

Исследование методом акустической микроскопии упругих свойств керамических материалов после стандартного и скоростного обжига

Н.О. Гук, В.В. Савельев, И.Ю. Лебедеико, М.В. Ретинская

ФГАОУ ВО «Российский университет дружбы народов им. Патриса Лумумбы» Москва, Россия

РЕЗЮМЕ

Введение. Современные стоматологические материалы, такие как многослойный диоксид циркония (YSZ), дисиликат лития (IPS e.max), а также усовершенствованный дисиликат лития (CEREC Tessera), должны сочетать высокую прочность и эстетику. Для их всесторонней оценки традиционных разрушающих механических испытаний недостаточно. Более перспективным является неразрушающий контроль методом импульсной акустической микроскопии. Этот метод позволяет детально исследовать упругие свойства и микроструктуру керамики, в том числе после различных режимов спекания. **Материалы и методы.** Образцы в виде прямоугольных призм (14×4×2 мм) были изготовлены методом CAD/CAM-фрезерования. Многослойные диоксид-циркониевые заготовки ориентировали в диске для варьирования содержания оксида иттрия. После фрезерования их спекали в стандартном и скоростном режимах. Образцы из силикатной керамики обрабатывались только скоростным обжигом. Дополнительная обработка после спекания не проводилась. Оценка упругих характеристик выполнена на импульсном акустическом микроскопе SIAM 2017. По данным А-сканов измерялись скорости продольных и поперечных звуковых волн. На основе этих скоростей и плотности материала были рассчитаны модули упругости: сдвиговой (G), всестороннего сжатия (K), Юнга (E) и коэффициент Пуассона (μ). **Результаты и выводы.** Установлены характерные значения упругих констант для двух классов материалов: коэффициент Пуассона диоксида циркония (~0,33) статистически значимо выше, чем у стеклокерамики на основе дисиликата лития (0,24–0,25). Режим обжига оказывает систематическое влияние на структуру материала: скоростной обжиг приводит к снижению плотности (что связано с остаточной пористостью) и незначительному, но фиксируемому снижению модуля упругости. Полученные данные о различии упругих свойств материалов должны учитываться при клиническом выборе керамики и проектировании конструкций, особенно в зонах повышенной функциональной нагрузки, для обеспечения долговечности протезов.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: многослойный диоксид циркония, дисиликат лития с виргилитом, акустическая микроскопия, упругие свойства, скоростной обжиг.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Investigation of the elastic properties of ceramic materials after standard and speed firing using acoustic microscopy

N.O. Guk, V.V. Saveliev, I.Y. Lebedenko, M.V. Retinskaya

Peoples' Friendship University of Russia named after Patrice Lumumba, Moscow, Russia

SUMMARY

Introduction. Modern dental materials, such as multilayer zirconium dioxide (YSZ), lithium disilicate (IPS e.max), and advanced lithium disilicate (CEREC Tessera), must combine high strength and aesthetics. Traditional destructive mechanical tests are not sufficient for their comprehensive evaluation. Non-destructive testing using pulse acoustic microscopy is more promising. This method allows for detailed investigation of the elastic properties and microstructure of ceramics, including after various sintering modes. **Materials and methods.** Samples in the form of rectangular prisms (14×4×2 mm) were manufactured using CAD/CAM milling. Multilayer zirconium dioxide blanks were oriented in a disc to vary the yttrium oxide content. After milling, they were sintered in standard and high-speed modes. Silicate ceramic samples were treated only by high-speed firing. No additional processing was performed after sintering. The elastic characteristics were evaluated using a SIAM 2017 pulsed acoustic microscope. The velocities of longitudinal and transverse sound waves were measured using A-scans. Based on these velocities and the density of the material, the elastic moduli were calculated: shear (G), bulk compression (K), Young's (E) and Poisson's ratio (μ). **Results and conclusions.** Characteristic values of elastic constants were established for two classes of materials: the Poisson's ratio of zirconium dioxide (~0.33) is statistically significantly higher than that of lithium disilicate-based glass-ceramics (0.24–0.25). The firing mode has a systematic effect on the structure of the material: speed firing leads to a decrease in density (which is associated with residual porosity) and a slight but measurable decrease in the elastic modulus. The data obtained on the differences in the elastic properties of materials should be taken into account when selecting ceramics for clinical use and designing structures, especially in areas of increased functional load, to ensure the durability of prostheses.

KEYWORDS: multilayer zirconium dioxide, lithium disilicate with virgillite, acoustic microscopy, elastic properties, speed firing.

CONFLICT OF INTEREST. The authors declare that they have no conflicts of interest.

Введение

Современная стоматология предъявляет все более высокие требования к материалам, используемым для изготовления зубных протезов. Помимо эстетических качеств, важнейшую роль играет прочность конструкции, определяющая долговечность и надежность ортопедического

лечения. В последние годы активно внедряется в практику многослойный по составу диоксид циркония, стабилизированный оксидом иттрия (YSZ) [1]. Верхний слой формируется с более высокой прозрачностью (например, 4Y- и 5Y-PSZ), тогда как внутренний слой изготавливается из высокопрочного диоксида циркония (например,

3Y-TZP и 4Y-PSZ). Многослойность позволяет создавать ортопедические конструкции с оптимальным сочетанием прочности, износостойкости и цветопередачи. Данное преимущество в виде универсальности выгодно выделяет диоксид циркония на фоне хорошо изученного и давно применяемого дисиликата лития, который по мнению Villalobos-Tinoco J., является золотым стандартом среди керамических материалов [2]. Однако, на рынок был выпущен новый материал в виде CAD/CAM-блоков, известный как усовершенствованный дисиликат лития (CEREC Tessera, Dentsply Sirona, Шарлотт, Северная Каролина, США). Эта инновационная керамика включает в себя 90% кристаллов дисиликата лития (LDS) и 5% виргилита по объему. Материал CEREC Tessera основан на использовании двух ключевых кристаллов в своих заготовках: виргилита ($\text{Li}_{0,5}\text{Al}_{0,5}\text{Si}_{2,5}\text{O}_6$), представляющего собой силикат лития-алюминия, и дисиликата лития (LDS). Уникальный химический состав объединяет две взаимодополняющие кристаллические структуры в стекловидной матрице, включающей цирконий [3]. Производитель утверждает, что включение кристаллов виргилита улучшило физические и оптические свойства этого обновленного дисиликата лития. В рамках системы Cerac данный материал разработан с возможностью скоростного спекания при использовании новой индукционной печи SpeedFire.

Для оценки прочности традиционно используются механические испытания, такие как трехточечный изгиб и испытания на сжатие. Однако, эти методы не позволяют получить детальную информацию о структуре материала. В связи с этим, актуальным является применение неразрушающих методов контроля, позволяющих оценить упругие свойства и структуру керамических материалов без их разрушения, а также проанализировать изменение упругих свойств после ускоренного спекания, в частности у диоксида циркония. Ультразвуковая визуализация уже долгое время является признанным инструментом для анализа разнообразных материалов. В контексте современных технологий неразрушающего контроля, импульсная акустическая микроскопия выделяется как эффективный метод, особенно востребованный в исследованиях стоматологических керамических материалов [4, 5].

Материалы и методы

На рисунке 1 представлен дизайн лабораторного исследования.

Для проведения испытания в зуботехнической лаборатории TDM были получены образцы в виде прямоугольных призм размерами $14 \times 4 \times 2$ мм методом CAD/CAM-фрезерования. Материалы группы диоксида циркония являются многослойными по составу, поэтому STL-образцы ориентировали в диске таким образом, чтобы они содержали разное количество молей оксида иттрия в своем составе (рисунок 2).

После фрезерования диоксид циркониевую керамику «синтезировали» стандартным (длительным) режимом спекания в печи VICCE K8+ (Sinosteel, Китай) в соответствии с инструкцией производителей материалов, а также

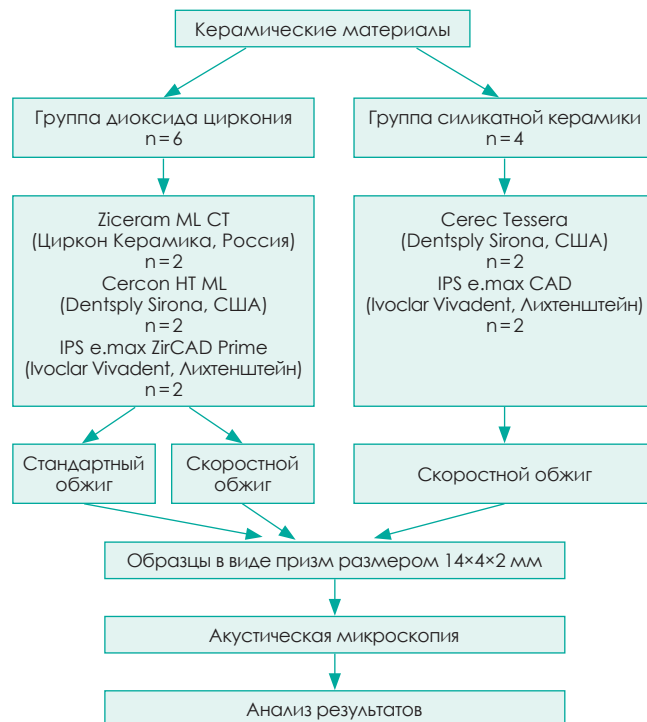


Рисунок 1. Схема дизайна исследования

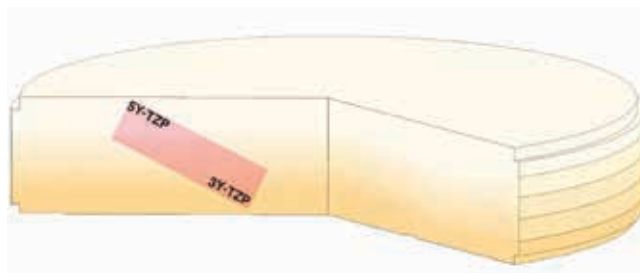


Рисунок 2. Схематичное изображение ориентации образцов в диске из многослойного диоксида циркония

скоростным режимом в печи SpeedFire. IPS e.max ZirCAD Prime спекали при скорости нагрева $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ до 900°C и последующем нагреве $3^\circ\text{C}/\text{мин}$. до 1500°C , затем выдержка в течение 2 часов, скорость охлаждения $10^\circ\text{C}/\text{мин}$. от 1500 до 900°C и $8^\circ\text{C}/\text{мин}$ от 900°C до комнатной температуры (в общей сложности более 9 ч). Cercon HT ML «синтезировали» при скорости нагрева $11^\circ\text{C}/\text{мин}$. до 1500°C , затем выдержка в течение 2 часов, скорость охлаждения $11^\circ\text{C}/\text{мин}$. от 1500°C до комнатной температуры (в общей сложности более 9 ч). Ziceram ML CT спекали при скорости нагрева $10^\circ\text{C}/\text{мин}$. до 1500°C , затем температура выдержки и время спекания 1500°C в течение 2 часов, скорость охлаждения $5^\circ\text{C}/\text{мин}$. от 1500°C до комнатной температуры (в общей сложности более 9 ч.). Эти же материалы синтезировали в скоростном режиме длительностью 34 минуты с максимальной температурой 1580°C .

Вторая группа «Силикатная керамика» обжигалась в печи SpeedFire по скоростному режиму. Если для IPS e.max CAD (LDS) потребовалось 38 минут, то для Cerac Tessera (ALDS) – 19 минут.

Образцы анализировали в том виде, в котором они были получены после спекания, т. е. дополнительная обработка после спекания не проводилась.

Размеры блоков проверяли с помощью цифрового штангенциркуля. Любой образец с нестандартными размерами исключали. Кроме того, исключали образцы с видимыми дефектами, трещинами или изломами на поверхности, определяемыми при визуальном осмотре и с помощью бинокулярных луп Carl Zeiss (Германия).

Оценка упругих характеристик керамических образцов была выполнена с применением импульсного акустического микроскопа SIAM 2017, разработанного в Институте биохимической физики Российской академии наук. Подробное описание строения микроскопа и принципы визуализации описаны в работах [6, 7]. Сканирование образцов проводилось акустической линзой на частоте 50 МГц с апертурой 11°, с шагом сканирования 45 мкм. Расчет упругих характеристик проводился на основе анализа А-сканов (эхограмм), по которым проводились измерения скоростей прохождения продольных и поперечных звуковых волн. Зондирующий ультразвуковой пучок генерирует в объеме твердого материала продольную и поперечную упругие волны, распространяющиеся от поверхности до дна образца и обратно. Измеряя временные задержки между эхосигналом, отраженным от поверхности образца, и эхосигналами, сформированными продольными и поперечными волнами при прохождении по толщине образца, определяются скорости распространения упругих волн в материале (рис. 3).

$$C_L = \frac{2d}{\tau_L}, \quad (1)$$

$$C_T = \frac{d}{\tau_{LT} - \frac{d}{C_L}}, \quad (2)$$

где τ_L и τ_{LT} время задержки между сигналом от поверхности и сигналом от дна образца при прохождении только продольных L (*longitudinal*) и при смешанном прохождении продольных L и поперечных T (*transverse*) волн, d – толщина образца. В совокупности с данными о плотности материала рассчитываются упругие модули – сдвиговый модуль G , модуль всестороннего сжатия K , модуль упругости E и коэффициент Пуассона μ .

$$G = C_T^2 \rho, \quad (3)$$

$$C_L = C_L^2 \rho - \frac{4}{3} C_T^2 \rho, \quad (4)$$

$$E = \frac{9KG}{3K + G}, \quad (5)$$

$$\mu = \frac{E}{2G} - 1, \quad (6)$$

где C_L и C_T скорости распространения продольных и поперечных звуковых волн в материале, ρ – плотность материала.

Для определения толщины образца при ультразвуковых исследованиях использовалась методика *time of flight*, позволяющая рассчитывать толщину образца в заданной точке по ультразвуковым данным, что минимизирует по-

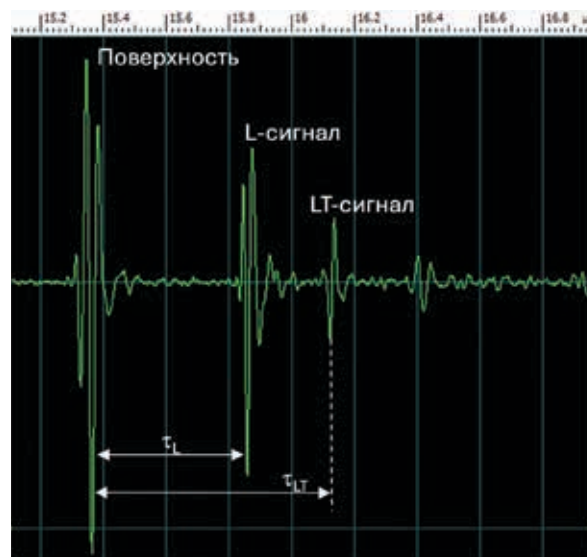


Рисунок 3. Пример расположения сигналов на эхограмме для расчета скоростей распространения продольных и поперечных (сдвиговых) волн в образце. L – сигнал от дна образца при прохождении продольных волн, LT – сигнал, отраженный от дна образца при смешанном прохождении продольных и поперечных волн

грешность при расчете упругих характеристик. Методика заключается в определении времени пролета ультразвуковых волн через толщу воды от края поверхности образца до поверхности подложки, на которой расположен образец. На рисунке 4 представлен В-скан со схемой расчета толщины образца. Из-за разницы в скоростях распространения ультразвуковых (УЗ) волн в воде и образце, одно и то же расстояние, равное толщине образца d , преодолевается УЗ волнами за разное время t . Поскольку скорость распространения УЗ волн в воде является известной величиной, то на ее основе рассчитывается толщина образца d , как половинное произведение скорости на время.

$$d = \frac{1}{2} C_b t. \quad (7)$$

Здесь множитель $\frac{1}{2}$ связан с тем, что прием сигналов происходит при отражении, следовательно волна пробегает двойное расстояние: от линзы до объекта и обратно.

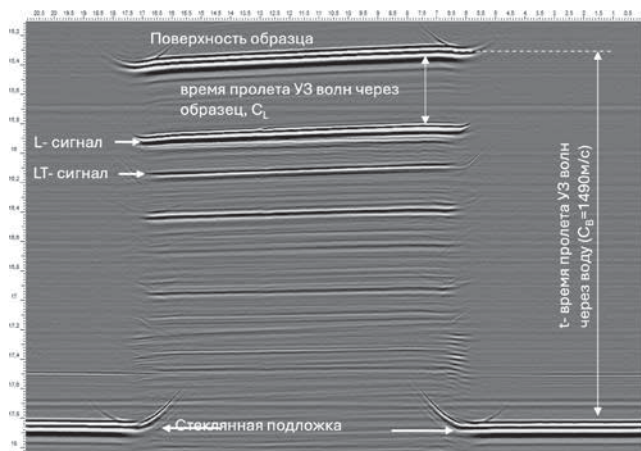


Рисунок 4. В-скан керамической пластинки на стеклянной подложке для расчета локальной толщины образца

Результаты и выводы

В таблице представлены результаты ультразвуковых измерений и рассчитанные на их основе модули упругости.

Таблица
Результаты определения плотности и упругих модулей в образцах

Образец	C_L	C_T	ρ	G	K	E	μ
	$\pm 0,03$ км/с	$\pm 0,01$ км/с	$\pm 0,005$ г/см ³	$\pm 0,5$ ГПа	$\pm 0,5$ ГПа	$\pm 0,5$ ГПа	
Стандартный обжиг							
Ziceram ML CT	7,27	3,65	6,07	80,9	213,3	215,4	0,33
Cercon HT ML	7,12	3,62	6,06	79,4	201,6	210,6	0,33
ZirCad Prime	7,30	3,70	6,07	83,1	212,9	220,6	0,33
Быстрый обжиг							
Ziceram ML CT	7,29	3,7	6,03	82,5	210,6	219,0	0,33
Cercon HT ML	7,28	3,66	6,02	80,6	211,8	214,6	0,33
ZirCad Prime	7,2	3,65	6,05	80,6	206,4	214,0	0,33
IPS e.max CAD	7,11	4,15	2,46	42,3	68,0	105,2	0,24
Cerec Tessera	6,94	4,03	2,63	42,7	69,8	106,4	0,25

В результате исследований выявлено, что коэффициент Пуассона для диоксида циркония находится в одном диапазоне 0,33, для стеклокерамики в диапазоне 0,24–0,25. Незначительные различия наблюдаются для модулей упругости, наибольшее значение модуля 220 ГПа выявлено для образца керамики ZirCad Prime при стандартном обжиге, минимальные значения $E \sim 214$ ГПа зафиксированы при быстром обжиге для марок керамики ZirCad Prime и Cercon HT ML. Стоит отметить, что для всех керамик при быстром обжиге значения плотности ниже. Это свидетельствует об остаточной пористости в объеме материалов.

Ненасева Е.А. и др. также проводили схожие испытания с использованием акустического микроскопа. В ходе анализа полученных данных выявлены схожие значения модуля Юнга (0,33) и коэффициента Пуассона (213,1 ± 0,05 ГПа) у диоксид циркониевой керамики [4]. В зарубежных исследованиях крайне мало данных об упругих свойствах многослойного диоксида циркония и усовершенствованного дисиликата лития. В научных работах Rami M. Galal et al., а также Kaur H. значения данных CEREC Tessera и ZirCad Prime статистически схожи с нашими исследованиями [8, 9].

Это подтверждает адекватность и надежность выбранной методики исследований. При этом, выявленные различия в упругих характеристиках диоксида циркония и дисиликата лития свидетельствуют о необходимости учета этих параметров при проектировании зубных протезов, особенно в случаях повышенных жевательных нагрузок. В перспективе целесообразно изучение влияния технологических параметров изготовления протезов на упругие свойства и долговечность данных керамических материалов с использованием акустической микроскопии.

Список литературы / References

1. Inokoshi M., Liu, H., Yoshihara K., Yamamoto M., Tonprasong W., Benino Y., Minakuchi S., Vleugels J., Van Meerbeek B., & Zhang, F. (2023). Layer characteristics in strength-gradient multilayered yttria-stabilized zirconia. *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*, 39(4), 430–441. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2023.03.015>.
2. Villalobos-Tinoco J., Floriani F., Rojas-Rueda S., Mekled S., Conner C., Colvert S., & Jurado C.A. (2025). Enhancing Smile Aesthetics and Function with Lithium Disilicate Veneers: A Brief Review and Case Study. *Clinics and practice*, 15(3), 66. <https://doi.org/10.3390/clinpract15030066>.
3. Demirel M., Diken Türksayar A.A. & Donmez M.B. (2023). Translucency, color stability, and biaxial flexural strength of advanced lithium disilicate ceramic after coffee thermocycling. *Journal of esthetic and restorative dentistry: official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry ... [et al.]*, 35(2), 390–396. <https://doi.org/10.1111/jerd.12960>.
4. Ненасева Е.А., Морокков Е.С. (2023). Анализ прочности образцов многослойного диоксида циркония для зубопротезирования с помощью акустической микроскопии. *Национальная ассоциация ученых*, (86-2), 14–18. Nenasheva, E.A. & Morokov, E.S. (2023). Analysis of the strength of multilayer zirconium dioxide samples for dental prosthetics using acoustic microscopy. *National Association of Scientists*, (86-2), 14–18.
5. Goryainova K.E., Morokov E.S., Retinskaja M.V., Rusanov F.S., Apresyan S.V., Lebedenko I.Yu. The Micromorphological Research of the Internal Structure of Chairside CAD/CAM Materials by the Method of Scanning Impulse Acoustic Microscopy (SIAM). *Open Dentistry Journal*, 2018, 12, 125–132. <https://doi.org/10.2174/1874210601812010125>.
6. Morokov N., Yabbarov N., Sedush A., Bogachenkov A., Malykhin V., Demina P., Azarkevich E., Nikolskaya M., Chirkina M., Sokol. Observation of discrepancy between the degradation of polymer scaffolds in vitro and in vivo according to high-resolution ultrasound technique. *European Polymer Journal*, 2023, 195, 112248 <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2023.112248>.
7. Morokov E., Titov S., Levin V. In situ high-resolution ultrasonic visualization of damage evolution in the volume of quasi-isotropic CFRP laminates under tension. *Composites Part B* 247 (2022) 110360. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.110360>.
8. Galal R.M., Elhofieby M.M., Hamza G.E. & Aldimiery Y. (2024). Assessment of different materials used for fabrication of fixed free fixed dental prostheses. Finite element analysis. *Research Square (Research Square)*. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-3972485/v1>.
9. Kaur H. (2025). *The Mechanical behaviour of crowns fabricated from Multi-layered Zirconia for mandibular molars in bruxers using Finite Element Analysis (FEA)*. In University of Manitoba, A Thesis Submitted to the Faculty of Graduate Studies of the University of Manitoba in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of MASTER OF DENTISTRY (PROSTHODONTICS) [Thesis].

Статья поступила / Received 30.11.2025

Получена после рецензирования / Revised 30.11.2025

Принята в печать / Accepted 02.12.2025

Информация об авторах

Гук Никита Октавианович – аспирант кафедры ортопедической стоматологии

E-mail: dr.guknikita@yandex.ru. eLibrary SPIN: 8837-7909.

ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0001-9502-2397>

Лебедеко Игорь Юльевич – д.м.н., профессор, заведующий кафедрой

ортопедической стоматологии

E-mail: lebedenkoi@mail.ru. eLibrary SPIN: 3863-2409.

ORCID ID <https://orcid.org/0000-0002-4050-484X>

Савельев Василий Владимирович – к.м.н., кафедры ортопедической стоматологии

E-mail.ru: bazilsav@gmail.com. ORCID ID <https://orcid.org/0000-0003-0437-1290>

Ретинская Марина Владимировна – к.м.н., доцент кафедры ортопедической

стоматологии

E-mail.ru: mvretinskaya@mail.ru. ORCID ID <https://orcid.org/0000-0003-4048-4057>

ФГАОУ ВО «Российский университет дружбы народов им. Патриса Лумумбы»
Москва, Россия

Контактная информация:

Гук Никита Октавианович. E-mail: dr.guknikita@yandex.ru

Для цитирования: Гук Н.О., Савельев В.В., Лебедеко И.Ю., Ретинская М.В. Исследование методом акустической микроскопии упругих свойств керамических материалов после стандартного и скоростного обжига. *Медицинский алфавит*. 2025;(30):177–180. <https://doi.org/10.33667/2078-5631-2025-30-177-180>

Author information

Guk Nikita Octavianovich – postgraduate student of the Department of Orthopedic

Dentistry

E-mail: dr.guknikita@yandex.ru. eLibrary SPIN: 8837-7909.

ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0001-9502-2397>

Lebedenko Igor Yulevich – MD, Professor, Head of the Department of Orthopedic Dentistry

E-mail: lebedenkoi@mail.ru. eLibrary SPIN: 3863-2409.

ORCID ID <https://orcid.org/0000-0002-4050-484X>

Saveliev Vasily Vladimirovich – Candidate of Medical Sciences of the Department of

Orthopedic Dentistry

E-mail.ru: bazilsav@gmail.com. ORCID ID <https://orcid.org/0000-0003-0437-1290>

Retinskaya Marina Vladimirovna – Candidate of Medical Sciences, Associate Professor

of the Department of Orthopedic Dentistry

E-mail.ru: mvretinskaya@mail.ru. ORCID ID <https://orcid.org/0000-0003-4048-4057>

Peoples' Friendship University of Russia named after Patrice Lumumba, Moscow, Russia

Contact information

Guk Nikita Octavianovich. E-mail: dr.guknikita@yandex.ru

For citation: Guk N.O., Saveliev V.V., Lebedenko I.Y., Retinskaya M.V. Investigation of the elastic properties of ceramic materials after standard and speed firing using acoustic microscopy. *Medical alphabet*. 2025;(30):177–180. <https://doi.org/10.33667/2078-5631-2025-30-177-180>

