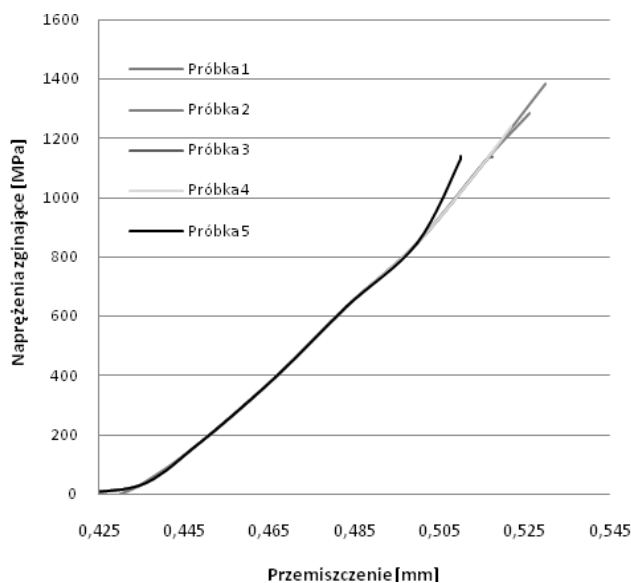
Statyczne trzypunktowe zginanie

Do badań przeprowadzonych zgodnie z normą PN-EN 843-1 zostały wybrane specjalnie wyselekcjonowane (sprawdzone pod mikroskopem stereoskopowym) próbki po to, aby wyeliminować wszystkie niedokładności spowodowane obróbką laserową, np. nieznaczne lokalne przepalenia, odłamania krawędzi próbek itp. Badane elementy zostały pomierzone w trzech miejscach pod względem szerokości i wysokości. Wyniki tych pomiarów, dla 5 próbek przewidzianych do monotonicznego zginania, w postaci średniej wartości wskaźnika wytrzymałości przekroju na zginanie (pomiar w trzech przekrojach) przedstawiono w kolumnie 2. tabeli 2. Wykresy zginania tych próbek przedstawiono na rysunku 4. W kolumnie 3. tabeli 2 zestawiono maksymalne obciążenia próbek w momencie ich pęknięcia, natomiast w kolumnie 4. odpowiadające im maksymalne naprężenia zginające.

Tabela 2. Przedstawienie wyników badań [10]

Table 2. Presentation of research results

Lp.	Wskaźnik wytrzymałości przekroju na zginanie [mm ³]	Wartość siły niszczącej [N]	Wartość naprężenia niszczącego [MPa]
1	0,4903	271	1381,5
2	0,5078	261	1284,9
3	0,4975	226	1135,4
4	0,4805	238	1238,1
5	0,4906	224	1141,3



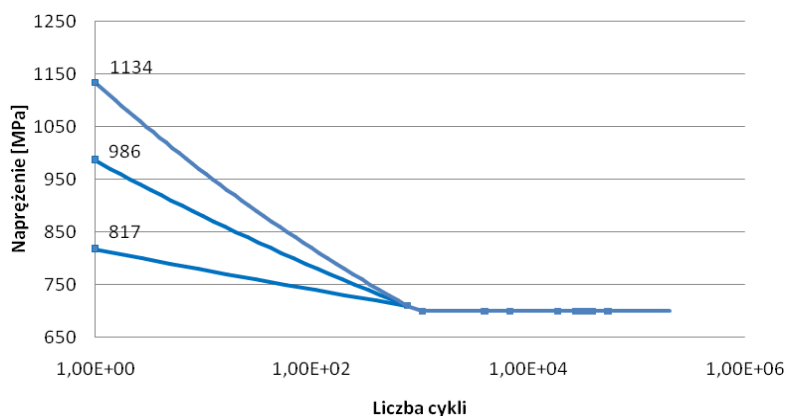
Rys. 4. Wykres naprężeń dla trzypunktowego zginania [10]

Fig. 4. Graph of stress for three point bending

Badanie zmęczeniowe dla trzypunktowego zginania

Badanie zmęczeniowe trzypunktowego zginania zostało wykonane, jak poprzednio, przy obciążeniu zadawanym zgodnie z normą PN-EN 843-1. Wykorzystano wcześniej wyselekcjonowane próbki. Przyjęto cykl sinusoidalny jednostronny ujemny o wartości współczynnika asymetrii cyklu $R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max} = 0,1$ i częstotliwości zmiany obciążenia wynoszącej 5 Hz. Przegląd literaturowy pozwolił założyć przedział 700-710 MPa jako wartość graniczną wytrzymałości na zginanie podczas badań zmęczeniowych [1, 3]. Do badań wykorzystano 30 próbek, które badano do całkowitego zniszczenia. Geometria próbek przedstawiona została wcześniej na rysunku 2.

Na rysunku 5 przedstawiono wykres zmęczeniowy uzyskany dla badanego dwutlenku cyrkonu. Na wykresie przyjęto jako jego wartości początkowe 1134 MPa, 986 MPa, 817 MPa, które odpowiadają maksymalnej, średniej oraz minimalnej wartości naprężeń niszczących otrzymanych z statycznych badań trzypunktowego zginania. Jest to zgodne z metodyką opracowania wykresu zmęczeniowego zaproponowanego w literaturze [5]. Na rysunku 4 przedstawiono trzy wykresy zmęczeniowe z wartościami początkowymi wziętymi z badań statycznych – minimalnym, średnim i maksymalnym naprężeniem niszczącym [9].



Rys. 5. Krzywa S-N dwutlenku cyrkonu [11]
Fig. 5. S-N curve zirconium dioxide

10. PODSUMOWANIE

Dwutlenek cyrkonu jest jednym z najbardziej obiecujących materiałów wykorzystywanych w protetyce dentystycznej. Spowodowane jest to kilkoma czynnikami: łatwą obróbką, wysoką biogodnością oraz, jak to wskazują badania statycznego trzypunktowego zginania, znaczną wartością naprężeń niszczących wynoszącą średnio 1236 MPa. Autorzy zaproponowali metodę obróbki materiału przed syntetyzacją, co umożliwiło otrzymanie próbek w stadium końcowym o relatywnie nieznacznym rozrzucie wymiarów. Warto podkreślić, że o rozrzucie tym decyduje także skurcz materiału przy syntetyzacji, który waha

się od 19%-23% [8], a w naszym przypadku średnio wynosił około 21%. W konsekwencji w przeprowadzonych badaniach wytrzymałościowych statycznych i zmęczeniowych dla trzypunktowego zginania uzyskano wyniki o relatywnie niewielkim rozrzucie. W ogólności trzeba uznać, że dwutlenek cyrkonu jest trudnym materiałem do badań. W tabeli 2 przedstawione zostały wybrane wyniki dla statycznej próby trzypunktowego zginania, z których analizy można stwierdzić, że materiał wykazuje bardzo dużą wytrzymałość wynoszącą średnio 1236 MPa. Kolejnym aspektem jest rozrzut wskaźnika wytrzymałości na zginanie. Spowodowany jest on skurczem materiału wynoszącym średnio 21%. Można zauważyć liniowość wykresu, co w przypadku tego kruchego materiału nie jest zaskakujące. Na wykresie zmęczeniowym (rys. 4) przedstawiono wyniki badań dla wartości naprężeń 700 i 710 MPa, dla których uzyskany zakres zmian trwałości to 7×10^2 do 2×10^5 cykli. Wyższe naprężenia dawały nieduże trwałości. Wykres ten uzupełniono o trzy wartości początkowe wzięte z badań statycznych: maksymalną, średnią i minimalną wytrzymałość dla $n = 1/4$ cyklu, aby w lepszy sposób zobrazować, w jakich przedziałach naprężeń materiał jest w stanie pracować [11].

LITERATURA

- [1] ATTIA A., ABDELAZIZ K.M., FREITAG S., KERN M.: Fracture load of composite resin and feldspathic all-ceramic CAD/CAM crowns. *J Prosthet Dent* 95(2), 2006, 117-123.
- [2] MARRELLI M., MALETTA C., INCHINGOLO F., ALFANO M., TATULLO M., 2013. Three-point bending tests of zirconia core/veneer ceramics for dental restorations. *Int. J. Dent.*, 2013, 831976.
- [3] POITEVIN A., de MUNCK J., CARDOSO M.V., MINE A., PEUMANS M., LAMBRECHTS P., van MEERBEEK B.: Dynamic versus static bond-strength testing of adhesive interfaces. *Dental Materials* 26, 2010, 1068-1076.
- [4] SCHERRER S.S., CATTANI-LORENTE M., VITTECOQ E., de MESTRAL F., a GRIGGS J., WISKOTT H.W.A.: Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30 μm silica-coated alumina particles. *Dent. Mater.* 27(2), 2011, 28-42.
- [5] STUDART A., FILSER F., KOCHER P., GAUCKLER J.: In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. *Biomaterials* 28, 2007, 2695-2705.
- [6] STUDART A.R., FILSER F., KOCHER P., GAUCKLER L.J.: Fatigue of zirconia under cyclic loading in water and its implications for the design of dental bridges. *Dent. Mater.* 23(1), 2007, 106-114.
- [7] WIRWICKI M., TOPOLIŃSKI T.: Methodology of fatigue tests for glued dental samples. *Journal of Polish CIMAC*, 6(3), 2011, 355-364.
- [8] WIRWICKI M., TOPOLIŃSKI T.: Preliminary testing of zirconium dioxide – a comparison of selected dental ceramic. 29th Danubia – Adria Symposium, Belgrad, Serbia 2012, 26-29.
- [9] WIRWICKI M., TOPOLIŃSKI T.: Zirconium dioxide as a biomaterial; the microstructure. *Journal of Polish Cimac, Selected problems of designing and operating technical systems*, Gdańsk 7(3), 2012, 369-372.
- [10] WIRWICKI M., TOPOLIŃSKI T.: Trzypunktowe zginanie dwutlenku cyrkonu. *Inżynieria i Aparatura Chemiczna* 2(52), 2013, 125-126.
- [11] WIRWICKI M., TOPOLIŃSKI T.: Determining the S-N fatigue Curve for lava zirconium dioxide. *Advanced Materials Research* 845, 2014, 153-157.

EVALUATION OF DURABILITY AND STRENGTH GLUED CONNECTION TOOTH – ZIRCONIUM DIOXIDE

Summary: Dentists need to deal with functional and aesthetic problems during dental procedures. Dentists also meet obstacles during the assessment of the strength and durability of bonded joints in the patient's mouth. The article presents material that is most commonly used in dental clinics. Technology of zirconia samples, test methods and test stand has been described in this article. The article shows results of studies for static and fatigue three-point bending. The subject of this study is determination of the durability and strength of the glued connection tooth-zirconium dioxide.

Key words: Zirconium Dioxide, strength test, adhesive joints